

ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ

ДУБНА



П-121

1/8-77
P8 - 10660

2949/2-77

В.Н.Павлов, Б.С.Неганов, Я.Конишек, Й.Ота

КОМБИНИРОВАННЫЙ РЕФРИЖЕРАТОР
РАСТВОРЕНИЯ ^3He В ^4He

1977

P8 - 10660

В.Н.Павлов, Б.С.Неганов, Я.Конишек, Й.Ота

КОМБИНИРОВАННЫЙ РЕФРИЖЕРАТОР
РАСТВОРЕНИЯ ^3He В ^4He

Направлено в "Cryogenics"

Комбинированный рефрижератор растворения ^3He в ^4He

Описывается конструкция рефрижератора, который может работать как в испарительном, так и растворительном режимах. Рефрижератор обеспечивает предварительное охлаждение исследуемых образцов до стартовой температуры, около 0,3 К; позволяет размещать образцы непосредственно в камере растворения и заменять их на любой стадии работы. Операция замены занимает около 20 мин. Время охлаждения образца от комнатной температуры до 15 мК - около 3 час. Минимальная температура - 10 мК, скорость циркуляции ^3He - до $5 \cdot 10^{-4}$ моль/с.

Работа выполнена в Лаборатории ядерных проблем ОИЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1977

A Combined ^3He - ^4He Dilution Refrigerator

A refrigerator capable of operating both in evaporation and dilution modes has been described. The refrigerator provides preliminary cooling of investigated samples down to a starting temperature of about 0.3 K and permits the location of samples directly in the mixing chamber as well as their replacement at any stage of operation.

The replacement of samples lasts about 20 minutes. The cooling time for a sample from room temperature down to 15 mK is about 3 hours. The minimal temperature is 10 mK, the ^3He circulation rate is about 5×10^{-4} mol/sec.

The investigation has been performed at the Laboratory of Nuclear Problems, JINR.

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research, Dubna 1977

ВВЕДЕНИЕ

После успешного освоения нового метода получения сверхнизких температур ^{1,2/} экспериментальная техника обогатилась рефрижераторами растворения ³He в ⁴He нескольких типов. Однако все они собраны по одной конструктивной схеме, которая не позволяет манипулировать исследуемым образцом непосредственно в камере растворения или заменять его другим в процессе работы. Это ограничивает технические возможности рефрижераторов.

В последнее время появились хорошие модели коммерческих рефрижераторов, которые упрощают выполнение отдельных физических исследований. Среди них выделяются рефрижераторы растворения DRP-36 фирмы SHE Corporation cryogenic instruments and systems, а также DR400 фирмы The Oxford Instrument Company Limited. Указанные модели позволяют вводить образец в действующий рефрижератор и крепить его механическим способом на камере растворения. Однако в случае необходимости размещения образца или целого устройства в камере растворения приходится прибегать к частичному демонтажу рефрижератора.

В Объединенном институте ядерных исследований разработан и введен в действие рефрижератор растворения, предназначенный для ориентирования ядер короткоживущих радиоактивных изотопов ^{3/}. Рефрижератор собран по схеме, обеспечивающей форсирование охлаждения образцов, их замену на любой стадии работы и манипулирование ими в камере растворения при сверхнизкой температуре.

Ниже описывается комбинированный рефрижератор, способный работать как в испарительном, так и растворительном режимах, поскольку содержит все необходимые части соответствующих криогенных систем.

КОНСТРУКЦИЯ КОМБИНИРОВАННОГО РЕФРИЖЕРАТОРА

1. Криостат и система циркуляции смеси

Комбинированный рефрижератор растворения ${}^3\text{He}-{}^4\text{He}$ состоит из трех основных частей: группы насосов с вакуумными и газовыми линиями откачки, металлического гелиевого криостата и низкотемпературной ступени растворения.

Монтажную основу гелиевого криостата, схема которого представлена на рис. 1, составляют две последовательно сваренные нержавеющей стали трубы диаметром 116 и 96 мм. К трубе $\varnothing 116$ мм припаяны баки для жидкого азота и жидкого гелия объемом 18 и 13 л, соответственно. Азотный бак 1 и съемный радиационный экран 11 выполнены из полированной меди, все остальные узлы криостата - из нержавеющей стали. Рабочую емкость для сверхтекучего гелия образуют две основные трубы криостата. Эта емкость соединена с питающим гелиевым баком 2 через игольчатый клапан 3 узкой трубкой, переходящей в спиральный трубчатый газовый теплообменник 4, имеющий на выходе нерегулируемый дроссель. Спиральный теплообменник расположен в тракте откачки пара HeII выше верхнего уровня заполнения рабочей емкости. Этот теплообменник служит для предварительного охлаждения жидкого HeI перед дросселированием его в рабочую емкость. Запорный игольчатый клапан 3 размещен на дне гелиевого бака в направляющей тонкостенной трубке, выходящей верхним концом из криостата и позволяющей управлять игольчатым клапаном с помощью съемного ключа. Нерегулируемый дроссель рассчитан таким образом, чтобы давление пара над сверхтекучей жидкостью при доливке гелия не поднималось выше 6 мм рт.ст. В качестве дросселя исполь-

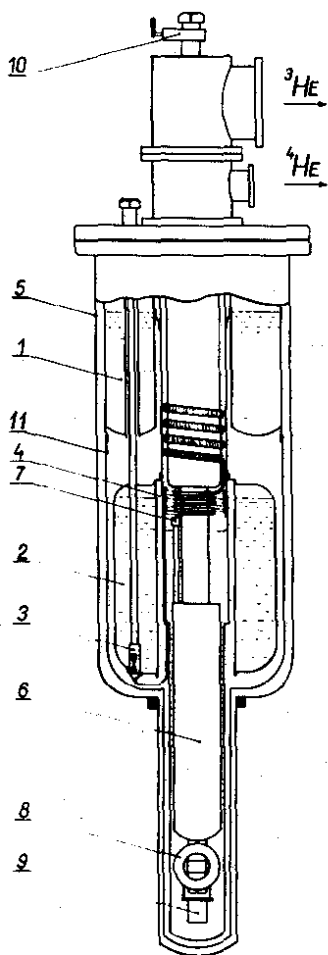


Рис. 1. Схема гелиевого криостата. 1 - азотный бак, 2 - питающий гелиевый бак, 3 - игольчатый вентиль, 4 - газовый теплообменник, 5 - вакуумный кожух, 6 - низкотемпературная ступень растворения, 7 - конденсатор, 8 - сверхпроводящий магнит, 9 - ключ сверхпроводящего магнита, 10 - клапан вакуумного шлюза, 11 - азотный экран.

зается капиллярная трубка $\varnothing 1 \times 0,25$ длиной 600 мм. Газовый теплообменник и дроссель обеспечивают перелив жидкого гелия, имеющего температуру 1,6 К, со скоростью 3,5 л/ч. Все криогенные узлы криостата закрыты кожухом 5 и находятся в общем вакууме, поддерживаемом угольным насосом, расположенным на азотном баке. Контроль уровня заполнения гелиевых емкостей осуществляется с помощью контактных датчиков, имею-

ших сверхпроводящий чувствительный элемент из Nb-Ti сплава. В гелиевом криостате размещается низкотемпературная ступень растворения δ , которая вместе с криостатом подключается через вакуумные тракты к внешним системам откачки и циркуляции смеси газов ^3He и ^4He .

Основу внешней системы циркуляции смеси составляет высокопроизводительный бустерный насос БН-2000, к выходу которого подключен механический насос ВН-1, герметизированный путем погружения в масляную ванну. Для уменьшения уровня вибраций экспериментальной установки механический насос вынесен в отдельное помещение на расстояние 30 м и закреплен на массивном фундаменте, имеющем пневматическую подвеску. Кроме того, диффузионная и форвакуумная линии откачки имеют сильфонные развязки в вакуумных трубопроводах вблизи криостата.

2. Принципиальная схема ступени растворения

Отличительной особенностью схемы низкотемпературной ступени данного рефрижератора, представленной на рис. 2, является наличие дополнительного канала, соединяющего камеру растворения с камерой испарения непосредственно, помимо системы низкотемпературных теплообменников. Этот канал открывает беспрепятственный вход в камеру растворения со стороны камеры испарения.

Основными принципиальными частями низкотемпературной ступени являются камера испарения 1, камера растворения 2, соединительный канал 3, основной дроссель 4, система теплообменников 5 и тепловая пробка 6. Тепловая пробка 6 повторяет форму соединительного канала 3 и перекрывает его так плотно, чтобы импеданс возможных щелей между нею и соединительным каналом 3 был на несколько порядков больше суммарного импеданса системы теплообменников 5. Тепловая пробка изготавливается из материала с возможно более малым коэффициентом теплопроводности или может быть вакуумной с тонкостенной металлической оболочкой.

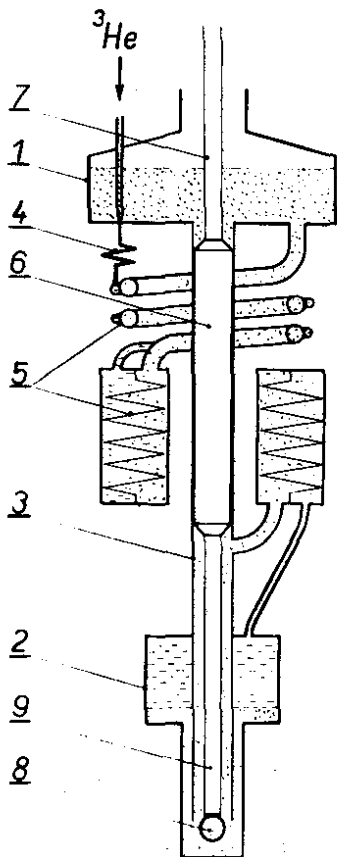


Рис. 2. Принципиальная схема ступени растворения. 1 - камера испарения, 2 - камера растворения, 3 - соединительный канал, 4 - основной дроссель, 5 - система теплообменников, 6 - тепловая пробка, 7 - шток, 8 - образец, 9 - держатель образца.

Рефрижератор работает следующим образом. Когда рабочая смесь газов ${}^3\text{He}$ и ${}^4\text{He}$ сконденсирована, она заполняет все камеры и систему теплообменников. Если тепловая пробка 6, закрепленная на извлекаемом штоке 7, отсутствует, то система низкотемпературных теплообменников 5 оказывается зашунтированной соединительным каналом 3 и рефрижератор представляет собой, по существу, обычный испарительный рефрижератор с циркулирующей ${}^3\text{He}/{}^4\text{He}$.

В испарительном режиме работы рефрижератора можно сменить образец 8, прикрепленный к нижней части дер-

жателя 9, и вновь ввести его прямо в камеру растворения через вакуумный шлюз, расположенный в верхней, теплой части тракта откачки ^3He . Но как только канал 3 будет перекрыт тепловой пробкой 6, циркулирующий по системе ^3He начнет поступать в камеру испарения 1 через систему теплообменников 5, обеспечит дальнейшее охлаждение ^3He , поступающего сверху в камеру растворения 2, и переведет ее работу в растворительный режим охлаждения.

Таким образом, схема комбинированного рефрижератора растворения ^3He в ^4He сочетает в себе достоинства как обычного испарительного рефрижератора, так и растворительного, и при этом дает возможность осуществлять быструю смену образцов, их предварительное охлаждение до $T < 0,6\text{ K}$ и размещение непосредственно в камере растворения.

ХАРАКТЕРИСТИКА ОСНОВНЫХ УЗЛОВ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ СТУПЕНИ

Детальное описание конструкции и общих принципов работы рефрижератора растворения дано в работе^{/5/}. Мы опишем особенности только отдельных узлов комбинированного рефрижератора. Технический вариант низкотемпературной ступени рефрижератора представлен на рис. 3.

Камера испарения 1 изготовлена из меди и присоединена к тракту откачки ^3He трубой диаметром 24 мм. Скорость циркуляции ^3He регулируется электрическим проволочным нагревателем, приклеенным к корпусу камеры испарения. На корпусе камеры испарения смонтирован адсорбционный насос 2, который регулирует предварительное охлаждение всех низкотемпературных узлов рефрижератора через обменный газ, заполняющий его рубашку. Медный корпус насоса в виде цилиндрического стакана объемом 5 см³ заполнен активированным углем марки АГ-3 и закрыт сверху латунной сеткой. Вакуумная рубашка заполнена постоянно обменным газом гелия-3 до давления 2 мм рт.ст. Для управления насосом на его корпус наклеен электрический нагреватель. Для

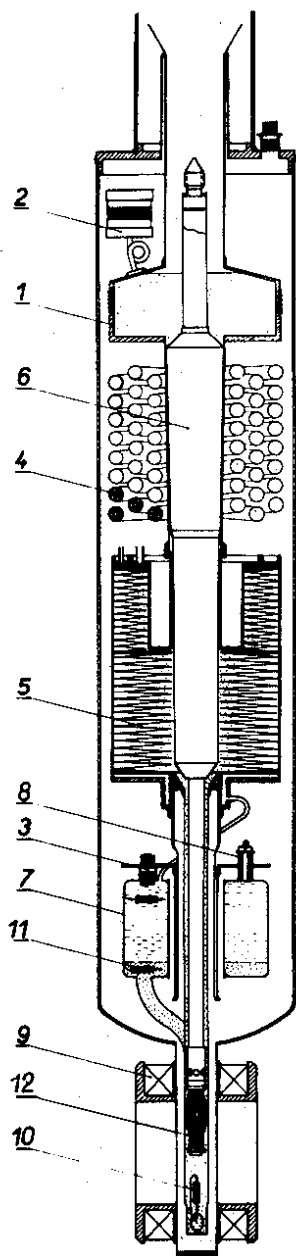


Рис. 3. Конструкция ступени растворения. 1 - камера испарения, 2 - адсорбционный насос, 3 - герметичные электроводы, 4 - трубчатый теплообменник, 5 - непрерывный теплообменник, 6 - тепловая пробка, 7 - камера растворения, 8 - теплоизоляторы, 9 - сверхпроводящий магнит, 10 - контрольный термометр, 11 - рабочий термометр камеры растворения, 12 - подложка.

уменьшения электрической мощности, рассеиваемой нагревателем, корпус насоса припаян к камере испарения через теплосоппротивление, в качестве которого использована нержавеющая проволока $\phi 2$ мм и длиной 25 мм.

Контроль за температурным состоянием основных узлов рефрижератора ведется по нескольким термометрам, в качестве которых используются угольные сопротивления фирмы Speer Carbon Company двух номиналов: 10 Ом, 1/10 Вт и 100 Ом, 1/2 Вт. Термометры имеют тепловой контакт с контролируемым узлом через слой эпоксидного клея холодного отверждения^{/6/} без наполнителя^{/7/}. Термометры, расположенные непосредственно в камере растворения, для улучшения охлаждения в жидком гелии подготавливались по методике, упомянутой в работе^{/8/}.

Все электрические провода, идущие к датчикам, имеют тепловые контакты на камере испарения и теплообменниках. Провода внутри вакуумного кожуха рефрижератора выполнены из луженого константана и изолированы фторопластовыми капиллярными трубочками. Принятые меры позволили минимизировать теплоподвод к камере растворения.

Электропроводы 3, герметичные в He II, выполнены с помощью стандартных корпусов интегральных микросхем типа 1УТ401, которые оказались весьма удобными и надежными.

Дроссель, снижающий давление входящей смеси, установлен за жидкостным трубчатым теплообменником, уложенным на дно камеры испарения. Изготовлен он из нержавеющей трубки $\phi 0,67 \times 0,21$ мм, вдоль которой протянута нержавеющая проволока $\phi 0,15$ мм. Длина дросселя - около 170 мм, а его импеданс равен $4,9 \cdot 10^{10}$ см⁻³.

Система низкотемпературных теплообменников состоит из двух секций. Первая секция 4 является противоточным теплообменником типа "труба в трубе" и состоит из трех трубчатых спиралей разного диаметра, вставленных одна в другую. Теплопередача в этом теплообменнике идет через стенки семи параллельных нержавеющей трубок $\phi 1,3 \times 0,2$ мм, вставленных в наружную мельхиоровую трубку $\phi 5 \times 0,3$ мм. Раствор ³He течет по системе из

семи трубок, а концентрированная фаза — по зазорам между ними и наружной трубой. Трубчатый теплообменник служит для предварительного охлаждения циркулирующей смеси "паром" ³He, поступающим из камеры растворения под действием градиента осмотического давления.

Вторая секция 5 является главным низкотемпературным элементом, определяющим основные черты и характеристики рефрижератора.

Наиболее эффективным для процесса теплообмена двух фаз жидкой смеси изотопов гелия, идущего при сверхнизких температурах, является вариант непрерывного теплообменника ^{10/9}. Мы осуществили его в таком виде, который позволил не только упростить конструкцию рефрижератора, но также блокировать теплоприток, который может идти к камере растворения по тепловой пробке и держателю образца.

Главной частью непрерывного теплообменника 5 является сильно развитая поверхность теплообмена двух фаз, которая представляет собой большое число кольцевых пластин из тонколистовой нержавеющей стали, сваренных между собой поочередно по внутреннему и наружному краям. Соседние пластины свариваются с помощью вакуумной диффузионной сварки через узкие медные прокладки. Такая конструкция выглядит как плотно спрессованный сильфон ^{10/В} теплообменнике соседние гофры раздвигаются снаружи листовыми прокладками для образования клиновидных щелей, вдоль которых идет радиальный теплообмен в каждой из фаз гелия. Подготовленный сильфонный пакет пластин вставлен в тонкостенный корпус из нержавеющей стали, а его крайние пластины приварены к крышкам корпуса. Концентрированный ³He подается сверху вниз по четырехзаходной винтовой канавке, проточенной снаружи сильфонного пакета пластин. Собранный из 580 пластин, непрерывный теплообменник состоит из двух последовательных секций разной ширины и имеет наружный диаметр 71 мм, внутреннее отверстие диаметром 20 мм и длину 106 мм. Его эффективная поверхность теплообмена имеет площадь около $1,5 \cdot 10^4 \text{ см}^2$. Недостатком такого теплообменника является большой его объем, который приходится запол-

нять гелием-3. Общее количество газовой смеси в системе составляет 220 л, а концентрация ^3He равна 32%.

Камера растворения 7 в виде полого цилиндра с вырезанной центральной частью установлена на графитовых теплоизоляторах 8 и связана с непрерывным теплообменником 5 по концентрированной фазе через нержавеющую трубку $\phi 2 \times 0,1$ длиной 150 мм, а по разбавленной фазе — через последовательно соединенные трубки $\phi 6 \times 0,2 \times 120$ из нержавеющей стали и $\phi 10,6 \times 0,15 \times 180$ из мельхиора. Нижняя часть мельхиоровой трубки образует экспериментальный объем и находится в магнитном поле пары сверхпроводящих катушек 9. Объем камеры растворения равен 95 см^3 и заполнен в непрерывном режиме растворения на 80% концентрированной фазой. Столь значительный запас ^3He позволяет осуществлять продолжительное охлаждение в режиме однократной откачки и достигать температур ниже 10 мК.

Тепловая пробка 6 выполнена в виде усеченного тонкостенного конуса из нержавеющей стали с углом при вершине 1° . Средний диаметр усеченного конуса равен 22,5 мм. Нижняя часть пробки входит во внутренний канал непрерывного теплообменника и образует зазор, по которому идет снизу вверх обратный поток ^3He . На нижнем конце пробки стоит заглушка, имеющая винтовую резьбу для присоединения съемного держателя образца. Сверху тепловая пробка переходит в тонкостенную нержавеющую трубу, также заканчивающуюся заглушкой с винтовой резьбой, которая служит для зацепления с подвижным штоком. С помощью штока весь узел тепловой пробки может быть извлечен и вновь установлен в рабочее положение. Тепловая пробка откачивается до высокого вакуума и герметично запаивается.

Устройство для ввода узла тепловой пробки в рефрижератор является типичной шлюзовой конструкцией, содержащей промежуточную вакуумную камеру.

Существование температурного скачка Капицы на границе между нагретым телом и жидким гелием затрудняет охлаждение образцов с непрерывным тепловыделением. При изучении радиоактивных образцов эта проблема частично упрощается тем, что образец относительно

малых размеров и преимущественно в форме пластины припаявается к медной подложке 12, имеющей большую поверхность теплообмена с холодным раствором ${}^3\text{He}$ в ${}^4\text{He}$.

Основу подложки составляет жгут из 4250 изолированных медных проволок диаметром 0,08 мм и длиной 32 мм, плотно стянутых на одном конце до диаметра 5,5 мм и припаянных своими торцами к медной контактной площадке. Другой конец жгута заправлен в муфту из фторопласта и обжат бандажным кольцом. Средняя часть жгута распушена для улучшения теплообмена ${}^3\text{He}$ с глубинными слоями теплопроводящих волокон. Общая площадь поверхности теплообмена подложки равна 340 см². Подложка такой формы позволяет сильно развить поверхность теплообмена и сводить к минимуму индукционный нагрев, появляющийся в ней при вибрации во внешнем магнитном поле.

ЭКСПЛУАТАЦИОННАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА

Диаграмма работы рефрижератора приведена на рис. 4. Минимальная температура в камере растворения достигается через 6 часов после конденсации смеси и может поддерживаться непрерывно сколь угодно долго.

Если возникает необходимость сменить образец, то нагрев камеры испарения прекращается и узел тепловой пробки извлекается из криостата. При этой процедуре вся группа насосов продолжает нормально работать. Камера испарения частично осушается, растворительный режим сменяется испарительным, а температура всей смеси стабилизируется на уровне $0,12 \pm 0,2$ К.

Процедура смены образца обычно занимает около 20 мин, в течение которых узел тепловой пробки с образцом охлаждается до азотной температуры, откачивается в вакуумной камере, проводится через шлюз, охлаждается в паре, в жидком гелии и, наконец, устанавливается в рабочее положение. При быстром погружении перегретого образца в жидкий гелий давление газа в системе может резко подняться, тогда излишки газа

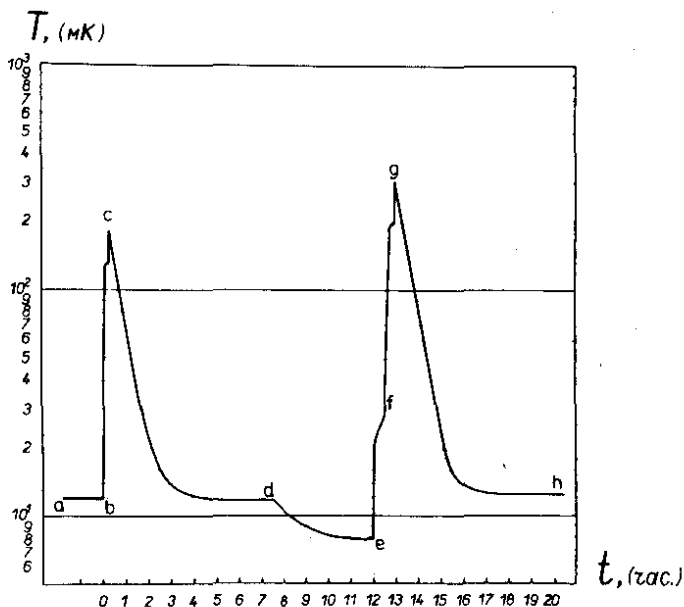


Рис. 4. Диаграмма работы рефрижератора. ab - установившийся режим непрерывного охлаждения при скорости циркуляции ${}^3\text{He}$ $z = 3,4 \cdot 10^{-4}$ моль/с; bc - первая смена образца; cd - охлаждение нового образца; de - режим однократной откачки ${}^3\text{He}$, $z = 1,2 \cdot 10^{-4}$ моль/с; ef - конденсация ${}^3\text{He}$, откачанного на участке de ; fg - вторая смена образца; gh - охлаждение, $z = 3,4 \cdot 10^{-4}$ моль/с.

сбрасываются через автоматический клапан в хранилище. Обычно удается провести охлаждение узла тепловой пробки без сброса смеси в хранилище, поставить образец на место и не отогреть при этом всю низкотемпературную ступень выше 0,3 К.

Продолжительная эксплуатация рефрижератора показала, что его работа зависит от плотности установки тепловой пробки в канале, соединяющем камеру испарения с непрерывным теплообменником. При полностью перекрытом канале тепло, идущее от камеры испарения по стен-

кам канала и тепловой пробки, достигает непрерывного теплообменника и повышает уровень минимальной температуры камеры растворения.

В заключение авторы благодарят доктора М.Фингера за инициативу в постановке научной задачи, ускорившей разработку описанного рефрижератора.

Мы признательны Р.Хамидулину и А.Орлову за высокое профессиональное мастерство, которое гарантировало изготовление сложных узлов установки.

Мы благодарим З.Яноуга и А.Хадиму за помощь на отдельных этапах работы, а также доктора У.Д.Гамильтона за полезные рекомендации по вопросам термометрии.

ЛИТЕРАТУРА

1. Неганов Б.С., Борисов Н.С., Либург М.Ю. ЖЭТФ, 1966, 50, с.1445.
2. Hall H.E., Ford P.J., Thompson K. Cryogenics, 1966, 4, p.80.
3. Навратил И. и др. ОИЯИ, БЗ-6-9223, Дубна, 1976.
4. Зиновьева К.Н. Болдарев С.Т. ЖЭТФ, 1969, 56, с.1089.
5. Wheatley J.C., Vilches O.E., Abel W.R. Physics, 1968, 4, p.1.
6. Павлов В.Н., Еременко В.В. ПТЭ, 1967, 3, с.208.
7. Schmidt C. Cryogenics, 1975, 1, p.17.
8. Rosenbaum L. RSI, 1970, 1, p.37.
9. Неганов Б.С. ОИЯИ, Р13-4014, Дубна, 1968.
10. Алфименков В.П., Овчинников О.Н. ОИЯИ, Р8-9168, Дубна, 1975.

Рукопись поступила в издательский отдел
13 мая 1977 года.