

ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

На правах рукописи

Черников Александр Николаевич

РАЗРАБОТКА КРИОСТАТОВ ДЛЯ ЯДЕРНО-ФИЗИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ

01.04.01 – приборы и методы экспериментальной физики

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

ДУБНА – 2018

Работа выполнена в Лаборатории нейтронной физики им. И.М. Франка
Объединенного института ядерных исследований

Научный руководитель: **Тагиров Мурат Салихович**
доктор физико-математических наук,
профессор, Казанский федеральный университет,
Институт физики, заведующий кафедрой, член-
корреспондент АН РТ
Адрес: 420025, Казань, ул. Кремлевская, 16а

Официальные оппоненты: **Дмитриев Владимир Владимирович**, доктор
физико-математических наук, профессор,
академик РАН, директор, Институт физических
проблем им. П.Л.Капицы РАН. Адрес: 119334,
Москва, ул. Косыгина 2

Митюхляев Виктор Алексеевич, кандидат
физико-математических наук, начальник
группы источников холодных нейтронов и
криогенных систем на реакторе ПИК Отделения
нейтронных исследований в Петербургском
институте ядерной физики НИЦ «Курчатовский
институт» Адрес: 188300, Ленинградская обл.,
г.Гатчина, мкр. Орлова роща, д.1

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное учреждение
науки Институт общей физики им. А.М. Прохорова
Российской академии наук (ИОФ РАН)
Адрес: 119991, ГСП-1, г. Москва, ул. Вавилова, 38

Защита диссертации состоится «___»_____2019 г. в ____ на заседании
диссертационного совета Д 720.001.02 при **Лаборатории физики высоких энергий
им. В.И. Векслера и А.М. Балдина** Объединенного института ядерных
исследований. Г.Дубна Московской области.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ОИЯИ и на сайте
http://wwwinfo.jinr.ru/dissertation/Disser_Chernikov.pdf

Автореферат разослан «___» _____ 2019 г.

Ученый секретарь диссертационного совета
кандидат физико-математических наук

В.А. Арефьев

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

При разработке криостатов необходимо решать ряд технических задач, связанных как с конкретными физическими исследованиями, так и с условиями эксплуатации криостатов.

1. Основные положения, необходимые для разработки криостатов.

Можно условно выделить два температурных диапазона: $(300 \div 4,2)$ К и ниже 4,2 К. Такое разделение обусловлено температурой кипения жидкого ^4He при атмосферном давлении. Диапазон ниже 4,2 К, в свою очередь, можно разделить по методу получения низких температур: путем откачки насыщенных паров ^4He или ^3He и путем растворения ^3He в ^4He .

В диапазоне $(300 \div 4,2)$ К любая температура может быть получена с помощью гелиевых криостатов. Использование гелиевых криостатов может быть затруднено в экспериментальных залах нейтронных источников и в высокогорных обсерваториях по причине значительных эксплуатационных расходов, а также отсутствия соответствующей инфраструктуры. В этом случае используются криостаты с криокулерами замкнутого цикла.

В гелиевых криостатах теплоприток к жидкому гелию величиной 1 Вт компенсируется испарением гелия со скоростью 1,2 л/час. Современные криокулеры имеют холодопроизводительность от 0,5 Вт до 1,5 Вт при 4,2 К и конечную температуру около 2,5 К. Поэтому использование криокулера позволяет заменить жидкий гелий в большинстве криостатов.

В диапазоне температур ниже 4,2 К используются жидкие ^4He и ^3He , свойства которых описаны в книгах Кеезома [1] и Лоунаσμαа [2], соответственно. ^4He и ^3He как криогенные жидкости имеют следующие свойства:

- При атмосферном давлении температура кипения жидкого ^4He - 4,2 К; критическая точка - 5,2 К при давлении насыщенных паров 2,26 бар; теплота испарения приблизительно равна 80 Дж/моль (при 1 К). Жидкий ^4He имеет сверхтекучую фазу при температуре ниже 2,17 К.

- При атмосферном давлении температура кипения жидкого ^3He - 3,1 К; критическая точка - 3,35 К при давлении насыщенных паров 1,15 бар; теплота испарения - 26 Дж/моль (при 0,3 К). Жидкий ^3He имеет три сверхтекучие фазы при температурах ниже 0,0026 К и диапазоне давлений (0 ÷ 34) бар.

Диапазон температур (4,2 ÷ 0,78) К обеспечивается путем откачки паров жидкого ^4He и ограничивается как скоростью откачки, так и наличием сверхтекучей пленки. Сверхтекучая пленка поднимается по трубе откачки, испаряется и препятствует уменьшению давления при откачке. По этой причине практическое ограничение температуры при откачке паров жидкого ^4He происходит при (1,1 ÷ 1,2) К.

Диапазон температур (3 ÷ 0,25) К обеспечивается путем откачки паров жидкого ^3He , например, крионасосом с активированным углем. Ограничение температуры здесь связано лишь со скоростью откачки и величиной теплопритока к жидкому ^3He .

Давление паров ^3He или ^4He над жидкостью определяется из уравнения Клаузиуса-Клапейрона для идеального газа (1) [2, стр.16-17]:

$$dP/dT=L(T) P/RT^2 \quad , \quad (1)$$

где P – давление паров, T – температура жидкости, $L(T)$ – теплота испарения.

Интегрирование в предположении, что $L(T)=const$, дает:

$$P \sim P_n e^{-L/RT} \quad , \quad (2)$$

где $P_n \sim 1$ бар.

Поток массы через границу фаз и через насос в единицу времени пропорционален давлению пара, следовательно, холодопроизводительность увеличивается экспоненциально с повышением температуры.

Давление пара над адсорбированным гелием также описывается уравнением (1). Для работы крионасоса важной величиной является теплота адсорбции гелия (L_c) на поверхности активированного угля. Если принять допущение, что теплота адсорбции и теплота испарения постоянны, то для изолированной системы, включающей в себя поверхность, на которой адсорбировался гелий при температуре T_C , и ванну с жидким гелием при температуре T_L , при равенстве давления паров над этой поверхностью и ванной, можно записать соотношение:

$$L_c T_C = L T_L \quad . \quad (3)$$

Отсюда следует, что при повышении температуры поверхности угля повышается температура жидкости. Этот принцип используется нами для регулировки температуры рефрижераторов с сорбционной откачкой. Для качественных оценок можно принять, что $L_c \sim 4 \cdot 10^2$ Дж/моль для обоих изотопов, ^4He и ^3He .

Диапазон температур (0,8 ÷ 0,01) К обеспечивается путем растворения ^3He в ^4He . Теоретическое обоснование этого метода было предложено Лондоном [3]. Существуют два типа рефрижераторов растворения - с циркуляцией ^3He (впервые реализован Негановым Б.С., Борисовым Н.С. и Либургом М.Ю. в 1966 г. в Объединенном институте ядерных исследований в Дубне, СССР [4]) и с циркуляцией ^4He (впервые реализован Таконисом К.В., Пеннингом Н.Х., Дасом П. и Оуботером Б. в 1971г. в Лейденском университете в лаборатории им. Камерлинг-Оннеса, Нидерланды [5]).

На рисунке 1(b, d) показана фазовая диаграмма раствора ^3He в ^4He . Рассмотрим поведение раствора ^3He в ^4He с концентрацией ^3He $x_3 \sim (6,4 \div 60)\%$ при начальной температуре 1,5 К. При понижении температуры сначала проходит λ – кривая, и раствор становится сверхтекучим. При дальнейшем понижении температуры (ниже 0,86 К), раствор попадает на кривую расслоения, на которой получают две фазы: левая часть кривой расслоения – разбавленная фаза с концентрацией ^3He - x_d (слабый раствор ^3He в сверхтекучем ^4He) и правая часть кривой расслоения – концентрированная фаза с концентрацией ^3He - x_c , (концентрированная фаза ^3He в ^4He не является сверхтекучей). Ниже кривой расслоения растворов ^3He в ^4He не существует. Если уменьшить равновесную концентрацию ^3He в разбавленной фазе, то она будет восполняться прохождением ^3He через границу расслоения из концентрированной фазы, аналогично испарению в вакууме с поглощением энергии. Обогащение разбавленной фазы ^3He посредством удаления из него ^4He происходит с выделением энергии.

Рефрижератор растворения ^3He в ^4He с циркуляцией ^3He (рисунок 1 (a, b)) состоит из ванны испарения с теплообменником, рекуперативного теплообменника между ^3He и разбавленной фазой ^3He в ^4He , камеры растворения. Жидкий ^3He

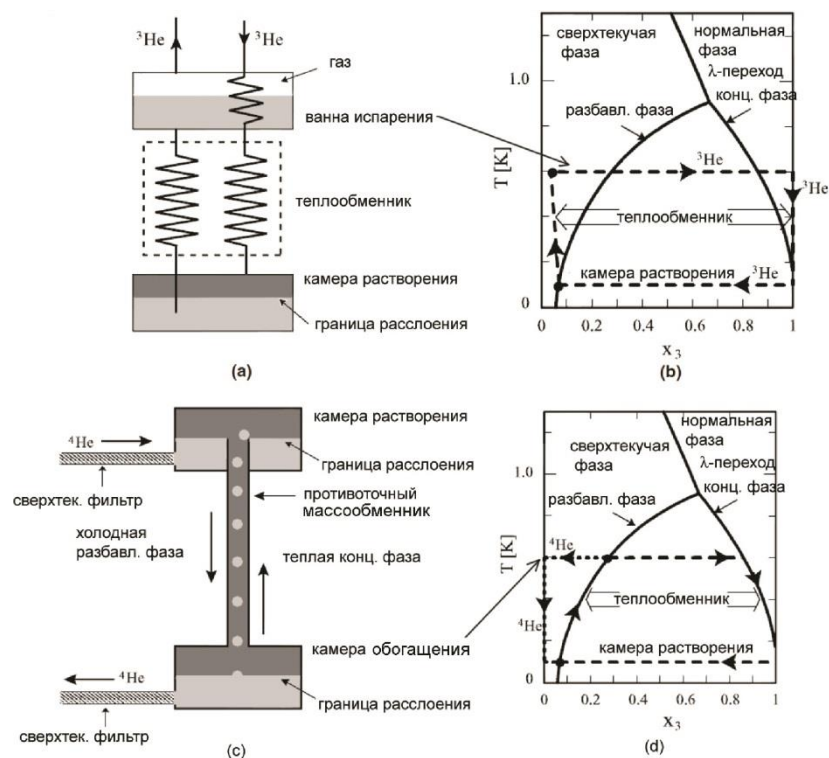


Рисунок 1- Фазовая диаграмма растворов ${}^3\text{He}/{}^4\text{He}$ и принцип работы рефрижератора растворения ${}^3\text{He}/{}^4\text{He}$: (а) и (b) – с циркуляцией ${}^3\text{He}$, (с) и (d) – с циркуляцией ${}^4\text{He}$

поступает в капилляр теплообменника ванны испарения, проходит через теплообменник в камеру растворения, где проходит через границу расслоения в разбавленную сверхтекучую фазу ${}^3\text{He}$ в ${}^4\text{He}$. Далее через нее и теплообменники поступает в ванну испарения, где находятся пары ${}^3\text{He}$ и ${}^4\text{He}$ при парциальных давлениях P_3 и P_4 соответственно при температуре ванны испарения, которая обычно поддерживается на уровне $(0,7 \div 1)$ К с помощью нагревателя.

Оценим отношение P_3/P_4 . Согласно таблицам давления паров ${}^3\text{He}$ и ${}^4\text{He}$ в справочнике Малкова [6, стр.111-112] при температуре 0,7 К отношение P_3/P_4 равно 614. Это означает, что при откачке насыщенных паров гелия ванны испарения за счет испарения, присутствие ${}^4\text{He}$ в потоке незначительно. Однако труба откачки ванны испарения покрыта сверхтекучей пленкой гелия II, по которой переносится ${}^4\text{He}$ в количестве $\sim 10^{-5}$ моль/сек на 1 см периметра трубки откачки в направлении более высокой температуры, чем температура ванны испарения. Для подавления переноса по пленке применяют испаритель пленки и диафрагму в трубке откачки. Испаритель пленки располагают так, что пары ${}^4\text{He}$ конденсируются в ванне испарения. При

использовании этих мер фактическое присутствие ^4He в потоке составляет около 1 % для циркуляций ^3He ($10^{-4} \div 5 \cdot 10^{-4}$) моль/сек при указанных выше температурах ванны испарения.

Скорость циркуляции ^3He прямо пропорционально связана с мощностью, выделяемой на нагревателе ванны испарения. Пары ^3He откачиваются вакуумным насосом. Далее ^3He возвращается через капилляр в теплообменник ванны испарения, теплообменники и камеру растворения.

Холодопроизводительность рефрижератора с откачкой ^3He в области температур выше 0,5 К значительно превосходит холодопроизводительность рефрижератора растворения с циркуляцией ^3He , которая линейно растет с температурой.

Также рассматривается рефрижератор растворения с циркуляцией ^4He .

2. Мотивация исследования.

1. В экспериментах по динамической поляризации ядер водорода в спиртах, обзор которых дан в работе Херинги [7], в области температур (0,5 ÷ 0,1) К, при накачке поляризации посредством сверхвысокочастотного электромагнитного излучения (СВЧ) возникает теплоприток величиной примерно (0,5 ÷ 1) Вт/см³ вещества. Обычно для этих экспериментов используются криостаты с рефрижератором растворения с большой скоростью циркуляции. В настоящей работе предлагается альтернативное решение – криостат, в котором установлено два рефрижератора, растворения ^3He в ^4He и откачки ^3He , при этом камера растворения первого соединена с испарителем второго посредством теплообменника. В представленном криостате достигается холодопроизводительность, суммирующаяся из холодопроизводительностей обоих рефрижераторов.

2. При работе в диапазоне сверхнизких температур с использованием рефрижератора растворения ^3He в ^4He на нейтронных пучках возникает проблема потерь нейтронов из-за большого сечения захвата тепловых нейтронов (более 5000 барн) в ядерной реакции $^3\text{He}(n,p)\text{T}$ [8]. Поэтому необходимо, чтобы ^3He находился вне траектории движения нейтронов, при этом нужно обеспечить возможность быстрой замены образца без отогрева и разборки криостата во время проведения экспериментов. В диссертации показано, каким образом трубка откачки испарителя рефрижератора откачки, соединенного с камерой растворения рефрижератора растворения, используется для перезагрузки образца без отогрева и разборки криостата, причем в

экспериментах по рассеянию тепловых нейтронов образец будет находиться в жидком ^4He вне пучка нейтронов.

3. Рефрижераторы с откачкой ^3He и с уровнем температуры 0,3 К востребованы для охлаждения болометров инфракрасного излучения (ИК), что отражено в работах, например, Майани [9], Батии [10]. Наши работы были мотивированы разработкой матричного детектора (Выставкин [11]) субмиллиметрового диапазона с болометрами, чувствительным элементом которых является сверхпроводящий переход пленок титана при температуре около $3,5 \cdot 10^{-1}$ К. Для упрощения эксплуатации такого рефрижератора важно обеспечить отсутствие жесткой привязки к трубопроводам откачки и газовым коммуникациям. Этому требованию отвечают представленные в данной работе рефрижераторы с сорбционной откачкой ^3He , в которых сорбционный насос является конструктивной составляющей рефрижератора. В некоторых случаях использование жидкого гелия может быть ограничено, например, в экспериментальном зале нейтронного источника, или в астрономической обсерватории. По этой причине в данной работе предложен криостат с сорбционным рефрижератором с охлаждением криокулером замкнутого цикла.

4. Исследования структуры вещества при помощи тепловых нейтронов могут быть дополнены исследованиями поверхностей с использованием сканирующего туннельного микроскопа (СТМ). Для получения представления о поверхности на атомарном уровне сканер СТМ необходимо держать при температуре жидкого ^4He . При этом возникают дополнительные требования к криостату, который должен поддерживать температуру, необходимую для получения электронных спектров поверхностей, в течение 1÷2 суток: конструкция должна иметь минимальные акустические и вибрационные шумы, и быть достаточно жесткой, что необходимо для работы сканера СТМ. Криостат должен быть прогреваемой до 200 °С системой для того, чтобы обеспечивать уровень вакуума 10^{-10} мбар после охлаждения. Прототип криостата с такими требованиями был предложен Окамото [12]. В настоящей работе предложен криостат оригинальной конструкции со значительно меньшим теплопритоком к жидкому гелию и, следовательно, увеличенным временем работы при той же емкости гелиевого бачка.

5. Исследования конденсированных сред при помощи тепловых нейтронов требуют использования криостатов с регулировкой температур от комнатной до гелиевой. Важным требованием при проведении таких экспериментов является

возможность перезагрузки образца без отогрева криостата. Как правило, такие криостаты эксплуатируются в зонах специального радиационного доступа, в которых использование жидких гелия и азота затруднительно или запрещено, поэтому использование криокулеров замкнутого цикла является единственным решением (Киричек [13]). В данной работе представлен ряд шахтных криостатов с вертикальной загрузкой образца без отогрева криостата с охлаждением криокулерами замкнутого цикла, отличающихся друг от друга диаметром канала для ввода образца и сконструированных по специальным техническим условиям для конкретных спектрометров нейтронов.

Целью работ, представленных в диссертации, является разработка криостатов для ядерно-физических исследований, исследований физики поверхностей, а также для охлаждения болометров для астрофизических исследований.

Научная новизна работы

1. Впервые представлен криостат с рефрижератором растворения ^3He в ^4He и рефрижератором откачки $^3\text{He}/^4\text{He}$, камера растворения и испаритель которых соединены теплообменником.
2. Оригинальные конструкции криостатов с двухступенчатыми сорбционными рефрижераторами с откачкой паров ^3He .
3. Оригинальная конструкция сверхвысоковакуумного гелиевого безазотного криостата с рекордно-малыми тепловыми потерями для длительной работы СТМ.
4. Оригинальные конструкции криостатов с охлаждением криокулерами замкнутого цикла для конкретных физических установок, расположенных на нейтронных источниках.

Практическая ценность работы

Автором разработан и создан ряд криостатов различной конструкции, которые внедрены в ОИЯИ и в нескольких российских исследовательских центрах, а также в КНР:

1. Криостат с рефрижератором растворения ^3He в ^4He и рефрижератором откачки $^3\text{He}/^4\text{He}$ позволяет проводить эксперименты в диапазоне температур $(4,2 \div 0,028)$ К. На этом криостате проведены измерения:
 - а) Электропроводности образцов $p\text{-InSb}(Mn)$ в зависимости от температуры и магнитного поля в диапазоне $(4,2 \div 0,04)$ К. Большая производная проводимости в

зависимости от температуры позволила использовать один из образцов в качестве термочувствительного элемента кремниевого теплового детектора ядерного излучения, работающего при сверхнизкой температуре.

б) Холодопроизводительностей в разных режимах работы, на основании которых был вычислен теплоприток к камере растворения по прямому вертикальному каналу, нижняя часть которого содержит жидкий ^4He , жидкий ^3He , раствор ^3He в ^4He .

2. Рефрижератор с откачкой ^3He с охлаждением криокулером находится в эксплуатации в ИРЭ РАН (г. Москва) с 2011 года по настоящее время. С его помощью проведены измерения сверхпроводящего перехода пленок титана – элементов матричного болометра субмиллиметрового диапазона электромагнитного излучения.

3. Криостат с системой охлаждения сканера туннельного сканирующего микроскопа (СТМ) находится в эксплуатации с 2010 года в Институте общей физики, Москва (ИОФ РАН).

4. Шахтный криостат с диаметром шахты 20 мм используется в составе Порошкового дифракционного нейтронного комплекса (ПДК) в Мянъян, КНР в Институте ядерной физики и химии (ИЯФХ) и находится в эксплуатации с 2004 года.

5. Шахтный криостат с диаметром шахты 70 мм используется в составе спектрометра НЕРА-ПР реактора ИБР-2 в ОИЯИ и находится в эксплуатации с 2007 года.

6. Шахтный криостат с диаметром шахты 120 мм используется в составе спектрометра нейтронов ДИСК на реакторе ИР-8 в РНЦ «Курчатовский институт» и находится в эксплуатации с 2010 года.

Автор защищает

1. Конструкцию криостата с рефрижератором растворения ^3He в ^4He и рефрижератором откачки $^3\text{He}/^4\text{He}$, в котором камера растворения рефрижератора растворения и испаритель рефрижератора откачки находятся в тепловом контакте.
2. Конструкции автономных сорбционных двухступенчатых рефрижераторов с откачкой паров жидкого ^3He .
3. Конструкцию сверхвысоковакуумного безазотного гелиевого криостата для сканирующего туннельного микроскопа.
4. Конструкции шахтных криостатов с охлаждением криокулерами замкнутого цикла для спектрометров тепловых нейтронов.

Апробация работы

Основные результаты работы докладывались автором на различных международных и российских конференциях и совещаниях:

XVIII International Seminar on Interaction of Neutrons with Nuclei (ISINN-18), Dubna, Russia, 2010; Twenty Third International Cryogenic Engineering Conference and International Cryogenic Materials Conference 2010 (ICEC23-ICMC2010) Wroclaw, Poland, 2010; 8th International Workshop on Sample Environment @ Neutron Scattering Facilities, Oxfordshire and ISIS, Great Britain, 2014; XXI Совещание по использованию рассеяния нейтронов в исследованиях конденсированного состояния, РНИКС-2010, (Москва, 2010); VII Национальная конференция "Рентгеновское, Синхротронное излучение, Нейтроны и Электроны для исследования наносистем и материалов" РСНЭ_НБИК, Москва, 2009;

Публикации

Основное содержание работы отражено в 6 статьях в реферируемых научных журналах, входящих в перечень ВАК, в 3 сообщениях и препринтах ОИЯИ, 5 трудах научных конференций и одном патенте.

Личное участие автора в получении научных результатов

Все представленные в диссертации разработки криостатов проводились в Объединенном институте ядерных исследований.

1. Автор внес основной вклад в разработку низкотемпературной ступени криостата с рефрижератором растворения ^3He в ^4He и испарения ^3He / ^4He в соавторстве с Киселевым Ю.Ф.; измерения холодопроизводительности, измерения теплопритока и измерения электрических свойств *p-InSn(Mn)* проведены индивидуально.
2. Автор внес основной вклад в детальную проработку конструкций сорбционных рефрижераторов в соавторстве с Трофимовым В.Н.. Температурные измерения режимов работы этих рефрижераторов проведены с непосредственным участием автора.
3. Автор внес определяющий вклад в разработку конструкции криостата для охлаждения СТМ.
4. Конструкции шахтных криостатов предложены непосредственно автором.
5. Автор принимал активное участие в обсуждении результатов и подготовке публикаций.

Описан принцип работы двухступенчатого рефрижератора. Представлен исторический обзор аналогичных рефрижераторов.

Детально рассмотрен рефрижератор в виде погружной вставки в гелиевый криостат (рисунок 5).

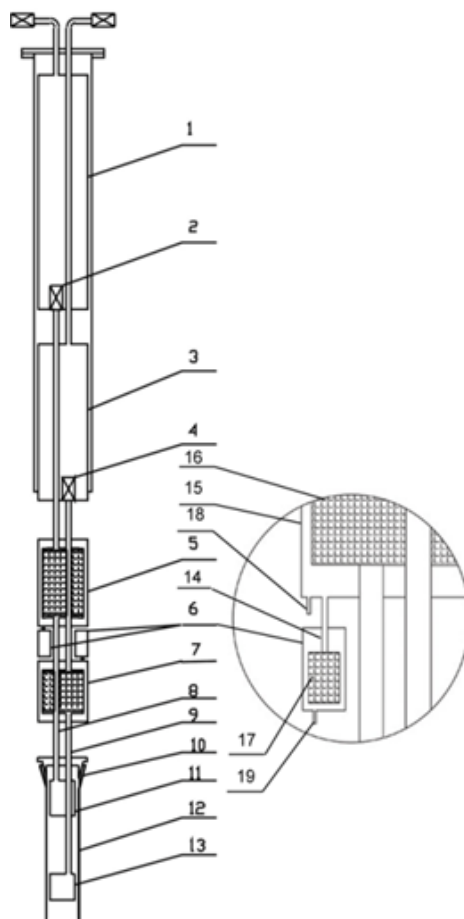


Рисунок 5 - Рефрижератор в виде погружной вставки

(1 – буферная емкость для хранения ^4He при давлении 6 бар, 2 – вентиль, 3 – буферная емкость для хранения ^3He при давлении 5 бар, 4 – вентиль, 5 – сорбционный насос ^4He , 6 – сорбционные насосы газовых ключей, 7 – сорбционный насос ^3He , 8 – сорбционный насос ^4He , 9 – трубка откачки ^4He , 10 – коническое уплотнение вакуумного стакана. 11 – испаритель жидкого ^4He , 12 – вакуумный стакан, 13 – испаритель жидкого ^3He , 14 – трубка для подачи теплообменного газа, 15 – корпус насоса, 16 – активированный уголь насоса, 17 – активированный уголь насоса ключа, 18 – патрубок откачки зазора насоса, 19 – патрубок откачки вакуумной рубашки насоса ключа)

Далее представлен рефрижератор с охлаждением в гелиевом криостате и рефрижератор с охлаждением криокулером замкнутого цикла, сверхнизкотемпературная часть которых находится в общем вакууме криостата. Расположение испарителя ^3He в общем вакууме криостата означает его работоспособность на пучках тепловых нейтронов или в астрофизической обсерватории при оснащении его вакуумного корпуса и экранов соответствующими окнами прозрачности.

Рефрижератор (рисунок 6) с охлаждением криокулером замкнутого цикла, в настоящее время используется в ИРЭ РАН (г. Москва) в тонкопленочных электрофизических исследованиях.

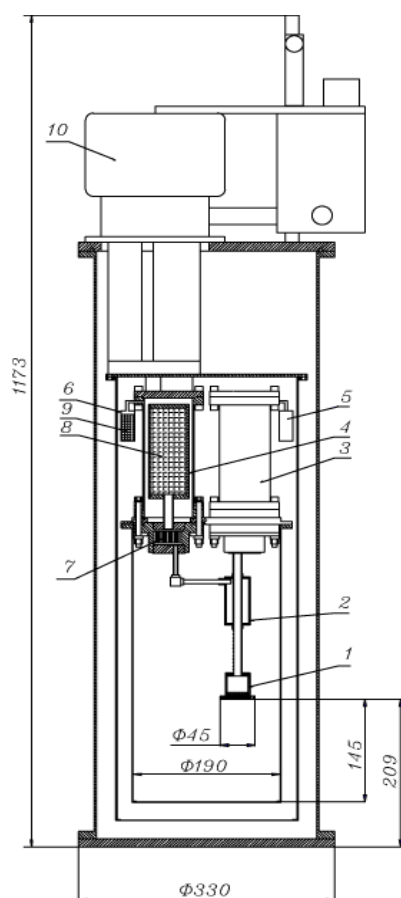


Рисунок 6 – Схематический чертеж рефрижератора и его фотография на монтажно-наладочном стенде

(1 – испаритель ^3He , температура 0,3 К; 2 – испаритель ^4He , температура (0,8 – 2,1) К; 3 - насос откачки паров ^3He ; 4 - насос откачки паров ^4He ; 5 -тепловой ключ насоса ^3He ; 6 - тепловой ключ насоса ^4He ; 7– теплообменник; 8 и 9 - активированный уголь; 10 - криокулер)

В конструкции, представленной на рисунке 6, газообразные ^3He и ^4He хранятся в объеме самого рефрижератора при давлении 50 бар и 100 бар, соответственно.

На рисунке 7 представлена холодопроизводительность рефрижераторов в зависимости от температуры.

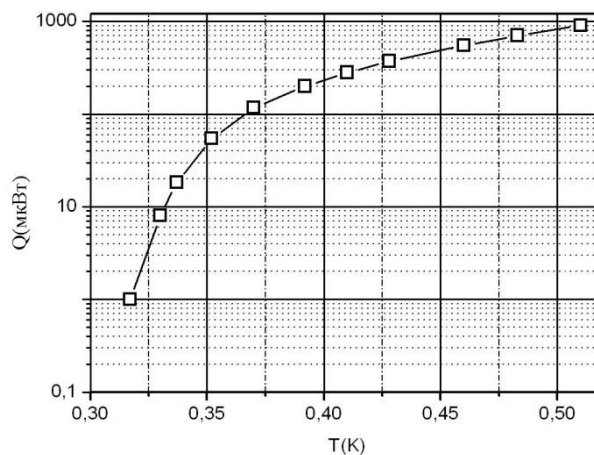


Рисунок 7

Для демонстрации регулировки температуры рефрижератора измерена вольт-амперная характеристика сверхпроводящего перехода пленок титана со сверхпроводящими электрическими контактами из ниобия.

Описания конструкций указанных рефрижераторов и экспериментальные данные опубликованы в работах [A3], [A4], [A5], [C3].

В **третьей главе** представлен безазотный гелиевый криостат с малыми тепловыми потерями, конструкция которого защищена патентом [A6], предназначенный для охлаждения СТМ.

Рассматриваются существующие аналоги, и описывается конструкция криостата (рисунок 8) в сравнении с [Окамото,12] и указываются преимущества разработанного криостата. Суть конструкции сводится к тому, что гелиевый бак и промежуточные экраны в количестве двух штук подвешены на трех трубках из нержавеющей стали, что дает достаточную жесткость. При этом испаряющийся газ проходит внутри этих трубок, охлаждая сами трубки, а также экраны через специальные теплообменники. Использование двух охлаждаемых парами гелия экранов позволило исключить использование жидкого азота в гелиевом криостате. Обработка экранов до высокой степени отражающей способности позволило добиться минимального теплопритока к

гелиевому баку без использования дополнительной меры тепловой изоляции - многослойной суперизоляции. Время удержания жидкого гелия объемом 2,7 литра в безазотном криостате в течение более 60 часов является в настоящее время рекордным. Конструкция выполнена в соответствии с требованиями получения сверхвысокого вакуума в прогреваемой системе.

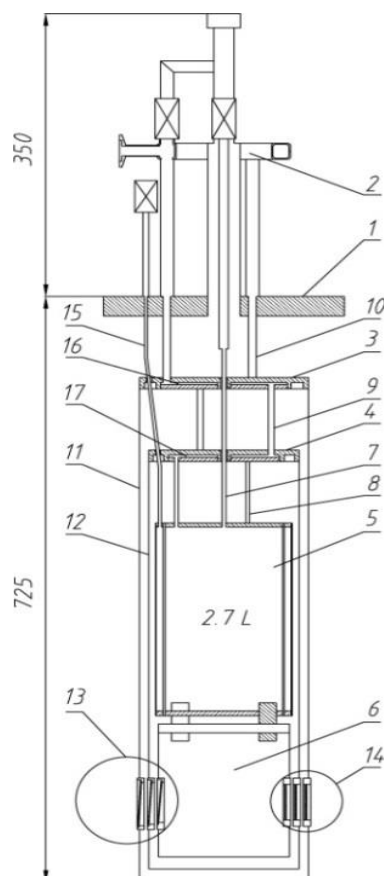


Рисунок 8 - Конструкция криостата и его фотография

(1 – фланец DN200CF, 2 – линия сбора гелия; 3,4 – теплообменники для охлаждения экранов; 5 – гелиевый бак; 6 – камера СТМ; 7 – трубка для заправки гелиевого бачка жидким гелием; 8,9,10 – трубки выпара гелия из нержавеющей стали; 11,12 – внешний и внутренний экраны из меди; 13,14 – окна для загрузки образцов в СТМ и кварцевые окна; 15 – трубка из нержавеющей стали для откачки двойной боковой стенки гелиевого бака; 16,17 – теплообменники)

В четвертой главе рассмотрены шахтные криостаты с охлаждением криокулерами замкнутого цикла для работы на спектрометрах тепловых нейтронов.

Представлен шахтный криостат [B2], предназначенный для порошковой дифракции нейтронов. Особенности этого криостата являются нижняя часть шахты и ампула образца, находящаяся в нейтронном пучке, изготовленная из $TiZr$ сплава с нулевой когерентной длиной рассеяния, а также использование ванадия для промежуточного экрана. Размеры канала шахты, позволяют работать с образцом до 18 мм в диаметре длиной до 100 мм. На второй ступени криокулера установлены экраны, которые формируют пучок нейтронов, из нитрида бора – BN с 20% содержанием изотопа ^{10}B , у которого сечение поглощения тепловых нейтронов ~ 3837 барн. Приводятся зависимости от времени температуры образца в процессе охлаждения от комнатной температуры до 6 К, в процессе регулировки на разных температурных уровнях и в процессе перезагрузки образца. Этот криостат разработан для порошкового дифракционного комплекса (ПДК), который создан в лаборатории исследования материалов ПИЯФ РАН, и затем по контракту был поставлен в ИЯФХ (Мяньян, КНР), где эксплуатируется с 2004 г.

Далее представлен шахтный криостат с диаметром шахты 70 мм [B3]. Диаметр шахты криостата определялся шириной зеркального нейтронновода спектрометра НЕРА-ПР канала 7 реактора ИБР-2, где он установлен. Криостат предназначался в основном для работы с водородсодержащими веществами для исследования упругого и неупругого рассеяния нейтронов. Для этих задач влияние фона рассеяния нейтронов от алюминия, из которого сделана низкотемпературная часть шахты, не критично. Приводятся графики зависимости температуры образца в процессе охлаждения от комнатной температуры до 5 К.

В этой же главе описан криостат с диаметром шахты 120 мм [A7], разработанный для охлаждения камер высокого давления (рисунок 9). Диаметр шахты определялся размером камеры высокого давления, которая должна устанавливаться как вертикально, так и горизонтально. Поскольку наличие вибраций от работающего криокулера является критичным как для экспериментов с точечной коллимацией пучка нейтронов, требующейся при работе с образцами размером менее одного миллиметра, так и для удержания давления в самих камерах, в этом криостате использовался криокулер на пульсационных трубах. Приводятся графики температуры от времени при

охлаждении камеры высокого давления массой 3,5 кг от комнатной температуры до 6 К. Приводятся графики температуры камеры давления и мощности нагревателя как функции времени в процессе стабилизации температуры при 20 К, 50 К, 150 К, 250 К и 300 К. Криостат установлен на дифрактометре ДИСК в РИЦ «Курчатовский институт» на исследовательском реакторе ИР-8.

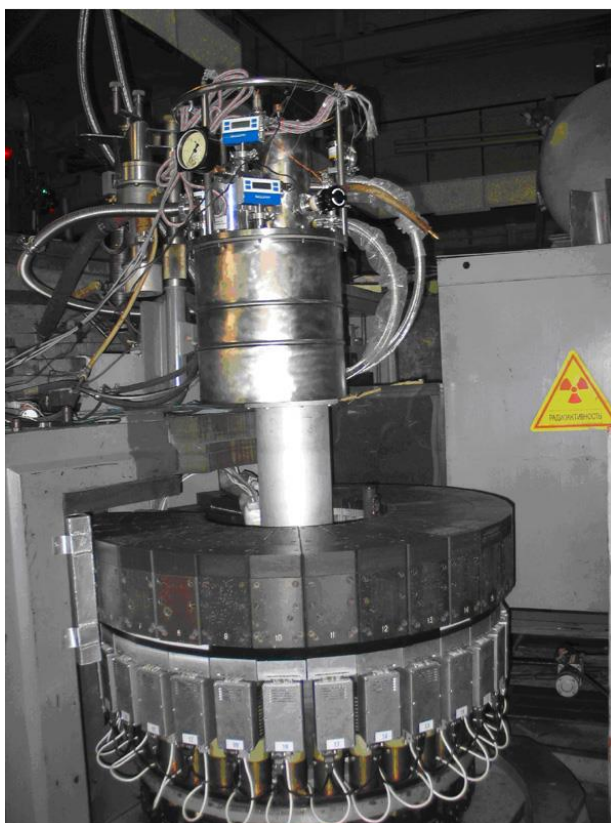
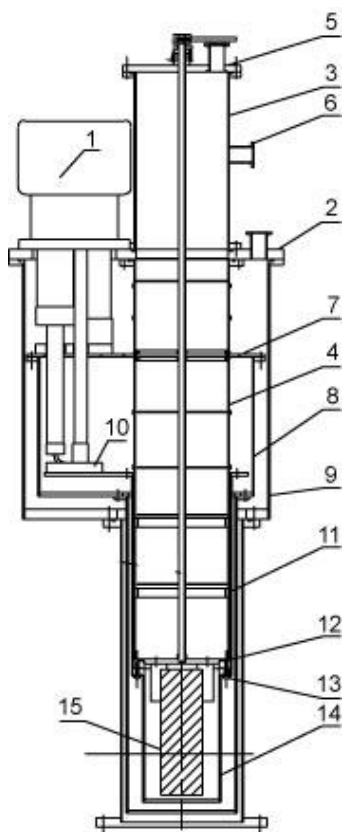


Рисунок 9 - Конструкция шахтного криостата для охлаждения камер высокого давления и его фотография на спектрометре ДИСК

(1 – криокулер, 2 – фланец криостата, 3 - головная часть, 4 – шахта, 5 – загрузочное устройство, 6 – патрубок откачки и напуска теплообменного газа гелия-4, 7 – фланец первой ступени, 8 – экран, 9 – корпус криостата, 10 – вторая ступень, 11 – тепловой мост, 12 – теплообменник, 13 – нагреватель, 14 – камера образца, 15 – образец)

В заключении приведены основные результаты работы, а именно:

1. Разработан криостат с рефрижератором растворения ^3He в ^4He , который дополнен рефрижератором откачки ^3He или ^4He , камера растворения и испаритель которых соединены теплообменником. Через вертикальный канал откачки рефрижератора испарения можно менять образец без отогрева и разборки криостата. Изучено поведение криостата в различных режимах работы. Режим работы с жидким гелием-4 в испарителе позволяет использовать криостат на нейтронных спектрометрах. Апробация работы криостата проводилась в тестовых измерениях сопротивления $p\text{-InSb(Mn)}$ в зависимости от температуры и от величины магнитного поля.
2. Разработан ряд двухступенчатых автономных сорбционных рефрижераторов для работы на температурном уровне до 0,3 К. Рефрижераторы могут охлаждаться как в гелиевых криостатах, так и с использованием криокулеров замкнутого цикла.
3. Разработан сверхвысоковакуумный безазотный гелиевый криостат с малыми тепловыми потерями. Конструкция криостата защищена Патентом РФ. Криостат используется для охлаждения сканирующего туннельного микроскопа.
4. Разработаны охлаждаемые криокулерами замкнутого цикла шахтные криостаты с изменяемой температурой в диапазоне (6 ÷ 300) К. Эти криостаты применяются на спектрометрах нейтронов в трех нейтронных центрах.

Публикации автора по теме диссертации

1. Статьи в ведущих научных журналах, входящих в перечень ВАК, и патенты:
 - A1. *Chernikov, A.N.* Installation for producing low temperatures on the 0.028 – 4.2 range / **A.N. Chernikov**, Yu.F.Kiselev // *Cryogenics*, 1990, Vol. 30, p. 52 – 55
 - A2. *Obukhov, S.A.* Low temperature resistance of $p\text{-InSb(Mn)}$ / S.A.Obukhov, B.S. Neganov, Yu.F. Kiselev, **A.N. Chernikov**, V.S.Vekshina, N.I.Pepic, and A.N.Popkov. // *Cryogenics*, 1991, Vol. 31, p. 874-877
 - A3. *Trofimov, V.N.* Autonomous sorption refrigerator for cooling to 0.3 K / V.N. Trofimov, **A.N. Chernikov** // *Instruments and Experimental Techniques*. 2003. V.46(4), p. 576-577
 - A4. *Chernikov, A.N.* Helium-3 adsorption refrigerator cooled with a closed cycle cryocooler/ **A.N.Chernikov** and V.N.Trofimov // *Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, 2014, Vol. 8, No. 5, p. 952–956

- A5. *Vystavkin, A.N.* High-sensitivity 0.13–0.38-thz matrix radiometer based on superconducting bolometers for the BTA telescope/ A.N. Vystavkin, S.V. Shitov, S. E. Bankov, A. G. Kovalenko, A. V. Pestryakov, I. A. Kon, A. V. Uvarov, V. F. Vdovin, V. G. Perminov, V. N. Trofimov, **A. N. Chernikov**, M. G. Mingaliev, G. V. Yakopov, and V. F. Zabolotniy. // Radiophysics and Quantum Electronics, 2007, V. 50(10–11), p. 852-857
- A6. *Трофимов, В.Н.* Система охлаждения сканирующего сверхвысоковакуумного туннельного микроскоп / Трофимов В.Н., **Черников А.Н.**, Зайцев-Зотов С.В. // Патент РФ №62691, приоритет от 6.12.2006
- A7. *Chernikov, A.N.* Shaft Cryostat on the Basis of a Pulse Tube Closed Loop Cryocooler for Cooling High Pressure Chambers with Diamond and Sapphire Anvils / **Chernikov A.N.**, Buzdavin A.P., Zhuravlev V.V., Ryom Gwang Chol and Glazkov V.P. // Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques, 2010, V.4(6), p. 898-902

2. Препринты и сообщения ОИЯИ:

- B1. *Киселев, Ю.Ф.*, Устройство для получения низких температур в диапазоне 0.028 – 4.2 К / Киселев Ю.Ф., **Черников А.Н.** // Препринт ОИЯИ, P8-89-470, 1989, с.1-10
- B2. *Черников, А.Н.* Шахтный криостат для порошковой дифракции нейтронов на основе рефрижератора замкнутого цикла для работы в диапазоне температур 6 - 300 К / **Черников А.Н.**, Журавлев В.В., Ульянов В.А., Трунов В.А., Булкин А.П., Колхидашвили М.Р. // Сообщения ОИЯИ, 2005, P8-2005-23, с.1-10
- B3. *Budagov, J.A.* Leak Rate Measurements on Bimetallic Transition Samples for ILC Cryomodules / J.Budagov, **A.Chernikov**, B.Sabirov, A.Sissakian, G.Shirkov, A.Sukhanova, I.Malkov, V.Perevozchikov, V.Rybakov, V.Zhigalov, A.Basti, F.Bedeschi, F.Frasconi, S.Linari, R.Kephart, S.Nagaitsev // JINR Communication E13-2008-110, Dubna, 2008, p.1-10

3. Тезисы и материалы докладов на научных конференциях:

- C1. *Chernikov, A.N.* Development of laboratory cryostats in the cryogenics research group of FLNP JINR / **Chernikov A.N.**, Zuravlev V.V., Buzdavin A.P. Rem Gwang Chol,

- Trofimov V.N. // "XVIII International Seminar on Interaction of Neutrons with Nuclei (ISINN-18)" book of abstracts, - Dubna, Russia, 26-29 May 2010, p. 40
- C2. *Черников, А. Н.* Шахтные криостаты для нейтронных исследований в диапазоне температур 6-300К / **А.Н. Черников** //XXI Совещание по использованию рассеяния нейтронов в исследованиях конденсированного состояния, РНИКС-2010, Тезисы, Москва.16-19 ноября 2010, с.162
- C3. *Trofimov, V.N.* Design and performance of double stage He4/He3 refrigerator with cryosorption pumps / Trofimov, V.N., **Chernikov A.N.**, Vdovin V.F., Perminov V.G., Mansfeld M.A. // Proceeding of the Twenty- Third International Cryogenic Engineering Conference and International Cryogenic Materials Conference 2010 (ICEC23-ICMC2010) Wroclaw, Poland, 2010 (Wroclaw 2011), p. 645-647
- C4. *Черников, А.Н.* Шахтный криостат для охлаждения камер высокого давления с алмазными и сапфировыми наковальнями / **Черников А.Н.**, Буздавин А.П., Журавлев В.В., Рем Кван Чол, Глазков В.П. // VII Национальная конференция "Рентгеновское, Синхротронное излучение, Нейтроны и Электроны для исследования наносистем и материалов" РСНЭ_НБИК 2009, Тезисы, Москва,16-21 ноября 2009, стр. 619
- C5. *Chernikov, A.N.* Facility update of the JINR / **Chernikov A.N.** // 8th International Workshop on Sample Environment @ Neutron Scattering Facilities, Oxfordshire and ISIS, 12 -16 October 2014.

Список цитируемой литературы

1. *Кеезом В.* Гелий / Кеезом В. // М.: Издательство иностранной литературы, 1949 г. -542 с.
2. *Лоунасмаа, О.В.* Принципы и методы получения температур ниже 1 К / О.В.Лоунасмаа // Москва, «Мир», 1977, - 356 с.
3. *London H.* Osmotic pressure of ^3He in liquid ^4He with proposal for a refrigerator to work below 1 K // London H., Clarke G.R., Mendoza E. // Phys.Rev. 1962, 128, p.1992-2005
4. *Неганов, Б.С.* Метод получения низких температур, основанный на растворении ^3He в ^4He / Неганов Б.С., Борисов Н.С, Либург М.Ю. // ЖЭТФ, 1966, V.50, p.1445
5. *Taconis, K.W.* ^4He - ^3He refrigerator through which ^4He is circulated / Taconis K.W Pennings N.H., Das P. and Ouboter B. // Physica, 56, 1971, p.168-170
6. *Малков, М.П.* Справочник по физико-техническим основам криогеники / Малков, М.П. // 3-е изд., перераб. и доп. – М.: Энергоатомиздат, 1985

7. *Heeringa, W.* Polarized targets in nuclear and high energy physics / Heeringa W. // Kfk 3062, 1980, p.1-23
8. *Sears, V.F.* Neutron scattering lengths and cross sections / Sears, V.F. // Neutron news, 1992, V.3, N.3, p.29-37
9. *Maiani, T.* A two-stage ^3He - ^4He fridge for bolometric photometry / T. Maiani, P. Bernardis, M. De Petris, S. Granata, S. Masi, A. Orlando, E. Aquilini, P. Cardoni, L. Martinis, F. Scaramuzzi // Cryogenics. 1999. V.39(5) p. 459-464
10. *Bhatia, R.S.* A Three-stage Helium Sorption Refrigerator for Cooling Infrared detectors to 280 mK / R.S. Bhatia, S.T. Chase, S.F. Edgington, J. Glenn, W.C. Jones, A.E. Lange, B. Maffei, A.K. Mainzer, P.D. Mauskopf, B.J. Philhour, B.K. Rownd // Cryogenics. 2000. V.40(1) p. 685-691
11. *Выставкин А.Н.*, Мультиплексирование сигналов в решетках прямых детекторов методом проекций / Выставкин А.Н., Пестряков А.В. // Радиотехника и электроника, 2003, Том 48 (9), стр. 1085-1092
12. *Okamoto, H.* A low-loss, ultrahigh vacuum compatible helium cryostat without liquid nitrogen shield / Hiroshi Okamoto and Dongmin Chen. // Rev. Sci. Instr. 2001. Issue 72, 1510-1517
13. *Kirichek, O.* Top Loading Cryogen Free Cryostat for Low Temperature Sample Environment / Kirichek, O., Foster, T.J., Down, R.B.E., Clapton, D., Chapman, C.R., Garside, J., Bowden, Z.A. // Journal of Low Temperature Physics, 2013, Volume 171, Issue 5-6, p. 737-741
14. *Edwards, D.O.* Phase separation in ^3He mixtures near absolute zero / Edwards D.O., Daunt J.G. // Phys. Rev. 1961, 124(3), p.640