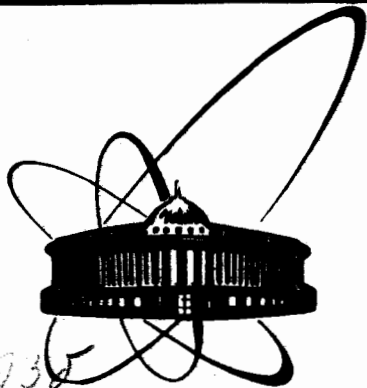


87-708 .



ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА

03938

7279/87

8-87-708

И.В.Величков, В.И.Дацков

УНИВЕРСАЛЬНОЕ УСТРОЙСТВО
ДЛЯ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ
В ГЕЛИЕВОМ ДЬЮАРЕ

Направлено в журнал "Приборы и техника
эксперимента"

1987

ВВЕДЕНИЕ

В последнее время появилась необходимость теплофизических исследований большого количества материалов, необходимых для строительства криогенных физических установок ОИЯИ.

Существующие низкотемпературные исследования в основном одиночных образцов проводятся обычно в специализированных стационарных криостатах^{/1/}. Необходимые в этом случае процедуры заливки и удаления жидкого гелия требуют большого времени и значительного количества гелия.

С целью повышения оперативности и экономичности проведения теплофизических измерений нами разработано, испытано и проверено устройство на основе вакуумной вставки, погружаемой в гелиевый дьюар с широкой горловиной. На основе этой вставки уже работает методика экспрессного измерения теплопроводности и измерены теплопроводности некоторых материалов в интервале температур 5÷13 К.

1. КОНСТРУКЦИЯ И ТЕХНОЛОГИЯ СБОРКИ ВАКУУМНОЙ ВСТАВКИ

Вставка состоит из вертикальной цилиндрической вакуумной камеры диаметром 39 мм, из верхнего фланца которой выведена трубка из нержавеющей стали диаметром 12 мм, которая уплотняется в скользящем тефлоновом уплотнении латунной пробки, а та в свою очередь также уплотняется на горловине гелиевого дьюара. На верхнем конце вставки размещены электроды, термпарная манометрическая лампа и вакуумный вентиль линии откачки.

Обычно низкотемпературные разборные вакуумные соединения осуществляются при помощи пайки мягкими припоями или с использованием прокладок из индия. Нами применено притертое коническое уплотнение с образующим углом $40^{\circ}/2^{\circ}$, но, в отличие от^{/2/}, в качестве материала взята не латунь, а нержавеющая сталь. Как известно, для латуни характерно наличие пор в материале, кроме того, она довольно мягка и может быть легко поцарапана и повреждена в процессе эксплуатации соединения. Нержавеющая сталь, однако, склонна к задиранью, поэтому притирку мы проводили осторожно, вручную, при помощи смачиваемого водой 40-мкм шлифовального порошка.

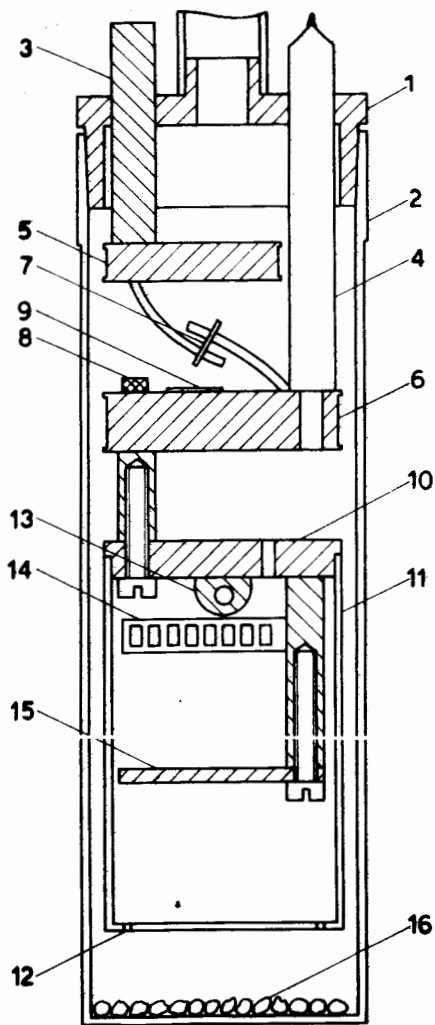


Рис.1. Конструктивная схема вакуумной камеры вставки: 1 - фланец из нержавеющей стали, 2 - стакан из нержавеющей стали, 3 - медный холодопровод, 4 - тонкостенная трубка из нержавеющей стали, 5 - медный диск с температурой жидкого гелия, 6 - медный диск с регулируемой температурой, 7 - регулируемая тепловая связь /медная проволочка/, 8 - датчик температуры терморегулятора /резистор типа ТВО/, 9 - нагреватель терморегулятора /тензодатчик/, 10 - медная крышка изотермической камеры, 11 - медный стакан изотермической камеры, 12 - отверстия для вакуумирования изотермической камеры, 13 - медный чехол датчика температуры ТСУ-1, 14 - медная пластина с приклеенными без электрического контакта кусочками медной фольги, 15 - медный диск - подложка, 16 - силикагель.

Перед сборкой притерные поверхности промываются растворителем и покрываются очень тонким слоем вакуумной смазки. Потом они соединяются путем легкого прижатия. Разборка соединения производится раскачиванием стакана.

Преимущества этого соединения очевидны: значительно ускорена процедура сборки-разборки, исключена необходимость нагревания вставки /и образца/, максимально используется площадь фланца /что важно в нашем случае, поскольку вставка входит в ограниченную по диаметру горловину дьюара/. Такое соединение в 100 экспериментах показало высокую надежность /т.е. отсутствие вакуумной течи/. Схема вакуумной камеры вставки показана на рис.1.

К фланцу 1 вставки припаяны медный холодопровод 3 и поддерживающая тонкостенная трубка из нержавеющей стали 4. Медный

диск 5 служит экраном для теплового излучения, проходящего по центральной трубке вставки. Медный диск 6 охлаждается через подобранную тепловую связь 7. Его температура устанавливается и поддерживается при помощи пропорционально-интегрального терморегулятора с датчиком температуры 8 /угольный резистор типа ТВО³/ и нагревателем 9 из тензодатчика. К диску 6 подвешена при помощи медного винта крышка 10 изотермической камеры. К крышке тремя винтами прикрепляется медный стакан 11, откачка которого осуществляется через отверстия 12 на его дне. В изотермической камере размещены: чехол 13 для резистивного термометра ТСУ-1⁴, медная пластина 14 с приклеенными в ней без электрического контакта кусочками медной фольги и медный диск 15. Все медные детали никелированы и места прижима между ними покрыты тонким слоем индия. На дно камеры вставки помещено несколько гранул силикагеля 16.

Электрические провода, которые на рис.1 не показаны, скручены парами и выполнены из медного провода в лаковой изоляции диаметром 0,1 мм⁵. Токвые и потенциальные пары проводов пропущены отдельно⁶ через две трубочки из нержавеющей стали, проходящие через центральную трубку вставки. В рабочем объеме камеры вставки пары проводов приклеены безиндуктивно к медным дискам 5 и 6 низкотемпературным лаком GE7031, токвые и потенциальные - к различным участкам. Провода входят через отверстие в изотермический объем и их концы припаяны сплавом Вуда к медным фольгам пластины 14, потенциальные - с одной стороны, токвые - с другой. На верхней части вставки провода, "сделав" по три витка на ферритовых кольцах, выходят на герметический разъем. Токвая пара проводов для нагревателя терморегулятора выполнена из медной проволоки диаметром 0,25 мм в шелковой изоляции и пропущена прямо через центральную трубку.

2. РАБОТА С КРИОСТАТОМ

После обработки притертого уплотнения вставка откачивается форвакуумным насосом. В течение 30 мин дно стакана прогревается светом 40-ваттной лампы накаливания для обезгаживания силикагеля, после чего откачка продолжается еще час. Затем вакуумный вентиль вставки закрывается, она отсоединяется от вакуумной системы и погружается в жидкий азот для предварительного охлаждения. Примерно за 4 ч медный стакан охлаждается до 80 К /это время зависит от величины тепловой связи 7/. Вакуум в камере вставки все время улучшается благодаря постепенному охлаждению силикагеля. После охлаждения в жидком азоте вставка помещается в дьюар с жидким гелием и медленно

в него погружается. Примерно за 30 мин медная камера охлаждается до гелиевой температуры. Более быстрое охлаждение от комнатных до гелиевых температур возможно, но нецелесообразно, поскольку все клеенные соединения будут подвержены разрушающим термомеханическим нагрузкам.

После охлаждения до гелиевой температуры, при помощи терморегулятора можно устанавливать требуемую температуру медной камеры. Разработанный нами терморегулятор при 5 К поддерживает температуру с точностью $\pm 0,1$ мК. При более высоких температурах точность уменьшается по мере уменьшения чувствительности температурного датчика.

В дальнейшем намечено сделать два усовершенствования: первое - на место поддерживающей трубки установить тепловой ключ^{7/7} тех же размеров, второе - для достижения температур вплоть до 1,5 К вмонтировать дополнительную камеру с откачкой паров гелия, поступающего из дьюара через гидравлическое сопротивление^{8/8}.

3. МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЯ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ. РЕЗУЛЬТАТЫ

На основе описанной выше вставки была определена методика экспрессного измерения теплопроводности при гелиевых температурах. Принципиальная схема методики представлена на рис.2. На медной подложке 1 /15 на рис.1/ на капилляре из нержавеющей стали установлена медная пластина 2 с клееным нагревателем из тензодатчика. К медной пластине припаяны медный провод 4 и один спай дифференциальной термопары 6 /Au+0,03 ат %Fe-Cu^{9/9}/. Другой спай приклеен к подложке. Четыре провода

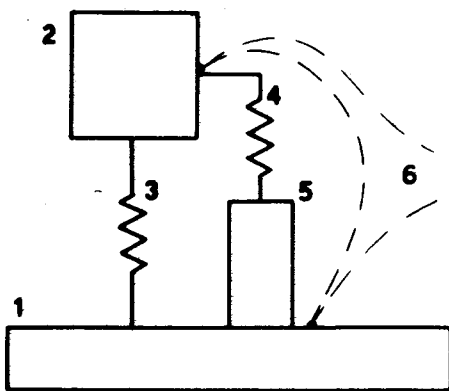


Рис.2. Принципиальная схема методики измерения теплопроводности: 1 - медная подложка, 2 - медная пластина с клееным нагревателем из тензодатчика, 3 - тепловая связь пластины 2 с подложкой /поддерживающий капилляр, провода нагревателя, провода термопары/ теплопроводностью L_0 , 4 - медный провод теплопроводностью L_w , 5 - образец теплопроводностью L_s , 6 - дифференциальная термопара Au-0,03 ат %Fe/Cu.

для нагревателя, капилляр и термопара образуют тепловую связь 3 с теплопроводностью L_0 /в нашем случае - порядка 0,2 мВт/К при 10 К/. Медный провод 4 теплопроводностью L_w /порядка 2 мВт/К при 10 К/ может припаиваться как к подложке, так и к образцу 5 при помощи сплава Вуда. Сам образец припаивается к подложке также сплавом Вуда.

Методика измерения теплопроводности следующая. Сначала медный провод 4 отпаяется и свободно висит над подложкой. Устанавливается некоторая температура подложки при помощи терморегулятора, затем через нагреватель пропускается ток, и пластинка 2 нагревается на 50-100 мК выше температуры подложки. Изменяя температурную разность ΔT и мощность P_0 , выделяемую нагревателем, можно определить $L_0 = P_0/\Delta T$. Это повторяется во всех интересующих нас точках температурного диапазона. Затем провод 4 припаивается к подложке и таким же образом в тех же самых температурных точках измеряется теплопроводность $(L_0 + L_w)$. Зная L_0 , определяем L_w . После этого между проволокой 4 и подложкой 1 припаивается образец 5 правильной формы с заранее известными размерами. Получая на этот раз общую теплопроводность L_Σ , мы определяем теплопроводность образца

$$L_s^{-1} = (L_\Sigma - L_0)^{-1} - L_w^{-1}.$$

Зная L_s , поперечную площадь s и длину l образца, определяем теплопроводность $\lambda_s = L_s \cdot l \cdot s^{-1}$.

Описанная методика обладает следующими преимуществами:

1. Поскольку она дифференциальная, теплопроводности L_0 и L_w учитываются точно.
2. Один раз заделанная термопара больше не трогается при различных измерениях и тем самым не подвергается опасности обрыва и неправильной заделки.

3. Припаивание образца к подложке и проводу 4 может быть сделано довольно быстро, что обуславливает хорошую оперативность методики.

Методика страдает и некоторыми недостатками:

- а/ при одном измерении невозможно точно учесть теплопроводность контактов между подложкой, образцом и медным проводом;
- б/ сложность крепления образцов, которые нельзя паять.

Образцы изготовлены так: образцам из стали придавалась правильная геометрическая форма /обычно параллелепипед/, после чего к двум торцам припаивались индием теплораспределительные медные пластины, которые затем на сплаве Вуда припаивались в камеру вставки. Эпоксидный клей заливался между двумя параллельными медными пластинами, и после полимеризации смолы вырезался образец правильной геометрической формы. Образцы

из силикатного клея отливались в форме цилиндриков, после за-
твердения которых тем же клеем к торцам прикреплялись медные
пластины.

Проверяя методику, мы сначала удостоверились в том, что
при подборе теплопроводности образцов, примерно равной тепло-
проводности медного провода 4 /рис.2/ и при пайке их вышеука-
занным способом, теплопроводность контактов в интервале 5÷13 К
можно не учитывать. При изменении длины образца из электротех-
нической стали, в пределах точности измерений не обнаружена
разница в полученных величинах удельной теплопроводности.

Калибровка методики измерений теплопроводности производи-
лась с помощью измерения удельной теплопроводности аттестован-
ного образца стали марки 12Х18Н10Т, полученного из ВНИИФТРИ^{10/}.
Полученные нами результаты совпали с данными^{10/} с точностью
2%. Этой методикой в интервале 5÷13 К измерена удельная тепло-
проводность следующих материалов: нержавеющей стали марки
12Х18Н10Т, /рис.3/, электротехнической стали марки Э-310 /рис.4/,
эпоксидного клея марки ЭД-80 /рис.5/ и силикатного клея с на-

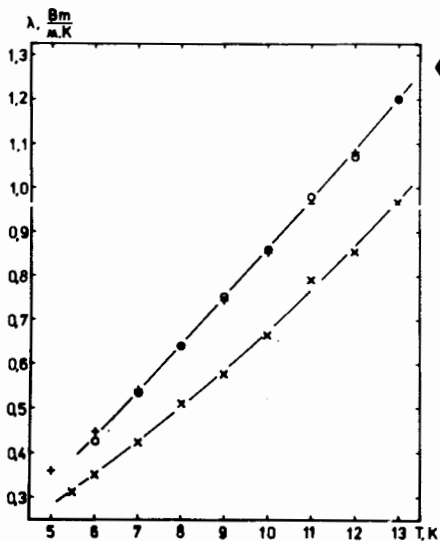


Рис.3. Удельная теплопроводность нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т: о - образец ВНИИФТРИ, х - образец из обычного стального листа, ● - данные из^{10/} для образца из ВНИИФТРИ.

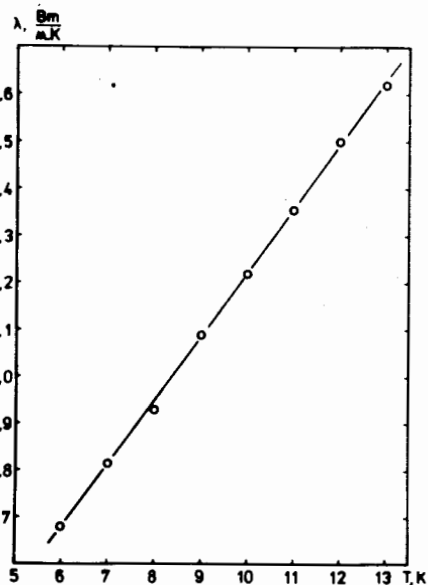


Рис.4. Удельная теплопроводность электрической стали марки Э-310.

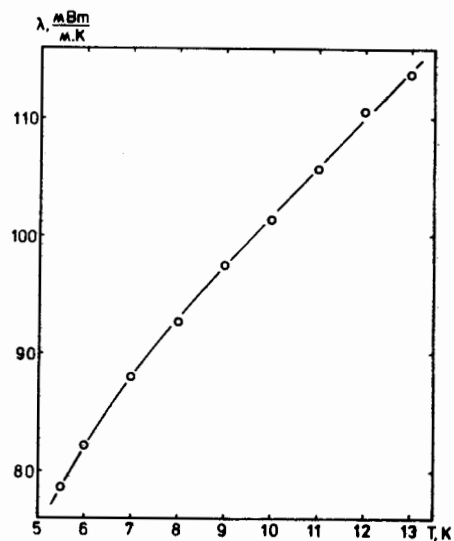


Рис.5. Удельная теплопроводность эпоксидного клея ЭД-80.

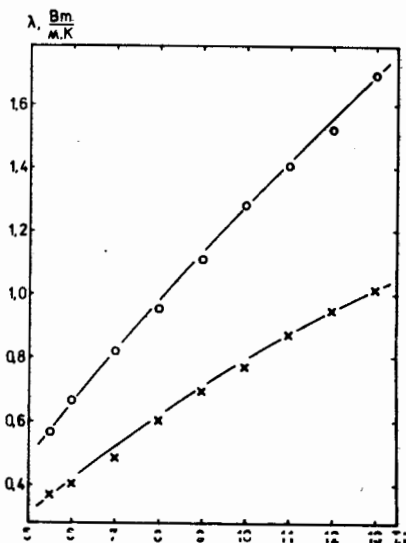


Рис.6. Удельная теплопроводность силикатного конторского клея с наполнителями: х - 50% силикатного клея, 50% кварцевой муки, о - 25% силикатного клея, 25% кварцевой муки, 50% медной пудры /проценты взяты по объему/.

полнителями /рис.6/. Интересно отметить существенную разность удельной теплопроводности стали одной марки 12Х18Н10Т, но взятую из ВНИИФТРИ и из листа со склада нашего института /рис.3/. Интерес представляют данные по хорошей теплопроводности силикатного клея с наполнителями.

4. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Абсолютная погрешность измерений оказалась ниже ожидаемой и оценивается в 2%. В случаях сложности пайки образцов можно изготовить медные зажимы и использовать метод двух пластин. Созданная вакуумная вставка в гелиевый дьюар оказалась очень надежной и удобной в работе, что позволило в короткие сроки создать методику экспрессного измерения теплопроводности различных материалов.

Авторы выражают благодарность Ю.А.Шишову и М.Мертигу за помощь в работе и ценные обсуждения ряда вопросов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Низкотемпературная калориметрия. Изд. "Мир", М., 1971.
2. Швол Р.Е. и др. ПНИ, № 8, 1975, с.120.
3. Дацков В.И. Препринт ОИЯИ, 8-83-717, Дубна, 1983.
4. Ворфоломеев С.Ф. и др. ПТЭ, № 1, 1977, с.262.
5. Compton J.P. Metrologik v.6, No.3 (Aug.1970), p.69.
6. Rusby R.L. et al. - J.Phys.E.: Sci.Instrum., v.5 (1972), p.1102.
7. Торр Ж.П., Шанен Г. ПНИ, № 2 /1984/, с.72.
8. Де Лонг Л.Е. и др. ПНИ, № 1 /1971/, с.147.
9. Mertig M., Muller H. Preprint 05-14-82 Technische Universitat, Dresden.
10. Куреленок К.В. и др. Измерительная техника, № 11, 1985, с.3.

Рукопись поступила в издательский отдел
24 сентября 1987 года.

Величков И.В., Дацков В.И.
Универсальное устройство для теплофизических
измерений в гелиевом дьюаре

8-37-708

Описана конструкция устройства и представлены результаты экспериментальных измерений. Устройство для теплофизических измерений выполнено в виде вставки диаметром 39 мм, погружаемой в гелиевый дьюар с широкой горловиной. Вставка снабжена быстроразборным низкотемпературным вакуумным уплотнением, выполненным в виде притертого конического соединения деталей из нержавеющей стали. На основе этой вставки создана экспрессная методика измерения теплопроводности материалов. В интервале температур 5 ± 13 К измерены удельные теплопроводности нержавеющей стали марки 12X18H10T, электротехнической стали марки Э-310, эпоксидного клея марки ЭД-80, силикатного клея с наполнителями. Абсолютная погрешность методики измерения теплопроводности оценивается в 2%.

Работа выполнена в Лаборатории высоких энергий ОИЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1987

Перевод О.С.Виноградовой

Velichkov I.V., Datskov V.I.
Universal Device for Thermophysical Experiments
in A Helium Storage Dewar

8-87-708

The construction of a device for thermophysical experiments and measurement of the thermal conductivity are described. The cryostat is 39 mm in diameter, designed as an insert for a helium storage dewar. The insert is equipped with quick-disassembling low-temperature vacuum seal, constructed as a lapped taper surface connection of a stainless steel parts. An express method for measuring the thermal conductivity using this insert is described. In the temperature interval from 5 K to 13 K the thermal conductivities of the stainless steel 12x18H10T, of electrical steel E-310, the epoxy adhesive ED-80, silicate glue with fillers are measured 2% absolute error for the method is estimated.

The investigation has been performed at the Laboratory of High Energies, JINR.

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1987