

СЗУ, 1М

В-191

С/111-72

СООБЩЕНИЯ
ОБЪЕДИНЕННОГО
ИНСТИТУТА
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ

Дубна

716/2-72

P13 - 6103

6103



ЛАБОРАТОРИЯ НЕЙТРОННОЙ ФИЗИКИ

Э.В. Васильева, Б.И. Воронов, А.М. Говоров

КРИОСТАТ ДЛЯ Ge(Li) ДЕТЕКТОРА
С МОБИЛЬНОЙ ВАКУУМНОЙ ОТСЕЧКОЙ
СОРБЕНТА

1971

У Д А К

Э.В. Васильева, Б.И. Воронов, А.М. Говоров

**КРИСТАТ ДЛЯ Ge(Li) ДЕТЕКТОРА
С МОБИЛЬНОЙ ВАКУУМНОЙ ОТСЕЧКОЙ
СОРБЕНТА**

Объединенный институт
ядерных исследований
БИБЛИОТЕКА

и минимизируется и минимизируется способность детектора к самоочищению. В результате этого в герметизированных капсулах, содержащих кристаллы германиево-литиевых детекторов, в процессе хранения происходит накопление пыли, которая оседает на поверхности кристаллов, что приводит к ухудшению их характеристик. Для предотвращения этого необходимо использовать специальные методы упаковки, обеспечивающие высокую разрешающую способность детекторов и позволяющие поддерживать их в оптимальном состоянии в течение длительного времени.

1. Введение

Необходимость длительного хранения и получения высокой разрешающей способности германиево-литиевых детекторов потребовала создания для них упаковок, обеспечивающих низкую температуру и особую чистоту рабочих поверхностей детектора. В этой связи желательно использование безмасляной откачки и получение вакуума в упаковке детектора не хуже 10^{-6} тор, т.к. в противном случае не удается уменьшить обратный ток детектора ниже $10^{-9} + 10^{-10}$ ампер.

В качестве упаковок детектора обычно применяются либо охлаждаемые герметизированные капсулы /1-4/, либо вакуумные криостаты /5-14/. В настоящее время наиболее распространены криостаты /5-8/ и на криостаты с сорбентом /9-14/, который, находясь при температуре жидкого азота, поддерживает необходимый вакуум в течение некоторого времени.

По методу откачки упомянутые криостаты можно подразделить на криостаты с постоянно подсоединенным (обычно ионным) насосом /5-8/ и на криостаты с сорбентом /9-14/, который, находясь при температуре жидкого азота, поддерживает необходимый вакуум в течение некоторого времени.

По конструкции криостаты могут быть подразделены на выполняющие одновременно и функции сосуда Дьюара /8-10/ и погружаемые в специальный или стандартный сосуд Дьюара с хладагентом /11-14/.

Среди всех этих устройств наиболее простыми в изготовлении и удобными в эксплуатации являются криостаты с хладопроводом и сорбентом, погружаемые в стандартный сосуд Дьюара с жидким азотом. Эти криостаты в отличие от криостатов большого объема сравнительно быстро охлаждаются до температуры хладоагента и при необходимости повторного выравнивания детектора быстро отогреваются до комнатной температуры. Однако, как правило, они имеют рабочий вакуум не лучше $5 \cdot 10^{-6}$ тор, который поддерживается в необходимых пределах несколько месяцев. Обычно не реже, чем через полгода, детектор приходится отогревать, вынимать из криостата, потерявшего вакуум, и переставлять в другой криостат, что связано с риском ухудшения параметров детектора.

При некотором внимании к уменьшению течей, подбору материалов с малым газовыделением, выбору способа размещения сорбентной смеси и оптимальных количественных соотношений между разными адсорбентами сравнительно легко можно увеличить время поддержания рабочих условий в криостате до 1,5 + 2 лет почти без улучшения исходного вакуума. Вакуумом же в немалой степени определяется чистота поверхностей детектора, а следовательно, и обратный ток, уровень шумов, разрешение и длительность сохранения всех параметров детектора.

Основной причиной, мешающей улучшению начального рабочего вакуума в сорбентно-хладопроводном криостате, является напускание воздуха (в лучшем случае - сухого азота) в сорбент на время установки детектора в криостат. При этом тщательно откачанный с подогревом сорбент "отравляется", и высоковакуумная безмасляная откачка в течение часа при комнатной температуре уже не восстанавливает его поглотительную способность. Уменьшение общей поглотительной способности в этом случае обычно невелико - всего несколько процентов, но этого достаточно для того, чтобы предельный вакуум не поднимался

существенно выше $5 \cdot 10^{-6}$ тор, хотя применяемые ныне адсорбенты позволяют получать сверхвысокий вакуум, превосходящий 10^{-9} тор /15/. Положение осложняется, если детектор нуждается в доводке, и криостат вскрывается несколько раз.

Сокращение времени установки детектора в криостат, а, следовательно, и времени контакта сорбента с воздухом, несколько улучшает вакуум, но не вносит резких изменений, т.к. воздух наиболее эффективно поглощается адсорбентами в первые секунды после вскрытия криостата. Значительное увеличение времени последующей откачки при комнатной температуре слабо улучшает предельно достижимый вакуум, но зато ведет к ухудшению параметров детектора за счет преципитации лития в германии. Ускорение десорбции поглотителя путем прогрева при откачке ведет к загрязнению ненагретой поверхности детектора парами органических соединений и воды.

В этой связи представляются перспективными попытки сохранить сорбционную способность поглотителя, полученную в результате длительной вакуумной откачки с нагревом.

Ранее /16/ сообщалось о конструкции и некоторых параметрах детекторного криостата с затвором и с прямым хладопроводом.

В настоящей работе описываются один из вариантов криостата с затвором, применяемым для мобильной вакуумной отсечки сорбента от детекторной камеры на время установки детектора, и результаты экспериментальной проверки возможностей, возникающих благодаря введению этой отсечки.

2. Конструкция криостата

На рис. 1 показан вариант такого криостата для случая горизонтального расположения детектора. Горизонтальный и вертикальный варианты криостата в сущности отличаются друг от друга лишь конфигурацией и ориентацией хладопроводов.

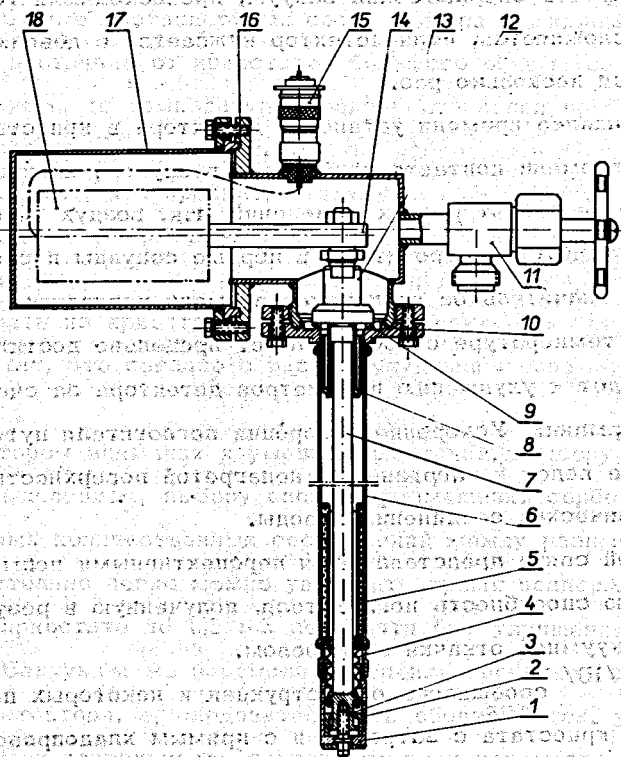


Рис. 1. Схематический разрез криостата с вакуумной отсекой сорбента для горизонтального расположения $Ge(Li)$ детектора. 1 - опорный стакан с отверстиями; 2 - ограничитель перемещения хладопровода с детектором; 3 - приводной винт отсекающего устройства; 4 - сильфон; 5 - сетчатая оправка с сорбентом; 6 - тонкостенная трубка из нержавеющей стали; 7 - медный хладопровод; 8 - центрирующий тепловой мост; 9 - уплотнительное кольцо; 10 и 16 - индиевая проволока; 11 - вентиль; 12 - запирающий элемент хладопровода; 13 - корпус детекторной камеры; 14 - горизонтальная часть хладопровода; 15 - согласованный высоковольтный ввод; 17 - тонкостенный алюминиевый стакан; 18 - блок детектора.

рацией корпуса детекторной камеры, геометрией верхней части хладопровода и устройством ограничения перемещения хладопровода. Остальные узлы и элементы конструкции практически одинаковы. В обеих разновидностях криостата применялась рекомендованная в /15/ смесь трех адсорбентов: СКТ-2М, цеолита NaX и палладированного силикагеля СШ-45П. В каждый криостат засыпалось около 4 + 5 граммов сорбентной смеси, располагавшейся тонким слоем между сетчатой оправкой (5) и тонкостенной трубкой из нержавеющей стали (6).

Вакуумная отсечка сорбента от детекторной камеры (перед установкой детектора) в обоих случаях осуществлялась с помощью продольного перемещения хладопровода (7). Верхняя часть хладопровода (12) выполняла функцию запирающего элемента, прижимающегося к уплотнительному кольцу (9) или отходящего от него за счет вращения приводного винта (3). Подвижный хладопровод вакуумно соединялся с корпусом криостата с помощью сильфона (4).

Постоянные вакуумные соединения деталей камеры выполнялись, как правило, с помощью аргонодуговой сварки. В некоторых случаях применялась пайка серебряным припоем. Разнимающиеся соединения уплотнялись с помощью индиевых, медных, алюминиевых и фторопластовых прокладок. В вентиле (11) использовались непосредственное уплотнение полированного стального конуса по кромке корпуса из вязкой латуни.

Для уменьшения теплопередачи за счет теплового излучения и для улучшения вакуумной гигиены поверхности алюминиевого колпака (17), детекторной камеры (13) и трубки (6) полировались и тщательно отмывались органическими растворителями. Болванки хладопровода (7,12,14) перед механической обработкой прогревались до красного каления для улучшения теплопроводности. После изготовления хладопровод протравливался в азотной кислоте и отмывался подщелоченной водой и органическими растворителями.

Конструкция отсекающего устройства рассчитана на осуществление многократной отсечки сорбента при необходимости повторного травления детектора и его переупаковки. В обеих разновидностях криостата предусмотрено ограничение продольного и поперечного перемещения хладопровода, которое позволяло восстанавливать рабочее положение детектора с точностью $0,2 \pm 0,3$ мм.

3. Экспериментальная проверка параметров криостата и обсуждение результатов

Криостаты с вертикальным и горизонтальным расположением детектора мало отличаются по своим параметрам. Наиболее существенное отличие наблюдается в перепаде температур между нижним и детекторным концами хладопровода. В горизонтальном варианте этот перепад на $2,5^{\circ}\text{K}$ больше за счет увеличения длины хладопровода. В принципе перепад температур может быть легко уменьшен за счет увеличения сечения хладопровода, если горловина сосуда Дьюара позволяет это сделать.

Каждый криостат предварительно откачивался с подогревом до высокого вакуума и проверялся на натекание, которое уже после 20 часов откачки обычно составляло $(1,2 \pm 4,5) \cdot 10^{-5}$ см³/час. Затем в криостат засыпалась сорбентная смесь и после ее тренировки с помощью откачки до $(5 \pm 10) \cdot 10^{-4}$ тор при температуре $260 \pm 280^{\circ}\text{C}$. криостат опускался в стандартный алюминиевый сосуд Дьюара с жидким азотом. В процессе охлаждения в криостате измерялись изменение вакуума во времени, а также скорость спада температуры на детекторном конце хладопровода (с помощью хромель-алюминиевой термопары). Динамическое тепловое равновесие в криостате достигалось практически через 2 часа (рис. 2). Предельный вакуум устанавливался примерно через трое суток и составлял обычно $(1,6 \pm 3,0) \cdot 10^{-7}$ тор. Равновесный перепад темпера-

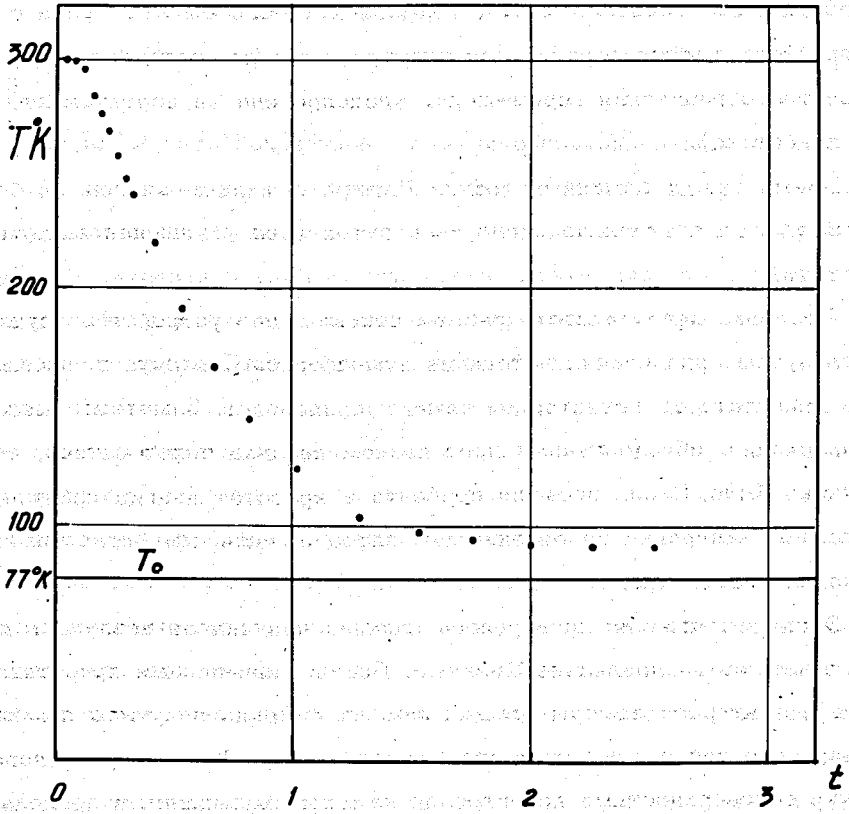


Рис. 2. Изменение температуры детекторного конца хладопровода в зависимости от времени (в часах) после опускания криостата в жидкий азот.

тур между хладоагентом и детекторным концом хладопровода для вертикального варианта криостата составлял $(8,5 \pm 2)^\circ \text{K}$ (в работе ^{/16/} перепад температур на хладопроводе был дан без учета теплоподвода через термопару). Из этого перепада температур 3° обуславливались наличием центрирующего теплового моста, толщина которого была выбрана ≈ 1 мм для простоты изготовления и для получения необходимой жесткости в устройстве ограничения перемещения хладопровода (в вертикальном варианте криостата).

Время между заменами сосуда Дьюара с жидким азотом на более полный обычно составляло около пяти суток (без ухудшения вакуума в криостате).

Проверка эффективности работы отсекающего устройства осуществлялась путем определения натекания атмосферного воздуха в нижнюю часть криостата из детекторной камеры и наоборот. Заметных увеличений натекания, обусловленных протеканием воздуха через затвор, обнаружено не было. После засыпки сорбента в криостат иногда наблюдалось ненадежное запираение на отсекающем затворе, если сорбентная пыль попадала на уплотнение.

Экспериментально проверялось влияние напуска воздуха в детекторную камеру на предельный вакуум. Перед охлаждением криостата воздух из детекторной камеры откачивался на высокий вакуум с помощью сорбционного насоса, а затем открывался затвор. Факт соприкосновения воздуха с поверхностями детекторной камеры сказывался в пределах $10 \pm 20\%$ на величине предельного вакуума и на скорости его установления.

С помощью трех образцов криостата производилось сравнение возможностей получения предельного вакуума в случае, когда воздух напускался на некоторое время (от 10 до 50 минут) только в детекторную камеру при закрытом затворе, и в случае, когда воздух на то же время напускался и в сорбент, находящийся при комнатной температуре. После

каждого такого напускания следовала эквивалентная по длительности откачка до высокого вакуума, и проверка изменений вакуума в детекторной камере в зависимости от времени охлаждения в жидком азоте. Одна пара соответствующих кривых скорости установления вакуума представлена на рис.3. Через трое суток вакуум в первом случае (черные точки) был равен $2,4 \cdot 10^{-7}$ тор, а во втором случае (светлые кружки) - $1,5 \cdot 10^{-5}$ тор.

Установлено, что сокращение времени соприкосновения сорбента с воздухом несколько улучшает предельно достижимый вакуум и увеличивает скорость его установления, однако любое напускание воздуха при атмосферном давлении в сорбент значительно ухудшает эти параметры, поскольку сорбент наиболее активно поглощает воздух в первые секунды после его напускания. Проникновение же в сорбент очень малых количеств воздуха (например, при протекании через плохо закрытый вентиль с установлением давления $\sim 5 \cdot 10^{-2}$ тор над сорбентом) в течение получаса практически не сказывалось на предельном вакууме в криостате, если эти следы воздуха предварительно откачивались на высокий вакуум в течение такого же времени при комнатной температуре. Отсюда можно сделать заключение, что требования к качеству вакуумной отсечки сорбента от детекторной камеры могут быть не очень высокими. При резких изменениях атмосферных условий, как правило, нарушалась четкая зависимость предельно достижимого вакуума от времени сообщения тренированного сорбента с воздухом. Иногда уменьшение времени выдержки на воздухе приводило к ухудшению вакуума. Здесь сказывается прежде всего непостоянство таких факторов, как влажность воздуха, температура воздуха и сорбента. При напускании в сорбент сухого азота кривые скорости установления вакуума сравнительно хорошо повторялись. На повторяемость измерения характеристик криостата влияют и такие факторы, как способ напускания воздуха, его откачки

...установления вакуума (Р, тор) в зависимости от времени (t, часы) выдержки криостата в жидком азоте.

...случай напуска воздуха в сорбент и детекторную камеру; на то же время имитированной установки детектора (~ 50 минут).

...случай напуска воздуха на то же время только в детекторную камеру при закрытом затворе над сорбентом.

...установления вакуума (Р, тор) в зависимости от времени (t, часы) выдержки криостата в жидком азоте.

...случай напуска воздуха в сорбент и детекторную камеру; на то же время имитированной установки детектора (~ 50 минут).

...случай напуска воздуха на то же время только в детекторную камеру при закрытом затворе над сорбентом.

...установления вакуума (Р, тор) в зависимости от времени (t, часы) выдержки криостата в жидком азоте.

...случай напуска воздуха в сорбент и детекторную камеру; на то же время имитированной установки детектора (~ 50 минут).

...случай напуска воздуха на то же время только в детекторную камеру при закрытом затворе над сорбентом.

...установления вакуума (Р, тор) в зависимости от времени (t, часы) выдержки криостата в жидком азоте.

...случай напуска воздуха в сорбент и детекторную камеру; на то же время имитированной установки детектора (~ 50 минут).

...случай напуска воздуха на то же время только в детекторную камеру при закрытом затворе над сорбентом.

...установления вакуума (Р, тор) в зависимости от времени (t, часы) выдержки криостата в жидком азоте.

...случай напуска воздуха в сорбент и детекторную камеру; на то же время имитированной установки детектора (~ 50 минут).

...случай напуска воздуха на то же время только в детекторную камеру при закрытом затворе над сорбентом.

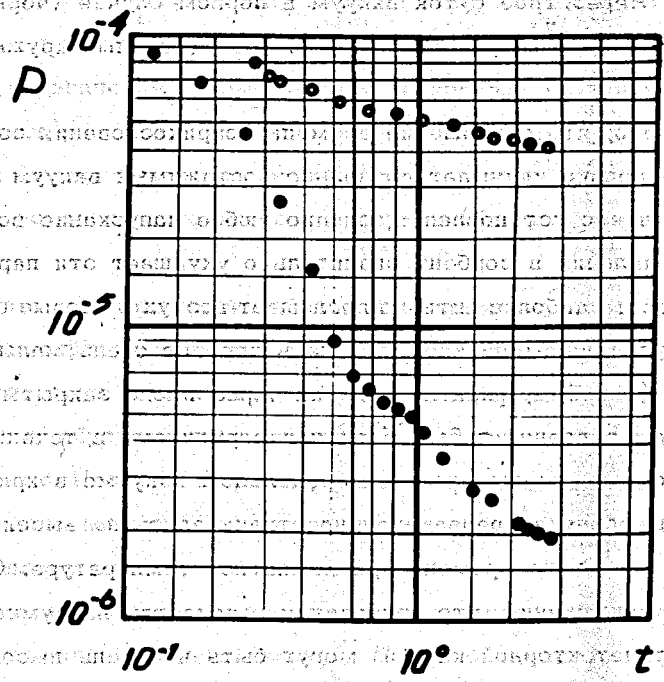


Рис. 3. Кривые скорости установления вакуума (Р, тор) в зависимости от времени (t, часы) выдержки криостата в жидком азоте.

O - случай напуска воздуха в сорбент и детекторную камеру; на то же время имитированной установки детектора (~ 50 минут). ● - случай напуска воздуха на то же время только в детекторную камеру при закрытом затворе над сорбентом.

...установления вакуума (Р, тор) в зависимости от времени (t, часы) выдержки криостата в жидком азоте.

...случай напуска воздуха в сорбент и детекторную камеру; на то же время имитированной установки детектора (~ 50 минут).

...случай напуска воздуха на то же время только в детекторную камеру при закрытом затворе над сорбентом.

и способ тренировки сорбентной смеси. Напускание воздуха и начальная фаза его откачки должны быть достаточно медленными для того, чтобы сорбентная пыль не разносилась по всему криостату. Откачка адсорбентной смеси при ее тренировке с помощью даже хорошего форвакуумного насоса, оснащенного жидкоазотной ловушкой, всегда менее эффективна, чем откачка на высокий вакуум. При этом откачка диффузионными насосами дает значительно худшие результаты, чем откачка безмасленными (например, сорбционными) насосами, хотя достижимый вакуум над сорбентом при тренировке для всех способов откачки изменяется слабо (от $\sim 1,5 \cdot 10^{-3}$ до $\sim 5 \cdot 10^{-4}$ тор).

Для нескольких образцов криостата экспериментально была получена изотерма сорбции воздуха при температуре жидкого азота. Для этого в криостат напускался атмосферный воздух калиброванными порциями примерно по $5,1 \text{ см}^3$ и через сутки после каждого напускания измерялся вакуум в криостате. Характерная изотерма для двух криостатов представлена на рис.4. Изотерму сорбции на измеренном участке с хорошей степенью точности можно описать уравнением прямой

$$V_0 = (P - P_0) K,$$

где V_0 - удельный объем воздуха, поглощенного одним граммом сорбентной смеси ($\text{см}^3/\text{г}$); P_0 и P - начальное и конечное установившееся давление в криостате (тор) до и после напускания воздуха; K - коэффициент поглощения воздуха сорбентной смесью при температуре жидкого азота. В нашем случае этот коэффициент, определенный по методу наименьших квадратов, имеет величину $K = (1,57 \pm 0,06) \cdot 10^5 (\text{см}^3/\text{г} \cdot \text{тор})$.

Если известны общее количество сорбентной смеси в криостате (4+5 граммов) и скорость натекания криостата $(1,2+4,5) \cdot 10^{-5} \text{ см}^3/\text{час}$, то с помощью приведенного уравнения легко определяется время, за которое

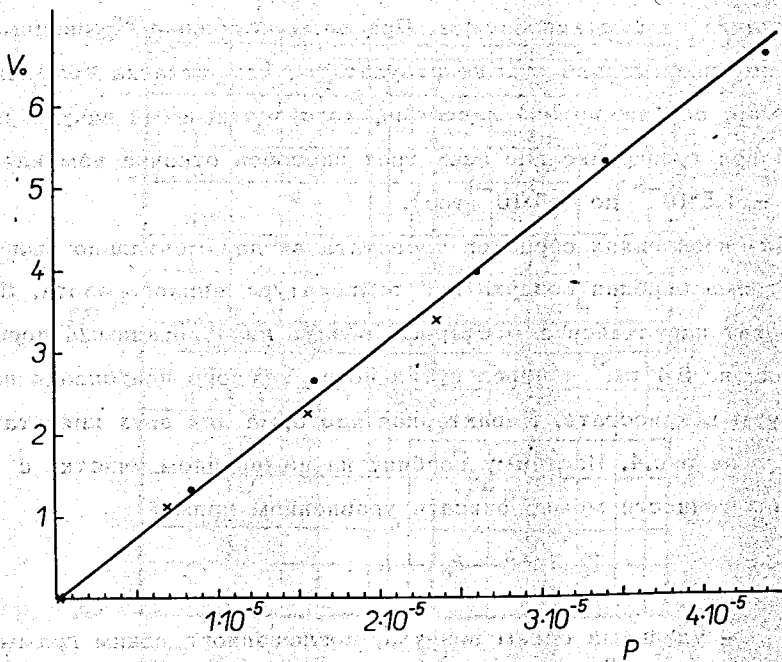


Рис. 4. Изотерма сорбции воздуха смесью адсорбентов (СКТ-2М, СШ-45П и цеолит NaX) при температуре жидкого азота. P - давление в криостате (тор); V_0 - удельное поглощение воздуха сорбентной смесью ($\text{см}^3/\text{г}$).

вакуум в криостате ухудшится до $1 \cdot 10^{-5}$ тор, т.е. практически до начального вакуума обычных сорбентных криостатов, в которых не используется отсечка. В самом плохом случае таким образом определенное время составляло более 10 лет. Однако это время должно быть поправлено в сторону уменьшения за счет того, что из воздуха в криостат через малые поры преимущественно проникают гелий и водород, которые плохо поглощаются адсорбентами (особенно гелий). Непосредственная экспериментальная проверка влияния этого фактора не производилась, но ориентировочные оценки показывают, что здесь возможны существенные поправки в случае повышения содержания гелия в лабораторном воздухе. Однако, если допустить сокращение "времени жизни" криостата за счет этого в два раза, то оно все же будет сравнимым с временем выхода детектора (работающего в условиях нейтронных полей излучения) из строя за счет радиационных повреждений.

В заключение авторы приносят благодарность члену-корреспонденту АН СССР Ф.Л.Шапиро за постановку задачи и интерес к работе, А.В.Дмитрову за участие в отладке и в проведении испытаний криостатов, Г.И.Каленовой за участие в составлении чертежей горизонтального варианта криостата, а также Э.З.Рындиной и А.Д.Вороновой за помощь в проведении измерений ряда характеристик криостатов.

Литература

1. С.Е. Miner. Lawrence Radiation Laboratory Rep., UCRL-11946 (1965).
2. P.E. Gibbons, J.H. Howes, S. Pyrah. Nucl.Instr.and Meth., 45 (1966) 322.
3. P.P. Webb, R.M. Green, I.L. Fowler, H.L. Malm. IEEE Trans. NS-13, 3 (1966) 351.
4. I.L. Fowler, R.J. Toone. Chalk River Rep., AECL-2569 (1964).

5. A.J. Tavendale. Nucl. Instr. and Meth., 36 (1965) 325.
6. H.W. Kraner, J.A. Sovka, R.W. Breckenridge. JR, Nucl. Instr. and Meth., 36 (1965) 328.
7. J. Kantele, P. Suominen. Nucl. Instr. and Meth., 41 (1966) 41.
8. C.E. Miner. Nucl. Instr. and Meth., 55 (1967) 125.
9. W.L. Hansen, B.V. Jarrett. Nucl. Instr. and Meth., 31 (1964) 301.
10. В.А. Дидоренко, Ю.Д. Мареев, Э.З. Рындина, Б. Савицка, Ю.С. Яэвицкий. Препринт ОИЯИ 2575 (1966).
11. D. Srnka. Preprint UJV 1873 (1967).
12. S. Buhler, L. Marcus. Nucl. Instr. and Meth., 50 (1967) 170.
13. C. Chasman, R.A. Ristinen. Nucl. Instr. and Meth., 34 (1965) 250.
14. J. Lippert. Nucl. Instr. and Meth., 32 (1965) 360.
15. Физика и техника сверхвысокого вакуума (сборник статей), изд. "Машиностроение", Ленинград, 1968, стр. 22.
16. А.М. Говоров, ПТЭ, 4, (1970) 202.

Рукопись поступила в издательский отдел
27 октября 1971 года.