

ІІТМО

Е.В. Соколова

**ТЕХНИКА НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО
ЭКСПЕРИМЕНТА**



**Санкт-Петербург
2022**

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

УНИВЕРСИТЕТ ИТМО

Е.В. Соколова
ТЕХНИКА НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО
ЭКСПЕРИМЕНТА

УЧЕБНОЕ ПОСОБИЕ

РЕКОМЕНДОВАНО К ИСПОЛЬЗОВАНИЮ В УНИВЕРСИТЕТЕ
ИТМО

по направлению подготовки 16.04.03 Холодильная, криогенная техника
и системы жизнеобеспечения
в качестве учебного пособия для реализации основных профессиональных
образовательных программ высшего образования магистратуры

ИТМО

Санкт-Петербург
2022

Соколова Е.В., Техника низкотемпературного эксперимента– СПб:
Университет ИТМО, 2022. – 118 с.

Рецензент(ы):

Зайцев Андрей Викторович, кандидат технических наук, доцент, доцент (квалификационная категория "ординарный доцент") образовательного центра "Энергоэффективные инженерные системы", Университета ИТМО.

Учебное пособие "Техника низкотемпературного эксперимента" содержит материал, включенный в программу курса для магистрантов с аналогичным названием. Основные разделы данного пособия: криостаты, тепловой расчёт криостата, низкотемпературная термометрия, способы регулирования температуры. Включенный в пособие материал может быть использован при курсовом проектировании.



Университет ИТМО – ведущий вуз России в области информационных и фотонных технологий, один из немногих российских вузов, получивших в 2009 году статус национального исследовательского университета. С 2013 года Университет ИТМО – участник программы повышения конкурентоспособности российских университетов среди ведущих мировых научно-образовательных центров, известной как проект «5 в 100». Цель Университета ИТМО – становление исследовательского университета мирового уровня, предпринимательского по типу, ориентированного на интернационализацию всех направлений деятельности.

© Университет ИТМО, 2022

© Соколова Е.В., 2022

Содержание

Введение.....	5
1. КРИОСТАТЫ.....	6
1.1 Использование сосудов, предназначенных для хранения криогенных жидкостей в качестве криостатов	6
1.2 Стекланные криостаты.....	10
1.3 Охлаждения криостата и заполнение его жидким гелием....	11
1.4 Стекланный криостат для жидких гелия и водорода без азотной рубашки.....	14
1.5 Металлические криостаты	15
1.6 Металлические криостаты с азотным охлаждением.....	15
1.7 Особенности понижения температуры жидкого гелия.....	19
1.8 Металлические криостаты со съемной нижней частью.....	21
1.9 Металлические криостаты без дополнительного азотного охлаждения.....	22
1.10 Криостаты с регулируемой рабочей температурой.....	24
1.11 Специальные криостаты для разных видов исследований...	26
1.12 Криостат, предназначенный для исследований при температуре жидкого азота.....	29
2. КРИОСТАТЫ ДЛЯ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ.....	31
2.1 Низкотемпературные пузырьковые камеры.....	31
2.2 Водородные мишени.....	38
2.3 "Петли" для исследований в ядерных реакторах при криогенных температурах.....	40
3. НЕКОТОРЫЕ ВОПРОСЫ ТЕПЛОВОГО РАСЧЕТА КРИОСТАТА.....	43
3.1 Высоковакуумная изоляция	43
3.2 Вакуум-порошковая изоляция.....	47
3.3 Вакуум-многослойная изоляция.....	50
3.4 Некоторые рекомендации по выбору изоляции.....	52
3.5 Определение теплопритоков через некоторые элементы конструкции криостата.....	53
4. НИЗКОТЕМПЕРАТУРНАЯ ТЕРМОМЕТРИЯ.....	66
4.1 Температурные шкалы.....	66

4.2	Термодинамическая шкала температур.....	67
4.3	Международная практическая шкала температур.....	67
4.4	Некоторые особенности термометрии в области криогенных температур.....	69
4.5	Газовый термометр.....	71
4.6	Конденсационный термометр.....	74
4.7	Термопарный термометр.....	77
4.8	Стандартные термопары.....	82
4.9	Нестандартные термопары.....	83
4.10	Измерение термо-ЭДС.....	86
4.11	Градуировка термопар.....	87
4.12	Поправка на температуру теплового спада.....	88
4.13	Термометры сопротивления.....	89
4.14	Способы измерения сопротивления термометра.....	96
4.15	Другие методы измерения криогенных температур.....	98
5.	РЕГУЛИРОВАНИЕ ТЕМПЕРАТУРНОГО УРОВНЯ КРИОСТАТА.....	102
5.1	Регулирование давления пара.....	102
5.2	Регулирование температуры выше точки кипения криогенной жидкости.....	109
	Список литературы.....	117

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время множество организаций и научно-исследовательских институтов ведут экспериментальные работы в области криогенных температур. Среди таких работ можно выделить: исследования по физике твердого тела, работы по применению сверхпроводимости и испытаниям сверхпроводимых материалов нового типа, парамагнитным усилителям, оптике и спектроскопии, а также по многим другим областям физики и техники низких температур.

При проведении экспериментальных исследований в области низких температур приходится решать ряд проблем, которые связаны с конструированием низкотемпературного оборудования, поддержанием, регулированием и измерением криогенных температур и уровня жидких криопродуктов в криостатах и в различных низкотемпературных системах.

В рамках изучения дисциплины «Техника низкотемпературного эксперимента» студенты изучают вопросы, перечисленные выше. Задачей курса является изучение основ конструирования и теплового расчета криостатов различного назначения для проведения низкотемпературных исследований, методов поддержания и регулирования температуры в криостатах, получения необходимых знаний по принципам действия, особенностям конструкции и областям применения различных типов термометров, используемых в низкотемпературной термометрии.

При работе над разделами курса рекомендуется в соответствии с программой и настоящими методическими указаниями прочитать материал, относящийся к этому разделу, а затем самостоятельно повторить вывод отдельных формул. Для дополнительного контроля усвояемости отдельных разделов в конце каждого из них даются вопросы для самопроверки. Желательно при изучении курса производить конспектирование разбираемых тем.

При изучении курса «Техника низкотемпературного эксперимента» студент обязан выполнить расчетную работу и ряд лабораторных работ. Выполнение лабораторных и расчетной работ производится в сроки, установленные учебным планом. После выполнения и сдачи данных работ студент сдает зачет.

Данное учебное пособие состоит из пяти глав. В первых двух главах кратко рассмотрены конструкции криостатов и систем, применяемых для низкотемпературных исследований. Третья глава посвящена вопросам, связанным с тепловым расчетом криостата. В двух последующих главах рассмотрены вопросы низкотемпературной термометрии и регулирования температуры. В заключение приводится список литературы.

1. КРИОСТАТЫ

Криостатом называется прибор или аппарат для криогенных исследований, во внутреннем объеме которого поддерживается низкая температура. Криостат – это по существу термостат, предназначенный для тепловой стабилизации в области низких температур.

Сложно представить универсальный криостат, который позволял бы обеспечивать проведение всевозможных физических измерений во всей области низких температур, потому что как правило, конструкцию криостата определяет целый ряд факторов:

- характер изменения и поддержания температуры (постоянная температура / плавное или скачкообразное изменение);
- температурный диапазон работы (азотные температуры, водородные, гелиевые);
- вид производимых теплофизических измерений (измерение теплоемкости, теплопроводности, электрического сопротивления, постоянной кристаллической решетки твердого тела и т.п.).

Поэтому проектирование криостатов обычно осуществляется индивидуально, в зависимости от назначения. Но, несмотря на это, существуют общие принципы проектирования криостатов, которые охватывают вопросы устройства аппаратов, теплоизоляции, теплопередачи, регулирования температуры.

Те температурные пределы, на которые рассчитывается криостат, в ряде случаев могут быть достигнуты с помощью сжиженных газов, путем регулирования давления, при котором этот газ кипит. В этом случае простейшим криостатом может быть сам сосуд, предназначенный для хранения криогенных жидкостей [1].

1.1 Использование сосуда Дьюара в качестве криостата

Как видно из таблицы 1.1, чтобы поддерживать внутри охлажденного и кипящего в сосуде Дьюара газа, а тем самым в любой экспериментальной камере, погруженной в эту жидкость, какую-то определенную температуру в указанных ниже пределах, достаточно располагать вакуумным насосом с соответствующей скоростью откачки. Посредством манометра, соединенного с откачной трубой, эту температуру можно поддерживать с постоянной точностью выше 0,1 %. При этом в каждом из температурных пределов имеются большие интервалы, внутри которых без особого труда можно достичь ещё большего постоянства – с колебаниями температуры менее 0,02% в течение длительного времени. Необходимо лишь иметь в виду, что это постоянство достигается лишь в сравнительно тонком слое кипящей жидкости вблизи её поверхности, где температура соответствует

рассчитанной по упругости пара. В самой же жидкости могут существовать значительные градиенты температуры. Особенно значительные градиенты температур в жидкости могут возникнуть при усиленной откачке испаряющегося газа.

Таблица 1.1

Диапазоны термостатирования по давлению насыщенных паров		
Хладагент	Регулируемая область	
	Температура, К	Давление, кПа
Гелий	2,5-5,0	5,33-195
Водород	14,1-23	7,03-195
Неон	24,6-30	42,2-195
Азот	63,5-84	12,2-195
Кислород	70,5-97	0,16-195
Метан	92-120	11,5-195
Этилен	134-182	1,95-195

Чтобы получить в криостате температуры, отличные от тех, которые соответствуют достижимому интервалу по упругости пара применяемых ожиженных газов, необходимо использовать другие методы.

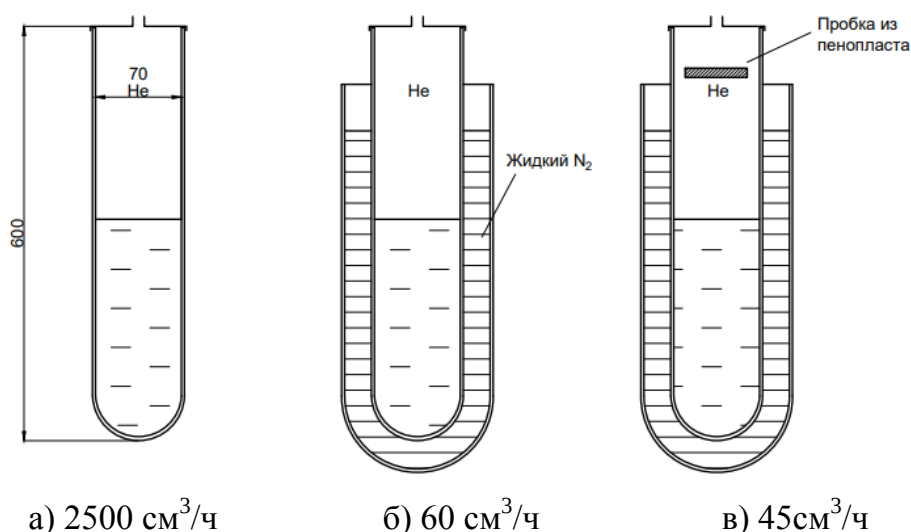


Рис. 1.1 Скорость испарения гелия из стеклянных сосудов Дьюара:

а – наружная стенка и крышка имеют комнатную температуру; б – наружная стенка охлаждается жидким азотом, в – наружная стенка охлаждается жидким азотом, а излучение крышки экранируется пробкой из пенопласта толщиной 5 см, подвешенной на расстоянии 12 см от верхнего края сосуда

Как было отмечено выше, простейшим криостатом может служить сосуд Дьюара, в котором находится криогенная жидкость. В таком сосуде можно проделать довольно много экспериментов. Но если для жидких азота N_2 и воздуха с высоковакуумной теплоизоляцией такой сосуд дает хорошие результаты, то для жидких водорода H_2 , неона Ne и особенно гелия He он мало пригоден. На рисунке 1.1 приведены результаты исследований по испаряемости жидкого гелия в стеклянных сосудах

Дьюара [2]. Из данных, приведенных на рисунке 1.1, видно, что испаряемость жидкого гелия в обычных стеклянных сосудах, используемых для жидких кислорода и азота, весьма велика. Наличие второго сосуда Дьюара в виде азотной рубашки приблизительно в 40 раз снижает потери жидкого гелия. Дополнительное снижение потерь жидкого гелия от испарения в таких сосудах достигается размещением в горловине пробки из пенопласта, которая поглощает часть излучения крышки.

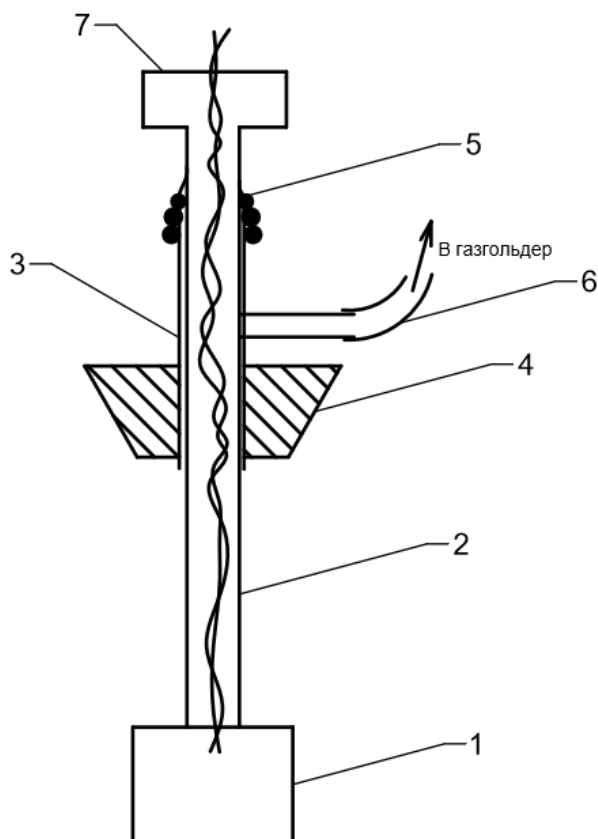


Рис. 1.2 Прибор, погружаемый в сосуд Дьюара для хранения жидкого He:
1 – прибор, 2 – трубка из сплава с низкой теплопроводностью, 3 – короткая трубка,
4 – резиновая пробка, 5 – резиновая манжета; 6 – боковая трубка; 7 – уплотнение

На рисунке 1.2 показано весьма простое устройство [3], которое может быть пропущено через горловину сосуда для хранения криогенных жидкостей. Прибор 1 прикреплен к нижней части длинной тонкостенной трубки из сплава с малой теплопроводностью или же стеклянной трубки 2. Эта трубка может перемещаться в короткой жесткой трубе 3, вставленной в резиновую пробку 4. Между трубками 3 и 2 с помощью резиновой манжеты 5, обвязанной проволокой, образуется газоплотное скользящее уплотнение. Прибор 1 предварительно охлаждают, погружая его в жидкий азот, затем приспособление быстро вставляют в горловину гелиевого сосуда, уплотняя его выходное отверстие пробкой 4. После этого трубку 2 опускают вниз, пока прибор не погрузится в жидкость.

Опускать прибор следует медленно, чтобы он постепенно охладился в горловине и не произошло бурного вскипания жидкого гелия. Испарившийся газообразный гелий уходит из сосуда через боковую трубку 6. Электрические провода и другие необходимые вводы проходят внутри трубки 2 и выводят наружу через уплотнение 7.

Несложные приборы можно погружать в сосуд для хранения и без скользящего уплотнения. Потери гелия при это невелики. Однако если необходимо оставлять прибор в сосуде продолжительное время, то следует использовать какое-то уплотнение, чтобы исключить конденсацию воздуха в горловине сосуда и иметь возможность собирать газообразный гелий.

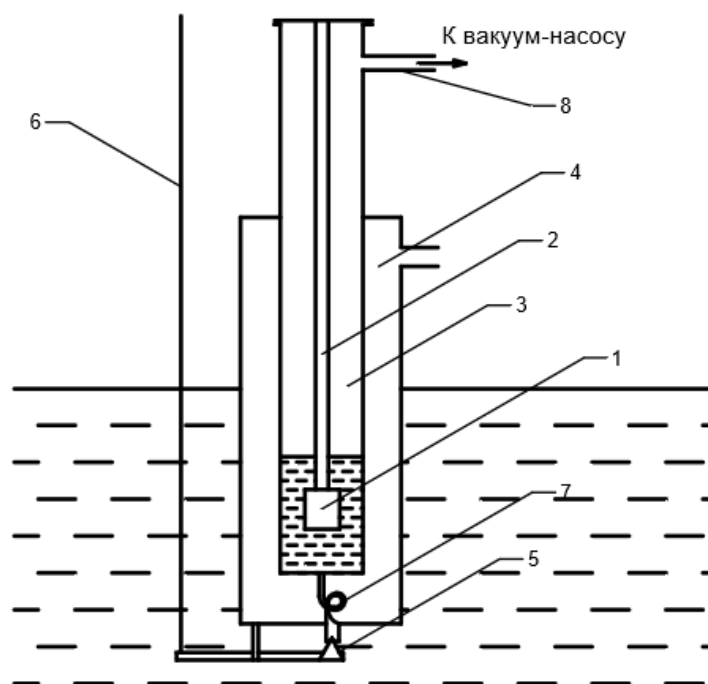


Рис.1.3 Прибор для получения температур ниже 4,2 К в сосуде для хранения жидкого гелия: 1 – образец, 2 – трубка, 3 – камера, 4 – вакуумная рубашка, 5 – клапан, 6 – проволока, 7 – капилляр, 8 – патрубок

При понижении температуры ниже 4,2 К в сосуде, предназначенном для хранения жидкого гелия, приходится испарять значительное количество жидкости. В работе [3] описано относительно простое устройство (рис.1.3), которое может значительно снизить расход жидкого гелия и позволяет проводить эксперименты внутри сосуда для хранения жидкости. В этом случае до температуры ниже 4,2 К охлаждают лишь небольшое количество гелия. Образец 1 подвешен на тонкостенной трубке 2 из сплава с малой теплопроводностью таким образом, что он находится у дна цилиндрической камеры для проведения эксперимента 3. Камера окружена вакуумной рубашкой 4, которую вставляют в горловину сосуда. В рабочем положении нижняя часть кожуха погружена в жидкий гелий. Клапан 5 нормально поддерживается пружиной в закрытом

состоянии. Его можно открыть, потянув за проволоку 6, при этом в экспериментальную камеру через капилляр 7 поступит небольшое количество жидкого гелия. Температуру в экспериментальной камере можно понижать, производя откачку через патрубок 8.

1.2 Стекланные криостаты

В лабораторной практике широко применяют такие криостаты, так как они просты в изготовлении. Для облегчения визуальных наблюдений и оптических исследований в зеркальных пленках, которые обычно наносятся для улучшения теплоизоляции, оставляют прозрачные полосы или окна.

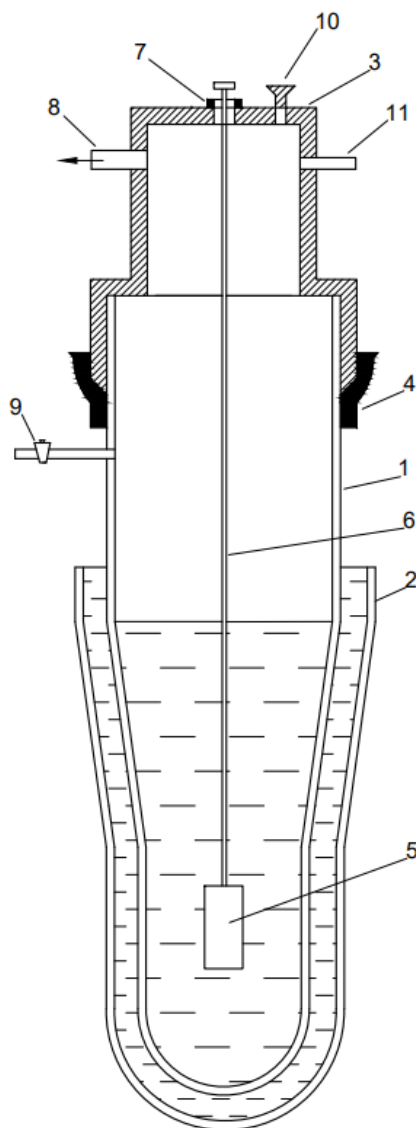


Рис.1.4 Стеклянный гелиевый криостат

- 1 – внутренний гелиевый сосуд; 2 – наружный азотный сосуд;
- 3 – металлическая крышка "капка", 4 – резиновая манжета, 5 – образец,
- 6 – тонкостенная трубка, 7 – фланец с прокладкой из круглой резины,
- 8 – трубка, 9 – кран, 10 – отверстие для заливки гелия,
- 11 – штуцер для контрольно-измерительных приборов

Рассмотрим такой криостат, представленный на рисунке 1.4. Сосуд 1 погружен в наружный сосуд Дьюара 2, наполненный жидким азотом. Ввиду того, что многие эксперименты проводятся в магнитном поле эти сосуды сужены в нижней части для того, чтобы уменьшить расстояние между полюсами магнита. В случае использования сверхпроводящих соленоидов, надобность в такой конфигурации сосуда отпадает, так как соленоиды помещаются непосредственно в гелиевый сосуд 1. Оба сосуда посеребрены, однако для возможности визуального наблюдения на внутренней поверхности криостата оставляют две непосеребренные полосы шириной 10–15 мм. Сосуд 1 закрыт металлической крышкой 3 ("капкой"), соединенной с сосудом резиновой манжетой 4. Прибор 5 подвешен на одной или нескольких тонкостенных трубках 6, выполненных из сплава с низкой теплопроводностью. Электрические провода вводят через уплотнение в верхней части капли. Образец можно легко заменить: для этого разбирается фланцевое соединения 7 с прокладкой из резины и затем образец 5 снимается с трубок 6.

К недостаткам стеклянных криостатов относится малая механическая прочность, а также проницаемость стенок сосуда для гелия, а значит, требуется частое вакуумирование теплоизоляционного пространства.

1.3 Охлаждение криостата и заполнение его жидким гелием

Через патрубок 8 производят откачку воздуха из сосуда 1 форвакуумным насосом (рис. 1.4), затем систему заполняют гелием из газгольдера низкого давления. Объем между стенками сосуда 1 через кран 9 откачивают форвакуумным насосом, а затем впускают туда воздух. Затем этот объем повторно откачивают и опять впускают туда воздух. Такое "промывание" обычно производят несколько раз с целью удаления гелия из пространства между стенками сосуда 1 (некоторое количество гелия могло диффундировать сквозь стекло при проведении предыдущего эксперимента), так как даже очень незначительное количество гелия не может существенно испортить теплоизоляционные свойства внутреннего сосуда. После промывки между стенками сосуда 1 следует оставить небольшое давление воздуха. Это можно сделать, открыв на мгновение кран 9 и зажав при этом пальцем входное отверстие патрубка крана.

Перед началом заливки жидкого гелия система должна быть предварительно охлаждена, для чего внешний сосуд 2 заполняют жидким азотом. Небольшое количество воздуха, оставленное между стенками внутреннего сосуда, способствует отводу теплоты из сосуда 1, благодаря чему его содержимое охлаждается до температуры жидкого азота. Обычно процесс охлаждения продолжается 1–2 ч. По мере охлаждения сосуда 1 в него поступает газообразный гелий из газгольдера. Удобно подавать газ

через жидкостный затвор ("пробулькиватель"); в этом случае по прекращению всасывания газа из газгольдера в криостат можно установить, когда заканчивается процесс охлаждения.

После этого можно начинать заливку жидкого гелия. Заливка жидкого гелия в криостат производится через отверстие 10 (рис. 1.4), которое обычно закрыто пробкой. Заливка производится с помощью сифона 6 (рис. 1.5). Сосуд Дьюара 3, в котором хранится жидкий гелий, резиновой трубкой присоединяют к криостату через вентиль 1. При закрытом вентиле сифон опускается в сосуды 2 и 3 и закрепляется в нужном положении с помощью коротких отрезков резиновой трубки 4, которые осуществляют газонепроницаемые соединения, плотно охватывая сифон и патрубки на горловине сосуда Дьюара и на капке криостата. Опускать сифон в сосуд 3 для хранения жидкого гелия надо медленно, чтобы жидкость не кипела слишком сильно. Введение сифона в сосуд приводит к испарению жидкого гелия и к повышению давления в нём. Это давление вытесняет жидкий гелий через сифон в криостат 2. Футбольная камера 5 заполняется газом. Сжимая ее, можно ускорить поток гелия. Сначала жидкий гелий, поступая в криостат, немедленно испаряется и образуется большое количество пара. Со временем содержимое криостата охлаждается до 4,2 К и жидкий гелий начинает собираться на дне. Когда это произойдёт скорость перелива увеличится, благодаря чему давление в сосуде для хранения падает. Для поддержания потока может оказаться необходимым сильнее сжимать камеру 5. Когда количество гелия в криостате становится достаточным, переливание прекращают, открывая вентиль 1 и уравнивая давление в сосудах. После этого сифон извлекается, а отверстие закрывается резиновой пробкой.

Учитывая, что изменение давления в криостате при заливке меняется характерным образом, то наблюдение за ходом заливки можно вести по манометру, присоединённому к криостату. До того, как жидкость начнёт собираться в сосуде, в нём обычно имеет место избыточное давление порядка 1,33 кПа. Когда жидкость начнет собираться на дне криостата, давление падает до атмосферного. Падение давления свидетельствует о том, что криостат начал наполняться. Необходимая величина жидкого гелия в криостате фиксируется при отсутствии непосеребренной полосы с помощью автоматического указателя уровня. Вместо резиновой камеры переливание жидкости можно осуществлять с помощью газообразного He, поступающего в сосуд под небольшим избыточным давлением из баллона через редуктор. Можно также засасывать гелий, осторожно откачивая криостат вакуумным насосом.

Переливание, во избежание перерасхода жидкого He, необходимо производить медленно, особенно до того момента, когда жидкость начнет

собираться в приемном сосуде. Если скорость потока слишком высока, то холодный газ вытесняется из криостата прежде, чем он успевает охладить содержимое криостата. При правильном переливании на капке криостата не должен образовываться иней.

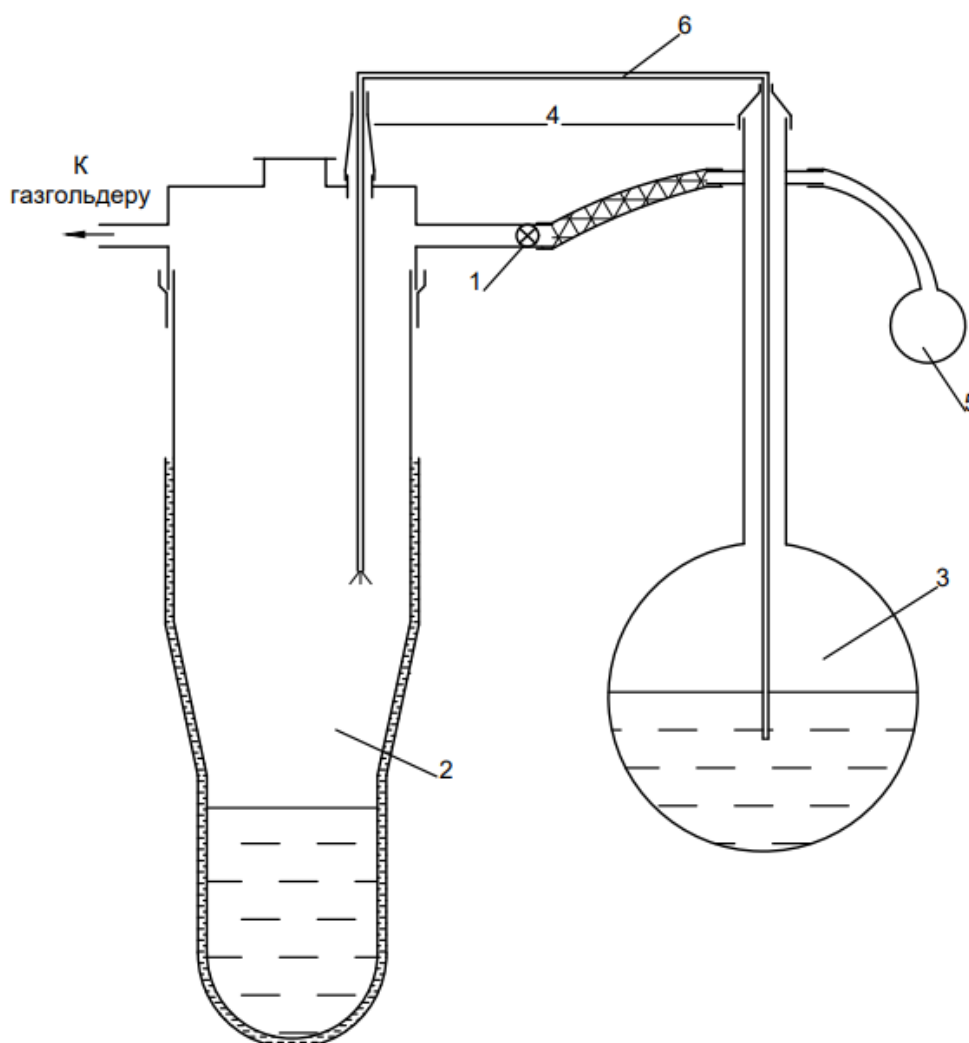


Рис.1.5 Переливание жидкого гелия в криостат:

1 – вентиль, 2 – криостат, 3 – сосуд для хранения жидкого гелия, 4 – отрезок резиновой трубки, 5 – футбольная камера, 6 – переливной сифон

Когда в криостат попадает жидкий гелий, воздух, оставшийся между его стенками, замерзает, и там создается весьма высокий вакуум, чем обеспечивается весьма высокая эффективность изоляции.

Сосуд с жидким гелием должен быть вакуум-плотно соединён с капкой. Проще всего это сделать с помощью резиновой манжеты. Капку обычно жёстко укрепляют на какой-либо стойке, а гелиевый сосуд прикрепляют к капке на подвеске.

Существенным недостатком стеклянных криостатов является их малая механическая прочность и необходимость частой откачки вакуумной изоляции. Последнее связано с довольно большой проницаемостью стекла для гелия. Особенно высокую проницаемость имеет стекло пирекс, наиболее часто используемое при изготовлении

криостатов из-за относительно высокой устойчивости его к резким изменениям температуры. Как показано в [3], вакуум в рубашке сосуда Дьюара из пирекса в атмосфере гелия при комнатной температуре и нормальном давлении нарушается уже в течение 1 ч, поэтому сосуды, остающиеся длительное время в таких условиях, должны быть постоянно соединены с вакуумным насосом и периодически или непрерывно откачиваться.

Следует иметь в виду, что коэффициент диффузии газа через стекло быстро уменьшается с понижением температуры и при температуре жидкого азота ничтожно мал. Поэтому, если криостат заполняется гелием только в рабочих условиях, можно пользоваться и отпаянным стеклянным сосудом, но не подавать в него только после заполнения соответствующих емкостей жидким азотом.

В РФ обычно для изготовления стеклянных криостатов используется стекло марки 29. Такие сосуды, как правило, работают в запаянном состоянии и не требуют перекачки. За границей используется специальное стекло типа монакс. Сосуды из монакса относительно непроницаемы для гелия и нуждаются в повторной откачке лишь после многократного употребления, однако обрабатывается монакс гораздо хуже, чем пирекс.

Из соображений стандартизации при изготовлении стеклянных криостатов рекомендуется выбирать размеры стеклянных заготовок из следующего ряда диаметров: 65, 80, 95, 110, 125, 140 мм.

1.4 Стеклянный криостат для жидких гелия и водорода без азотной рубашки

В работе [4] приводится описание стеклянного криостата с экранами, охлаждаемыми парами кипящего гелия, в котором не используется дополнительное азотное охлаждение. В таком сосуде Дьюара рубашка, заполняемая жидким азотом, заменена металлическим экраном, охлаждаемым парами гелия (рис.1.6).

Шейка этого сосуда состоит из отрезка медной трубки 2, спаянной сверху и внизу с переходами ковар-пирекс. Медный фланец, припаянный к наружной поверхности трубки 2, служит для крепления радиационного экрана 4, помещающегося в вакууме между двумя стеклянными стенками. Температура экрана зависит от эффективности теплообмена внутри шейки сосуда Дьюара и от скорости испарения гелия. Авторы в опытах трубку 2 заполняли медной стекой, служившей примитивным теплообменным устройством. Гелий в количестве 1200 см³ заливают в сосуд, предварительно охлажденный до 77 К, так он сохраняется до примерно 10 часов.

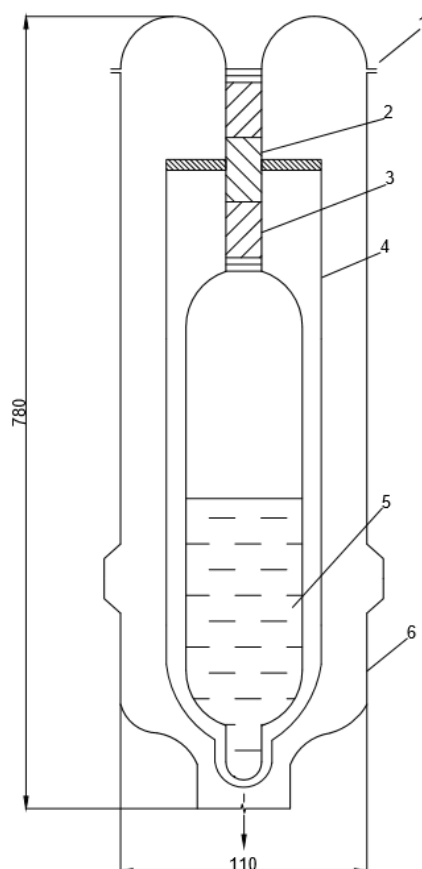


Рис.1.6 Стекланный сосуд для жидких гелия и водорода без азотной рубашки:
1 –соединение на смазке, 2 –медная трубка с фланцем, 3 –переходные трубки из ковара, 4 –медный радиационный экран, 5 –внутренний сосуд с жидким гелием или водородом, 6 – наружная оболочка

1.5 Металлические криостаты

Металлические криостаты более прочны, чем стеклянные. Кроме того существенным преимуществом является возможность относительно простыми средствами изготовить криостат требуемой конфигурации, что иногда является соображением первостепенной важности.

Металлические криостаты, также как и стеклянные, можно разделить на 2 группы:

- криостаты с дополнительным охлаждением жидким азотом;
- криостаты без азотного охлаждения.

Из-за высокой теплопроводности металлов оболочки криостатов делают из тонких листов, насколько это допускается соображениями прочности и жесткости, особенно при работе сосуда под давлением извне.

1.6 Металлические криостаты с дополнительным азотным охлаждением

На рисунке 1.7 показан первый тип криостатов для радиотехнических исследований в магнитном поле [5]. Внутри цилиндрического корпуса 1 помещается гелиевый сосуд 3, который окружен медным экраном 4, охлаждаемый жидким азотом, залитым в

ванну. Гелиевая и азотная ванна подвешены к корпусу на тонко стенных трубах 5 и 7 из материала с низкой теплопроводностью (нержавеющая сталь, нейзильбер и т.д.). Внутренний гелиевый сосуд с вакуумной рубашкой снабжен длинным хвостовиком, диаметр и длина которого определяется размерами размещаемых в нем объектов охлаждения.

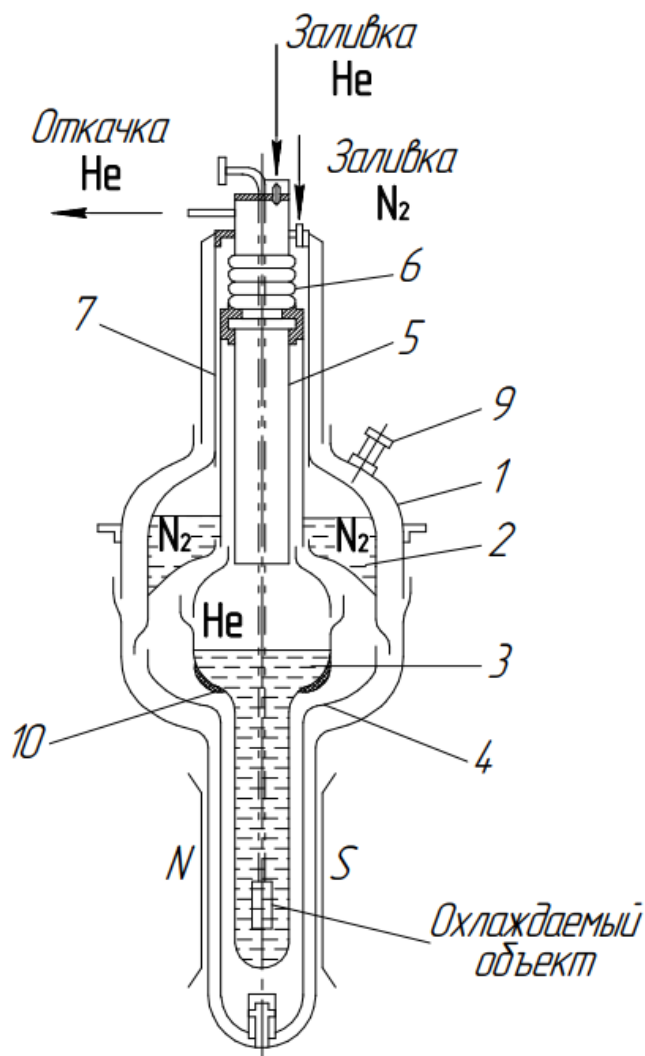


Рис.1.7 Металлический криостат с азотным охлаждением для жидкого гелия:
1 – корпус; 2 – азотная ванна; 3 – гелиевый объем; 4 – экран; 5 – труба подвески гелиевого объема; 6 – сильфон; 7 – подвеска ванны жидкого азота, 8 – крышка криостата, 9 – штуцер для вакуумирования, 10 – адсорбент

Для удобства размещения объекта между полюсами магнита и создания сильного поля узкая часть сосуда не окружена ванной жидкого азота, а защищается от тепловой радиации только медным полированным экраном 4. Для уменьшения подвода теплоты к гелиевой ванне вследствие теплопроводности труба в верхней части имеет термический контакт с азотной ванной. Пространство между гелиевой ванной и наружным кожухом откачивается через штуцер 9 до высокого вакуума, который затем поддерживается в процессе эксплуатации с помощью адсорбента 10. В качестве адсорбента обычно используется активированный уголь или

силикагель, охлаждаемые жидким азотом для увеличения его поглотительной способности.

Гелиевая и азотная ванна и корпус криостата обычно изготавливают из меди, нержавеющей стали или алюминиевых сплавов. Их поверхности со стороны вакуумного пространства полируют для уменьшения лучистого теплопереноса.

В криостаты значительная часть теплоты поступает через горловину, поэтому она должна быть по возможности более длинной. Особенно это важно для внутреннего сосуда, который содержит в себе жидкий гелий. С целью уменьшения притока теплоты по горловине теплопроводностью ее выполняют из тонкостенной трубы, изготовленной из материала с низкой теплопроводностью. Дополнительное увеличение трубы достигается с помощью сильфона 6, диаметр трубы 5 выбирается с таким расчетом, чтобы через него мог свободно проходить охлаждаемый объект.

Азотная ванна 2 закрывается крышкой, на которой размещается патрубок для заливки и выхода паров азота. Горловина гелиевой ванны 3 уплотняется крышкой 8, на которой расположены патрубки для заливки гелия и отвода паров в газгольдер или откачки вакуумным насосом, если температура кипения жидкого гелия в ванне должна быть ниже 4,2 К.

Криостаты того типа имеют примерно следующие характеристики по испаряемости (таблица 1.2).

Таблица 1.2

Характеристики гелиевых криостатов с азотным охлаждением

Объем гелиевой ванны, л	Диаметр центральной трубы, мм	Испаряемость жидкого гелия, см ³ /ч	Расход жидкого гелия .л/ч
2,5–3,5	36–42	60–90	0,1–0,2
4–6	48–60	80–140	0,2–0,4

На рисунке 1.8 показано устройство гелиевых криостатов серии КГ. Эти криостаты изготавливают из немагнитных материалов: гелиевую и азотную ванны, а также экраны выполняют из меди, наружный кожух – из сплава Al–Mn (алюминий – марганец), фланцы и горловину – из криогенной стали 12Х18Н10Т.

Для уменьшения расхода жидкого азота этот криостат выполнен с многослойной экранно-вакуумной изоляцией. Кроме основного экрана 5 в этом криостате установлен дополнительный 7, который укреплен в центральной горловине, это уменьшает теплоприток излучением к гелиевой ванне 4. Основные параметры таких криостатов серии КГ приведены в таблице 1.3. Принятая маркировка соответствует диаметру горловины, которая соответственно равна 55, 100, 150 и 200 мм.

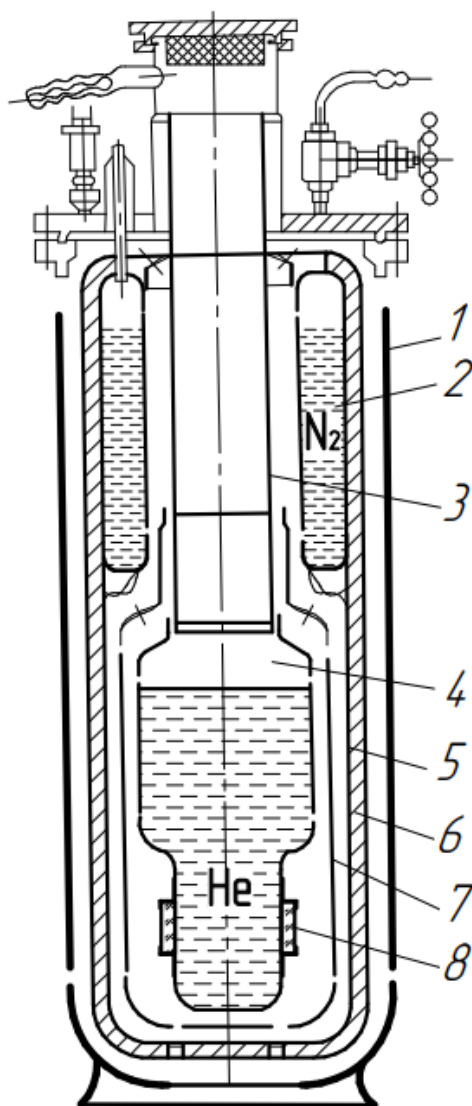


Рис.1.8 Гелиевый криостат серии КГ:

1 – корпус, 2 – азотная ванна; 3 – горловина, 4 – гелиевый объем; 5 – основной экран; 6 – многослойная вакуумная изоляция, 7 – дополнительный экран, 8 – адсорбент

Таблица 1.3

Основные характеристики криостатов серии КГ

Параметры	Криостаты			
	КГ-55М	КГ-100М	КГ-150М	КГ-200М
Диаметр горловины, мм	55	100	150	200
Вместимость, л:				
гелиевой ванны	4,5	9,0	20,0	28,0
азотной ванны	6,0	9,0	18,0	19,0
Испарение гелия, г/ч	2,4	5,4	6,4	12,5
Габариты, мм:				
высота	1076	1260	1445	1540
диаметр по фланцам	320	345	405	440
Масса, кг	29	36	57	65

В РФ была выпущена серия гелиевых криостатов со значительно большим объемом гелиевого сосуда [5]. Эти криостаты представляют

собой гелиевый сосуд с широкой горловиной, закрепленной в кожухе. Техническая характеристика таких криостатов дана в табл. 1.4.

Таблица 1.4

Техническая характеристика гелиевых криостатов с увеличенным объемом гелиевого сосуда

Тип криостата	Объем гелиевого сосуда, л	Объем азотного сосуда, л	Потери от испарения, г/ч		Диаметр горловин, мм	Вес порожнего криостата, кг	Размеры
			гелия	азота			
КГ-15/150	15	4	4,7		270	58	1600х300
КГ-60/300	60	13	12,5		560	100	1700х450
КГ-300/700	300	700	500		1500	850	2660х1050

Нижняя часть гелиевого сосуда криостатов КГ-15/150 и КГ-60/300 окружена экранами, прикрепленными к горловине. В верхней части этих криостатов размещен сосуд жидкого азота, к которому прикреплен экран, погруженный в кольцевой зазор горловины гелиевого сосуда. Сосуд жидкого азота подвешен на крышке криостата на двух трубках, служащих для залива азота и отвода его паров.

Гелиевый сосуд криостата КГ-300/700 погружен в ванну с жидким азотом таким образом, что вакуумный кожух гелиевого сосуда является экраном, охлаждаемым жидким азотом. Изоляция гелиевого сосуда криостатов – высоковакуумная или вакуумно-многослойная.

1.7 Особенности понижения температуры жидкого гелия

Сосуд с жидким гелием может быть охлажден ниже температуры 4,2 К за счет снижения давления в сосуде и кипения гелия при более низкой температуре.

При понижении температуры гелиевой ванны как от прибора, так и от самого жидкого гелия должен быть отведен поток теплоты. Поскольку изохорная теплоемкость c_v и энтальпия h для жидкого гелия гораздо выше, чем для твердых тел, почти все количество теплоты, которое необходимо отвести из криостата, содержится в жидком гелии. Таким образом, при охлаждении этим методом большая часть испарившегося гелия идет на охлаждение жидкости.

В таблице 1.5 приводится количество гелия, которое необходимо испарить при откачке его в хорошем криостате с азотной ванной для достижения необходимой температуры.

Таблица 1.5

Зависимость испарившейся жидкости от конечной температуры кипящего гелия в криостате

Конечная температура, К	3,5	3,0	2,5	2,0	1,6
Доля испарившейся жидкости	0,17	0,26	0,32	0,37	0,42

Из данных таблицы 1.4 следует, что при понижении температуры за счет откачки следует заполнять гелиевый сосуд несколько большим количеством жидкого гелия, чем необходимо для достижения конечного состояния. Поскольку количество гелия в криостате может значительно уменьшиться в результате такой откачки, то целесообразно организовать периодический подлив жидкости. Чтобы не нарушать вакуум в сосуде, переливной сифон устанавливается стационарно.

Для понижения температуры давление следует уменьшать постепенно, в противном случае возможны дополнительные потери жидкого гелия. Скорость откачки должна быть достаточно малой, чтобы выходящий из криостата газ успевал нагреваться до комнатной температуры. Обмерзание труб, соединяющих криостат с насосом, свидетельствует о слишком быстрой откачке, при которой часть охлаждающей способности гелия расходуется нецелесообразно, на охлаждение трубопроводов.

В процессе дальнейшей нормальной работы криостата требуется непрерывная откачка паров, масса которых определяется количеством теплоизоляции сосуда и тепловыделением исследуемого объекта. С понижением рабочей температуры уменьшается плотность паров, увеличивается их объем и возникает необходимость в более мощных вакуумных насосах и соединительных трубопроводах больших диаметров.

Возможности понижения температуры за счет откачки паров над кипящим гелием иллюстрируется данными таблицы 1.6 [5].

Таблица 1.6

Зависимость температуры кипения гелия (He4) от давления насыщенных паров

Температура гелия Т, К	Давление насыщенных паров гелия, Па
4,215	$101,32 \cdot 10^3$
4,0	$82,19 \cdot 10^3$
3,0	$24,28 \cdot 10^3$
2,0	$3,173 \cdot 10^3$
1,0	16
0,8	1,53
0,5	$2,17 \cdot 10^{-3}$
0,3	$4,5 \cdot 10^{-3}$
0,1	$5,57 \cdot 10^{-3}$

По данным таблицы 1.6 получается, что, обеспечивая технически осуществимый вакуум, можно получать температуры порядка 0,5–0,7 К. В действительности эта задача не является такой легкой, так как жидкий гелий приобретает специфические свойства при его охлаждении ниже λ -точки, температура которой равна 2,17 К. При охлаждении гелия ниже λ -точки образуется тонкая пленка сверхтекучего гелия-II из чрезвычайно

подвижных атомов гелия. Эта пленка, толщиной 100 Å, поднимается от поверхности жидкости по стенкам до уровня, где температура стенок равна температуре λ -точки и здесь испаряется. Наличие этой пленки резко увеличивает скорость испарения, что приводит к резкому возрастанию количества паров, а значит в этом случае насосу необходимо откачивать значительно большее количество паров, чем в случае, когда испарение происходит только с поверхности жидкости. Поэтому на практике получение давления над зеркалом жидкости ниже 150–300 Па и температуры ниже 1,3–1,5 К сопряжено со значительными трудностями.

На практике есть некоторые пути, которые позволяют несколько снизить требуемую производительность насоса. Таким путем является снижение количества жидкости, уносимого пленкой. Скорость переноса гелия по пленке в первом приближении зависит не от длины пути, проходимого пленкой, в пропорциональна наименьшему пересекаемому ею периметру. Поэтому с целью уменьшения переноса гелия по пленке рекомендуется сделать либо сужение внутри сосуда Дьюара, либо использовать сосуды с более узкой нижней частью. В этом случае, даже используя насосы средней производительности, можно достичь низких температур. Например, если отверстие сделать совсем узким (0,05 мм), то температура гелия около 0,75 К может быть получена с помощью вакуумного насоса со скоростью откачки около нескольких десятков метров в секунду. Однако процесс охлаждения гелия будет сильно увеличиваться по времени.

1.8 Металлические криостаты со съемной нижней частью

При проведении ряда исследований необходимо по тем или иным соображениям исключить непосредственный контакт охлаждаемого образца с криогенной жидкостью. В ряде случаев одновременно с процессом охлаждения необходимо производить оптические исследования, которые продолжаются и при охлаждении образца до минимальных температур. В этом случае криостат должен быть снабжен специальными оптическими окнами, позволяющими проводить необходимые эксперименты. В этой связи представляет интерес конструкция так называемых универсальных криостатов.

Примером такого криостата может служить криостат, показанный на рис.1.9. Такие криостаты используются для рентгеноструктурных, оптических и других исследований.

Испытываемый элемент I крепится к холодопроводу 2, выполненному обычно из массивного медного стержня, который имеет хороший тепловой контакт с “хвостовиком” гелиевой ванны.

На наружном кожухе имеются окна 6, а в экране 5 – отверстия, позволяющие пропустить пучок света насквозь через прибор. Путь для

света в этом случае оказывается коротким, так как ему не приходится проходить сквозь жидкость. Окна 6 и их уплотнения находятся при комнатной температуре. При необходимости нижняя часть кожуха криостата делается съемной и снимается вместе с нижней частью экрана, что обеспечивает относительно простой доступ к испытываемому объекту и позволяет довольно быстро производить его замену.

В ряде случаев, когда температуру образца необходимо изменить в заданных пределах, на холодопроводе размещается нагреватель для изменения температуры.

Иногда свет к низкотемпературному образцу подводится и отводится с помощью длинных светопроводов, проходящих через крышку сосуда. Для передачи света с малыми потерями могут быть использованы металлические трубы, полированные внутри, а также стержни из прозрачного пластика, стекла или кварца.

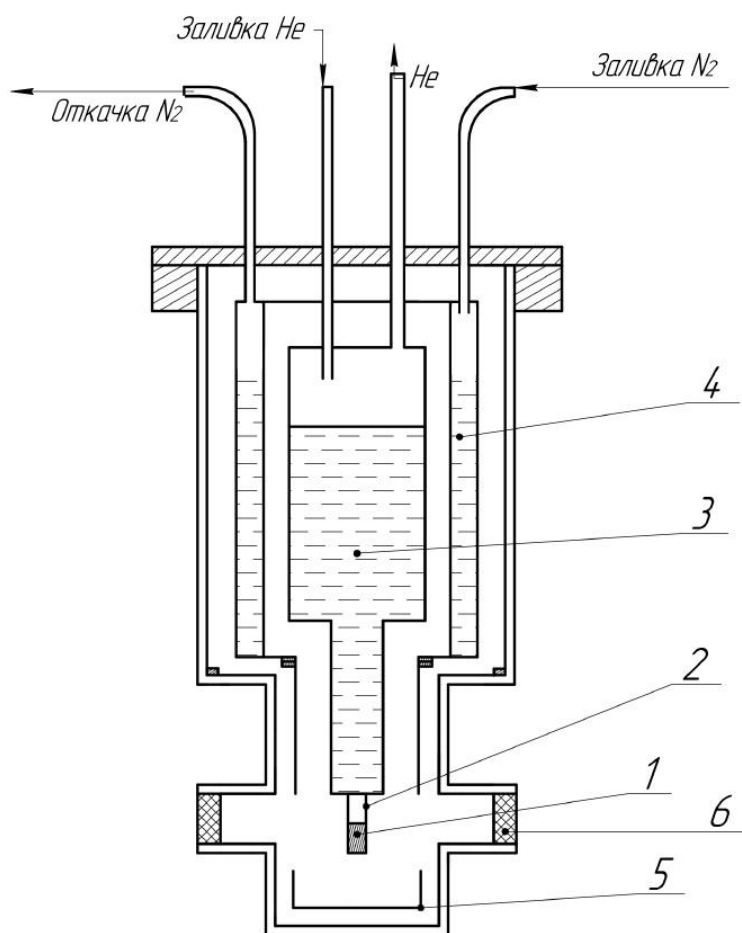


Рис. 1.9 Криостат для оптических исследований:

1 – исследуемый образец; 2 – холодопровод, 3 – гелиевый объем; 4 – ванна с жидким азотом; 5 – экран; 6 – оптические окна

1.9 Металлические криостаты без дополнительного азотного охлаждения

Применение вспомогательного азотного охлаждения усложняет конструкции, а в ряде случаев затрудняет обеспечения и проведение исследований. Применение жидкого азота можно исключить, если для

охлаждения экранов использовать холод испаряющего гелия [5]. Так как теплосодержание газообразного гелия примерно в 70 раз выше его скрытой теплоты парообразования, то даже при небольшой испаряемости количество "холода", заключенного в испарившемся газе, вполне достаточно для компенсации притока теплоты от излучения.

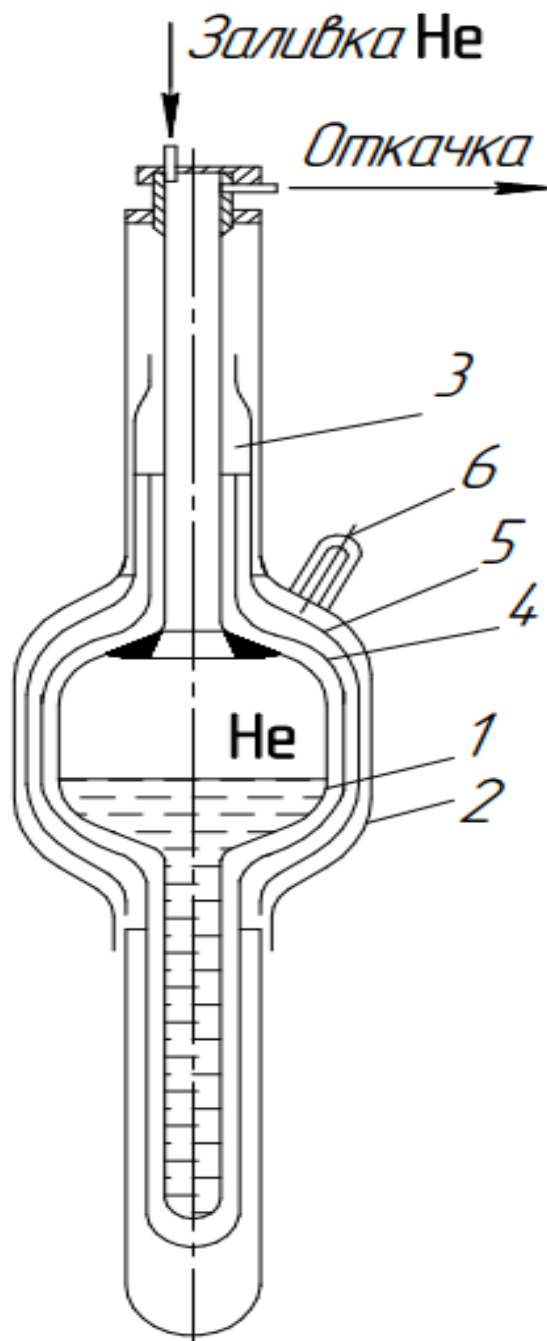


Рис.1.10 Металлический криостат для жидкого гелия (безазотный):
1 – корпус; 2 – гелиевый объем, 3 – горловина; 4 – основной экран;
5 – дополнительный экран; 6 –штуцер для вакуумирования

Конструкция криостата без азотного охлаждения показана на рисунке 1.10. Гелиевая ванна 2 подвешивается к корпусу 1 с помощью тонкостенной трубы 3. По этой трубе в гелиевый объем криостата вводится охлаждаемый объект, а также заливается жидкий гелий и

отводятся его пары. В пространство, заключенное между корпусом 1 и гелиевой ванной 2, помещены два экрана (4 и 5). Эти экраны имеют хороший тепловой контакт с горловиной 3 на различных уровнях по высоте горловины, температура которой меняется по длине от 5 К до 270 К (около верхней крышки). Отвод теплоты от экранов 4 и 5 производится по горловине 3 к потоку испаряющегося гелия. Местоположение экранов определяется исходя из требования: температура основного экрана 4 должна быть около 70–90 К. Чем больше экранов, тем легче выполнить это требование, однако, как показывает практика, двух экранов достаточно для получения удовлетворительных результатов. Исследование влияния температуры экрана на испаряемость гелия в безазотном криостате показано в [6]. Обычно внутренний экран присоединяют к участку трубы с температурой около 75 К, а наружный – с температурой около 155 К. При таких условиях скорость испарения гелия может быть ограничена приблизительно 50 см³/ч. Перед наполнением криостата жидким гелием он должен быть охлажден с помощью жидкого азота.

1.10 Криостаты с регулируемой рабочей температурой

В некоторых случаях исследования проводят в широком диапазоне температур или невозможно размещение исследуемого образца непосредственно в жидкость, тогда охлаждение проводят несколькими способами, с помощью:

1. подогретого до нужной температуры газа, получаемого путем испарения криогенной жидкости;
2. холодопровода, который имеет постоянный или периодический тепловой контакт с жидким криоагентом;
3. газа, отводящего теплоты от образца к ванне с жидким криопродуктом.

На рис. 1.11 показан криостат, в котором регулирование температуры исследуемого объекта производят с помощью обдува подогретым газом (метод Свенсона).

Жидкий гелий поступает из ванны 1 в теплообменный аппарат 2, в котором он испаряется и подогревается до необходимой температуры, после этого направляется в камеру 3 для охлаждения исследуемого образца. Регулирование температуры происходит за счет нагревателя 5 и клапана 6, которые установлены на поверхности теплообменного аппарата 2. Применение такого гелиевого криостата возможно в качестве азотного (для случаев если образец необходимо охлаждать до температуры около 80 К), тогда ванну 1 необходимо заполнить жидким азотом, экспериментальное и теоретическое обоснование такой замены показано в [7].

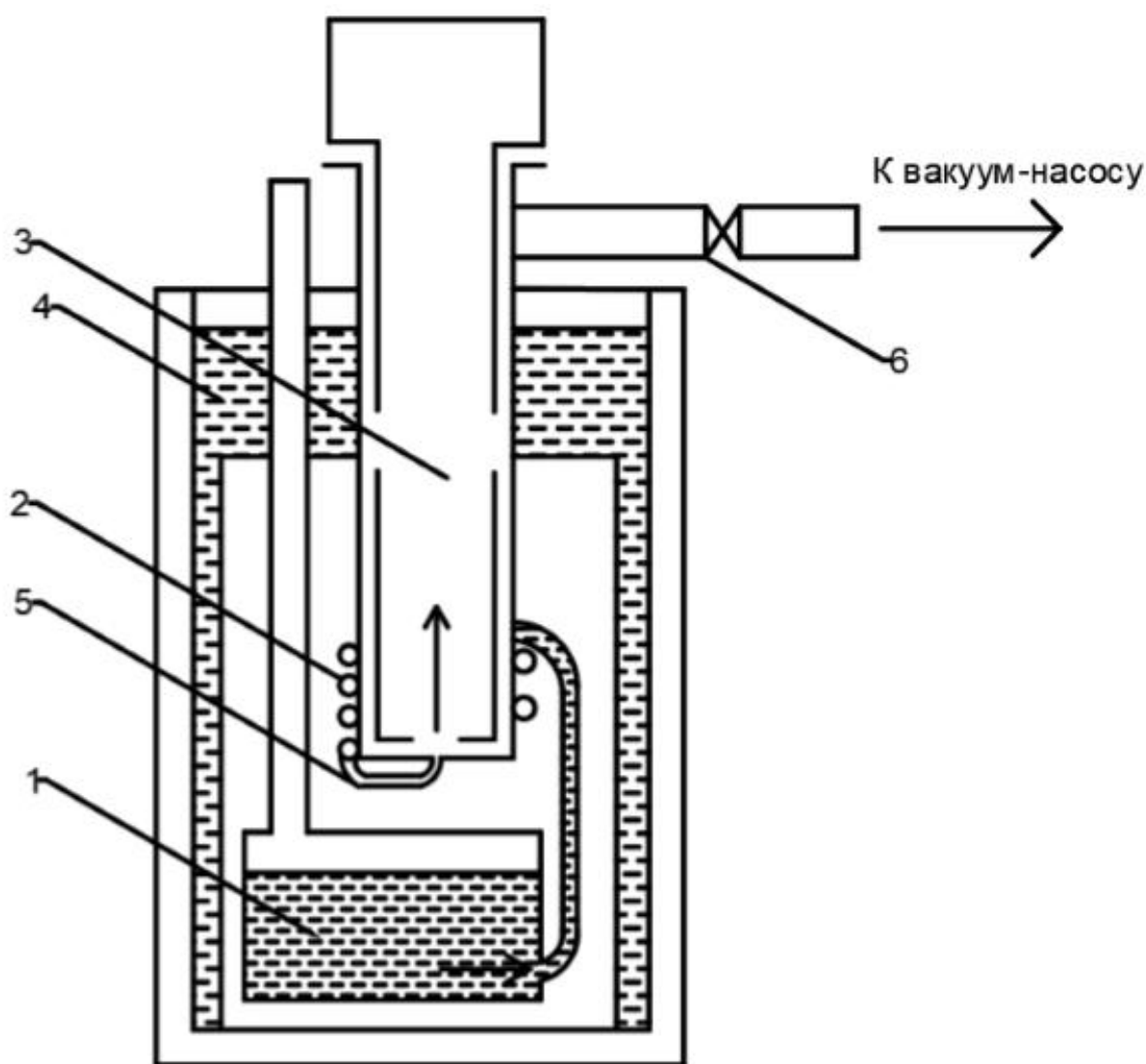


Рис.1.11 Криостат, в котором регулирования температуры осуществляется по методу Свенсона: 1 – ванна с жидким гелием, 2 – теплообменный аппарат, 3 – рабочая камера, 4 – азотная ванна, 5 – нагреватель, 6 – клапан для регулирования потока газа

На рис. 1.12 показан криостат для охлаждения образцов в интервале температур от 1 К до 300 К [5]. Основная особенность такого криостата – это наличие камеры 4 с хладопроводом 6, который выполнен в виде трубки.

Камера 4 выполнена с высоковакуумной изоляцией, она заполняется гелием через клапан из основной ванны 2. С помощью откачки паров гелия в камере 4 температуру можно понизить по отношению к температуре основной ванны криостата. Исследуемые образцы крепят к хладопроводу 6, а регулирование температуры происходит с помощью нагревателя 7.

Основное преимущество такого криостата (рис.1.12) – это возможность установки сверхпроводящего соленоида 8, который существенно расширяет области применения такого устройства.

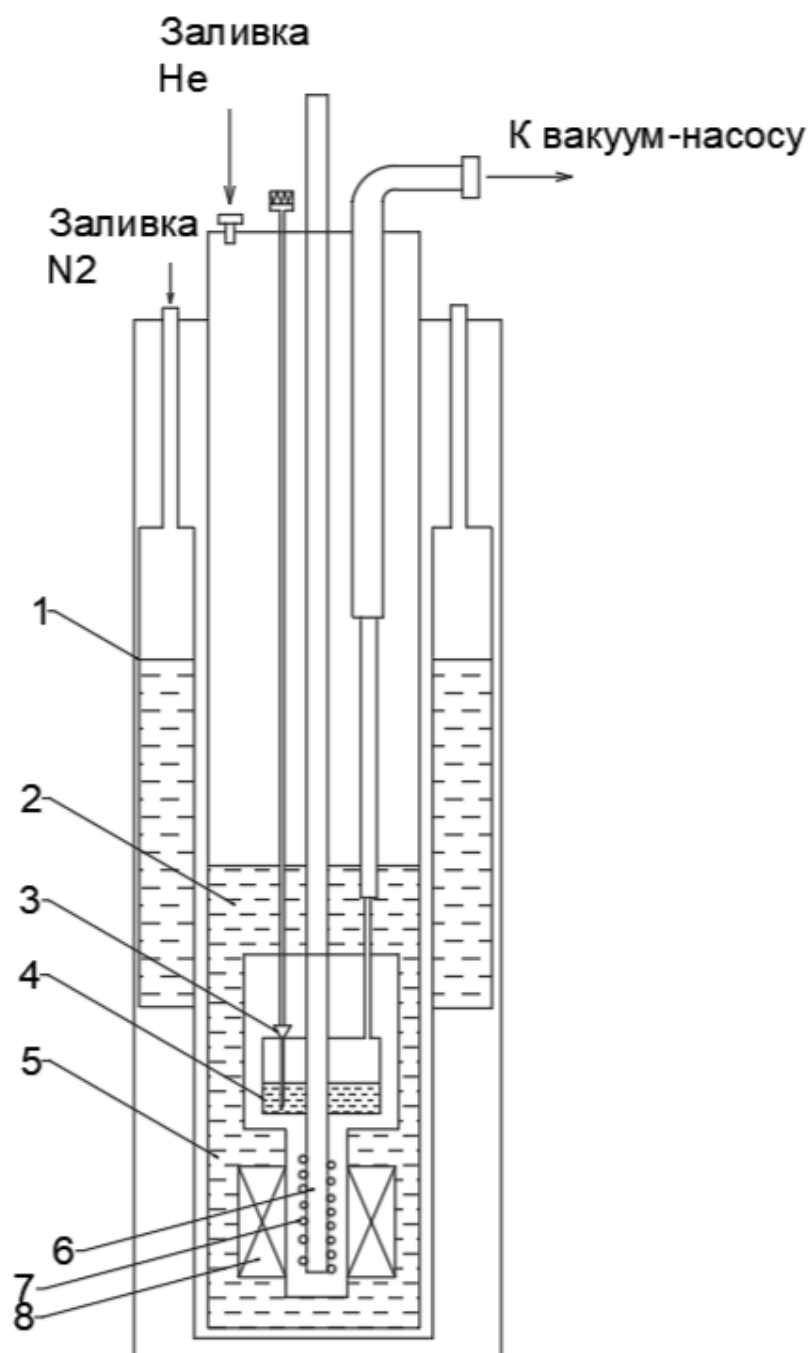


Рис.1.12 Криостат для исследований в широком диапазоне температур:
 1 – азотная ванна, 2 – основная гелиевая ванна, 3 – клапан, 4 – дополнительная камера с гелием, 5 – теплоизолирующая камера, 6 – хладопровод, 7 – нагреватель, 8 – сверхпроводящий соленоид

1.11 Специальные криостаты для разных видов исследований

Криостаты для оптических и спектральных исследований

Отличительной чертой таких криостатов является наличие оптических окон на наружном кожухе, а иногда и на низкотемпературной (гелиевой) ванне. На рис. 1.13 показана конструкция универсального оптического криостата [5].

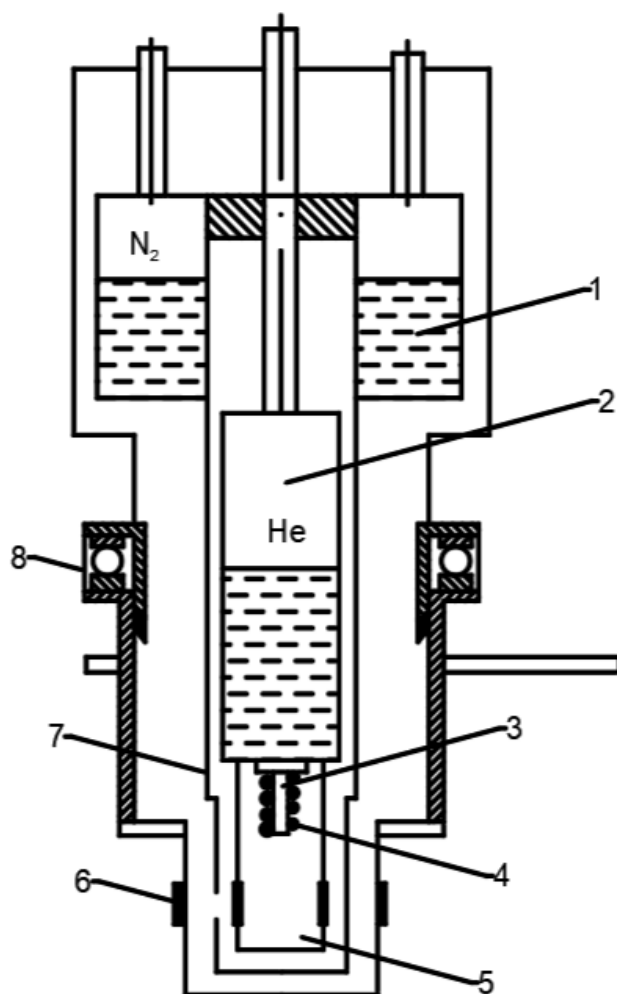


Рис.1.13 Криостат для оптических исследований:

1 – азотная ванна, 2 – гелиевая ванна, 3 – хладопровод, 4 – нагреватель, 5 – низкотемпературная камера с оптическими окнами, 6 – наружные оптические окна, 7 – азотный экран, 8 – поворотное устройство

Исследуемый образец прикрепляется к хладопроводу 3, который оснащен нагревателем 4 для регулирования температуры. Камера 5 служит для поддержания температур ниже 10 К. Поворотное устройство позволяет изменять положение образца по отношению к наружным окнам 6. Окна в криостатах смогут быть изготовлены из разных материалов, например, кварц, стекло, бериллий, сапфир, полимерные пленки и т.д. Выбор материала зависит от области применения криостата и температурного уровня его работы.

Соединение оптических окон и металлического криостата для выполнения исследований на гелиевом уровне температур – одна из сложнейших задач, возникающая при изготовлении таких криостатов, так как такое соединение должно быть вакуумно-плотным и должно обеспечивать компенсацию возникающих температурных деформаций. На рис.1.14 показаны примеры крепления стеклянных окон к металлическим стенкам криостата, работающего при гелиевых температурах.

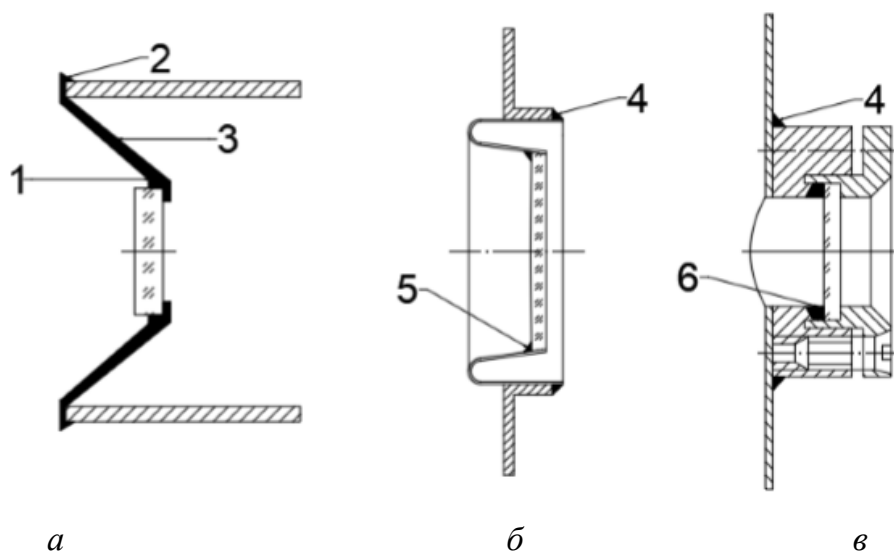


Рис.1.14 Способы крепления оптических низкотемпературных окон:
 а – на аральдите с медной конусной обоймой, б – на эпоксидной смоле ПР с фигурной мельхиеровой обоймой, в – на индиевой прокладке;
 1 – клей аральдит, 2 – сплав Вуда, 3 – медная фольга толщиной 0,075 мм,
 4 – припой ПОС-50, 5 – эпоксидная смола ПР, 6 – индиевая прокладка из проволоки диаметром 0,3–0,8 мм

Криостаты для сверхпроводящих соленоидов

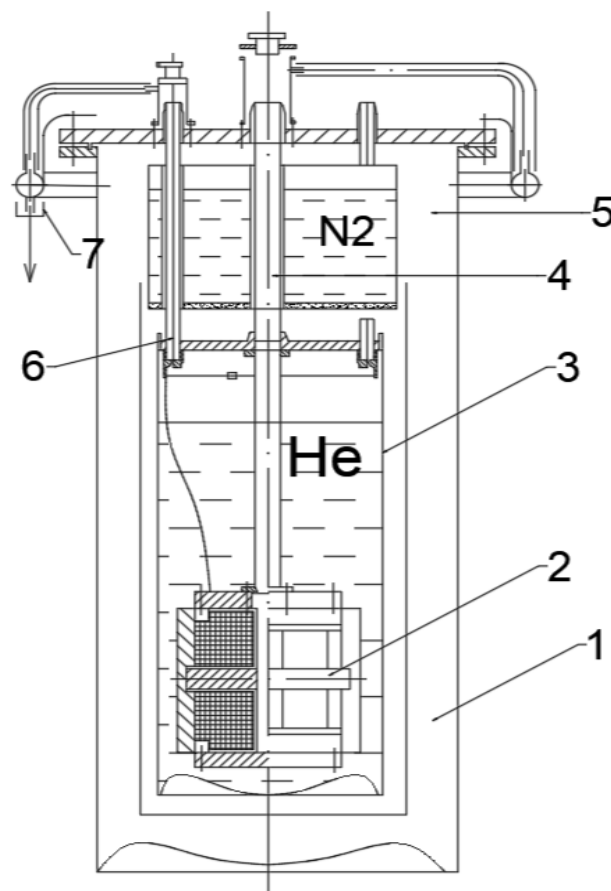


Рис.1.15 Криостат со сверхпроводящим соленоидом:
 1 – корпус криостата, 2 –сверхпроводящий соленоид, 3 – гелиевая ванна,
 4 – труба подвески соленоида, 5 – азотная ванна, 6 – съемный токоввод,
 7 – коллектор сбора испаряющегося гелия

Для такого вида исследований наиболее удобно использовать цилиндрические криостаты с большим диаметров входной горловины, так как это упрощает монтаж и демонтаж узлов магнита.

На рис.1.15 показано устройство криостата со сверхпроводящим соленоидом, который выполнен в Институте атомной энергии им. И.В. Курчатова [5]. Такая установка предназначена для проведения экспериментов в горизонтальном магнитном поле. Объем гелиевой ванны такого криостата – 50 л, а испаряемость гелия (с отстыкованными токовводами) – 100 нл/ч. Так как основной приток теплоты в таких криостатах осуществляется по работающим токовводам, то при их конструировании необходимо особое внимание уделить выбору материала, размера такого токоввода, а также предусмотреть их охлаждение испаряющимся гелием.

1.12 Криостат, предназначенный для исследований при температуре жидкого азота

На рисунке 1.16 показан заливной азотный компактный криостат для различных типов исследований в магнитных полях с рабочим диапазоном температур от 78 К до 420 К [8].

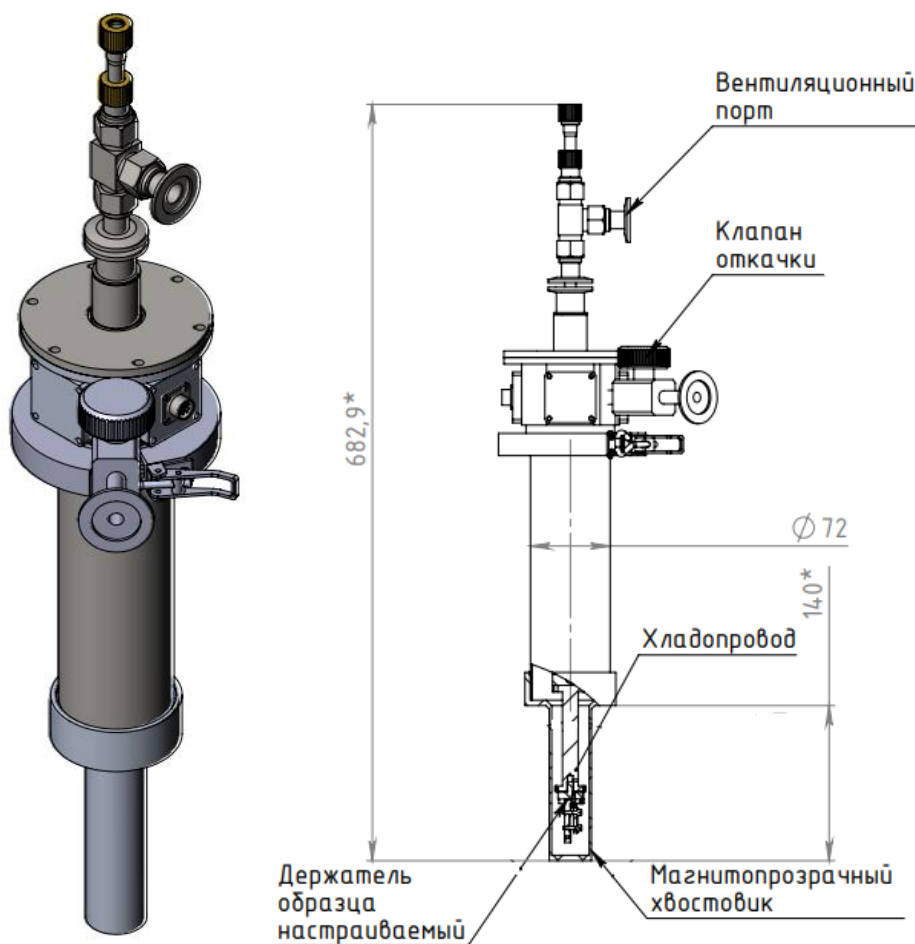


Рис.1.16 Азотный криостат

Этот криостат оснащен компактным хвостовиком из немагнитного материала и специализированным держателем образца, что позволяет встраивать его в зазор между полюсами магнита или в центральное отверстие соленоида и проводить исследования в указанном диапазоне температур. Криостат прост в работе и не требует никакого сервисного обслуживания. Он оснащен быстроразъемным фланцем, что позволяет быстро и просто разбирать криостат для монтажа образца.

Вопросы для самоконтроля:

1. Почему стеклянные сосуды Дьюара, предназначенные для хранения жидкого азота N_2 , мало пригодны для хранения жидкого гелия He ?
2. Нарисуйте схему устройства, предназначенного для получения температур ниже 4,2 К, используемого для работы в сосуде с жидким гелием.
3. Перечислите основные недостатки и достоинства стеклянных криостатов.
4. Какие требования предъявляются к конструкции горловины гелиевого металлического криостата?
5. За счет чего достигается уменьшение теплопритока извне к гелиевому резервуару в гелиевых безазотных криостатах?
6. Что свидетельствует об охлаждении внутреннего объема криостата (при его заполнении жидким гелием) до 4,2 К и начале накопления в нем жидкого гелия?
7. Каким путем в криостатах, работающих при $T < 2,17$ К, достигается снижение количества паров испаряющегося гелия?

2. КРИОСИСТЕМЫ ДЛЯ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

2.1 Низкотемпературные пузырьковые камеры

Пузырьковая камера – это прибор для регистрации следов (треков) быстрых заряженных частиц, действие которого основано на вскипании перегретой жидкости вдоль траектории частицы. Изобретена Д. Глейзером (США) в 1952 году. Перегретая жидкость может существовать некоторое время τ , после чего она вскипает. Если в интервал времени τ в камеру попадёт ионизирующая частица, то её траектория будет отмечена цепочкой пузырьков пара и может быть сфотографирована.

Принцип действия пузырьковой камеры (рис.2.1) состоит в том, что через жидкость (жидкий водород) пропускают пучок частиц от ускорителя. На своем пути эти частицы создают δ -электроны, которые и вызывают возникновение и рост пузырьков за счет выделения энергии при торможении. Треки из таких цепочек пузырьков фотографируют с помощью фотографических объективов O_1 и O_2 на фотопленках Φ_1 и Φ_2 . Чтобы перевести жидкость в метастабильное состояние, которое необходимо для получения треков, изменяют давления в системе с помощью поршня П. Сама пузырьковая камера располагается в магнитном поле, которое искривляет пучки заряженных частиц: положительно заряженные – в одном направлении, отрицательно – в другом. По радиусу кривизны трека, магнитной индукции и заряду определяют импульс частицы. Камеры выполняют из немагнитных материалов, условиям эксплуатации пузырьковых камер лучше всего отвечает хромоникелевая сталь 12Х18Н10.

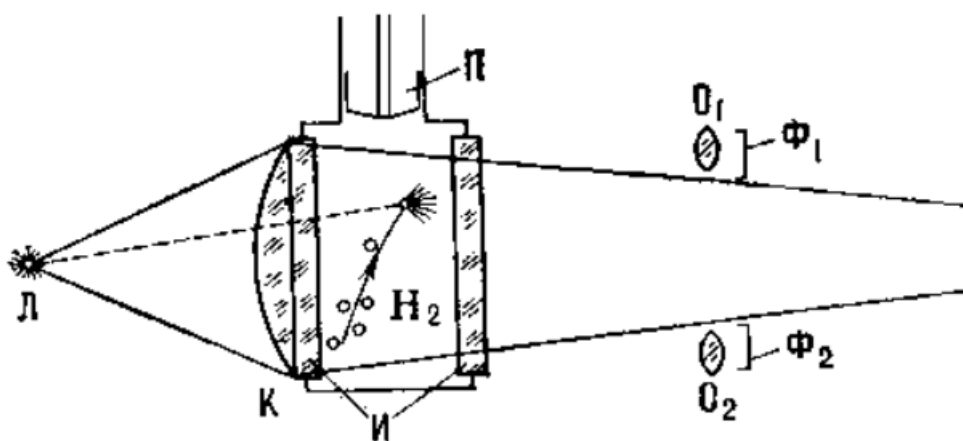


Рис. 2.1 Схема водородной пузырьковой камеры:

П – поршень; Л – импульсный источник света, И – иллюминаторы,
К – конденсатор; O_1 и O_2 – фотографические объективы, Φ_1 и Φ_2 – фотопленки

Оптическая система камеры: освещение камеры «на просвет» осуществляется импульсным источником света Л через стеклянные иллюминаторы И и конденсатор К. Для случаев, когда камера имеет большой размер, оптимальным является конструкция с одним оптическим

стеклом, тогда осветитель и фотоаппарат располагают по одну сторону камеры, а с другой устанавливают отражательную систему – растр.

Вещество, заполняющее камеру, должно иметь простой состав, потому как так легче анализировать результаты ядерных реакций. Хорошие однозначные результаты получают для реакций, проходящих на протонах – ядрах водорода. Для получения реакций на нейтронах камеру заполняют дейтерием. Ещё одно распространенное вещество для заполнения камер – это пропан.

Пузырьковая камера, как правило, используются для регистрации актов взаимодействия частиц высоких энергий с ядрами рабочей жидкости или актов распада частиц. В первом случае рабочая жидкость исполняет роли и регистрирующей среды, и среды-мишени. Эффективность регистрации пузырьковой камерой различных процессов взаимодействия или распада определяется в основном ее размерами. Регистрация нейтральных частиц (γ -квантов, нейтронов) производится по актам их взаимодействия с рабочей жидкостью. Наиболее распространены камеры объёмом в несколько сот литров, но существуют пузырьковые камеры гораздо большего размера, например, водородная камера «Мирабель» на ускорителе Института физики высоких энергий имеет объём 10 м^3 ; водородная камера на ускорителе Национальной ускорительной лаборатории США — объём 25 м^3 .

100-сантиметровая водородная камера ОИЯИ

Водородная камера Объединенного института ядерных исследований (ОИЯИ) [9] имеет следующую конструкцию (рис.2.2). Корпус камеры 9 подвешен на тросах 17 к тепловой крышке сосуда Дьюара 19. В этой крышке расположен иллюминатор 1, через который пространство камеры освещается и фотографируется. Водород, находящийся под небольшим избыточным давлением, заполняет пространство между тепловой крышкой сосуда Дьюара и стеклом камеры. Теплоизоляционное пространство сосуда Дьюара 12 защищает камеру от теплопритока из окружающей среды. Растр 10 расположен на дне камеры. В корпусе камеры 9 расположен иллюминатор 14, который уплотняется с помощью надувного уплотнителя 13 и фланца 15. Охлаждающий радиатор 16 находится вокруг иллюминатора 14. С торцевой стороны корпус камеры соединяется с поршневым механизмом изменения давления 3.

Большинство водородных камер, как правило, имеют высоковакуумную теплоизоляцию, но камера, показанная на рис. 2.2, является исключением. 100-сантиметровая и двухметровая камеры ОИЯИ имеют дьюарную теплоизоляцию, то есть камеру подвешивают внутри газового пространства металлического сосуда Дьюара.

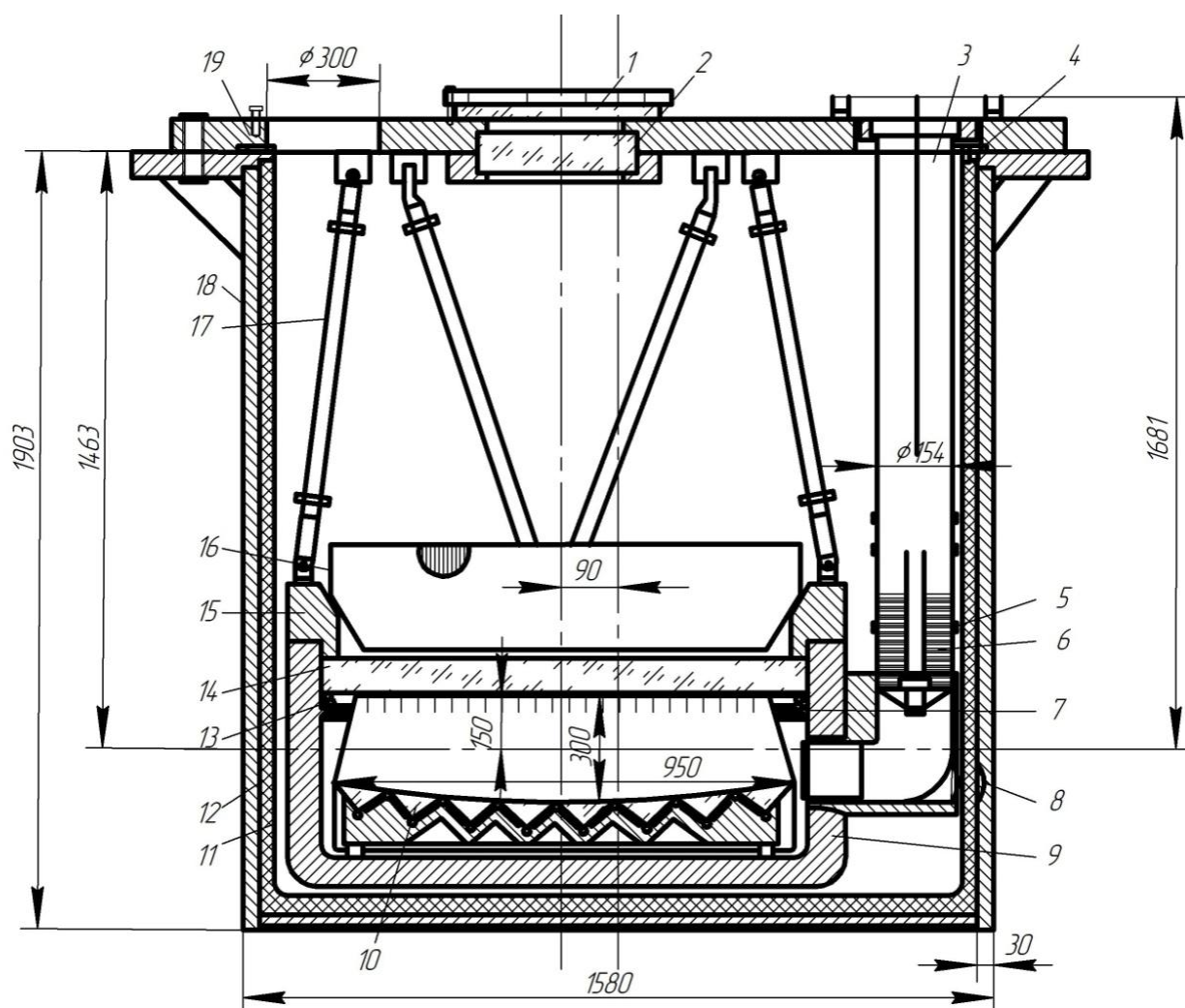


Рис.2.2 100-сантиметровая водородная камера ОИЯИ:

- 1 – «теплый» иллюминатор, 2 – защитное стекло, 3 – механизм изменения давления, 4 – уплотнение «теплой» крышки, 5 – охлаждающий змеевик на цилиндре механизма изменения давления, 6 – поршень механизма изменения давления, 7 – охлаждающий змеевик под иллюминатором, 8 – окно для пучка, 9 – корпус камеры, 10 – растр, 11 – внутренняя «холодная» оболочка Дьюара, 12 – многослойная изоляция, 13 – надувное уплотнение стекла, 14 – иллюминатор, 15 – фланец камеры, 16 – охлаждающий радиатор, 17 – тяга подвески, 18 – вакуумный кожух сосуда Дьюара, 19 – «теплая» крышка сосуда Дьюара.

Характеристики камеры, показанной на рис. 2.2:

- рабочая температура 28 К,
- рабочее давление 0,6 МПа,
- давление расширения 0,3 МПа,
- объем 150 литров,
- масса охлаждаемого металла 1200 кг,
- толщина стекла камеры 100 мм,
- диаметр поршня 154 мм,
- мощность рефрижератора 1,6 кВт.

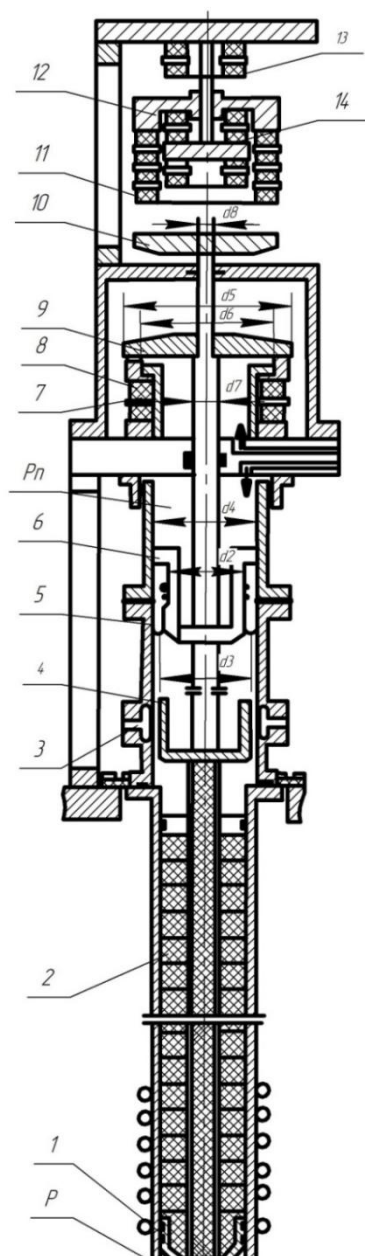


Рис. 2.3 Механизм изменения давления водородной камеры: 1 – холодный поршень, 2 – пенопластовый вытеснитель, 3 – уплотняющая манжета, 4 – поршень уплотняющей манжеты, 5 – перекатывающая мембрана, 6 – теплый поршень, 7 – демпфер, 8 – седло удерживающего клапан, 9 – удерживающий клапан, 10 – тарелка, 11 – подвижной демпфер, 12 – подвижная масса, 13,14 – ограничивающие демпферы

Рассмотрим подробнее механизм изменения давления 3 (рис.2.3). Особенностью данного механизма является наличие двух поршней: холодного и теплого. Связано это с тем, что невозможно выполнить уплотнение поршня при таком большом его ходе (60–100 мм). Поэтому холодный поршень 1 уплотняют тонкими фторопластовыми поршневыми кольцами, а теплый поршень 6 – перекатывающимися мембранами 5 из маслостойкой резины. Но такие мембраны плохо показали себя в процессе эксплуатации, потому что выходили из строя через 100-200 рабочих циклов системы, поэтому была проведена их замена на сальниковые уплотнения из вулкана SKU-7. Диаметры таких поршней одинаковы, при этом они расположены на расстоянии друг от друга. Это сделано для того, чтобы снизить теплоприток вдоль поршневой системы к камере.

Система термостатирования камеры выполнена таким образом, чтобы охлаждать пространство над «холодным» поршнем, тогда в нем будет находиться жидкий водород. Тогда даже при небольшой течи в уплотнении поршня в камеру будет подтекать жидкий водород, а не газообразный. Пространство, расположенное между поршнями, заполняется жестким пенопластом 2 для того, чтобы сократить объем газа в этом пространстве и с целью затруднить разбрызгивание водорода.

Теплоизоляция камеры выполнена следующим образом (рис.2.2). На трубчатых тягах 17, которые изготовлены из нержавеющей стали, подвешивается камера 9 к теплой крышке сосуда Дьюара 19. Газообразный водород под избыточным давлением заполняет пространство между стеклом камеры 14 и крышкой

19. Все трубопроводы, которые проходят через пространство сосуда Дьюара, теплоизолированы. Размещение холодных частей камеры внизу,

в теплых наверху, позволяет избежать возникновения конвекции в газовом пространстве сосуда Дьюара.

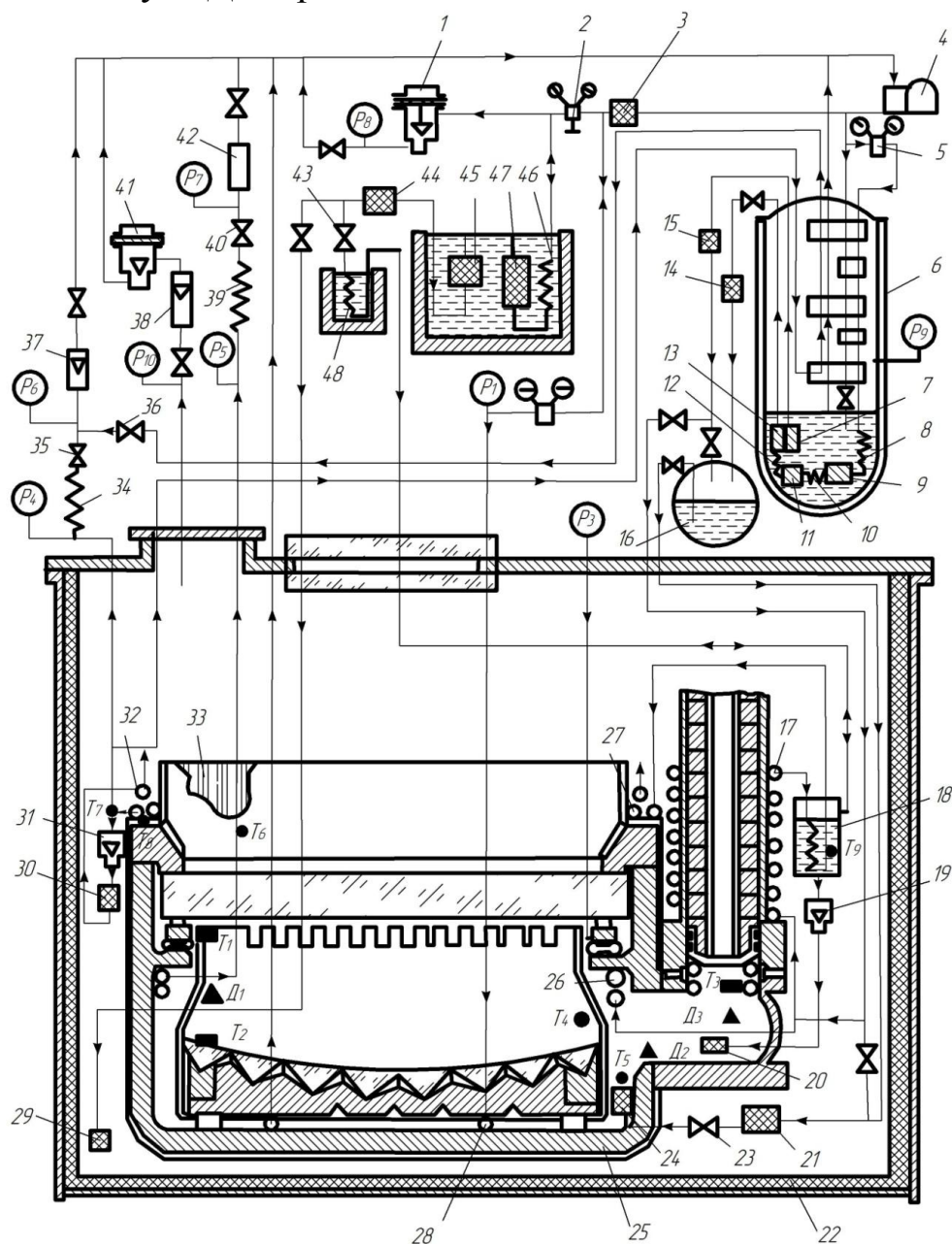


Рис.2.4. Упрощенная система термостатирования 100-сантиметровой водородной камеры ОИЯИ: 1,41 – регуляторы давления, 2,5 – редукторы, 3,7,13,14,15,20,21,24,29,30,44,45 – фильтры, 4 – компрессор, 6 – ожижитель, 8,10,12 – змеевики в сборнике ожижителя, 9,11 – реакторы с гидроокисью железа, 16 – емкость для жидкого р-Н₂, 17 – змеевик, 18 – конденсатор, 19,31,35,36,40 – регулирующие вентили, 22 – дьюар камеры, 23 – наливной вентиль, 25 – корпус камеры, 26 – змеевик под иллюминатором, 27 – змеевик охлаждения радиатора, 28 – змеевик-подогреватель, 32 – перфорированная трубка, 33 – радиатор, 34,39 – подогреватели, 37,38,42 – ротаметры, 43 – запорный вентиль, 46,48 – азотные змеевики, 47 – угольный адсорбер, Т₁–Т₃ – платиновые термометры сопротивления, Т₄–Т₉ – бульбы конденсационных термометров, Д₁–Д₃ – емкостные датчики давления, Р₁–Р₁₀ – манометры

Упрощенная система термостатирования камеры показана на рис. 2.4. Стабилизация температуры в такой системе происходит следующим образом. Жидкий водород из сборника жидкости 6, где он находится под давлением около $1,7 \cdot 10^{-5}$ Па, направляется в две группы змеевиков. Первая часть (большая) водорода направляется в змеевик цилиндра механизма расширения 17, после в змеевик конденсатора 18 и змеевик радиатора и фланца 27. Газообразный водород через подогреватель 34, вентиль 35 и ротаметр 37 поступает в обратный поток водорода. Радиатор 33 создает конвекционные потоки газообразного водорода, которые охлаждают стекло, верхний фланец и наружную поверхность камеры. Вторая часть водорода проходит змеевик 26, находящийся внутри камеры, затем через вентиль 40 и ротаметр 42 поступает в обратный поток. Заданная температура устанавливается по показаниям конденсационного термометра T_4 .

Регулятор давления 1 поддерживает постоянное давление в камере. Он непрерывно пропускает некоторое количество водорода. При этом через систему очистки осуществляется процесс непрерывной подачи водорода в камеру. Система очистки состоит из азотных змеевиков 46 и 48, угольного адсорбера 47 и фильтров 44 и 45, погруженных в жидкий азот. Затем этот водород конденсируется в конденсаторе 18 и направляется в жидком виде в камеру через вентиль 19. Если камера работает в режиме охлаждения, то в нее поступает больше водорода, чем выбрасывается, если нагревается, наоборот: через регулятор 1 выпускается больше водорода, чем подается через вентиль 19.

Из-за необратимости процессов сжатия и расширения в камеру выделяется основное количество теплоты, которое отводится через большую поверхность теплоотдачи стекла камеры и верхнего фланца.

На рис. 2.5 схематически изображена предложенная низкотемпературная пузырьковая камера, содержащая водородную камеру 1 со стеклом 2, сосуд Дьюара 8 с крышкой 4, радиатор 5, перфорированную трубку 6, регулирующий вентиль 7, фильтр 8, регулятор давления 9.

Отличие такой криогенной пузырьковой камеры в том, что она содержит водородную камеру, которая подвешена с помощью малотеплопроводных тяг к плите вакуумного кожуха, радиатор с хладагентом и дьюарную систему теплоизоляции, при этом с целью защиты стекла камеры от загрязнений отвердевшими газами, в сосуде Дьюара вокруг стекла установлены перфорированный трубопровод для подачи чистого неконденсирующегося газа, снабженный вентилем и фильтром, и расположенный выше патрубков забора загрязненного газа, снабженный регулятором давления в сосуде Дьюара.

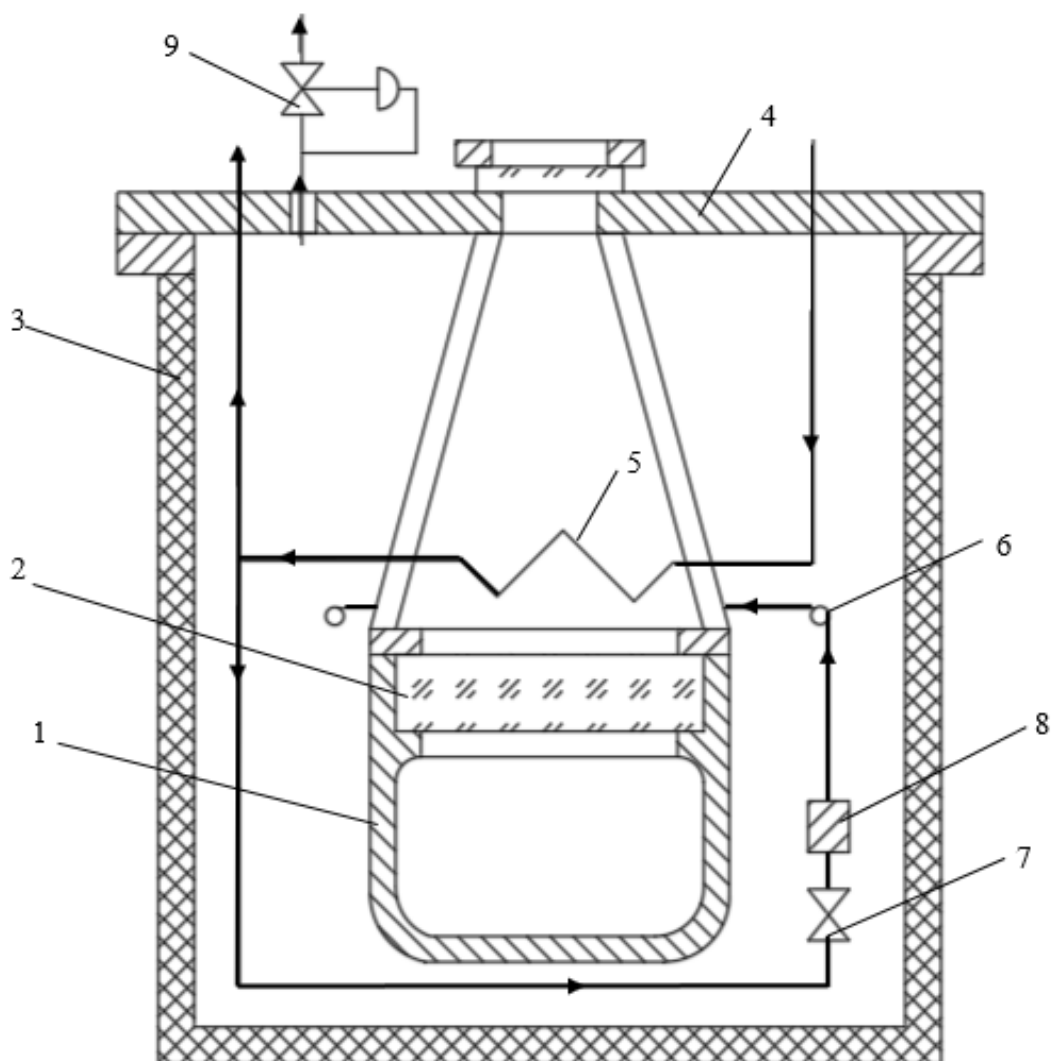


Рис.2.5 Низкотемпературная пузырьковая камера

Большая европейская пузырьковая камера

На рис.2.6 показана водородная камера из поколения так называемых многометровых камер [5]. Такая камеры имеет объем фотографируемого пространства около 20 м^3 , а её диаметр – 3,7 м.

Камеры выполнена в виде вертикального цилиндра, на верхней крышке которого распложены окна типа «рыбий глаз» для фотографирования и освещения. Поверхности 4, расположенные на дне камеры, покрыты скотчлайтом – отражателем света, состоящим из маленьких стеклянных шариков, вдавленных в стеклянную прозрачную подложку.

Окно для фотографирования имеет три слоя: первый, «холодный», соприкасается с жидким водородом, второй, экранирующий, имеет низкую температуру и третий, «теплый», замыкает вакуумное пространство со стороны объектива.

Механизм изменения давления в камере – поршневой. Для проведения опытов камеру размещают в магнитном поле, которое создает сверхпроводящий магнит с индукцией 3,5 Тл.

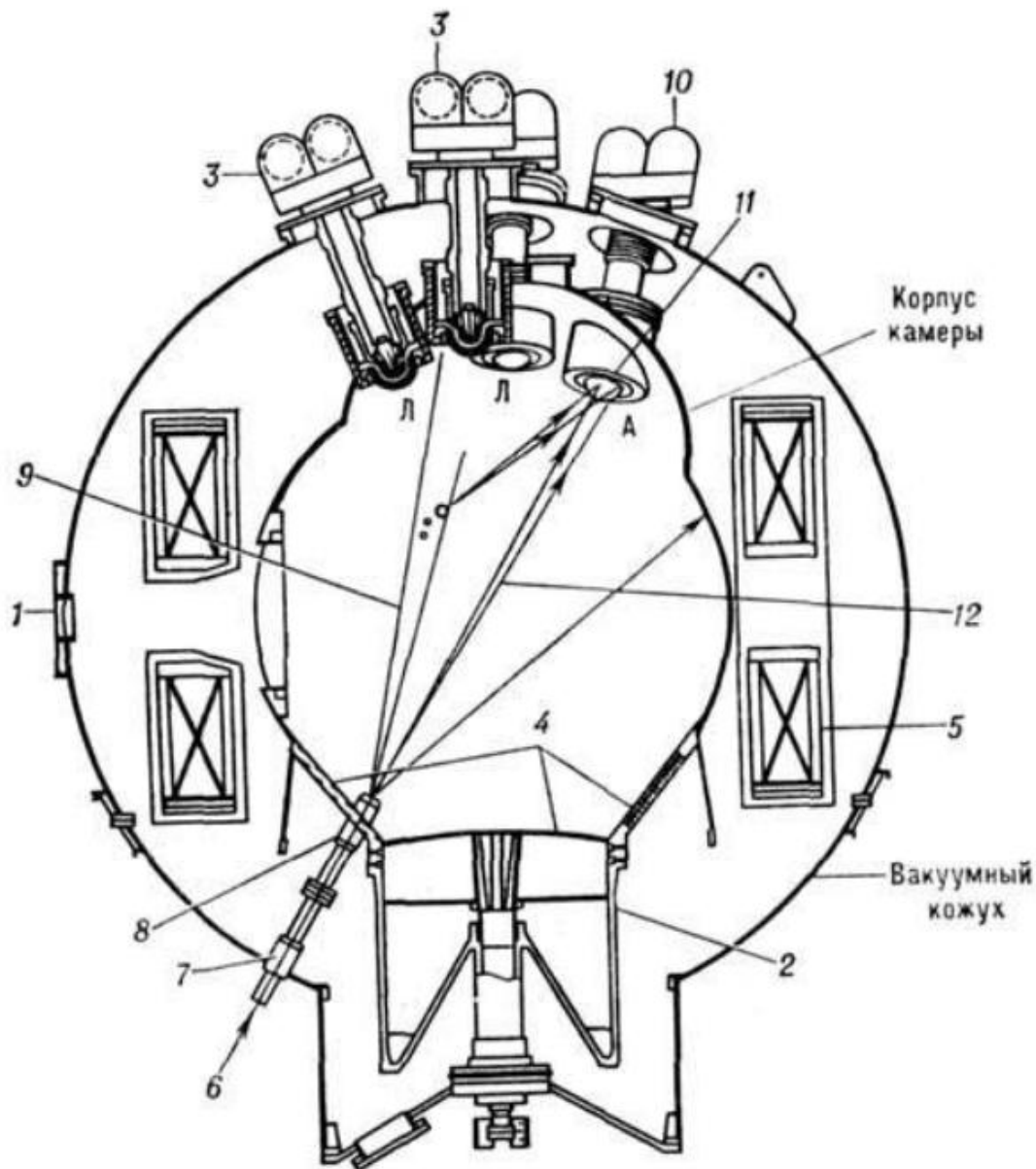


Рис. 2.6 Схематическое изображение криогенной пузырьковой камеры:

- 1 – входное окно для пучка частиц; 2 – поршень расширителя; 3 – фотокамеры, объективы которых окружены кольцевыми импульсными лампами; 4 – поверхности, покрытые "скотчлайтом"; 5 – сверхпроводящий магнит и криостат; 6 – лазерный пучок; 7 – окно вакуумного кожуха; 8 – окно в корпусе камеры и расширяющая линза; 9 – освещаемый конус; 10 – голографическая фотокамера; 11 – голографическая фотоплёнка; 12 – опорный пучок лазера

2.2 Водородные мишени

При ядерных исследованиях необходимо изучать взаимодействие частиц с простыми ядрами. Для этого исходный пучок частиц необходимо столкнуть с водородом, дейтерием или гелием, которые находятся в

специальном сосуде, называемом мишенью. Для получения сведений о массе, заряде и энергии частиц вблизи мишени размещают детекторы.

Наиболее удобный тип мишени, который применяется при изучении сечения взаимодействий, когда не нужно идентифицировать частицы во всех направлениях – это цилиндрический горизонтальный сосуд с тонкими окнами. Окна изготавливают из лавсана, их толщина около 0,12 мм. Особенности мишени [5], показанной на рис.2.7: внутренний сосуд заполняется жидким водородом, он имеет ложную обечайку, которая не позволяет пузырькам газа пересекать рабочую зону. Лавсановое окно мишени двойное 7 и 7А, внутренне окно имеет отверстие, диаметр которого 0,3–0,5 мм, это отверстие соединяет пространство мишени, заполненное жидким водородом и газовую полость между окнами 7 и 7А. В мишени поддерживают постоянное давление с помощью стабилизатора. Доливка жидкого водорода осуществляется самотеком из сосуда объемом 57 л. Испаряемость такой мишени около 1 л/ч жидкого водорода.

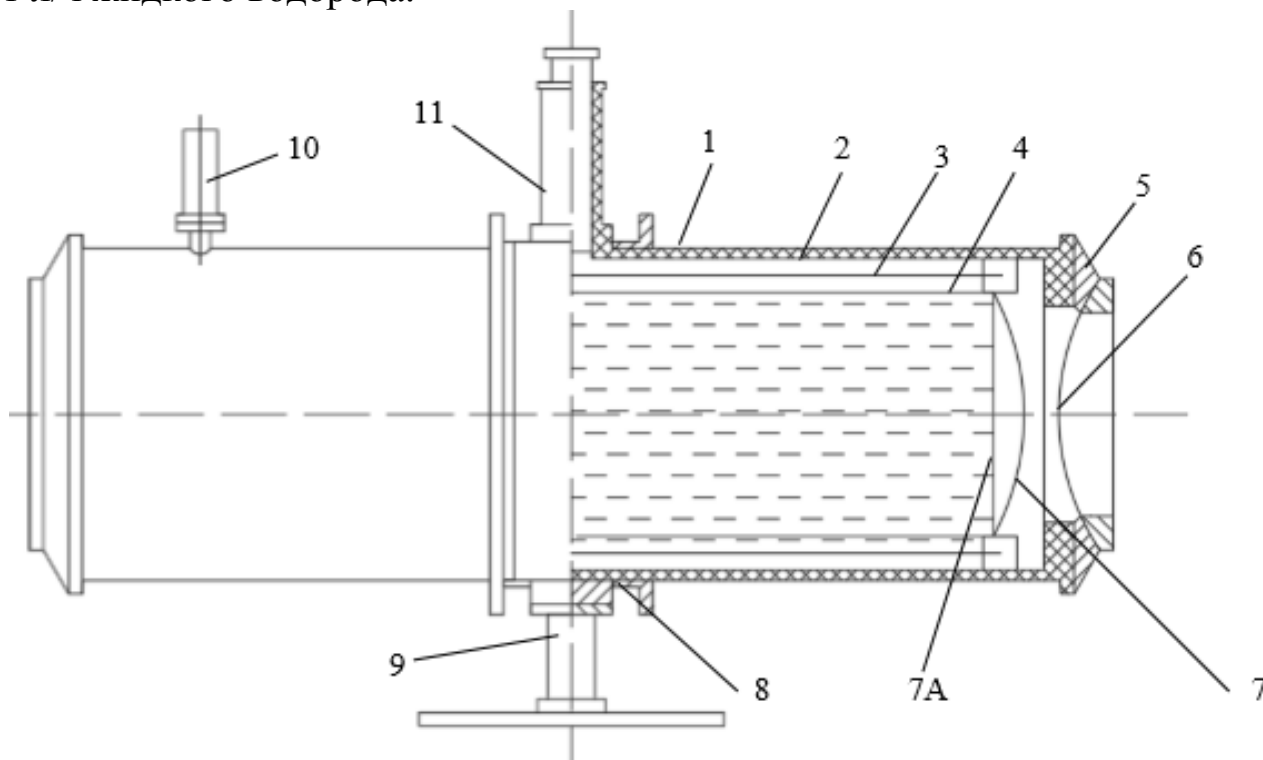


Рис.2.7 Цилиндрическая жидководородная мишень:

1 – наружный кожух, 2 – многослойная изоляция; 3 – внутренний кожух, 4 – ложная внутренняя обечайка, 5 – экран из алюминиевой фольги, 6 – внешнее лавсановое окно, 7 – внутреннее лавсановое окно, 8 – адсорбент, 9 – стойка, 10 – термoeлектрический манометр, 11 – горловина

У мишени, показанной на рис.2.8, есть одна принципиальная особенность – она изготовлена из неметаллических материалов. Такая мишень предназначена для работы в стримерной камере.

Внутренний сосуд 6 выполнен из лавсановой пленки, склеенной эпоксидной смолой, толщина пленки около 100 мкм. Вакуумный кожух 5 изготовлен из пенопласта, который обтянут лавсаном. Горловина 2 сделана из стеклопластика. Для исключения электрических пробоев вакуум в полости 8 поддерживают на уровне 10^{-2} Па. Криостатирования мишени обеспечивают посредством криогенной газовой машины. Отсутствие многослойной вакуумной изоляции и экранов приводит к повышенной испаряемости водорода в камере.

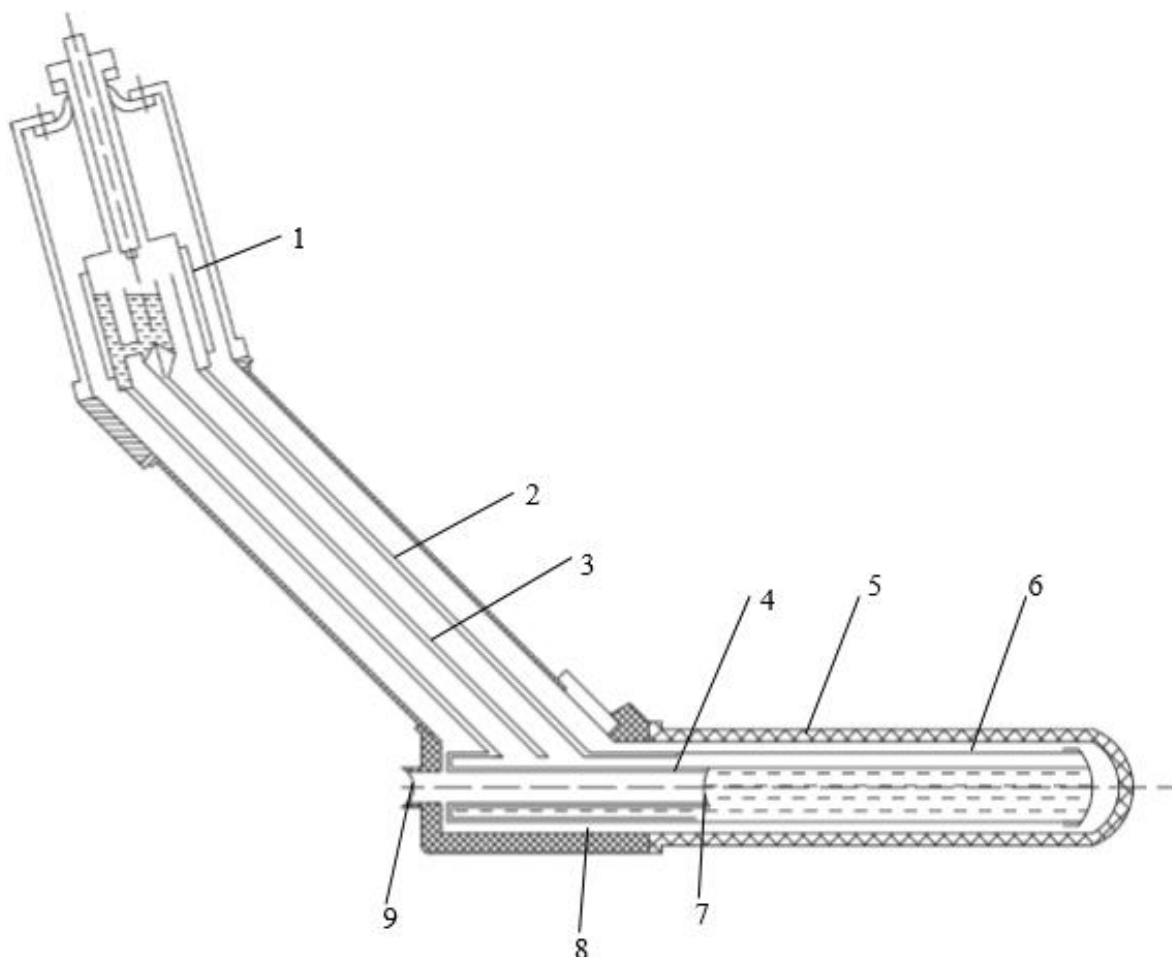


Рис.2.8 Жидководородная мишень для стримерной камеры:

1 – адсорбент, 2 – горловина внутреннего сосуда, 3 – трубка слива жидкости, 4 – вытеснитель, 5 – вакуумный кожух, 6 – внутренний сосуд, 7 – окно вытеснителя, 8 – вакуумная полость, 9 – окно кожуха

2.3 «Петли» для исследований в ядерных реакторах при криогенных температурах

Для большого количества ядерных исследований необходим поток медленных (холодных) нейтронов. Медленными называются нейтроны, энергия которых ниже 0,005 эВ, а длина волны 0,4 нм и более.

Для получения плотного потока холодных нейтронов их необходимо замедлить при низкой температуре. Для этого на пути пучка нейтронов устанавливаю резервуар с замедлителем, в котором находится

жидкий водород, дейтерий или их смесью. Такая криогенная система называется петлей.

На рис.2.9 показана схема петли, в которой для получения холодных нейтронов используется процесс их замедления в жидком водороде, который конденсируется за счет отвода теплоты к газообразному гелию [5].

Помимо получения пучка холодных нейтронов петли используют для изучения действия ядерного излучения на вещество. Так как изучение таких дефектов при нормальных температурах затруднено из-за их неустойчивости, которую вызывают тепловые колебания, исследования проводят на трех характерных уровнях температур: 77 К и выше, 20 К и около 4 К.

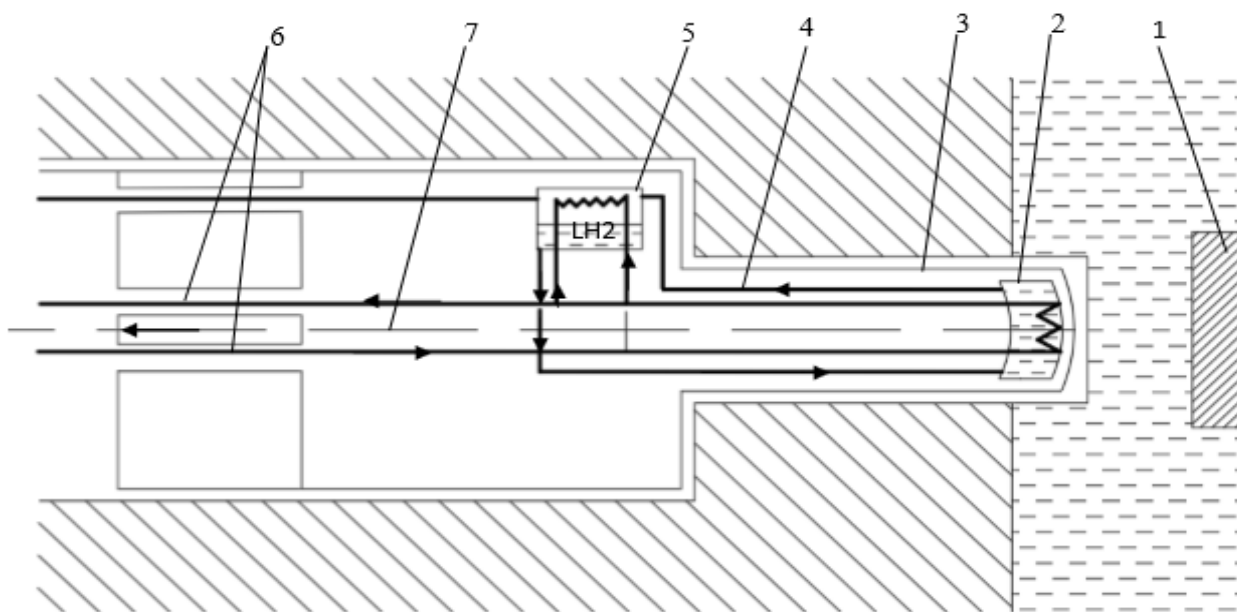


Рис.2.9 Принципиальная схема "петли" для получения потока "холодных" нейтронов, замедленных в жидком водороде: 1 – активная зона,

2 – сосуд с жидким водородом, 3 – экран, 4 – трубопровод для испарившегося водорода, 5 – конденсатор водорода, 6 - трубопровод циркулирующего гелия,

7 – поток "холодных" нейтронов

На рис. 2.10 показана схема концевой части "петли" для работы при 77 К на жидком азоте [10]. При работе с жидким азотом могут возникнуть специфические опасности: небольшие примеси кислорода под воздействием излучения превращаются в озон, в то время как азот с кислородом дает оксиды азота, которые в присутствии озона могут привести к взрыву. Кроме того, озон вызывает коррозию алюминиевых стенок приборов. Во избежание этого в активной зоне должен находиться только особо чистый азот, который конденсируется вне активной зоны техническим азотом.

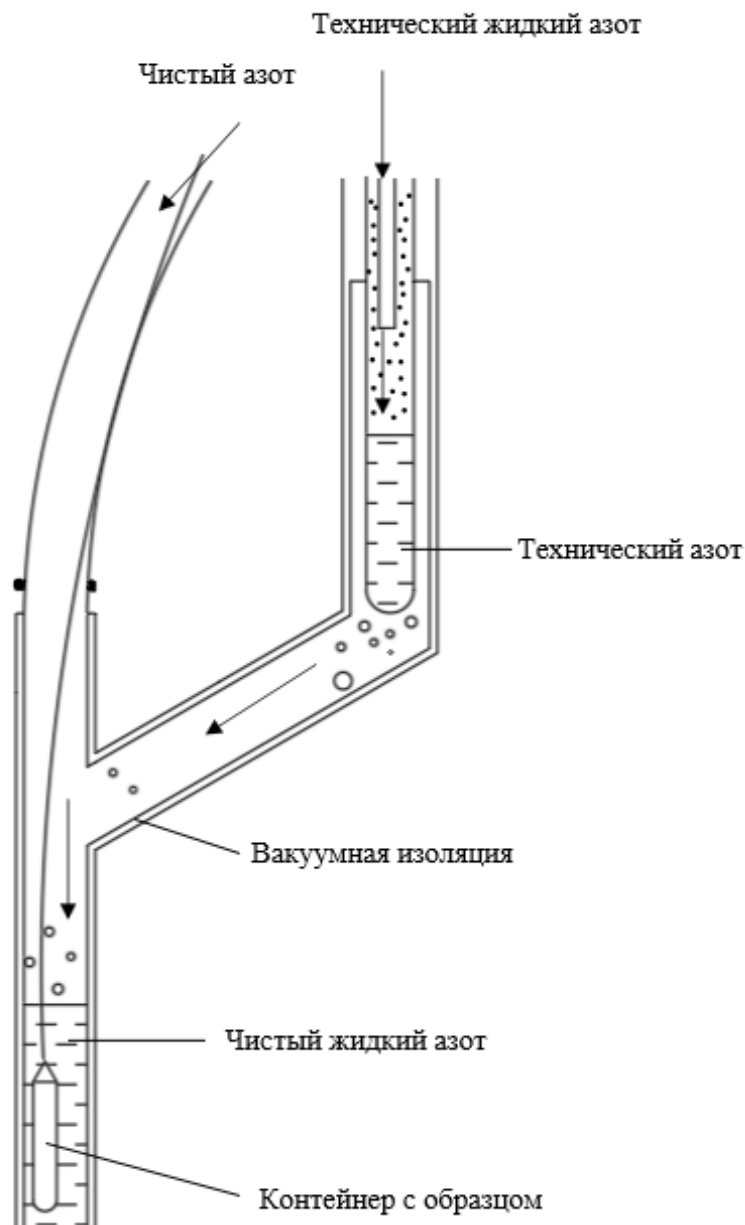


Рис.2.10 Схема концевой части "петли" для облучения вещества при температуре жидкого азота

Вопросы для самоконтроля:

1. Для каких исследований используют водородные камеры?
 2. Для изучения каких взаимодействий подходят водородные мишени?
 3. Что такое холодные нейтроны?
 4. Как получают холодные нейтроны?
 5. Для какого исследования используют петли с жидким азотом?
- Какие трудности возникают при работе с жидким азотом в этом случае?

3. НЕКОТОРЫЕ ВОПРОСЫ ТЕПЛОВОГО РАСЧЕТА КРИОСТАТА

Для защиты низкотемпературного оборудования от притока теплоты из окружающей среды используют различные виды теплоизоляции: высоковакуумную, вакуумно-порошковую, вакуумно-многослойную. Для подавляющего числа криостатов используют высоковакуумную изоляцию.

Теплота из окружающей среды в криостаты проникает не только через слой изоляции, но и через так называемые "тепловые мосты" – это опоры, токовводы, трубопроводы и т.п. Поэтому основная задача при конструировании и разработке криостатов состоит не только в выборе наиболее эффективного типа изоляции, но и к сведению до минимума притока теплоты через тепловые мосты.

Далее будут рассмотрены основные виды теплоизоляции, применяемой в криостатах, а также основные зависимости, применяемые для определения количества теплоты, проникающего в криостат через теплоизоляцию и тепловые мосты.

3.1 Высоковакуумная изоляция

Такой тип изоляции достигается созданием вакуума $10^{-4} - 10^{-5}$ Па в изолирующем пространстве. Наличие высокого вакуума почти полностью исключает приток теплоты за счет теплопроводности и конвекции газа.

Количество теплоты, передаваемое через вакуумное пространство:

$$Q_m = Q_l + Q_m, \quad (3.1)$$

где Q_l – лучистый теплоприток;

Q_m – перенос теплоты остаточным газом в вакуумном пространстве.

Лучистый теплоприток представляет собой основную массу теплопритока и определяется по формуле Стефана-Больцмана, Вт:

$$Q_l = c E_e \cdot (T_1^4 - T_2^4) E_c \cdot F_2 \cdot 10^{-8}$$

или

$$Q_l = 5,77 \cdot E_e \left[\left(\frac{T_1}{100} \right)^4 - \left(\frac{T_2}{100} \right)^4 \right] \cdot E_c F_2, \quad (3.2)$$

где T_1 и T_2 – температура соответственно наружной (теплой) и внутренней (холодной) поверхностей, К;

F_2 – площадь внутренней поверхности, м²;

E_c – геометрическая функция, зависящая от формы и взаимного расположения теплообменивающихся поверхностей. Для параллельных поверхностей и двух гладких оболочек, расположенных одна в другой $E_c=1$;

E_e – приведенная степень черноты.

Для коаксиальных цилиндров, концентрических сфер и параллельных плоскостей приведенная степень черноты определяется по формуле:

$$E_e = \frac{1}{\frac{1}{e_2} + \frac{F_2}{F_1} \left(\frac{1}{e_1} - 1 \right)}. \quad (3.3)$$

Индекс 1 относится к наружной поверхности, 2 – к внутренней;
 e – коэффициент теплового излучения, который определяется отношением энергии, излучаемой веществом, к энергии, излучаемой абсолютно черным телом.

Теоретическая величина e может быть найдена на основе теории электромагнетизма:

$$e = \frac{T}{c\sqrt{K_0}}, \quad (3.4)$$

где T – абсолютная температура,

K_0 – электропроводность материала при $T=273$ К,

C – константа.

Действительные значения e могут существенно отличаться от расчетных, т.к. на e оказывает сильное влияние состояние поверхности.

Экспериментальные значения e для некоторых материалов с чистой гладкой поверхностью приведены в таблице 3.1.

Таблица 3.1.

Экспериментальные значения коэффициентов излучения

Материал	Коэффициент излучения при температуре, К		
	300	78	4,3
Серебро	0,03	-	-
Медь	0,03	0,019	0,015
Алюминий	0,03	0,018	0,011
Нержавеющая сталь	0,1	0,06	-
Углеродистая сталь	0,6	-	-
Стекло	0,94	-	-

Лучистый теплоприток можно существенно уменьшить путем установки непрозрачных для теплового излучения экранов между поверхностями F_1 и F_2 . Могут применяться два типа экранов: свободно установленные и охлаждаемые.

При свободно установленных экранах для случая $F_1=F_2$ и коэффициенте излучения $e_1=e_2=e$, общая приведенная степень черноты:

$$E_{N_e} = \frac{E_e}{N+1}, \quad (3.5)$$

где N – число экранов,

E_e – приведенная степень черноты двух соседних поверхностей:

$$E_e = \frac{e_3}{2-e_3}.$$

Очевидно, что установка одного экрана уменьшает перенос теплоты в два раза, двух – в три раза и так далее.

При использовании экранов, охлаждаемых жидким азотом, вычисление потока теплоты от наружной оболочки к экрану производится по формуле:

$$Q_{T_3} = 5,77 \cdot E_e \left[\left(\frac{T_1}{100} \right)^4 - \left(\frac{T_3}{100} \right)^4 \right] \cdot E_2 F_2. \quad (3.6)$$

При использовании азотного экрана с $T_3=77$ К тепловой поток к сосуду с жидким водородом или гелием уменьшается примерно в 200 раз по сравнению с теплоизоляцией без экрана.

Другой способ охлаждения экранов состоит в использовании холодных паров, выходящих из емкости с охлажденным газом.

Для определения неизвестной температуры экрана можно воспользоваться следующими уравнениями:

$$Q_{лн} = Q_{лэ} + G_n \cdot c_p (T_3 - T_2); \quad (3.7)$$

$$Q_{лн} = k \cdot (T_1^4 - T_3^4); \quad Q_{лэ} = k \cdot (T_3^4 - T_2^4). \quad (3.8)$$

Для упрощения расчетов принято, что степени черноты и площади поверхности кожуха, экрана и сосуда одинаковы.

В уравнение (3.7), которое получено из теплового баланса экрана, количество испарившейся жидкости из-за подвода теплоты $Q_{лэ}$ от экрана равно:

$$G_n = \frac{Q_{лэ}}{r}. \quad (3.9)$$

Уравнения (3.8) лучистого теплопритока к экрану от наружного кожуха $Q_{лн}$ и внутренней емкости от экрана $Q_{лэ}$ относятся к случаю одинаковых поверхностей и коэффициентов излучения. Исключая из этих уравнений неизвестные величины $Q_{лн}$ и $Q_{лэ}$ получим:

$$\frac{c_p}{r} (T_3 - T_2) + 1 = \frac{T_1^4 - T_3^4}{T_3^4 - T_2^4}. \quad (3.10)$$

Из этого уравнения можно найти наибольшую температуру экрана T_3 . Зная T_3 , можно вычислить теплоприток $Q_{лэ}$.

Если при $T_1=293$ К охлаждать экран парами водорода, то T_3 будет равно 180 К, в при охлаждении парами гелия – $T_3=122$ К. Приток теплоты излучением к сосуду с жидкостью уменьшается в первом случае в 7,0 раз, во втором – в 33,3 раза.

Согласно кинетической теории газов обычно рассматриваются два крайних случая переноса теплоты теплопроводностью остаточных газов: в первом случае – $l \gg \delta$, а во втором – $l \ll \delta$, где l – средняя длина свободного пробега молекул в газе, δ – расстояние между теплообменивающимися поверхностями.

Отношение l/δ носит название критерия Кнудсена и обозначается Kn .

Средняя длина свободного пробега связана с давлением p и температурой T газа соотношением:

$$l = \frac{k}{p} \cdot \frac{1}{1 + T_y/T}. \quad (3.11)$$

При $Kn \ll 1$ теплопроводность согласно теории идеального газа (ИГ) не зависит от величины давления газа и связана с коэффициентом динамической вязкости μ и изобарной теплоемкостью c_p зависимостью:

$$\lambda = \varepsilon \cdot \mu c_p, \quad (3.12)$$

где $\varepsilon = \frac{9k-5}{4}$,

$k = \frac{c_p}{c_v}$ – показатель адиабаты (равен 1,4 для двухатомных газов).

Обычно для сосудов с вакуумной изоляцией $\delta \approx 1$ см, поэтому длины свободного пробега молекул в воздухе при 293 К и давлениях более 10 Па ($7,5 \cdot 10^{-2}$ мм рт.ст.) не превышает 0,06 см. Следовательно, в этом случае перенос тепла не зависит от величины давления.

При давлениях ниже 0,133 Па длина свободного пробега молекул $l \gg \delta$, т.е. критерий Кнудсена $Kn \gg 1$. В этом случае молекулы газа пролетают от стенки к стенке, не сталкиваясь между собой. В этих условиях количество переносимой теплоты пропорционально количеству молекул, участвующих в теплообмене, а, следовательно, и давлению газа.

При $Kn \gg 1$ количество теплоты (Вт), переносимого остаточным газом между двумя поверхностями, которые расположены одна внутри другой или параллельно, может быть определено из уравнения

$$Q_m = 2435 \cdot a_o \frac{k+1}{k-1} \cdot \frac{(T_1 - T_2)}{\sqrt{MT}} p \cdot F_2, \quad (3.13)$$

где k – показатель адиабаты;

M – молекулярная масса вещества;

p – давление в вакуумном пространстве, мм рт.ст.;

a_o – коэффициент аккомодации;

F_2 – площадь внутренней поверхности.

Коэффициент аккомодации учитывает неполноту теплообмена между молекулами газа и поверхностью и рассчитывается по уравнению:

$$a_o = \frac{1}{\frac{1}{a_2} + \frac{F_1}{F_2} \left(\frac{1}{a_1} - 1 \right)}, \quad (3.14)$$

индекс 1 относится к внутренней поверхности, 2 – к наружной.

Коэффициенты a_1 и a_2 зависят от температуры и состояния поверхности. Большое влияние на него оказывает наличие на поверхности адсорбированных газов. В этом случае молекулы газа сталкиваются не только с тяжелыми молекулами твердого тела, но и с адсорбированными

на нем более легкими молекулами, что приводит к увеличению коэффициента аккомодации a .

Согласно [11] при отсутствии адсорбированных газов $a=0,05–0,07$ для неона и гелия, тогда как при наличии адсорбированной пленки a приближается к единице.

Коэффициент аккомодации на чистой металлической поверхности при 300 К равен 0,3 для гелия и водорода, 0,7 для неона и 0,8–0,9 для азота и кислорода [11]. Если температура понижается, то коэффициент аккомодации увеличивается и приближается к единице при температуре конденсации газа.

В уравнении 3.13, которое предназначено для определения количества теплоты, переносимого остаточными газами, температура T представляет собой эффективную температуру неравновесного газа. В системах, где $l \gg \delta$, имеет место эффект температурной транспирации (существование градиента давлений при наличии температурного градиента), выражающийся законом $p/\sqrt{T} = const$. Величина $p/\sqrt{T}$ входит в рассматриваемое уравнение и согласно его выводу не должна зависеть от места измерения давления в системе. Но на практике давление в системе измеряют манометром, который находится при температуре окружающей среды, эту температуру и необходимо подставить в уравнение 3.13 вместо T . Подробнее об эффекте транспирации и измерении давления в этом случае в [12].

При промежуточных давлениях, когда величина l имеет тот же порядок, что и δ , процесс переноса теплоты газом имеет более сложный характер.

3.2 Вакуумно-порошковая изоляция

Этот тип изоляции характеризуется тем, что между частицами изоляционного материала создается вакуум. Механизм передачи теплоты определяется тремя составляющими: теплопроводностью твердых частиц, теплопроводностью газа, излучением.

Так как процесс теплообмена в дисперсных средах относительно сложен и наиболее общего и приемлемого уравнения, описывающего это процесс, нет, то используется простая форма для уравнения теплопроводности:

$$q = -\lambda gradT, \quad (3.15)$$

где $gradT$ – температурный градиент, равный изменению температуры на единицу длины нормали к изотермической поверхности.

Под коэффициентом теплопроводности понимается просто коэффициент пропорциональности между тепловым потоком и градиентом температуры. При этом часто пользуются термином

"кажущийся коэффициент теплопроводности", подразумевая под ним коэффициент пропорциональности в общем уравнения теплопроводности, который введен для случая одновременного переноса теплоты теплопроводностью твердого тела, теплопроводностью газа и излучением.

Перенос теплоты через твердые частицы и излучением относительно невелик, поэтому теплопроводность вакуумно-порошковой изоляции почти в 10 раз ниже обычной (без вакуума).

Коэффициент теплопроводности вакуумно-порошковой изоляции в значительной мере зависит от давления, но при давлении ниже 13,3 Па дальнейшее уменьшение давления почти не влияет на увеличение эффективности этого типа изоляции [1]. При давлении ниже 13,3 Па теплота передается только через твердые частицы теплопроводностью и излучением. Опыты показали, что при температуре $T=80-300$ К основной поток теплоты через вакуумный порошок идет путем лучеиспускания. При температуре $T<80$ К решающим становится теплоприток за счет теплопроводности твердых частиц.

Необходимость относительно невысокого вакуума (13,3–1,33 Па) объясняется малым расстоянием d между частицами. Это расстояние уже при давлении $p=133,3$ Па соизмеримо с длиной свободного пробега молекулы l , а значит соблюдается условие критерий $Kn>1$. Наиболее распространенные материалы для вакуумно-порошковой изоляции и их сравнительная характеристика приведены в таблице 3.2.

Лучшими материалами являются аэрогель, кремнегель, мипора и перлит. Кремнегель дешевле аэрогеля и гидрофобен, однако имеет большой насыпной вес, следовательно, требует больших затрат энергии и времени на захлаживание конструкции. Мипора обладает малым насыпным весом, но не всегда удобна по причине горючести, поэтому она не применяется для изоляции сосудов с жидком кислородом.

Таблица 3.2

Эффективный коэффициент теплопроводности зернистых, волокнистых и пористых материалов в вакууме при температурах граничных поверхностей 293 и 90К

Материал	Плотность, кг/м ³	λ , мВт/м·К при давлении	
		0,133 Па	13,3 Па
Аэрогель кремниевой кислоты	120	1,5	2,3
	140	1,4	2,7
	110	1,4	2,1
Белая сажа	360	3,1	-
	250	2,1	-
	200	0,8	1,6
	180	1,5	1,7
	170	0,9	-

Перлит	50	2,7	10
	100	11	32
Мипора	50	2,1	4,2
Стекланная вата	160	5	16

Следует иметь в виду то обстоятельство, что при значительном уменьшении плотности изоляции улучшаются условия проникновения лучистого теплопритока, т.к. в этом случае изоляция становится прозрачной для инфракрасного излучения. Чтобы снизить прозрачность такой изоляции ее смешивают с кусочками фольги или металлическими порошками. Например, добавка алюминиевой или медной пудры (40–60% по массе) снижает коэффициент теплопроводности вакуумно-порошковой изоляции в 3–4 раза. Использование порошка алюминия ограничивается его горючестью и тем, что он покрывается слоем окиси, которая ухудшает его отражательную способность. Изменение величины эффективности теплоизоляции можно показать сопоставляя данные вышеприведенной таблицы 3.2 с результатами, приведенными в таблице 3.3 [11] для смеси аэрогеля (50%) и металлических порошков, полученных помолотом на шаровой мельнице при давлении около 0,4 Па и температуре граничных стенок 293 и 90 К.

Увеличение концентрации металлического порошка уменьшает перенос теплоты излучением и одновременно увеличивает перенос теплоты теплопроводностью, поэтому смесь изоляционного и металлического порошков должна иметь оптимальную концентрацию, при которой достигается минимальное λ .

Таблица 3.3

Коэффициент теплопроводности зернистых, волокнистых и пористых материалов в вакууме при температурах граничных поверхностей 293 и 90К

Порошок	Диаметр чешуек, мкм	λ , мВт/м·К
Бронзовая пудра БПЛ	<75	0,58
Бронзовая пудра БПП	<60	0,44
Алюминиевая пудра ПАК-3	<75	0,64

Приток теплоты через вакуумно-порошковую изоляцию может быть вычислен по формуле:

$$Q_n = \frac{\lambda_{эф}}{\delta} \cdot (T_1 - T_2) \sqrt{F_1 F_2}, \quad (3.16)$$

где $\lambda_{эф}$ – эффективный коэффициент теплопроводности;

δ – толщина изоляции;

T_1, T_2, F_1, F_2 – ограничивающие температуры и поверхности.

Недостатком такого типа изоляции является расслоение, которое приводит к уменьшению содержания металлической пудры в верхнем

слое. Чтобы этого избежать, осуществляется уплотнение изоляции под вакуумом (при давлении 0,013 МПа и более).

В полости с вакуумно-порошковой изоляцией могут быть установлены охлаждаемые экраны. Если экран охлаждается парами кипящей жидкости, то он должен располагаться ближе к холодной стенке. Расстояние от холодной стенки составляет 0,2–0,4 от общего расстояния между ограничивающими поверхностями. Установка экранов такого типа почти вдвое уменьшает теплопритоки.

3.3 Вакуумно-многослойная изоляция

Использование идеи многократного экранирования привело к созданию этого типа изоляции, в которой экраны выполняются из металлической фольги и разделяются теплоизолирующими прокладками из листовых материалов.

Например, это могут быть алюминиевая фольга и стеклоткань. При снижении давления в изолирующем пространстве до 0,13–0,013 МПа перенос теплоты газом становится очень мал и остается лишь излучение и контактная теплопроводность слоистого материала. Так же как и для вакуумно-порошковой изоляции, теплопроводность вакуумно-слоистой изоляции зависит от давления. Эта зависимость наиболее резко проявляется в диапазоне давлений от 100 до 0,1 Па. При давлениях ниже 0,1 Па ($\sim 1 \cdot 10^{-3}$ мм рт.ст.) изменение кажущегося коэффициента теплопроводности $\lambda_{из}$ происходит незначительно.

Перенос теплоты через вакуумно-многослойную изоляцию происходит, главным образом, излучением и определяется по формуле:

$$Q_l = \frac{\lambda_{из}}{\delta} \cdot F_1 (T_1 - T_2). \quad (3.17)$$

Имеется в виду, что

$$Q_l = 5,77 \cdot E_e \left[\left(\frac{T_1}{100} \right)^4 - \left(\frac{T_2}{100} \right)^4 \right] \cdot E_e F_2. \quad (3.18)$$

При $F_1 = F_2$ и равенстве коэффициентов излучения $e_1 = e_2 = e_3$ общая приведенная степень черноты:

$$E_{N_e} = \frac{E_e}{N+1}. \quad (3.19)$$

При числе экранов N приведенная степень черноты двух соседних поверхностей:

$$E_e = \frac{e_3}{2 - e_3}. \quad (3.20)$$

Тогда коэффициент теплопроводности вакуумно-слоистой изоляции может быть рассчитан по формуле, мВт/(м·К):

$$\lambda_{из} = 5,77 \cdot \frac{e_3}{(2 - e_3)n} \frac{\left[\left(\frac{T_1}{100} \right)^4 - \left(\frac{T_2}{100} \right)^4 \right]}{(T_1 - T_2)}, \quad (3.21)$$

где $n = \frac{N}{\delta}$ – удельное число слоев фольги, т.е. плотность укладки, 1/см;
 δ – толщина изоляции.

При температурах граничных стенок 293 К и 90 К и $\epsilon_3 \ll 1$ уравнение принимает вид:

$$\lambda_{из} = 10,7 \cdot \frac{\epsilon_3}{n}. \quad (3.22)$$

Степень черноты алюминиевой фольги обычно 0,03–0,06, а плотность укладки находится в пределах от 5 до 50 1/см, следовательно, коэффициент теплопроводности $\lambda_{из}$ будет составлять около 0,01–0,1 мВт/(м·К).

Если известен коэффициент теплопроводности изоляции $\lambda_{из}$, то теплоприток вычисляется из уравнения:

$$Q_n = \frac{\lambda_{из}}{\delta} \cdot (T_1 - T_2) \sqrt{F_1 F_2}. \quad (3.23)$$

Качество многослойной изоляции зависит от плотности укладки, применяемых материалов, технологии монтажа на теплоизолируемых поверхностях. Так, при увеличении числа слоев на единицу толщины изоляции перенос теплоты излучением уменьшается, а перенос теплоты теплопроводностью возрастает.

Опытные данные коэффициента теплопроводности некоторых видов вакуумно-многослойной изоляции по данным [11] приведены в таблице 3.4.

Таблица 3.4

Коэффициент теплопроводности вакуумной многослойной изоляции
 (температура $T_{ст}$ = 290–300 К, давление в изоляционном пространстве 0,013 Па и
 температура холодной стенки 90 К)

Материал		Толщина прокладок, мм	Плотность изоляции, кг/м ³	Количество экранов на 1 см	Коэффициент теплопро- водности, мВт/(м·К)
экрана	прокладок				
Алюминиевая фольга $\delta=10$ мкм	Стеклохолст ЭВТИ	0,1	70	15	0,045
		0,1	140	30	0,1
	Стеклобумага СБР	0,05	55	15	0,027
	Стеклоткань Э	0,06	190	20	0,025
Алюминиро- ванная полиэтилен- терефталатная пленка, толщина напыления на пленку 0,025 мкм	Без прокладок	-	38	25	0,032
	Стеклосетка ССА	0,05	330	60	0,025

Из данных, представленных в таблице 3.4 видно, что коэффициент теплопроводности для такого вида изоляции не превышает 0,1 мВт/(м·К), а для лучших образцов достигает 0,02–0,03 мВт/(м·К).

3.4 Некоторые рекомендации по выбору изоляции

Все рассмотренные выше типы теплоизоляции нашли широкое применение в криогенной технике. Сравнение этих видов теплоизоляции показано в таблице 3.5 на примере коэффициента теплопроводности $\lambda_{эф}$, который определен для температур стенок 90 К и 293 К [1].

Таблица 3.5

Сопоставление различных типов изоляции по коэффициенту $\lambda_{эф}$, определенному между температурами 293 и 90 К

Изоляционный материал	Коэффициент теплопроводности, мВт/м·К
Перлит при атмосферном давлении	32,4
Перлит при Р=1Па	34,0
Аэрогель при Р= 0,1Па	19,0
Аэрогель с металлическим порошком при Р=0,1Па	0,34
Вакуумно-слоистая изоляция	0,052

Целесообразность применения того или иного вида изоляции определяется ее теплофизическими характеристиками, технико-экономическими показателями, конструкционными особенностями изолируемого оборудования, условиями работы.

Достоинствами высоковакуумной изоляции являются: малая толщина, хорошие теплоизолирующие свойства, малые потери на охлаждение в процессе захлаживания, возможность применения для тел сложной геометрической формы. Недостаток этой изоляции – это необходимость обеспечения и поддержания весьма высокого вакуума. Этот вид теплоизоляции наиболее часто применяется в криостатах, а также для изоляции трубопроводов, подающих в криостат криогенные жидкости.

Вакуумно-порошковая изоляция при достаточной δ обеспечивает меньшие теплопритоки, чем чистый вакуум. В этой изоляции вакуум более низкий и его легче поддерживать. Ее целесообразно применять, когда велик лучистый перенос теплоты. Недостаток – это газовыделение порошковых материалов, из-за которого такая изоляция требует длительного периода откачки с подогревом и уплотнения порошка при вибрационных нагрузках.

Вакуумно-многослойная изоляция – наиболее эффективная по сравнению с другими видами теплоизоляции, но и наиболее дорогая. Ее

недостатки – это наличие глубокого вакуума, трудность применения для тел, имеющих сложную геометрическую форму.

Одним из основных критериев при выборе типа теплоизоляции для криостата или сосуда, предназначенного для хранения криогенной жидкости должно служить конструктивное решение его основных элементов. Применение наиболее эффективного вида теплоизоляции оправдано лишь в том случае, когда есть возможность обеспечить минимальный теплоприток по тепловым мостам (трубопроводам, опорам и т.д.).

3.5 Определение теплопритоков через некоторые элементы конструкции криостатов

Выше кратко были рассмотрены основные виды теплоизоляции, которые применяются в криостатах, и основные расчетные зависимости, используемых для определения теплопритока в криостат через тепловое ограждение. Помимо притока теплоты через изоляцию значительная часть теплопритока к внутреннему объему криостата может иметь место через "тепловые мосты". Далее будут рассмотрены методы определения некоторых из этих теплопритоков.

2.5.1 Механические связи, опоры, трубопроводы

Обычно такого рода конструкции выполняют в виде сплошного или полого стержня. Тепловой поток для сплошного теплового моста, имеющего постоянное сечение, с температурой на теплом и холодном концах соответственно T_1 и T_2 может быть определен по уравнению:

$$Q_{Т.М.} = \frac{F}{l} \int_{T_2}^{T_1} \lambda(T) dT, \quad (3.24)$$

где F – поперечное сечение теплового моста;

l – длина моста;

λ – теплопроводность материала, из которого выполнен тепловой мост.

Для решения уравнения (3.24) необходимо располагать аналитической зависимостью $\lambda = f(T)$. При отсутствии зависимости $\lambda = f(T)$ интеграл в этом уравнении заменяют суммой:

$$Q_{Т.М.} = \frac{F}{l} \sum_{i=1}^n \lambda_i \Delta T_i, \quad (3.25)$$

где λ_i – средняя теплопроводность материала в интервале.

Для уменьшения притока теплоты через тепловые мосты их выполняют из малотеплопроводных материалов, увеличивают по возможности их длину и уменьшают поперечное сечение.

При высоких температурах теплопроводность слабо чувствительна к температуре и чистоте материала. Однако в области криогенных температур это влияние может быть весьма значительным. В [2] на примере одного из образцов показано, что значения даже для одного и

того же металла, при одном и том же значении температуры в зависимости от чистоты и обработки могут отличаться на несколько порядков. Для практических расчетов могут быть рекомендованы данные по так называемой эффективной (средней) теплопроводности для сплошных стержней из некоторых чаще используемых материалов с определенными температурами на концах. Значение средней теплопроводности, определяемой по уравнению:

$$\bar{\lambda} = \frac{1}{T_1 - T_2} \int_{T_2}^{T_1} \lambda(T) dT, \quad (3.26)$$

для некоторых материалов приведены в таблице 3.6. Данные, приведенные в таблице [2], показывают, что меньшие значения теплопроводности характерны для нержавеющей стали и сплавов медно-никелевой группы (нейзильбер, мельхиор, константан), которые в виде трубок часто используются в криостатах. Трубкам из медно-никелевых сплавов чаще отдают предпочтение перед трубками из других материалов с низкой теплопроводностью, так как они легче паяются мягким припоем.

Таблица 3.6

Среднее значение теплопроводности $\lambda_{эф}$, Вт/(см·К)

Материал	Значение температуры на концах теплового моста, К				
	$T_1=300$ $T_2=77$	$T_1=300$ $T_2=20$	$T_1=300$ $T_2=4$	$T_1=77$ $T_2=20$	$T_1=77$ $T_2=4$
Стекло пирекс	0,0082	0,0071	0,0068	0,0028	0,025
Нержавеющая сталь (18% Cr, 9% Ni, добавки: 2-3% Mn, Nb, Si, Ti, остальное Fe)	0,123	0,109	0,103	0,055	0,045
Инконель холодно-подтянутый (72% Ni, 14-17% Cr, 6-10% Fe, 0,1% C)	0,125	0,111	0,106	0,061	0,051
Монель отожженный (66% Ni, 2% Fe, 2% Mn, 30% Cu)	0,207	0,192	0,183	0,133	0,113
Нейзильбер (47% Cu, 41% Zn, 9% Ni, 2% Pb)	0,2	0,19	0,18	0,14	0,12
Константан проволока (60%Cu, 40% Ni)	0,22	0,21	0,2	0,16	0,14
Латунь (30% Zn, 70% Cu)	0,81	0,7	0,67	0,31	0,26
Медь (фосфорная, дезоксидированная)	1,91	1,71	1,63	0,95	0,8
Медь (электролитическая тянутая)	4,1	5,4	5,7	9,7	9,8

В тех случаях, когда тепловыми мостами являются полые стержни – трубки, теплота может передаваться по трубам не только теплопроводностью, но и путем теплового излучения с уровня комнатной температуры. Определение этого теплового потока может быть произведено довольно приближенно по отношению к действительной величине.

В тех случаях, когда тепловыми мостами являются полые стержни – трубки, теплота может передаваться по трубкам не только теплопроводностью, но и путем теплового излучения с уровня комнатной температуры. Определение этого теплового потока может быть произведено довольно приближенно по отношению к действительной величине. Максимальная величина этого теплового потока определяется из предположения полного отражения от внутренней стенки трубы:

$$Q_{л.з.}^{max} = 5,77 \left[\left(\frac{T_1}{100} \right)^4 - \left(\frac{T_3}{100} \right)^4 \right] F_3, \quad (3.27)$$

где F_3 – величина поверхности заглушки, равная площади поперечного сечения трубы - $\pi r_{вн}^2$;

$r_{вн}$ – внутренний радиус трубы.

Минимальная величина теплового потока определяется из предположения, что все излучение, попадающее на внутреннюю поверхность трубки, полностью на ней поглощается. В этом случае излучение на поверхность нижнего торца трубки, находящегося при криогенной температуре, попадает лишь в небольшом телесном угле, под которым виден нижний конец трубки из ее верхнего конца, находящегося при комнатной температуре:

$$Q_{л.з.}^{min} = 5,77 \left[\left(\frac{T_1}{100} \right)^4 - \left(\frac{T_3}{100} \right)^4 \right] F_3 \frac{\Omega}{2\pi}, \quad (3.28)$$

где Ω – телесный угол, в котором распределяется излучение трубки:

$\Omega = \frac{\pi r_{вн}^2}{l^2}$, здесь l – длина трубки.

Для устранения или уменьшения этого вида теплопритока по трубам на них делают сгибы или устанавливают внутренние перегородки с тем, чтобы в этих местах происходило поглощения излучения. Иногда нижний торец трубы закрывают радиационным экраном, как показано на рис. 5.6.

В тех случаях, когда теплоприток по наполнительной или выпускной трубе, которая в ряде случаев одновременно является и трубкой подвеса, т.е. трубкой на которой подвешена экспериментальная камера в криостате, составляет значительную часть от полного теплопритока, может оказаться целесообразным использовать выходящие пары для отвода части теплопритока. Выходящий пар при хорошем тепловом контакте со стенками трубки поглощает значительно количество

теплоты, которое подводится к жидкости по трубке. Как показано в [13], разность энтальпий газа от температуры кипения (при давлении 101,3 кПа) до температуры 280 К для гелия в 73 раза, а для водорода примерно в 8 раз больше скрытой теплоты парообразования. Это показывает, что испаряющийся газ, даже при небольшой испаряемости, способен отвести большое количество теплоты и может быть использован для компенсации теплопритока.

При отсутствии теплообмена между газом и стенкой трубы ($\alpha=0$) теплоприток по трубке рассчитывается по уравнению (3.24).

Для случая идеального теплообмена между стенкой трубы и проходящим по ней газом ($\alpha=\infty$), Хоггом предложена довольно простая зависимость, приведенная в [11], которая получена из предположения, что теплопроводность не зависит от температуры:

$$Q_T = c_p m \Delta T \left(\exp \left(\frac{c_p m l}{\lambda F} \right) - 1 \right)^{-1}, \quad (3.29)$$

где m – массовый расход газа;

c_p – удельная теплоемкость газа;

F – площадь поперечного сечения трубки;

ΔT – разность температур между теплым и холодным концами;

λ – коэффициент теплопроводности трубки.

Однако экспериментальное исследование [22] показало, что действительный поток по трубке, охлаждаемой парами кислорода, превышает вычисленный по уравнению (2.29). При величине безразмерного комплекса $\frac{c_p m l}{\lambda F} < 1$ расхождение между опытными и рассчитанными значениями теплопритока составляет 15–30%, а затем быстро возрастает. Опыты проводились для трубы диаметром 14–18 мм и ламинарном движении потока с коэффициентом теплоотдачи $\alpha \approx 4$ Вт/(м²·К).

Из предположения наличия совершенного теплообмена между паром и жидкостью получена зависимость, приведенная в [14], позволяющая вычислить количество тепла, отводимого паром, идущим по трубке. Дополнительно принято, что теплообмен между наружной стенкой и окружающей средой отсутствует, а коэффициент теплопроводности материала трубы линейно зависит от температуры, т.е.

$$\lambda = \lambda_0 + a(T - T_0), \quad (3.30)$$

где λ_0 – коэффициент теплопроводности на холодном конце трубы;

T_0 – температура на холодном конце трубы;

λ – коэффициент теплопроводности при переменной T ;

a – константа.

Тогда по уравнению теплопроводности тепловой поток в любом сечении трубки равен:

$$Q = F[\lambda + a(T - T_0)] \frac{dT}{dx}, \quad (3.31)$$

где x – расстояние от холодного конца трубки.

В связи с тем, что часть теплоты, проникающей по трубке, поглощается выходящим паром,

$$Q = Q_0 + mC_p(T - T_0), \quad (3.32)$$

где Q_0 – тепловой поток, достигающий холодного конца трубки. Приравнявая уравнения (3.31) и (3.32) и интегрируя их, можно получить следующую зависимость:

$$\frac{l}{F} = \frac{1}{mC_p} \left[a\Delta T + (\lambda_0 - Q_0 \frac{a}{mC_p}) \ln \frac{Q_0 + mC_p\Delta T}{Q_0} \right]. \quad (3.33)$$

Уравнение (3.33) позволяет, при заданной геометрии трубки для имеющей место разности температур между теплым и холодными концами, рассчитать, какое количество теплоты достигает холодного конца трубки при различных значениях m . Когда зависимость $\lambda=f(T)$ слишком сильно отличается от линейной зависимости, в [14] рекомендуется полный температурный интервал разбить на несколько интервалов, в пределах которого функцию $\lambda=f(T)$ можно назвать линейной.

В случае такого разбиения для принятого значения ΔT_1 (разность температур для последнего интервала при самой низкой температуре T_2) определяется Q_0 по уравнению (3.33), при этом в отношении l_1/F l_1 – длина участка трубы, соответствующего последнему интервалу температур. Тогда значение теплового потока Q' в конце предыдущего интервала определится соотношением:

$$Q' = Q_0 + mC_p\Delta T_1. \quad (3.34)$$

Величина Q' подставляется затем в уравнение (3.33) для вычисления значения l_2/F для следующего интервала температур и т.д. Полная величина l/F равна $\sum_i^n (l/F)_i$.

Более точное этой задачи дано в работах [15]. В этом случае задача формулируется следующим образом. Вдоль оси трубы движется поток газа с массовым расходом m . Труба, имеющая следующие параметры: площадь поперечного сечения F , диаметр D_{cm} и длина l находится в среде с температурой T_0 . Наружная поверхность трубы имеет изоляцию с диаметром $D_{из}$. Коэффициенты теплопроводности трубы и изоляции известны и соответственно равны λ_{cm} и $\lambda_{из}$. Температуры на теплом и холодном концах трубы равны соответственно T_1 и T_2 , а разность температур между стенкой и газом на входе в трубу равна $\Delta T_{вх}$.

При решении этой задачи принимаются следующие допущения:

1. физические свойства газа, материал трубы и изоляции не зависят от температуры;

2. температура стенки трубы по сечению постоянна, т.е. задачу можно считать одномерной;

3. коэффициент теплоотдачи от стенки к газу считается заданным и постоянным по всей длине;

4. аксиальная теплопроводность по газу отсутствует.

При принятых допущениях уравнение теплопроводности для стенки трубы и уравнение энергии для потока газа имеют вид

$$\lambda_{cm} F \frac{d^2 T_{cm}}{dx^2} = \alpha \pi \cdot D_{cm} (T_{cm} - T_2) - \frac{2\pi \cdot \lambda_{uz} (T_0 - T_{cm})}{\ln D_{uz}/D_{cm}}; \quad (3.35)$$

$$m c_p \frac{dT_2}{dx} = \alpha \pi \cdot D_{cm} (T_{cm} - T_2); \quad (3.36)$$

где $F = \pi D_{cm} \delta$, δ – толщина стенки трубки;

α – коэффициент теплоотдачи от стенки трубы к газу;

T_{cm} и T_2 – текущие температуры стенки и газа соответственно;

T_1 – температура верхнего конца горловины, которая принимается равной температуре окружающей среды;

c_p – изобарная теплоемкость газа.

В [23] показано решение уравнений (3.35) и (3.36), а также показаны зависимости расчета среднего по длине коэффициента теплоотдачи.

В отличие от этой задачи в гелиевом безазотном криостате, конструкция которого показана на рис.1.10, испаряющийся гелий отводит теплоту не только от горловины и трубки, но и от экрана. Методика расчета таких криостатов приведена в [24]. По предложенной в [24] методике могут быть рассчитаны температура радиационного экрана и скорость испарения гелия. При конструировании таких криостатов необходимо определять оптимальные размеры трубки подвеса (длины от резервуара с жидким гелем до кожуха), методика расчета такой трубки дана в [25].

Очень часто в конструкцию криостата вводят дополнительные трубки, например, для перемещения образцов и управления режимом работы криостата. В таком случае необходимо учитывать тот факт, что в трубках малого диаметра и зазорах между ними, по которым проходит испаряющийся гелий, могут возникать термоакустические колебания. Энергия таких колебаний может быть довольно высокой, тогда в зону низких температур передается дополнительный поток теплоты, который увеличивает расход жидкого гелия. Характер таких колебаний может меняться от едва слышных до интенсивной пульсации с частотой в несколько десятков герц. Поэтому при конструировании криостатов следует исключать наличие узких, заполненных газом трубок, которые проходят из области низких (гелиевых) температур в область комнатных температур.

3.5.2 Электрические провода и токовводы

Электрические вводы, идущие к контрольно-измерительным приборам, обычно выполняются из медной проволоки диаметром 0,1 – 0,2 мм в эмалевой или шелковой изоляции и служат для пропускания небольших токов. При небольших токах основной теплопровод по таким проводникам имеет место за счет теплопроводности. В [3] показано, что при длине медного проводника в 70 см, верхний конец которого находится при комнатной температуре, а нижний при 4,2 К, в жидкий гелий через каждый квадратный сантиметр сечения проводника вносится количество тепла, соответствующее испарению около 5 л/ч жидкого гелия, а теплоприток в такой криостат через одну проволоку диаметром 0,13 мм увеличивает скорость испарения жидкого гелия примерно на 0,6 см³/ч.

Теплоприток по токовводам связан не только с притоком тепла к криогенной жидкости ввиду наличия большой разности температур между концами токоввода, но и с выделением джоулева тепла при протекании тока. Обычно в электрических проводах, идущих к контрольно-измерительным приборам, последняя составляющая теплопритока весьма мала ввиду малой величины проходящих по проводам токов. Однако при изучении сверхпроводящих систем и в некоторых других случаях возникает необходимость подводить в холодную зону криостата электрический ток от нескольких десятков до нескольких тысяч ампер. В этих случаях потери холода за счет теплопровода по токовводам могут быть доминирующими. При этом теплоприток за счёт теплопроводности обратно пропорционален отношению длины токоввода к его сечению, в то время как выделение джоулева тепла прямо пропорционально этому отношению.

Очевидно, что уменьшение джоулевых потерь достижимо при увеличении поперечного сечения и сокращения длины вводов, но это приводит к увеличению теплопритока за счёт теплопроводности. Отсюда следует, что должно существовать оптимальное отношение длины токоввода и его поперечного сечения, при котором теплоприток в холодную зону будет минимальным.

Основная трудность расчёта токовводов состоит в том, что теплопроводность и электропроводность материала, из которого выполнен токоввод, зависят от распределения температур по длине токоввода. В свою очередь поле температур зависит от тока и условий теплообмена между поверхностью токоввода и охлаждаемым газом. Кроме того, по условиям эксплуатации или испытаний ток по токовводу может быть постоянным длительное время, периодически меняться или выключаться. По конструкции токовводы выполняются неохлаждаемыми и

охлаждаемыми. В [16] отмечается, что при токах 100–200 А можно пользоваться неохлаждаемыми токовводами.

Неохлаждаемые токовводы

Расчёт неохлаждаемых /адиабатных/ токовводов производится сравнительно просто. Методика расчета показана в [17] где токоввод рассматривается как стержень через боковую поверхность которого не отводится теплота: приток теплоты из окружающей среды возможен только на теплом конце проводника, а передача теплоты криогенной жидкости – на противоположном, холодном конце.

Уравнение теплового баланса для элементарного участка токоввода постоянного сечения S при протекании по нему тока I запишется в виде:

$$\frac{d}{dx} = \left[\lambda(T)S \frac{dT}{dx} \right] + \frac{I^2 \rho(T)}{S} = 0, \quad (3.47)$$

где $\lambda(T)$ – коэффициент теплопроводности материала токоввода;
 $\rho(T)$ – удельное электросопротивление.

Интегрируя уравнение (3.47) с учетом краевых условий, можно получить выражение для теплопритока Q_{min} в холодную зону криостата:

$$Q_{min} = I \left[2 \int_{T_2}^{T_1} \lambda(T) \rho(T) dT \right]^{\frac{1}{2}}. \quad (3.48)$$

При этом

$$\left(\frac{l}{S} \right)_{onm} = \frac{1}{I} \left[2 \int_{T_2}^{T_1} \frac{\lambda(T)}{c} dT \right]^{\frac{1}{2}}, \quad (3.49)$$

где T_1 – температура теплого конца токоввода, равная температуре окружающей среды;

T_2 – температура холодного конца токоввода, равная температуре криогенной жидкости;

l – длина токоввода.

Из уравнения (3.49) видно, что с уменьшением силы тока I увеличивается $\left(\frac{l}{S} \right)_{onm}$, т.е. для малых токов нужны относительно более тонкие вводы.

Из уравнений (3.48) и (3.49) могут быть получены зависимости для частных случаев. Так, если $\rho(T) = const$, что достаточно хорошо выполняется для ряда сплавов, то уравнения (3.48) и (3.49) приобретают следующий вид:

$$Q_{min} = I \left[2\rho \int_{T_2}^{T_1} \lambda(T) dT \right]^{\frac{1}{2}}, \quad (3.50)$$

$$\left(\frac{l}{S} \right)_{onm} = \frac{1}{I} \left[\frac{2}{\rho} \int_{T_2}^{T_1} \lambda(T) dT \right]^{\frac{1}{2}}. \quad (3.51)$$

При условии $\lambda(T)\rho(T) = LT$, которое выполняется для чистых металлов следующих закону Видемана-Франца, где L – постоянная

Лоренца, равная $2,45 \cdot 10^{-8}$ Вт·Ом/К², уравнения (3.48) и (3.49) преобразуются к виду:

$$Q_{min} = I[L(T_1^2 - T_2^2)]^{\frac{1}{2}}, \quad (3.52)$$

$$\left(\frac{l}{s}\right)_{opt} = (I^2 L)^{-0,5} \int_{\arcsin \frac{T_2}{T_1}}^{\frac{\pi}{2}} \lambda \left[T_1 \sin \frac{T}{T_1} \right] d\left(\frac{T}{T_1}\right). \quad (3.53)$$

Если пренебречь температурой T_2 , т.к. для гелиевых температур $T_1 \gg T_2$, то уравнение можно привести к виду:

$$Q_{min} = IT_1(L)^{0,5} \quad (3.54)$$

В [18] приведены расчетные значения (см.таблицу 3.6) минимального удельного теплопритока $q = \frac{Q_{min}}{I}$ и оптимальное соотношения $\left(\frac{l}{s}\right)_{opt}$, полученные для различных металлов по уравнениям (3.48) и (3.49).

Таблица 3.6

Значения Q_{min} и $(l/s)_{opt}$ для различных материалов в зависимости от температурных уровней тоководов

Материал токоввода	Температурный уровень, К	Q_{min} , мВт/А	$(l/s)_{opt} \cdot 10^{-6} \text{ м}^{-1}$
Никель	300÷4,2	36,6	0,899
Алюминий высокой чистоты	290÷4,2	40,0	8,0
Медь	290÷4,2	42,0	5,0
Алюминий	300÷4,2	42,8	2,35
Медь	300÷4,2	44,5	5,02
Медь	230÷4,2	-	6,0
Сплав 90% Cu + 10% Ni	300÷4,2	52,8	0,39
Нержавеющая сталь	300÷4,2	63,5	0,092
Алюминий высокой чистоты	77,0÷4,2	8,0	26,1
Медь	77,0÷4,2	8,5	10,2
Медь	77,0÷4,2	-	13,7
Медь высокой чистоты	77,0÷4,2	9,6	39,6
Никель высокой чистоты	77,0÷4,2	8,4	5,22
Серебро	77,0÷4,2	10,2	29,5

Результаты, представленные в табл. 3.6, в значительной степени зависят от принимаемых значений $\lambda(T)$ и $\rho(T)$. Данные в таблице 3.6

показывают, что при охлаждении теплого конца токоввода жидким азотом теплоприток снижается почти в 4 раза.

Охлаждаемые токовводы

В низкотемпературных криостатах часто используют токовводы, охлаждаемые парами криогенной жидкости, что позволяет значительно снизить расход хладагента. Нагреваясь при соприкосновении с боковой поверхностью, газ отводит часть тепла. Количество отводимого тепла зависит от расхода газа, его теплоемкости и условий теплоотдачи, т.е. появляется ряд новых переменных, что значительно усложняет задачу. Теоретическому и экспериментальному исследованию охлаждаемых токовводов посвящено довольно большое число работ, значительная часть которых рассматривается в обзоре [18].

В каждом из методов расчета, как правило, принимаются те или иные ограничения, позволяющие решить задачу с определенной степенью точности. Если принять условие идеального теплообмена между токовводом и охлаждающим его газом, то температура в любой точке токоввода будет равна температуре газа в той же точке. Тогда для элементарного участка токоввода можно записать следующее уравнение теплового баланса:

$$\frac{d}{dx} = \left[\lambda(T) S \frac{dT}{dx} \right] - G \cdot C_p \frac{dT}{dx} + \frac{I^2 \rho(T)}{s} = 0, \quad (3.55)$$

где G – расход газа, идущего на охлаждение токоввода,

$$G = \frac{Q_x + Q_{дж} + Q_0}{r}, \quad (3.56)$$

где $Q_{дж}$ – джоулево тепло, выделяющееся на участках токоввода, погруженных в жидкий хладагент;

Q_0 – теплоприток в криостат при отсутствии токовводов.

Решение уравнения (3.55) может быть выполнено лишь при некоторых специальных допущениях относительно вида функции $\lambda(T)$ и $\rho(T)$. Приближенные решения являются весьма трудоемкими, могут быть найдены либо численным интегрированием, либо методом последовательных приближений.

Если в уравнении считать λ и $\rho = \text{const}$ отнесенными к некоторой эффективной температуре, то выражение для теплопритока в холодную зону криостата имеет вид

$$Q_x = \left[G C_p (T_1 - T_2) - \frac{I^2 \rho l}{s} \right] \left[e^{\left(\frac{G C_p l}{\lambda s} \right) - 1} \right]^{-1} + \frac{I^2 \rho \lambda}{G C_p}. \quad (3.57)$$

Для обесточенных токовводов уравнение (3.55) переходит в уравнение (3.29).

Для случая идеального теплообмена минимальный теплоприток в холодную зону криостата и оптимальные размеры токоввода определяются следующими уравнениями:

$$Q_{min} = I \left(\lambda_2 \rho_2 \frac{r}{c_p} \right)^{0,5}, \quad (3.58)$$

$$\left(\frac{l}{S} \right)_{opt} = \frac{1}{I} \left(\lambda_2 \rho_2 \frac{r}{c_p} \right)^{0,5} \int_{T_2}^{T_1} \lambda(T) dT. \quad (3.59)$$

В случае чистых металлов уравнение (3.58) может быть записано в виде:

$$Q_{min} = I \left(L T_2 \frac{r}{c_p} \right)^{0,5}. \quad (3.60)$$

Удельный теплоприток для токовводов, идущих в гелиевую ванну и рассчитанный по уравнению (3.60), составляет 0,64 мВт/а, что может рассматриваться как теоретический минимум.

В условиях реального теплообмена температура токоввода и температура омывающего его газа θ не равны. Распределение температур по длине для материала токоввода и омывающего его газа, а также распределение тепловых потоков описывается системой уравнений, которая для элементарного участка токоввода может быть записана в следующем виде:

$$\frac{d}{dx} = \left[\lambda(T) S \frac{dT}{dx} \right] + \frac{I^2 \rho(T)}{S} = \alpha p (T - \theta) \quad (3.61)$$

и

$$\alpha p (T - \theta) = G C_p \frac{d\theta}{dx}, \quad (3.62)$$

где p – периметр токоввода;

α – коэффициент теплоотдачи;

T и θ – текущие температуры токоввода и газа.

В [19] проведено решение нелинейных дифференциальных уравнений (3.61) и (3.62) для медных токовводов с помощью математического моделирования при следующих граничных условиях:

на холодном конце при $x=0$ и $T=T_0$; $\theta = T_0$;

на теплом конце при $x=l$ и $T=T_1$.

Зависимости $\lambda(T)$ и $\rho(T)$ для меди были аппроксимированы следующими уравнениями:

$$\rho(T) = \rho_0 + \rho_1(T), \quad (3.63)$$

$$\frac{1}{\lambda(T)} = \frac{\rho_0}{L_0} \cdot \frac{1}{T} + N(T), \quad (3.64)$$

где ρ_0 – остаточное электрическое сопротивление меди, Ом·см;

L_0 – постоянная Лоренца, равная $2,45 \cdot 10^{-8}$ Вт·Ом/К²;

Функции $\rho_1(T)$ и $N(T)$ достаточно универсальны и не зависят от чистоты меди, если остаточное сопротивление ее лежит в пределах $\rho_0=10^{-6}-10^{-9}$ Ом·см.

При низких температурах $\rho_1(T)=8,7 \cdot 10^{-15} T^4$ Ом·см (при $T < 50$ К), а $N(T)=3,35 \cdot 10^{-5} T^2$ см·К/Вт (при $T < 60$ К).

Тепловой поток на холодном конце токоввода, воспринимаемый криогенной жидкостью,

$$Q_0 = (\lambda S \frac{dT}{dx})_{x=0}, \quad (3.65)$$

где $Q_0 = Gr$, r – скрытая теплота парообразования криогенной жидкости.

Теплоприток по токовводу минимален при условии:

$$Q_0 = (\lambda S \frac{dT}{dx})_{x=l} = 0, \quad (3.66)$$

т.е. при отсутствии на теплом конце токоввода теплообмена с окружающей средой.

В результате решения уравнений (3.61) и (3.62) в [19] получена зависимость комплексов $\frac{Gr}{I}$ и $\frac{Il}{S}$ от $\frac{I^2}{\alpha p S}$, где первый из комплексов является мерой теплопритоков по токовводу, комплекс $\frac{Il}{S}$, имеющий размерность А/см, позволяет установить оптимальное соотношение $(\frac{l}{S})_{opt}$, соответствующее минимальным теплопритокам по токовводу. Комплекс $\frac{I^2}{\alpha p S}$, имеющий размерность $A^2 \cdot K/Вт \cdot см$, определяет геометрические характеристики токоввода. В [19] приведены графические зависимости между данными комплексами и даны примеры расчёта.

Вопросы для самоконтроля:

1. Из каких составляющих складывается количество теплоты, передаваемой через высоковакуумную изоляцию?
2. Как определяется приведенная степень черноты двух коаксиальных цилиндров и от чего она зависит?
3. Как влияет на эффективность высоковакуумной изоляции число свободно установленных экранов?
4. Напишите уравнение для определения количества теплоты, переносимой остаточным газом между двумя поверхностями при $Kn \gg 1$. Проанализируйте, какие параметры оказывают наибольшее влияние на величину этого теплопритока.
5. Какие составляющие определяют механизм переноса теплоты в вакуум-порошковой изоляции?
6. Почему добавка металлических порошков в вакуум-порошковую изоляцию повышает ее эффективность?

7. От каких факторов зависит эффективность вакуум-многослойной изоляции?

8. Как учитывается лучистый теплоприток криостата по горловине, передаваемый к криогенной жидкости, находящейся во внутреннем сосуде?

9. Напишите уравнение для определения количества теплоты, передаваемой по горловине криостата, при наличии идеального теплообмена между стенками горловины и проходящего по ней газа ($\alpha = \infty$). Проанализируйте, какие параметры оказывают наибольшее влияние на величину передаваемого по горловине теплопритока.

10. Из каких составляющих складывается величина теплопритока к криогенной жидкости по токовводу?

11. Напишите уравнение для определения Q_{min} и $(l/s)_{onm}$ для неохлаждаемого токоввода и проанализируйте, какие параметры оказывают наибольшее влияние на величины Q_{min} и $(l/s)_{onm}$.

4. НИЗКОТЕМПЕРАТУРНАЯ ТЕРМОМЕТРИЯ

Точное измерение температуры довольно часто является одним из основных условий проведения низкотемпературного эксперимента. Поэтому задачей экспериментатора является выбор надежного, точного и в то же время простого метода измерения температуры. При выборе низкотемпературного термометра необходимо ориентироваться на следующие основные показатели:

- абсолютная точность соответствия термодинамической шкале;
- воспроизводимость результатов, характеризующая уход градуировки с течением времени;
- чувствительность – способность обнаруживать малые изменения температур;
- устойчивость показаний при постоянной температуре, имеющей большое значение для термостатов и термометров, измеряющих разности температур;
- способность измерять малые разности температур;
- простота обращения;
- тепловое воздействие на тело, температура которого измеряется;
- теплопроводность;
- теплоемкость;
- стоимость.

В некоторых случаях существуют и другие факторы оказывающие влияние на выбор способа измерения температуры и термодатчика.

4.1 Температурные шкалы

Температуру нельзя измерить непосредственно, но можно определить косвенно (по изменению физического свойства линейно и монотонно зависящего от температуры). В таком случае значение температуры будет зависеть от выбора термометрического вещества. При измерении температуры в различных интервалах, требующем применения различных термометрических веществ, получаются несогласованные численные значения температуры. В связи с этим возникла необходимость создания такой температурной шкалы, по которой измеряемое значение абсолютной температуры не зависит от термометрических свойств вещества. Такая шкала называется термодинамическая. На базе термодинамической шкалы была разработана международная практическая температурная шкала, которая является наиболее удобной и точно воспроизводимой практической шкалой, столь близкой к термодинамической, насколько это возможно на современной уровне техники измерений.

4.2 Термодинамическая шкала температур

Термодинамическая шкала была предложена В. Томсоном в 1848 году. В ее основу был положен термодинамический цикл Карно идеальной паровой машины. Карно показал, что КПД такой тепловой машины не зависит от свойств рабочего тела, а определяется только температурами нагревателя T_1 и холодильника T_2 . Согласно второму началу термодинамики КПД цикла Карно равен:

$$\eta = \frac{Q_1 - Q_2}{Q_1} = \frac{T_1 - T_2}{T_1}, \quad (4.1)$$

где Q – количество передаваемой теплоты, соответствующей изотерме T .

Томпсон предложил считать температурные интервалы пропорциональными приращениям КПД. Из уравнения (4.1) следует, что при $\eta \rightarrow 1$, $T_2 \rightarrow 0$. Эта наименьшая температура названа Томсоном абсолютным нулем и принята им за начальную точку абсолютной термодинамической шкалы. Это шкала не имеет отрицательных температур, так как условие $\eta > 1$ противоречит второму началу термодинамики. Эта шкала как международная просуществовала до 1954 года, до момента когда 10-я Генеральная конференция по мерам и весам решила отклонить ее, так как она основана на двух реперных точках (точка кипения воды и плавления льда).

Принятая на этой конференции шкала использовала только одну реперную точку – тройную точку воды, термодинамическая температура которой составляет 273,16 К.

При измерении температуры обычно хотят знать точно термодинамическую температуру. Практически можно говорить лишь о воспроизведении температуры в том или ином приближении. Термодинамическая шкала воспроизводится в настоящее время методом газовой термометрии в области низких температур от точки кипения гелия 4,2 К до тройной точки воды с погрешностью порядка нескольких тысячных градуса.

Невозможность использования газового термометра высокой точности для широкого круга прецизионных измерений температуры, с одной стороны, и необходимость таких измерений – с другой, привели к необходимости построения практической температурной шкалы. В [20] дан подробный исторический обзор установления международных шкал.

4.3 Международная практическая температурная шкала (МПТШ)

Под практической шкалой обычно понимают совокупность методов и средств, позволяющих по возможности, просто измерять температуру близко к её термодинамическому значению.

Весь практический температурный интервал делится на область выше 273,15 К и ниже. Методы и средства как для установления практических температурных шкал, так и для измерения температур в рабочих условиях отличаются друг от друга в зависимости от температурной области.

В 1968 году на сессии Международного бюро весов и мер была принята низкотемпературная часть новой МПТШ.

МПТШ-68 основана на ряде воспроизводимых равновесных состояний, которым приписаны точные значения температур (основные реперные точки), и на эталонных термометрах, градуированных при этих температурах (табл. 3.1).

Таблица 4.1

Основные реперные точки МПТШ-68 для области 13,81-273,15 К

Состояния равновесия	Принятое значение международной практической шкалы		Оценка погрешности, К
	$T_{68}, \text{ К}$	$t_{68}, ^\circ\text{C}$	
Тройная точка равновесного водорода	13,81	-259,34	0,01
Равновесие между жидкой и парообразной фазами равновесного водорода при давлении 3330,6 Па	17,042	-256,108	0,01
Точка кипения равновесного водорода	20,28	-252,87	0,01
Точка кипения неона	27,102	-246,048	0,01
Тройная точка кислорода	54,361	-218,789	0,01
Точка кипения кислорода	90,188	-182,962	0,01
Тройная точка воды	273,16	0,01	точно
Точка кипения воды	373,15	100	0,005

Единица температуры в области 13,81–273,15 К воспроизводится эталонным платиновым термометром сопротивления, градуированным в основных реперных точках в соответствии с МПТШ-68. Область ниже 13,81 К очень важна для физических исследований, практическая шкала

для температур 4,2–13,81 К была установлена и основана на германиевых термометрах (рис.4.1), для которых была экспериментально установлена зависимость $R(T)$ по газовому термометру.

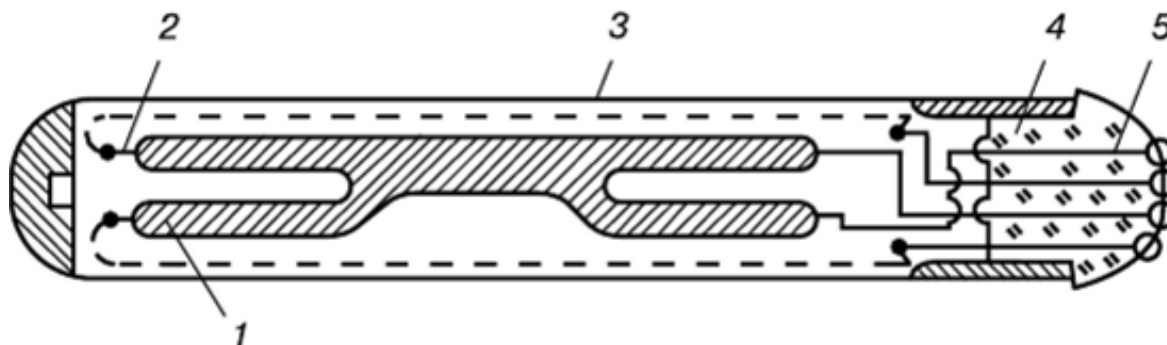


Рис.4.1 Схема германиевого термометра сопротивления:

1 – чувствительный германиевый элемент; 2 – золотые проводники;
3 – металлическая гильза; 4 – стеклянная головка; 5 – платиновые выводы

Германиевый термометр обладает хорошей чувствительностью и стабильностью градуировочных характеристик. Чувствительный элемент 1 изготовлен из монокристаллического германия, легированного сурьмой. К раздвоенным концам его узкой пластины припаяны четыре золотых проводника 2 с платиновыми выводами 5, проходящими через стеклянную головку 4. Чувствительный элемент помещен в герметичную металлическую гильзу 3, которая заполнена газообразным гелием под небольшим давлением. Для определения температуры используется следующая зависимость:

$$\ln R = \sum_{i=1}^m \alpha_i \cdot (\ln T^i),$$

где α_i – коэффициент,
 i – показатель полинома.

Практическая шкала для температур 1,5–4,2 К основана на зависимости давления насыщенных паров He-4 от температуры. Единица температуры в этой области воспроизводится эталонным гелиевым конденсационным термометром измерения насыщенных паров He-4, находящегося в равновесии с жидкостью в конденсационной камере.

4.4 Некоторые особенности термометрии в области криогенных температур

Низкие температуры измеряют с помощью устройств, использующих различные термодинамические свойства жидкостей, газов и твердых тел. Далее будут рассмотрены некоторые из устройств широко применяемых в низкотемпературной технике для измерения температуры.

Выше показано, что область температур от комнатной до тройной точки водорода (13,81 К) является областью МПТШ-68, а

интерполирующим прибором здесь служит платиновый термометр сопротивления.

Область от 13,81 К до 5 К сложна для практической термометрии из-за отсутствия надежных и стабильных термометров. Для этой области используют германиевые термометры, градуировка которых производится по газовому термометру.

Для области температур от 5,2 К до 0,5 К могут быть использованы две практические шкалы: МПТШ-58, показанная выше и основанная на температурной зависимости упругости паров гелия-4, и МПТШ-62, основанная на аналогичной зависимости для гелия-3. При этом верхней границей каждой шкалы являются критические точки для этих газов 5,2 К для гелия-4 и 3,3 К для гелия-3, а нижней – давление паров, которое становится слишком низким для практических измерений.

Некоторые трудности измерения температуры в этой области связаны с тем, что при температуре выше λ -точки (2,172 К) для гелия-4 из-за плохой теплопроводности наблюдаются перепады температур на свободной поверхности жидкости и внутри ее объема, а при температуре ниже λ -точки возникают неравновесные состояния из-за повышенного испарения сверхтекучей пленки жидкости на стенке сосуда. В качестве вторичных приборов в этой области температур применяются бронзовые, угольные и полупроводниковые термометры сопротивления.

В области ниже 1 К, температура наиболее надежно измеряется магнитным методом по изменению магнитной восприимчивости парамагнитных солей. В этой области термодинамическая шкала определена до температуры $2 \cdot 10^{-3}$ К. Измерения при более низких температурах носят оценочный характер.

Есть несколько проблем, которые возникают при низкотемпературных измерениях: во-первых, это обеспечение теплового контакта с термометром, во-вторых, выделение теплоты термометром и другие.

Теплоемкости всех систем при низких температурах очень малы и небольшое количество теплоты может вызвать значительное увеличение температуры. Поэтому крайне важно обеспечивать хороший тепловой контакт термометра с системой, температура которой подлежит измерению. Наилучший метод надежного теплового контакта достигается крепкий прижатием поверхностей друг к другу, а ещё лучше соединение пайкой или сваркой. В ряде случаев целесообразно присоединять термометр к объекту измерения температуры посредством медных тепловых мостов. Роль теплового моста в этом случае выполняет медная проволока, один конец которой присоединен к термометру, в другой

припаивается к тем точкам объекта, температуру которых необходимо определить.

Иногда необходимо осуществить хороший тепловой контакт, обеспечив одновременно отсутствие электрического контакта. Такая задача возникает при измерении температуры с помощью термометра сопротивления, который должен быть электрически изолирован от остальных частей прибора. В таких случаях необходимо использовать очень тонкие изоляционные прокладки (до 25 мкм). Если пленка такого изоляционного материала приклеена к поверхности, а термометр прикреплен поверх нее, то в этом случае тепловое сопротивление будет незначительным. В качестве изоляционных материалов могут быть использованы искусственные пленочные материалы (стеклобумага, лавсан и др.) или тонкая трансформаторная бумага.

Величины теплоемкости обычно невелики, поэтому термометр сопротивления должен выделять минимальное количество теплоты во время работы. Это особенно важно для электрических термометров сопротивления, которые выделяют джоулево тепло. Обязательным условием должно быть отсутствие перегрева термометра до более высокой температуры, чем подлежащая измерению температура объекта. Убедиться в отсутствии перегрева можно путем измерения сопротивления при двух различных значениях тока. Если твердое тело погружено в жидких гелий, то на границе между телом и жидкостью имеется некоторое тепловое сопротивление. Это приводит к тому, что прибор, в котором происходит выделение теплоты, будет несколько более нагрет, чем окружающая жидкость. Величина граничного сопротивления в значительной степени зависит от состояния твердой поверхности. Для гладкой медной поверхности величина теплового градиента может быть определена из величины граничного теплосоппротивления, которая по данным, приведенным в [3] в этой случае для гелия-4 ниже λ -точки примерно равна $15/T^2$ (К·см²/Вт).

4.5 Газовый термометр

Газовый термометр – основной прибор для воспроизведения термодинамической шкалы в широком диапазоне температур: от высоких температур, значительно выше температуры окружающей среды, до гелиевых. Они обычно используются в виде термометров с постоянным объемом. Употребляя газообразный гелий в качестве термодинамического вещества и используя изменение давления от температуры при постоянной плотности в качестве термодинамического свойства, получают значение температуры в газовой шкале. Это значение переводится в термодинамическую шкалу путем введения ряда поправок.

К таким поправкам относятся следующие поправки: на неидеальность газа; на вредный объем, т.е. объем газа, имеющего температуру, отличную от измеряемой; на изменение объема камеры с температурой /за счет теплового расширения стенок камеры/; на изменение количества газа, адсорбированного стенками камеры. Так как точное измерение давления само по себе является сложной задачей, то точное измерение температуры газовым термометром не является такой простой задачей, как кажется на первый взгляд. Наиболее значительной и трудно учитываемой поправкой является поправка на влияние вредного объема, поэтому наиболее точные термометрические измерения производятся специальными газовыми термометрами без вредного пространства.

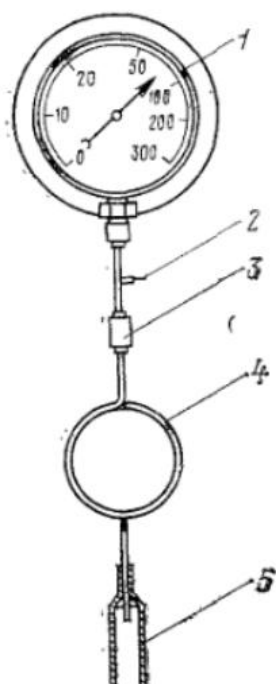


Рис.4.3 Газовый термометр для технических измерений:

- 1 – резервуар термометра;
- 2 – капилляр; 3 — пружинный манометр или вакуумметр;
- 4 –дополнительный объем;
- 5 – отросток для заполнения термометра газом.

Если газовый термометр имеет больший по сравнению с камерой объем, постоянно находящийся при комнатной температуре, то получится термометр, имеющий переменную чувствительность. При этом

шкала будет сжатой в области высоких температур и растянутой в области низких температур. Такой нелинейный газовый термометр дает возможность производить измерения температур в широком интервале, при относительно небольшой точности, но является удобным для использования при технических

измерениях.

Схематически конструкция такого термометра приведена на рис. 4.3.Основным элементом термометра является резервуар 1, помещенный в область низкой температуры, подлежащей измерению. Обычно резервуар изготавливается из меди и представляет собой короткий цилиндр с толстыми стенками, обеспечивающими постоянство и однородность температуры металла. Изготовление из меди приводит к уменьшению запаздывания показаний прибора. Резервуар посредством капилляра 2 соединяется с рабочим элементом, измеряющим давление. В качестве капилляра 2 обычно используют трубки, выполненные из малотеплопроводного материала (мельхиора, никеля, монеля и др.). Для измерения давления может быть использован пружинный манометр, мановакуумметр или U –образный манометр. В области комнатных температур к капиллярной трубке возле манометра встраивается

дополнительный объем 4 и отросток 5 для заполнения термометра рабочим газом. Если для измерения давления используются пружинные манометры или мановакуумметры с трубкой Бурдона, то внутренний объем таких приборов бывает достаточно велик (примерно 25 см^3) и надобность в дополнительном объеме 4 может отпасть.

Если принять, что термодинамический газ в пределах требуемой точности является идеальным, то для постоянной массы газа ($m = \text{const}$) должно выполняться условие:

$$\frac{pV}{T} = \text{const}. \quad (4.3)$$

Исходя из уравнения (4.3) можно вычислить шкалу прибора с достаточной для практики точностью, зная объем его составных частей. Однако значительно проще построить шкалу прибора по данным его градуировки в какой-либо постоянной точке, наиболее близкой к рабочему температурному интервалу.

Все газовое пространство термометра может быть разделено на зоны, находящиеся в различных температурных условиях. Так например, изменение температуры газа в резервуаре объемом V_1 , точно следует за изменением температуры объекта T . Газовый объем манометра находится при практически не изменяющейся температуре окружающей среды $T_{\text{ком}}$, а температура газа в соединительном канале меняется от $T_{\text{ком}}$ до T по сложному не известному для экспериментатора закону.

В предположении идеальности газа справедливо уравнение

$$\frac{p_{\text{зан}}V}{T_{\text{зан}}} = \frac{pV_1}{T} + \frac{p(V-V_1)}{T_{\text{ман}}}, \quad (4.4)$$

где V – полный объем термометра;

V_1 – объем резервуара термометра;

T, p – температура резервуара термометра и давление в системе при этой температуре;

$T_{\text{зан}}, p_{\text{зан}}$ – температура и давление в момент заполнения термометра газом.

Подставляя в это уравнение данные о градуировке термометра ($T = T_{\text{град}}, p = p_{\text{град}}$) и решая его относительно V/V_1 , получим:

$$\frac{V}{V_1} = \frac{\frac{1}{T_{\text{град}}} - \frac{1}{T_{\text{ман}}}}{\frac{p_{\text{зан}}}{p_{\text{град}}} \frac{1}{T_{\text{зан}}} - \frac{1}{T_{\text{ман}}}}. \quad (4.5)$$

Таким образом, из уравнения (4.5) по данным о заполнении и градуировке термометра определяется его параметр V/V_1 . Шкала термометра, т.е. связь между p и T , устанавливается уравнением

$$p = \frac{\frac{V}{V_1} \frac{p_{\text{зан}}}{T_{\text{зан}}}}{\frac{1}{T} + \left(\frac{V}{V_1} - 1\right) \frac{1}{T_{\text{ман}}}}. \quad (4.6)$$

Из последнего уравнения следует, что при уменьшении объема, имеющего комнатную температуру ($V/V_1 \rightarrow 1$), шкала термометра приближается к линейной. Для получения линейной зависимости p от T , так, чтобы чувствительность термометра более или менее не зависела от температуры, объем V_1 нужно сделать большим по сравнению с объемом ($V - V_1$). В этом случае основная часть гелия будет находиться в резервуаре V_1 , и поэтому p в первом приближении пропорционально T . При значительной величине "теплого" объема, т.е. $(V/V_1) = 5-10$, термометр становится малоприменимым для измерения температур от 200 до 300 К, но зато при измерении низких температур (в интервале 5–30 К) можно получить сравнительно удовлетворительные результаты (при температуре ниже 30 К точность измерений составляет около $\pm 0,3$ К).

Исходя из вышеизложенного, могут быть отмечены те преимущества, которыми обладают газовые термометры по сравнению с другими приборами для измерения температур: возможность прямого и весьма точного определения абсолютной температуры, высокая чувствительность, результаты измерений температуры не подвержены воздействию магнитных полей. Они могут применяться, как дифференциальные термометры для измерения малых разностей температур. При заполнении газового термометра гелием измерение температур можно производить в широком диапазоне, он не требует источников энергии и при его работе не выделяется тепло. Вместе с тем этот вид термометров не лишен и некоторых недостатков, из которых могут быть отмечены следующие: имеют место определенные трудности, связанные с внесением поправок на неидеальность газа, на изменение количества газа с температурой и другие. Кроме того, необходимо отметить, что скорость срабатывания газового термометра относительно невелика. При использовании капилляра большой длины для выравнивания давления в камере манометра требуется несколько минут.

4.6 Конденсационный термометр

Принцип действия конденсационного термометра основан на измерении температуры по упругости насыщенного пара. По своему устройству он аналогичен газовому термометру. В отличие от газового термометра резервуар частично заполнен жидкой или твердой фазой термометрического вещества и частично находящейся с ней в равновесии газообразной фазой. Резервуар этого термометра посредством трубки соединен с манометром, который измеряет давление в резервуаре, как и в газовом термометре. Шкала термометра, т.е. связь между температурой резервуара и давлением газа в нем, определяется по кривой упругости пара.

Давление пара жидкости можно вычислить теоретически интегрированием уравнения Клаузиуса-Клайперона, которое сводится к виду:

$$\lg P = \frac{A}{T} + B \cdot \lg T + C, \quad (4.7)$$

где A , B и C – константы и вычисляются по упругости пара при температуре T .

Однако, наиболее удобно использовать табличные данные зависимости давления от температуры по экспериментальным данным упругости пара.

Давление заполнения должно немного превышать критическое давление выбранного пара и составлять около $2/3$ всей шкалы манометра. Объем термобаллона выбирается таким, чтобы при полной конденсации всего содержащегося в приборе газа не было переполнения термобаллона.

При работе с конденсационным термометром необходимо всегда обращать внимание на то, чтобы термобаллон находился при самой низкой температуре (по сравнению с другими частями прибора). Если окажется, что соединительная трубка в какой-либо точке окажется при более низкой температуре, чем термобаллон, то газ будет конденсироваться в трубке и показания манометра будут соответствовать упругости пара, соответствующей самой низкой температуре соединительной трубки. По этой причине капилляр, из которого изготовлена соединительная трубка, часто помещают в вакуумную оболочку. Достоинством термометров такого типа является сравнительная простота изготовления и удовлетворительная точность измерения температуры без каких-либо градуировок, а также высокая чувствительность такого прибора.

При применении ртутного манометра с точностью отсчета $13,33$ Па точность измерения температуры в гелиевой области составляет около $1 \cdot 10^{-4}$ К, а применение масляного дифференциального манометра позволяет отсчитывать разность температур до 10^{-5} К. Следует заметить, что точность измерения температуры по конденсационному термометру существенно зависит от чистоты применяемого термометрического газа, перегревов в объеме ванны и изменения гидростатического давления.

Влияние гидростатического давления приводит к тому, что жидкость, кипящая в глубине, имеет несколько более высокую температуру. Плотность жидкого гелия составляет около $1/100$ плотности ртути и поэтому в приборе, расположенном на 10 см ниже поверхности гелия, температура может быть выше, чем температура поверхности, на величину соответствующую увеличению давления пара на $133,3$ Па. Поскольку скорость изменения температуры с давлением увеличивается

при понижении температуры, эта поправка становится наиболее существенной при низких температурах.

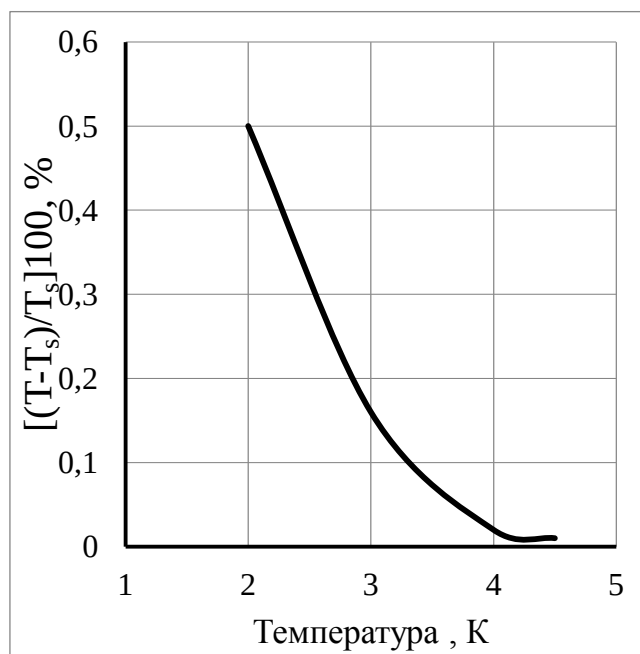


Рис. 4.4 Влияние гидростатического давления:

T_s – температура поверхности, T – температура прибора

Поправка (в процентах %), на величину которой температура прибора, находящегося ниже на 10 см, может превосходить температуру поверхности T_s , показана на рис. 4.4.

Как уже отмечалось выше, чувствительность конденсационного термометра в сильной степени зависит от чистоты газа. Если для гелия и водорода вопрос чистоты газа не имеет значения, то для более высококипящих веществ (CO_2 , O_2 и др.) следует принимать меры к использованию газа с максимальной чистотой. Чувствительность конденсационного термометра существенно повышается с применением более низкокипящих газов и жидкостных дифференциальных манометров. Изменение чувствительности конденсационного термометра можно проследить по данным табл.4.2.

Таблица 4.2

Чувствительность конденсационного термометра
для различных веществ, кПа/К

Вещество	p=6,666 кПа		p=0,101 МПа	
	T , К	Чувствительность, dp/dT	T , К	Чувствительность, dp/dT
Углекислота	166,3	0,667	194,6	8,266
Кислород	70,4	1,333	90,19	10,666
Водород	14,0	4,533	20,4	29,730
Гелий	2,3	14,665	4,2	95,990

Обычно при измерении интервала температур от температуры кипения до критической температуры используют пружинные манометры. Точность измерения температуры в этом случае ниже и будет определяться точностью применяемого манометра.

Так, применяя манометр класса точности 1,0 для конденсационного термометра с водородным наполнением, можно получить точность отсчета температуры 0,2–0,3 К в области температур 20–30 К.

Необходимо иметь в виду, что ниже λ -точки (2,17 К) гелий обладает крайне высокой теплопроводностью, в силу чего на всех глубинах устанавливается одна и та же температура, а кипение происходит только на поверхности. Поэтому ниже температуры λ -точки поправку на гидростатическое давление вводить не следует.

К недостаткам термометров этого типа можно отнести следующее: прибор, заполненный определенным рабочим веществом может быть использован в ограниченном диапазоне температур. Даже при использовании термометров со всеми криогенными жидкостями, не удастся перекрыть полностью температурную шкалу, а для температур около 10 и 50 К вообще не применим, чувствительность зависит от чистоты газа, на точность показаний влияет гидростатический слой жидкости, приводящий к некоторому перегреву жидкости на глубине.

4.7 Термопарный термометр

Термопара – это два проводника из разнородных материалов, у которых одна пара концов соединена друг с другом посредством сварки или пайки. Если спай (место соединения проводников) имеет температуру, отличную от температуры свободных концов, то между ними возникает разность потенциалов (термо-ЭДС). Величина термо-ЭДС может служить мерой температуры спая.

При наличии термоэлектрической однородности каждого из проводников термо-ЭДС термопары зависит только от материала проводников и от температуры спаев, но не зависит от длины, диаметра или распределения температуры по длине проводников. Любой участок проводников (кроме спаев) можно охлаждать или нагревать, но это никак не отразится на величине термо-ЭДС. Для измерения термо-ЭДС в цепь термопары включают милливольтметр или потенциометр (рис.4.5), причем включение может быть произведено либо в спай, когда к зажимам прибора подсоединяются непосредственно свободные концы проводников, либо в один из проводников.

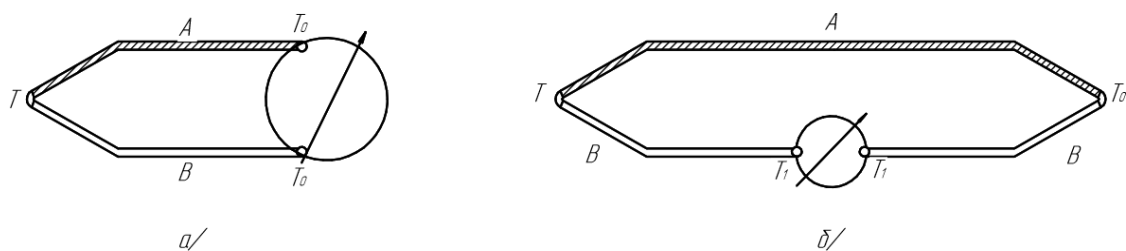


Рис.4.5 Схема подключения термопары к измерительному прибору:
а – включение в спай, б – включение в термоэлектрод

Схематично конструкция термопары показана на рис.4.6. В этом случае термопара состоит из двух термоэлектродов, концы которых соединены в спай и находятся при температурах t и t_0 . Если $t > t_0$ то спай, имеющий температуру t , называется горячим спаем, а второй – холодным. Термоэлектрод, от которого в холодном спае идет к другому термоэлектроду ток, условились считать положительным, а второй отрицательным.

Результирующая термо-ЭДС цепи (рис.4.6 а), составленной из двух (однородных по длине) различных проводников, равна сумме контактных разностей потенциалов:

$$E_{AB}(t; t_0) = e_{AB}(t) + e_{AB}(t_0).$$

Имея в виду, что:

$$e_{AB}(t_0) = -e_{AB}(t_0)$$

$$E_{AB}(t; t_0) = e_{AB}(t) - e_{AB}(t_0), \quad (4.8)$$

где $e_{AB}(t)$ и $e_{AB}(t_0)$ – контактные разности потенциалов от проводника А к проводнику В при температуре спаев t и t_0 .

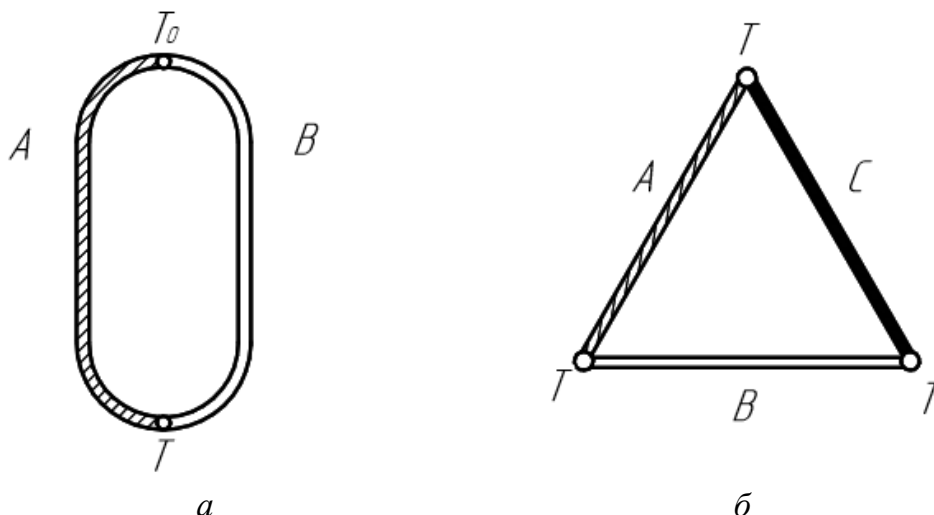


Рис.4.6 Термоэлектрические цепи

Если один из спаев поддерживать при постоянной температуре, например t_0 , то второй элемент спай термопары можно использовать как термочувствительный элемент, т.к. термо-ЭДС $E_{AB}(t; t_0)$ будет зависеть только от температуры t второго спая. Можно доказать, что при

включении в цепь термопары измерительного прибора не возникает искажения термо-ЭДС термопары, если дополнительные спаи (в месте присоединения прибора) находятся при одинаковой температуре.

Для этого рассмотрим схемы, показанные на рис 4.7, термоэлектрически равнозначные предыдущим схемам, показанным на рис 4.5.

Для схемы, состоящей из трех проводников (рис. 4.7а),

$$E_{ABC}(t; t_0) = e_{AB}(t) + e_{BC}(t_0) + e_{CA}(t_0). \quad (4.9)$$

Если бы температура всех трех спаев была одинакова, то по закону сохранения энергий сумма контактных разностей потенциалов равна нулю. И при $t = t_0$ можно записать:

$$e_{AB}(t_0) + e_{BC}(t_0) + e_{CA}(t_0) = 0$$

или

$$e_{BC}(t_0) + e_{CA}(t_0) = -e_{AB}(t_0). \quad (4.10)$$

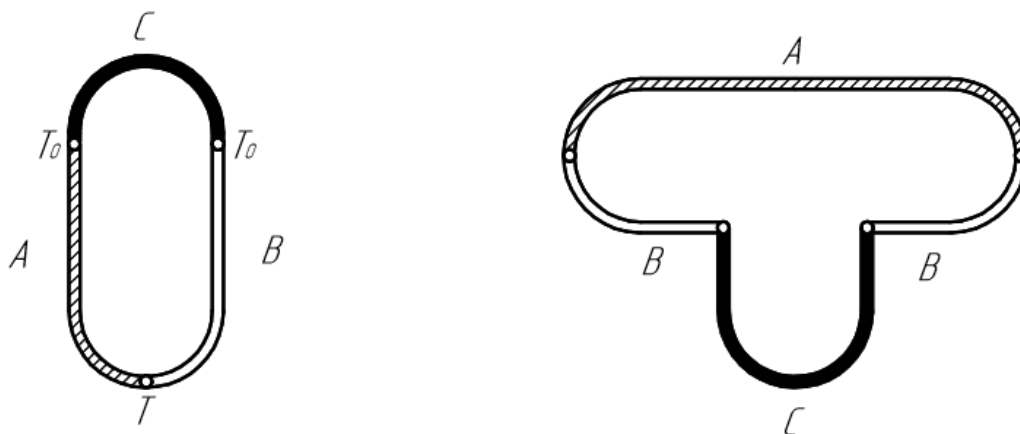


Рис.4.7 Схема включения в цепь термопары третьего проводника:
а – включение в спай, б – включение в термоэлектрод

Исходя из этого выше написанное уравнение запишется в виде:

$$E_{ABC}(t; t_0) = e_{AB}(t) - e_{AB}(t_0) = E_{AB}(t; t_0), \quad (4.11)$$

Для второй цепи включения измерительного прибора будем иметь:

$$E_{ABCB}(t; t_1; t_0) = e_{AB}(t) + e_{BC}(t_1) + e_{CB}(t_1) + e_{BA}(t_0), \quad (4.12)$$

Но

$$\begin{aligned} e_{BC}(t_1) + e_{CB}(t_1) &= e_{BC}(t_1) - e_{BC}(t_1) = 0, \\ e_{BA}(t_0) &= -e_{AB}(t_0). \end{aligned} \quad (4.13)$$

Тогда

$$E_{ABCB}(t; t_1; t_0) = e_{AB}(t) - e_{AB}(t_0) = E_{AB}(t; t_0), \quad (4.14)$$

Таким образом, цепь, состоящую из двух термоэлектродов и электроизмерительного прибора, можно использовать в качестве термометра, поскольку величина термо-ЭДС зависит только от разности температур спаев $(t - t_0)$, а температура одного из спаев t_0 является

фиксированной, известной величиной. В этом случае необходимо лишь проградуировать термопару, т.е. экспериментально определить величину термо-ЭДС при различных известных температурах рабочего спая и при постоянной определённой температуре t_0 второго спая. В большинстве случаев значения термо-ЭДС рабочего спая определяются при температуре второго спая, равной $0\text{ }^{\circ}\text{C}$, т.к. она является наиболее легко и удобно воспроизводимой постоянной температурой.

Имеется много различных материалов как чистых, так и в виде различных сплавов, которые обладают термоэлектрическими свойствами и могут быть использованы в качестве термоэлектродов. Однако, необходимо иметь в виду, что материалы, используемые в качестве термоэлектродов должны удовлетворять целому ряду требований:

1. иметь достаточно высокое значение развиваемой термо-ЭДС;
2. обладать стабильностью, то есть термоэлектрические характеристики материалов должны обладать постоянством, это обеспечивает точность измерений и исключает необходимость частых повторных градуировок термопары;
3. обеспечивать воспроизводимость термоэлектрической характеристики для сплавов одинакового состава;
4. обладать устойчивостью к воздействию высоких температур – жаростойкостью;
5. иметь достаточную механическую прочность, чтобы термоэлектроды не разрушались при эксплуатации при различных механических воздействиях;
6. быть термоэлектрически однородным. Причиной термоэлектрической неоднородности термопарной проволоки являются:
1) неоднородность химического состава термоэлектродной проволоки по ее длине; 2) местные загрязнения материала; 3) местные механические напряжения, возникающие при деформации, наклепе, неравномерном отжиге и т. д.;
7. процесс их технологической обработки не должен быть сложным;
8. иметь невысокую стоимость и др.

При подборе материала для термопары очень важное значение имеет первое требование, т.к. от величины развиваемой термо-ЭДС в значительной степени зависит точность измерения температуры. Для изучения термоэлектрических характеристик материала целесообразно выбрать один материал в качестве нормального термоэлектрода, по отношению к которому оцениваются термоэлектрические свойства всех других материалов. В качестве нормального термоэлектрода принята химически чистая платина. При испытании измеряют термо-ЭДС

термопары, составленной из платинового и испытуемого термоэлектродных материалов.

В табл. 4.3 даны значения термо-ЭДС некоторых термоэлектродных материалов в паре с платиной при температуре рабочего спая 100 °С и свободных концов 0 °С.

Положительные значения термо-ЭДС имеют те термоэлектродные материалы, которые в паре с платиной являются положительными термоэлектродами, а минус характеризует отрицательные по отношению к платине термоэлектроды.

Таблица 4.3

Термоэлектрические свойства металлов при $t = 100\text{ °С}$ и $t_0 = 0\text{ °С}$

Металл	Состав	Термо-ЭДС, мВ
Железо		1,8
Медь	Практически без примесей	0,76
Молибден		1,2
Вольфрам		0,8
Никель		- 1,49
Кобальт		- 1,8
Висмут		- 7,30
Золото		0,75
Платинородий	90% Pt + 10% Rh	0,64
Константан	60% Cu + 40% Ni	- 3,4
Копель	56% Cu + 44% Ni	- 4,0
Манганин	84% Cu + 13% Mn + 2% Al + 1% Fe	0,76
Алюмель	94,5% Ni + 2% Al + 2% Mn + 1% Si + 0,5% Co	- 1,2
Хромель	90,5% Ni + 9,5 % Cz	2,96

В наименование термопары всегда принято ставить на первое место название положительного термоэлектрода, а на второе – отрицательное. Если известны термоэлектрические свойства двух материалов А и В по отношению к третьему (например, платине), то нетрудно определить термоэлектрические свойства для пары А и В.

Если взять в виде примера термопару, показанную на рис. 4.8, то для постоянной температуры всех спаев будет справедливо уравнение

$$e_{AP}(t) + e_{PB}(t) + e_{BA}(t) = 0, \quad (4.15)$$

или

$$e_{АП}(t_0) + e_{ПВ}(t_0) + e_{ВА}(t_0) = 0, \quad (4.16)$$

Вычитая из первого уравнения второе получим:

$$e_{АП}(t) - e_{АП}(t_0) + e_{ПВ}(t) - e_{ПВ}(t_0) + e_{AB}(t) - e_{AB}(t_0) = 0$$

Последнее уравнение можно переписать иначе:

$$E_{AB}(t; t_0) = E_{АП}(t; t_0) - E_{ВП}(t; t_0), \quad (4.17)$$

То есть ЭДС термопары А и В равна алгебраической разности термо-ЭДС материалов А и В по отношению к П при тех же температурах.

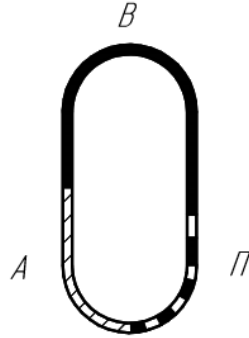


Рис.4.8 Термоэлектрическая цепь, состоящая из трех материалов А, В и П

4.8 Стандартные термопары

Благодаря ряду преимуществ по сравнению с другими термодатчиками термопары получили широкое распространение в технике. В настоящее время приборостроительные заводы выпускают десятки типов термопар, различающихся техническими характеристиками.

По ГОСТ 6616-74 термопары делятся:

1. по назначению и условиям эксплуатации – на погружаемые и поверхностные;
2. по наличию и материалу защитного чехла – без чехла, со стальным чехлом из специального жаростойкого сплава и т.д.;
3. по конструкции крепления термопары на месте установки – на термопары с неподвижным штуцером, с подвижным фланцем;
4. по защищенности от внешней среды со стороны выводов – термопары с обыкновенной головкой, водозащитной головкой, со специальной заделкой выводных концов;
5. по защищенности от измеряемой среды;
6. по герметичности, рассчитанной на давление измеряемой среды – негерметичные и герметичные;
7. по устойчивости к механическим воздействиям – вибротряскоустойчивые, ударопрочные и обыкновенные;
8. по числу зон, в которых должна контролироваться температура – однозонные и многозонные.

Кроме того, стандартные термопары различаются по степени тепловой инерции.

Отметим, что стандартные термопары охватывают только область высоких температур. Нижний предел измерений составляет всего -50°C (для термопар ТХА и ТХК). Наиболее чувствительна термопара ТХК, а наименее чувствительна – ТПР. Для стандартных термопар заводского изготовления допускаются определенные отклонения (предельные погрешности до 1%) от градуировочных таблиц, т.к. при массовом производстве трудно располагать термоэлектродными материалами строго постоянного состава.

4.9 Нестандартные термопары

Нестандартные термопары широко применяются для измерения низких температур.

В качестве таких термопар наибольшее применение находят термопары: медь–константан; (золото + 0,07% Fe)–медь; (золото+2,1% Co)–медь. С понижением температуры термо-ЭДС уменьшается и обращается в нуль при абсолютном нуле температуры. Поэтому чувствительность термопарного термометра с понижением температуры быстро падает. Так, например, наиболее часто применяемая при низкотемпературных измерениях медь–константановая термопара имеет при комнатной температуре чувствительность около 40 мкВ/К, при 90 К ее чувствительность равна 17 мкВ/К, а при 20 К – всего 5 мкВ/К.

Термопары, изготовленные из различных партий меди и константана, могут довольно значительно отличаться по своим термоэлектрическим свойствам. Точность измерения, получаемая при использовании этого типа термопар, характеризуется главным образом однородностью константанового термоэлектрода. В то время, как величина паразитных термо-ЭДС для медной проволоки не превышает обычно 1 мкВ, для константана она может достигать 10 мкВ и более. Результаты исследований показывают, что постоянство характеристик для более толстой проволоки при тех же условиях выше, чем для тонкой. По этой причине для низкотемпературных термопар в [21] рекомендуется применять константановую проволоку диаметром не менее 0,25 мм, а медную не менее 0,15 мм. Медь-константановые термопары имеют высокую стабильность и воспроизводимость результатов во времени, причем термопара, применяющаяся только при низких температурах, сохраняет свою градуировку лучше, чем термопара, подвергавшаяся воздействию более высоких температур, могущих вызвать физические и химические изменения в термоэлектродах. Некоторое исключение составляет термопара (Au + 0,07% Fe)– медь, у которой с понижением

температуры до 15 К чувствительность возрастает до 15 мкВ/К. Поэтому она, как правило, применяется для интервала 4–40 К.

Медь–константановая термопара обычно используется в интервале температур 73–670 К. Верхний температурный предел обусловлен окисляемостью. В диапазоне температур от 0 до -220°С ее градуировка облегчена тем, что зависимость термо-ЭДС от температуры может быть довольно точно выражена уравнением

$$E = at + bt^2 + ct^3. \quad (4.18)$$

Константы a , b и c определяются по результатам калибровки в трех точках.

При проведении градуировки необходимо стремиться к тому, чтобы рабочий температурный интервал располагался между температурами градуировки. Необходимо также стремиться к тому, чтобы интервалы температур между измеряемыми температурами, принятыми для градуировки термопары были равны между собой. При использовании термопары для измерения низких температур при небольшой величине термо-ЭДС один из спаев (теплый) необходимо поддерживать при строго постоянной температуре, обычно при 0 °С, в ванне с тающим льдом. Точность поддержания температуры теплого спая должна быть, по крайней мере, на порядок больше требуемой точности измерения температуры холодного спая, находящегося, например, при водородной температуре. В случаях, когда при низкотемпературных измерениях необходимо фиксировать небольшие изменения термо-ЭДС при малых колебаниях температуры, то целесообразно размещать сравнительный (теплый) спай в среде с температурой, приближающейся к измеряемой температуре. Так, если необходимо замерить изменение температуры в 0,5 К на температурном уровне 20 К с помощью медь-константановой термопары, то требуется зафиксировать изменение термо-ЭДС $\Delta E \approx 2,6$ мкВ. При температуре теплого спая 273 К $E = 5980$ мкВ и относительное изменение термо-ЭДС $\Delta E/E \approx 0,04\%$. Однако, если теплый спай поместить в среду не с температурой 273 К, а в среду жидкого O_2 , с температурой 90 К, то при тех же условиях величина $\Delta E/E$ будет на порядок выше.

Более высокое значение термо-ЭДС при водородных и гелиевых температурах по сравнению с медь-константановыми термопарами имеет термопара (золото + 2,1% кобальта) – медь, что позволяет применять их вплоть до 4,2 К. Так при 9 К чувствительность термопары (золото + 2,1% кобальта) – медь составляет 3,5 мкВ/К, а медь-константановой – 1,1 мкВ/К. Однако стабильность этих термопар по сравнению с медь-константановыми меньше, а погрешность, вызванная неоднородностью проволоки, выше. Большие величины погрешностей, вызванных неоднородностью и не стабильностью сплава золота с кобальтом,

объясняются несовершенством технологии производства этого сплава, протяжки из него проволоки и ее термической обработки.

Термопары оказываются незаменимыми для измерения малых разностей температур. В этих случаях используют термостолбики. Схематично такой прибор показан на рис. 4.9.

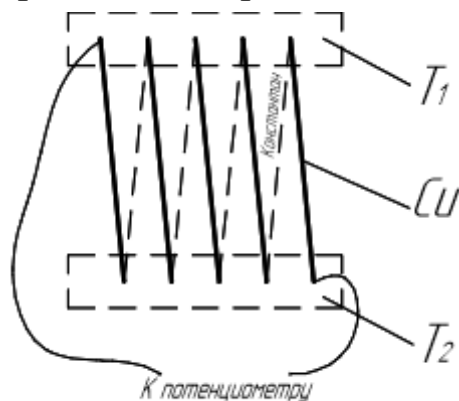


Рис.4.9 Термостолбик

Несколько термопар спаиваются последовательно, и один ряд спаев располагается на поверхности, имеющей температуру T_1 , другой — на поверхности с температурой T_2 . ЭДС столбика, при наличии n -термопар в n раз больше, чем у единичной термопары в тех же условиях. Такая система позволяет фиксировать разности температур в 0,001 К. Показания такого термостолбика могут быть использованы для поддержания одинаковой температуры обеих поверхностей. Паразитные термо-ЭДС, обусловленные неоднородностью материала термопар, в данном случае относительно невелики, т.к. температуры обеих поверхностей почти равны. На выводы в таких случаях обычно используется медь, т.к. она имеет малую величину паразитной термо-ЭДС. В этом случае дифференциальная термопара показывает среднюю разность температур, а не разность температур между двумя точками поверхности.

Кроме перечисленных выше термопар для измерения низких температур могут быть использованы и некоторые виды термопар, обычно применяемых для измерения более высоких температур. Характеристика основных типов низкотемпературных термопар по данным [23] приведена в табл. 4.4.

Таблица 4.4

Характеристика основных типов низкотемпературных термопар

Наименование термопары	Предел измерения, К	Чувствительность, мкВ/К	Отклонение значения термо-ЭДС термопар из различных партий проволок	Примечания

Медь- константановая	373+ -4,2	40 при 273 К 1,1 при 4,2 К	3–4%	Величина термо-ЭДС термопары при 83 К изменилась через несколько лет работы на 0,05 К
Медь- /золото+2,1% кобальта/	373+ 4,2	43 при 273 К 15 при 13,0 К 3,5 при 4,2 К	8–17%	Через 2,5 года показания термопары изменились на 5%
Медь- /медь+0,005% олова/	30+ 2,2	5,7 при 33+4,2 К	-	Характеристика термопар в диапазоне от 33 до 2,2 К почти линейна
Медь- копелевая	323+ -73	42 при 273 К 17 при 73 К	2 К при 73 К	Рекомендована Свердловским филиалом ВНИИМ в качестве стандартной
Хромель- копелевая	873- -73	63 при 273 К 38 при 73 К	2,5 К при 73 К	
Хромель- алюмелевая	1400+ 73	39 при 273 К 13 при 73 К	5 К при 73 К	

Однако необходимо иметь в виду, что для хромелевого термоэлектрода может иметь место большая неоднородность по длине, что приводит к появлению значительной величины паразитной термо-ЭДС и вызывает снижение чувствительности при низких температурах и появление большой погрешности.

4.10 Измерение термо-ЭДС

Наиболее простым методом измерения термо-ЭДС является прямой способ с помощью чувствительного милливольтметра. В этом случае термопара подключается непосредственно к измерительному прибору /милливольтметру, гальванометру/. Возникающая при этом погрешность может быть весьма значительной, т.к. показания прибора зависят от изменения сопротивления проводов термопары, подсоединительных проводов и сопротивления гальванометра. В силу этого погрешность измерения температуры может быть весьма значительной. Применение

этого метода возможно тогда, когда допустимая погрешность измерений составляет от 0,5 до 1%.

Повышение точности измерения достигается применением компенсационного метода. При этом точность измерения может достигать 0,02%.

Такая высокая точность достигается тем, что при компенсационном методе можно изменять направление тока в потенциометре и полярность термопары. Среднее значение термо-ЭДС, равное половине суммы всех значений, полученных при разных направлениях тока, дает значение, свободное от паразитных термо-ЭДС.

4.11 Градуировка термопар

Термоэлектрические свойства того или иного материала не обладают полной идентичностью даже для одной партии термоэлектродного материала, поэтому у стандартных термопар имеют место большие или меньшие случайные отклонения от стандартных градуировочных таблиц. Эти отклонения обычно ограничены стандартом. Поверяя стандартные термопары, определяют соответствие градуировочных характеристик термопар стандартным градуировочным таблицам с учетом допустимых отклонений, указанных в стандарте.

В экспериментальных установках часто используются нестандартные термопары, которые подвергают не поверке, а градуировке. При этом определяют зависимость ЭДС термопары от температуры рабочего спая при постоянной температуре свободного края.

Термопары градуируются двумя методами: по постоянным точкам и сравнением с показаниями образцовых приборов (термометров, термопар и т.п.).

ЭДС термопар при градуировке и поверке измеряют компенсационным методом на потенциометрах различных классов точности (от 0,002 до 0,2) в зависимости от требуемой точности градуировки или поверки.

Для медь-константановых термопар в диапазоне температур от 273 до 73 К зависимость между ЭДС термопары и температурой выражается уравнением (4.18). Из этого уравнения видно, что для определения градуировочной кривой необходимо располагать значениями ЭДС при трех температурах. Наилучшие результаты в определении постоянных a , b и c будут достигнуты в том случае, если интервалы температур будут приблизительно равны. Для упрощения расчетов уравнение (4.18) можно представить в следующем виде:

$$E = A_1 t + A_2 t(t - t_1) + A_3 t(t - t_1)(t - t_2). \quad (4.19)$$

Подставляя в уравнение (4.19) вместо t и E сначала значения t_1 и E_1 , затем t_2 и E_2 и, наконец, t_3 и E_3 , вычисляют коэффициенты A_1 , A_2 , и A_3 . Затем, раскрывая скобки, преобразовывают формулу (4.19) в формулу (4.18), которая может быть использована для расчета градуировочной таблицы.

Наиболее просто градуировка осуществляется следующим образом. Рабочий спай термопары (медь-константановой, хромель-копелевой или хромель-алюмелевой) погружают в жидкий кислород O_2 или азот N_2 , в то время, как теплый спай находится в сосуде Дьюара с тающим льдом, чем обеспечивается поддержание его температуры $0^\circ C$. Одновременно температура азота или кислорода замеряется с помощью образцовой термопары или платиновым термометром сопротивления. Далее расчет ЭДС градуируемых термопар осуществляют с использованием вспомогательных градуировочных таблиц. Такие таблицы [5] составлены для стандартных образцов различных термопар. В них даются: T – температуры; E – соответствующие им термо-ЭДС; χ – чувствительность и отношение χ/χ_0 , где χ – чувствительность при $0^\circ C$. Определяя по вспомогательной таблице линейной интерполяцией значение E_2 , соответствующее той же температуре t_1 , находят разность ЭДС: $\Delta E_1 = E_1 - E_2$. Затем, полагая, что разность ΔE для любой температуры t в интервале от 273 К будет прямо пропорциональна ΔE_1 , т.е.

$$\Delta E = \Delta E_1 \frac{t}{t_1}, \quad (4.20)$$

вычисляют разности ΔE_{10} , ΔE_{20} , ..., ΔE_{200} для круглых десятков градусов и определяют ΔE_{10} , ΔE_{20} , ..., ΔE_{200} для градуируемой термопары по формуле

$$E = \bar{E} + \Delta E_1 \frac{t}{t_1}, \quad (4.21)$$

где $\bar{E}_{10}$, $\bar{E}_{20}$, ..., $\bar{E}_{200}$ значения ЭДС, взятые по вспомогательной градуировочной таблице.

4.12. Поправка на температуру теплового спая термопары

Градуировка нестандартных термопар обычно производится при постоянной температуре теплового спая, равной $0^\circ C$. Однако при изменениях температуры нередко приходится этот спай держать при постоянной температуре, не равной t_0 . В тех случаях, когда температура теплового спая t_0' отличается от t_0 , то термо-ЭДС термопары $E_{AB}(t; t_0')$ будет отличаться от градуировочного ее значения $E_{AB}(t; t_0)$. Согласно уравнению (4.8) определим разность

$$E_{AB}(t; t_0) - E_{AB}(t; t_0') = e_{AB}(t) - e_{AB}(t_0) - e_{AB}(t) + e_{AB}(t_0'), \quad (4.22)$$

откуда

$$E_{AB}(t; t_0) - E_{AB}(t; t_0') = e_{AB}(t_0') - e_{AB}(t_0). \quad (4.23)$$

В уравнении (4.23) правая часть равна $E_{AB}(t_0'; t_0)$. Поэтому уравнение (4.23) примет вид:

$$E_{AB}(t_0'; t) = E_{AB}(t; t_0) - E_{AB}(t; t_0'). \quad (4.24)$$

Из последнего уравнения следует, что изменение температуры теплых спаев термопары изменяет ее термо-ЭДС на величину, равную термо-ЭДС, развиваемой этой же термопарой при температурах горячих и холодных спаев, равных соответственно измененной (t_0') и первоначальной (t_0) температуре теплого спая.

В заключение необходимо отметить, что существенными достоинствами термопар являются их малая инерционность, миниатюрность, очень малые тепловыделения и применение для измерения термо-ЭДС несложной регистрирующей аппаратуры.

4.13. Термометры сопротивления

Термометры сопротивления основаны на использовании эффекта изменения электрического сопротивления материалов с температурой. В криогенике для изготовления термометров сопротивления используются чистые металлы, их сплавы и полупроводники.

Металлические термометры сопротивления

В первом приближении можно считать, что электрическое сопротивление большинства чистых металлов линейно меняется с температурой, причем с уменьшением температуры происходит уменьшение сопротивления. В области очень низких температур коэффициент сопротивления резко снижается и чувствительность термометров быстро уменьшается. Обычно фиксируют изменение

$$W_T = R_T / R_{273,15 K}.$$

Наилучшие характеристики из металлов имеет платина. С повышением чистоты платины увеличивается температурный коэффициент ее сопротивления и для термометрии обычно используют платину с $\frac{R_{373,15 K}}{R_{273,15 K}} \gg 1,3925$.

Применение чистой платины дает возможность получить одинаковую зависимость $R(T)$ для серии термометров, воспользоваться для них стандартной градуировкой и ограничиться измерением сопротивления лишь в небольшом числе реперных точек.

Как видно из рис. 4.10 высокое и практически неизменное значение чувствительности сохраняется при охлаждении платины до температуры около 60 К. Правда, даже при температурах 60–10 К, прибор с $R_0 = 100$ Ом успешно используется для воспроизведения температурной шкалы.

В интервале температур 273–90 К температура измеряемого объекта T может быть рассчитана по уравнению типа

$$R_t = R_0[1 + At + Bt^2 + c(t - 100)t^3], \quad (4.25)$$

где R_0 – сопротивление термометра при $T = 273$ К.

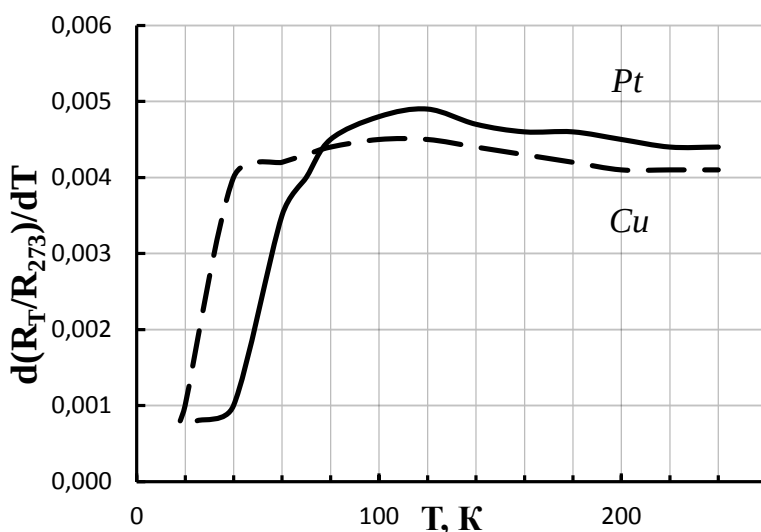


Рис.4.10 Чувствительность термометра сопротивления из различных материалов при низких температурах после длительного старения

Для определения констант этого уравнения необходима градуировка термопары в четырех реперных точках. Формула (4.25) обеспечивает высокую точность интерполяции. Однако в области азотных температур расхождение между температурой, вычисленной по формуле (4.25) и термодинамической температурой резко возрастает. Так, при 81,6 К это отклонение составляет 0,05 К, а при 77,3 К оно равно 0,11 К. Поэтому при более низких температурах обычно используют стандартную градуировочную таблицу [5] для некоторого группового эталона из образцовых платиновых термометров и один из методов приведения измеренных характеристик к стандартным.

Для платины марки Пл-2, применяемой обычно в стандартных термометрах сопротивления, коэффициенты A , B и C в уравнении (4.25) соответственно равны:

$$\begin{aligned} A &= 3,96847 \cdot 10^{-3} \text{ град}^{-1}; \\ B &= -5,847 \cdot 10^{-7} \text{ град}^{-2}; \\ C &= -4,22 \cdot 10^{-12} \text{ град}^{-4}. \end{aligned}$$

Платиновые технические термометры сопротивления ГОСТ 6651-59 выпускаются трех градуировок, отличающихся величиной сопротивления при 273 К и пределами применения (табл.4.5).

Таблица 4.5

Градуировка платиновых технических термометров

Обозначение градуировки	Гр.20	Гр.21	Гр.22
Сопротивление R_0 , Ом	10	46	100
Пределы длительного применения, К	273-923	73-773	73-773

Градуировочные таблицы этих типов термометров сопротивления приведены в [5]. Допустимые отклонения R_0 у технических термометров составляют: I класса – $\pm 0,05\%$; II класса – $\pm 0,1\%$.

Для измерения температур от 12 до 95 К применяются специальные образцовые и лабораторные термометры сопротивления ГОСТ 12877-76.

В области гелиевых температур сопротивление платиновых термометров сильно уменьшается и остаточное сопротивление начинает составлять существенную часть всего сопротивления термометра. Поэтому, если при обычных температурах или в области умеренных температур, когда сопротивление термометра велико, остаточное сопротивление почти не вызывает заметного разброса характеристик термометров, то в области гелиевых температур оно является причиной разброса характеристик. Величина остаточного сопротивления зависит от чистоты платины, способа ее получения, термической обработки, конструкции термометра и других факторов.

Обычно термометры из чистой платины характеризуются одинаковой зависимостью $Z(T)$, где

$$Z = \frac{(R_T - R_{T_1})}{(R_{T_2} - R_{T_1})},$$

где T_1 и T_2 – произвольно выбранные температуры.

Это позволяет градуировать платиновые термометры по результатам измерения их сопротивления всего лишь в двух точках с использованием известных значений функции $Z(T)$.

Чаще используют зависимость вида:

$$W^* = W + M(1 - W), \quad (4.26)$$

где W^* – табличное значение R_T/R_0 для эталонного термометра;

W – значение R_T/R_0 для рабочего термометра;

M – константа, определенная из условий градуировки при температуре кипения O_2 или H_2 .

Медь обладает малым удельным сопротивлением (~в 6,3 раза меньше, чем у платины), поэтому размеры чувствительного элемента у медного термометра при одинаковом R_0 значительно больше.

Показания рабочего термометра приводятся к табличным по правилу Маттисена с использованием данных о градуировке в реперных точках. Точность измерения температуры до 70 К – около 0,1%, между 70 и 20 К – до 1%. К достоинствам медных термометров сопротивления следует отнести дешевизну, возможность изготовления в виде тонких проводников в любой изоляции и получения проводников высокой чистоты, линейный характер зависимости их сопротивления от температуры (в пределах от 473 К до 223 К). В то же время они

отличаются сравнительно малой стабильностью при низких температурах, большим разбросом характеристик, а также уменьшением чувствительности с понижением температуры. Кроме меди, для изготовления металлических термометров сопротивления применяют и другие металлы – свинец, индий.

Свинцовые термометры по сравнению с платиновыми имеют более высокую чувствительность при температурах 20 – 4,2 К. Однако эти термометры имеют существенные недостатки: при комнатной температуре свинец очень мягок, легко отпускается и течет, а при низких температурах становится хрупким; при температуре 10 К переходит в сверхпроводящее состояние. К недостаткам термометров сопротивления из индия относятся их громоздкость и малое сопротивление. Кроме того, термометры из индия механически крайне непрочные [22].

Кроме металлов для изготовления термометров сопротивления используются полупроводниковые материалы, основным преимуществом которых является высокая чувствительность. Технические серийно выпускаемые полупроводниковые термометры – термисторы или терморезисторы предназначены для измерения температур в диапазоне от –90 до +180°С. Чувствительные элементы изготавливаются из смесей окислов *Cu*, *Mn*, *Ni*, *Co* и других металлов. Эти смеси из нескольких окислов со связующими добавками измельчают, спекают и отжигают, придавая им форму цилиндров, шайбочек или комочков-бусинок. В торцы чувствительных элементов вжигают контакты. Электрическая зависимость R_T от T для полупроводников достаточно сложна и чаще является приближенной. Для зависимости R_T/R в [26] рекомендуется следующая формула:

$$\frac{R_T}{R} = e^{\frac{B(293-T)}{293T}}, \quad (4.27)$$

где R – значение сопротивления при 293 К;

B – постоянная, зависящая от свойств полупроводникового материала.

Постоянная B неодинакова даже для чувствительных элементов одного и того же типа, поэтому каждый термистор необходимо градуировать индивидуально. В процессе эксплуатации термисторы претерпевают процесс старения, вследствие чего наблюдается нестабильность показаний.

Наиболее часто для низкотемпературной термометрии употребляется германий, т.к. получение монокристаллов этого материала с высокой степенью чистоты и совершенства структуры хорошо освоено, а легирование рядом примесей не содержит принципиальных трудностей. Для низкотемпературной термометрии используется германий, легированный элементами III и V групп.

Термометры сопротивления, изготовленные из монокристаллического германия, легированного сурьмой, отличаются высокой стабильностью и чувствительностью. Исследования, проводимые в [26] с рядом таких термометров в течение длительного срока при многократных отогревах и охлаждениях, показали, что невоспроизводимость показаний у худших образцов термометров не превышала $\pm 0,002$ К, а у лучших не выходила за пределы ошибки измерений $\pm 0,001$ К/. Однако изготовление термометров с достаточно близкими $R = f(T)$ затруднено ввиду неоднородности распределения примесей в монокристаллическом слитке. Сопротивления некоторых образцов, вырезанных из различных участков слитка, могут существенно отличаться, особенно с понижением температуры.

Конструкция такого термометра сопротивления приведена на рис. 4.1. Чувствительным элементом его является пластина 1 из легированного германия с боковыми отростками для потенциальных электродов. К концам пластины припаиваются боковые электроды 4. Пластины герметизируются в специальные капсулы из платины или другого металла, обладающего при низкой температуре высокой теплопроводностью. Для устранения механических напряжений пластины внутри капсулы крепятся только при помощи контактных проволочек. Капсулы заполняются газообразным гелием и герметизируются при помощи специальных пробок, служащих переходными изоляторами для ввода электрических проводов.

Несмотря на то, что габариты таких термометров относительно невелики, не удастся все же их использовать при измерении температур в небольших областях или предметов небольших размеров.

Существенным недостатком термометра является невозможность описания температурной зависимости сопротивления при помощи простого математического выражения. Для получения удовлетворительной точности приходится использовать полиномы восьмой степени. На показания термометра в сильной степени влияют магнитные поля. В [27] отмечается, что при воздействии поля около 20 кЭ при гелиевых температурах ошибка может достигать 0,5 К. Термометры таких конструкций очень чувствительны к вибрациям и ударам.

Эти недостатки в меньшей мере присущи миниатюрным термометрам сопротивления [27,28], которые созданы на основе полупроводников с многокомпонентным легированием.

Устройство такого термометра показано на рис. 4.11. В столбике круглого или квадратного сечения с противоположных сторон вытравлены два отверстия, которые заполнены контактным сплавом. К контактному сплаву 2 припаяны проводники 4 для включения датчика в

электрическую цепь. Рабочим элементом термометра служит тонкая пленка 3 (0,1–0,3 мм), расположенная между переходными слоями. При общем весе датчика около 0,01 г вес чувствительного элемента составляет около 0,0001 г. Монолитность рабочего элемента и корпуса датчика обеспечивает хороший отвод тепла от рабочего элемента. Для создания хорошего теплового контакта с исследуемым объектом термометр можно припаивать одним из оснований к этому объекту.

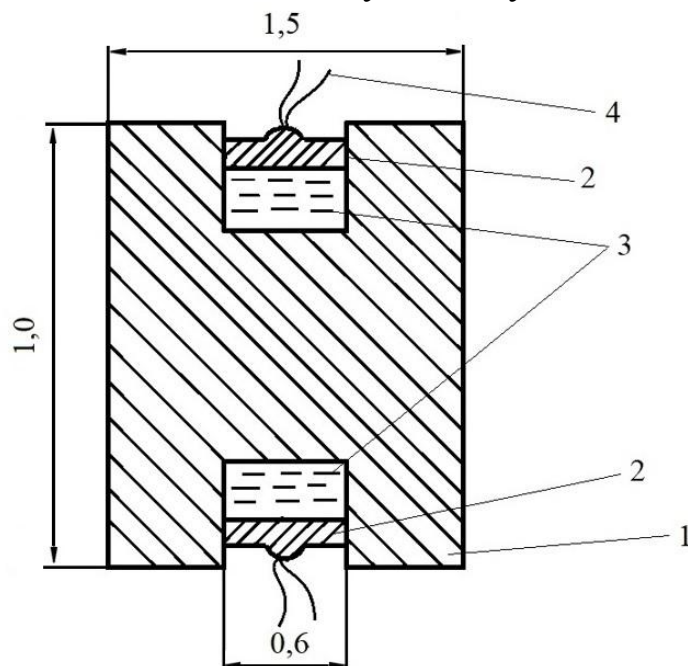


Рис.4.11 Полупроводниковый термометр сопротивления:
1 –монокристаллический полупроводник, 2 –электродный сплав,
3 – обогащенные слои, 4 – подводящие провода

Существенное уменьшение габаритов и массы этих термометров по сравнению с термометрами сопротивления других типов позволило значительно уменьшить их инерционность. Весьма положительным является и то, что прибор обладает высокой стабильностью параметров, которая сохраняется после многократных резких охлаждений и отогревов. Данные по зависимости $R = f(T)$ для этих термометров свидетельствуют об их высокой термочувствительности. Так, для термометра КА (комнатно-азотный интервал) отношение сопротивлений при азотной и комнатной температурах, определяющее чувствительность, составляет $\sim 10^4$ раз, в то время как для образцового платинового термометра это отношение составляет ~ 5 .

Использование различных концентраций примесей дало возможность создать прибор, чувствительный во всем низкотемпературном интервале от 1 до 300 К, а также разновидности термометров с повышенной чувствительностью в различных областях низкотемпературного интервала.

Для полупроводниковых термометров сопротивления без дополнительного корпуса, приведенных в [28], инертность составляет около 10 мс при гелиевых температурах и 20–80 мс при водородных и азотных температурах. Весьма важной характеристикой этих термометров является их работоспособность в магнитных полях, тогда как большинство термометров сопротивления при полях 20–30 кЭ становятся практически непригодными для измерения температуры.

Угольные термометры сопротивления по технологии изготовления делятся на пленочные, получаемые осаждением частиц из водных суспензий графита на полоске изоляционного материала, и массивные, получаемые прессованием с последующим обжигом из антрацита, кокса и других аналогичных материалов. Угольные термометры сопротивления имеют ряд преимуществ: небольшой размер, независимость показаний от магнитных полей, высокая чувствительность и дешевизна. Чувствительность угольных термометров сопротивления приблизительно обратно пропорциональна измеряемой температуре. Так, например, для измерения температуры с точностью 0,5% при 20 К необходимо определять сопротивление с точностью 0,3%, а при 2 К – с точностью всего 3%. Такие термометры обычно рекомендуют применять для измерений в области температур от 20 К до 0,3 К.

В качестве термометров сопротивления могут быть применены угольные резисторы мощностью 0,1–1 Вт с нормальным сопротивлением при комнатной температуре $R_0=10$ Ом. Для температурной зависимости угольных резисторов такого типа в [16] предлагается следующее уравнение:

$$\lg R = a + b(\lg(R/T))^{0,5} \quad (4.28)$$

Значения коэффициентов a и b находят путем градуирования резистора. Необходимо отметить, что значения этих коэффициентов, а вместе с тем и чувствительность термометра сопротивления заметно возрастает с ростом W и R_0 .

Для термометров, изготовленных путем обжига кусочков антрацита в течение 5–6 часов при 500–1000 °С [29], рекомендуется следующая зависимость:

$$\lg R + (\lg R)^2 = A + B/T, \quad (4.29)$$

которая применима для области температур от 1,5 до 290 К. В уравнении (4.29) коэффициент B сильно зависит от температуры обжига. Для произведения более точных измерений предлагается уравнение:

$$\lg R + K(\lg R)^2 = A + B/T. \quad (4.30)$$

При этом измеряемый температурный интервал обязательно должен лежать внутри градуировочных точек. Для уравнения (4.30) расхождение

между измеренным и рассчитанным значением температуры не превышает 0,3 %.

Для измерения температуры малых объектов применяются пленочные угольные термометры сопротивления. Графитовая пленка образуется путем нанесения слоя коллоидального графита (аквадага) в виде плоской полоски. После высыхания аквадага на концы полоски наносят по капле серебряной краски и погружают в них кончики медных проводов. Сопротивление термометра зависит от толщины пленка графита, что позволяет изготовить термометры на 1–100 кОм.

К недостаткам угольных термометров сопротивления относится их малая стабильность и в результате этого необходимость в повторной градуировке после каждого нагрева от низких до комнатных температур. Материал, из которого делают такие термометры, имеет малую теплопроводность, поэтому при их монтаже необходим очень хороший тепловой контакт с объектом измерения.

Краткая техническая характеристика основных низкотемпературных термометров сопротивления, составленная по данным, приведенным в [21], дана в табл.3.7.

Таблица 3.7

Характеристика основных типов низкотемпературных термометров сопротивления

Наименование термометра сопротивления	Пределы измерения, К	Удельное электрическое сопротивление, мкОм·см	Температурный коэффициент сопротивления	Воспроизводимость, К
Платиновый	13–900	9,59 при 273 К 0,0029 при 10 К	0,0039 при 273 К 0,00025 при 13 К	0,001
Медный	13–450	1,55 при 273 К 0,0002 при 15 К	0,0042 при 273 К 0,00006 при 13 К	-
Индиевый	3,1–300	8,4 при 273 К 0,0025 при 10 К	0,004 при 273 К 0,0007 при 13 К	0,0015
Германиевый	2,2–10	8,9 при 273 К	1,0 при 4,2 К -2,8 при 2,2 К	0,001
Угольный	0,1–480	2,5–6,3 при 273 К	0,1 при 10 К -1,0 при 3,2 К	-

4.14 Способы измерения сопротивления термометра

Наиболее простым, удобным и обеспечивающим высокую точность измерений является потенциометрический метод. При применении этого метода исключается поправка на сопротивления подводящих проводов.

Схема этого метода измерения показана на рисунке 4.12. Термометр сопротивления R_t включен последовательно с образцовым сопротивлением R_N в одну цепь с источником тока, причем сила тока в цепи поддерживается постоянной и устанавливается по разности потенциалов на сопротивлении R_N с помощью регулировочного реостата R_p . Термометр и образцовое сопротивление посредством переключателя Π присоединяются к потенциометру.

Чтобы избежать дополнительного нагрева термометра сопротивления по сравнению с измеряемой средой, величина измерительного тока должна быть по возможности минимальной. Обычно она лежит в пределах 2–9 мА (зависит от типа термометра).

Для получения большей точности при измерениях по этой схеме вводят дополнительный переключатель, позволяющий изменять полярности во всех цепях измерительной схемы.

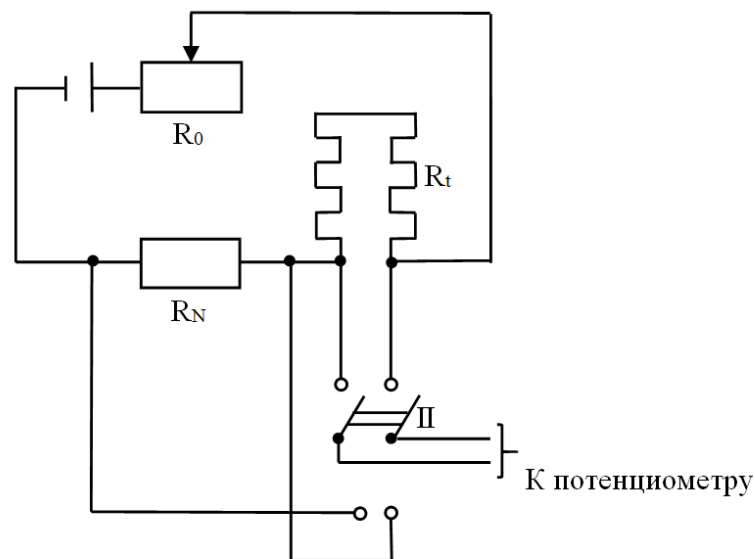


Рис.4.12 Схема измерения сопротивления термометра с помощью потенциометра

Наиболее распространенным методом измерения сопротивления термометра является применение схемы уравновешенного моста. Схема моста с включенным термометром сопротивления R_t показана на рисунке 4.13.

Если мост уравновешен, то $I_2 = I_3$ и $I_1 = I_t$, а падение напряжений R_2 и R_1 , а также R_3 и R_t будет следующим: $I_2 \cdot R_2 = I_1 \cdot R_1$ и $I_3 \cdot R_3 = I_t \cdot R_t$. Отсюда:

$$R_t = \frac{R_1}{R_2} R_3. \quad (4.31)$$

Из уравнения (4.31) видно, что уравновесить мост можно подбором сопротивления R_3 при постоянном отношении плеч R_1/R_2 . Следовательно каждому значению сопротивления термометра R_t соответствует вполне определенная величина сопротивления R_3 при постоянно набранном отношении R_1/R_2 .

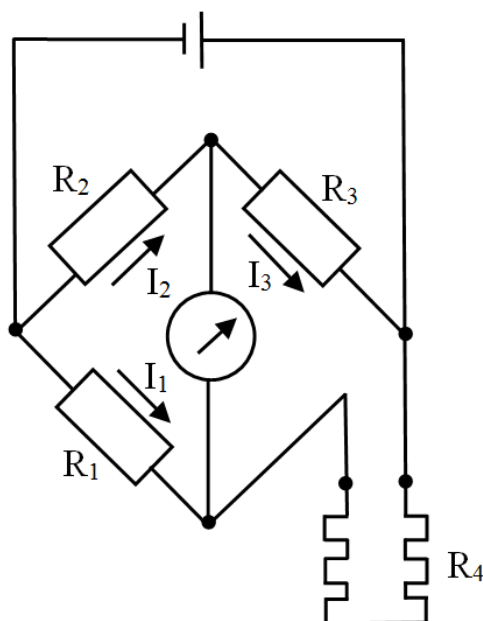


Рис.4.13 Мостовая схема измерения сопротивления термометра

4.15 Другие методы измерения криогенных температур

Сверхпроводящий термометр

Для небольших температурных интервалов могут быть использованы термометры, основанные на явлении сверхпроводимости. В качестве термометрических материалов обычно применяют сверхпроводники II рода. У этих веществ температурная область перехода в сверхпроводящее состояние растянута, и в этой области можно получить очень высокую термометрическую чувствительность. используя набор проволок и пленок с различными температурами перехода в сверхпроводящее состояние, можно перекрыть интервал от 1 до 20 К. Так, например, термометры, изготовленные из некоторых сортов фосфорной бронзы, в которой в качестве примеси содержится несколько сотых процентов свинца, в температурном интервале от 1 до 7 К имеют почти линейный характер изменения сопротивления с температурой. Так как действие этого термометра основано на сверхпроводимости, то его показания существенно зависят от силы измерительного тока и от величины внешнего магнитного поля.

Существенным достоинством этого термометра является малой инерционность и высокая чувствительность.

Термометры, основанные на зависимости критического магнитного поля сверхпроводников от температуры

Действие этих термометров также основано на явлении сверхпроводимости и связано с переходом сверхпроводника в нормальное состояние под действием магнитного поля. Величина магнитного поля H ,

необходимая для перевода сверхпроводящего металла в нормальное состояние (критическое поле проводника) уменьшается с температурой.

Экспериментально найдено, что значение критической напряженности поля в зависимости от температуры достаточно точно описывается уравнением:

$$H_k = H_o \left[1 - \left(\frac{T}{T_k} \right)^2 \right], \quad (4.32)$$

где H_k – напряженность магнитного поля при температуре T ,

H_o – максимальное значение напряженности критического поля при абсолютном нуле температуры;

T_k – критическая температура, являющаяся наивысшей температурой сверхпроводящего состояния.

Критическое поле при любой температуре достаточно четко определяется только для чистых металлов, поэтому для термометров этого типа могут быть использованы лишь металлы высокой чистоты.

Магнитная термометрия

В основу термометров этого типа положена зависимость температуры от температуры магнитной восприимчивости парамагнитных солей. Для ряда парамагнитных солей эта зависимость подчиняется закону Кюри-Вейса:

$$\chi = \frac{c}{T - \Delta}, \quad (4.33)$$

где T – абсолютная температура,

c – постоянная Кюри,

Δ – температура Кюри.

Из уравнения (4.33) следует, что при понижении температуры магнитная восприимчивость парамагнитных веществ возрастает. Этим свойством широко пользуются в низкотемпературной термометрии, особенно при понижении температуры ниже 1 К.

В области низких и сверхнизких температур иногда имеет место отклонение от закона Кюри-Вейса. В этих случаях вместо абсолютной температуры T в уравнение (4.33) подставляется так называемая магнитная температура – T^* .

Как показано в [30,31] и других работах, величина $1/\chi$ может быть принята за меру температуры T^* в парамагнитном термометре. Приведение магнитной температуры T^* к термометрической шкале в области сверхнизких температур может быть произведено калориметрическими измерениями, путем измерения энтропии при нагревании образца парамагнитной соли известным количеством теплоты.

Значение постоянной c для ряда парамагнитных солей приведено в [31]. Величина Δ может быть определена экспериментально (путем измерения χ при заранее известной температуре).

В соответствии с уравнением (4.33) для измерения температуры образец парамагнитной соли помещают в однородную часть магнитного поля катушки взаимной индукции и самоиндукции. Индуктивность такой катушки связана линейным соотношением с магнитной восприимчивостью. Более подробно теоретические основы этого метода изложены в [3,30,31]. В заключение необходимо отметить, что магнитная восприимчивость, определяемая таким образом, зависит от формы исследуемого образца парамагнитной соли и ее плотности, что делает необходимым приведение индивидуальной градуировки каждого прибора. Для увеличения точности измерений необходимо стремиться к тому, чтобы образец соли был сферический или эллипсоидной формы и помещался в однородную часть измерительной катушки индуктивности.

Температуры между 1,3 К и λ – точки гелия могут быть измерены с помощью этого метода с точностью до 0,001–0,002 К. Для измерения температур ниже 1 К целесообразно использовать в качестве термометрического вещества ту же самую соль, которая применяется для понижения этой температуры методом адиабатического размагничивания.

Шумовой или термошумовой метод измерения температуры

Данный метод основан на том, что шум, возникающий в проводнике, увеличивается с температурой. В проводнике с сопротивлением R при температуре T среднеквадратичное напряжение шумов развиваемое в полосе частот dv , определяется уравнением:

$$\bar{v}^2 = 4kTR dv, \quad (4.33)$$

где k – постоянная Больцмана.

Таким образом, если известна зависимость сопротивления от частоты и ширины диапазона, в котором производятся измерения, то может быть определена величина абсолютной температуры. Однако в области низких температур напряжение шумов, возникающих в сопротивлениях, мало, что требует чувствительных усилителей с очень небольшим собственным шумом.

Радиочастотные методы измерения температуры

Эти методы основаны на различных видах преобразования измерений температуры в изменения частоты электромагнитных колебаний. Они относятся к области применения пьезоэлектрических величин электрическими методами. Подробно эти методы описаны в [30]. Достоинствами этих методов является возможность достижения высокой точности при определении температуры, они могут быть использованы как для абсолютных, так и для относительных измерений температуры. Чувствительность радиочастотных методов измерений возрастает в понижении температуры.

Электроакустические методы измерения температуры

Эти методы основаны на классических законах термодинамики, устанавливающих связь между скоростью распространения звука и температурой: в качестве термометрического вещества могут быть выбраны различные газы, жидкости и твердые тела. Подробно эти методы показаны в [30].

Акустические методы измерения температур подразделяются на: импульсный, метод стоячих волн, фазовый и метод интенсивности звука. Эти методы могут быть использованы как для относительных, так и для абсолютных измерений термометрической температуры.

Вопросы для самоконтроля:

1. Какие основные реперные точки установлены для МПТШ-68?
2. Какие температурные шкалы используются для температурного интервала $(0,2 \div 5,2) \text{K}$?
3. Чем объясняется разница в точности измерений температуры с помощью газового термометра при работе в различных температурных интервалах?
4. Перечислите основные достоинства и недостатки конденсационного термометра.
5. От чего зависит чувствительность конденсационного термометра?
6. Как производится градуировка нестандартных термопар. С помощью каких уравнений обычно рассчитывается зависимость $E = f(T)$ для нестандартных термопар?
7. Какой принцип положен в основу работы магнитных термометров, для какой области температур они обычно применяются и какие термометрические вещества в них используются?

5. РЕГУЛИРОВАНИЕ ТЕМПЕРАТУРНОГО УРОВНЯ КРИОСТАТА

Регулирование температуры может производиться различными способами и с разной эффективностью. Выбор того или иного способа в значительной степени определяется характером производимого исследования и теми требованиями, которые предъявляются при проведении эксперимента. К таким требованиям относятся: стабильность поддержания температуры в любой точке этого температурного интервала и другие.

Рассматривая вопрос о регулировании температуры, следует различать три случая:

1. необходимые температуры достигаются путем погружения прибора в криогенную жидкость, тогда заданная температура жидкости достигается поддержанием определенного постоянного давления над зеркалом кипящей жидкости;

2. необходимые температуры выше температуры кипения криогенной жидкости, тогда тепловой контакт прибора с криогенной жидкостью делают слабым, а достижение необходимой температуры производится путем подвода необходимого количества теплоты;

3. необходимые температуры достигаются без использования криогенной жидкости, путем соединения прибора с каким-либо рефрижератором, холодопроизводительность которого можно регулировать в заданных пределах.

5.1 Регулирование давления пара

Температура кипения жидкости зависит от давления над ее поверхностью: чем ниже давление, тем ниже температура. Наиболее низкое значение температуры, которое получают при использовании той или иной криогенной жидкости определяется температурой тройной точки. Однако, с понижением давления существенно возрастают объемы пара, которые должны откачиваться с помощью вакуум-насосов. По этой причине сравнительно редко производят откачку паров до давления ниже 6,5 кПа. Если охлаждение прибора производится криогенной жидкостью, кипящей при атмосферном давлении, то даже относительно небольшое изменение атмосферного давления могут повлиять на температуру кипения жидкости. Так, изменение атмосферного давления в пределах 6,65 кПа приведет к изменению температуры кипения жидкого гелия от 4,1 до 4,3 К. Верхняя граница регулируемых температур обычно соответствует давлению около 0,2 мПа. Это давление, как правило, не является предельным для большинства криогенных жидкостей, с точки зрения возможностей регулирования и получения более высоких значений температуры, и обычно выбирается по соображениям прочности, так как криостаты изготовлены из сравнительно тонких оболочек.

Возможные диапазоны регулирования температуры по давлению насыщенных паров для криогенных жидкостей приведены в табл. 1.1.

Давление насыщенных паров в криостате может регулироваться как вручную, так и автоматически. В результате притока тепла в криостат и выделения тепла в приборе криогенная жидкость постоянно испаряется, поэтому для поддержания постоянной температуры необходимо откачивать пары с той скоростью, с какой они образуются, т.е. скорость откачки должна быть точно регулирована.

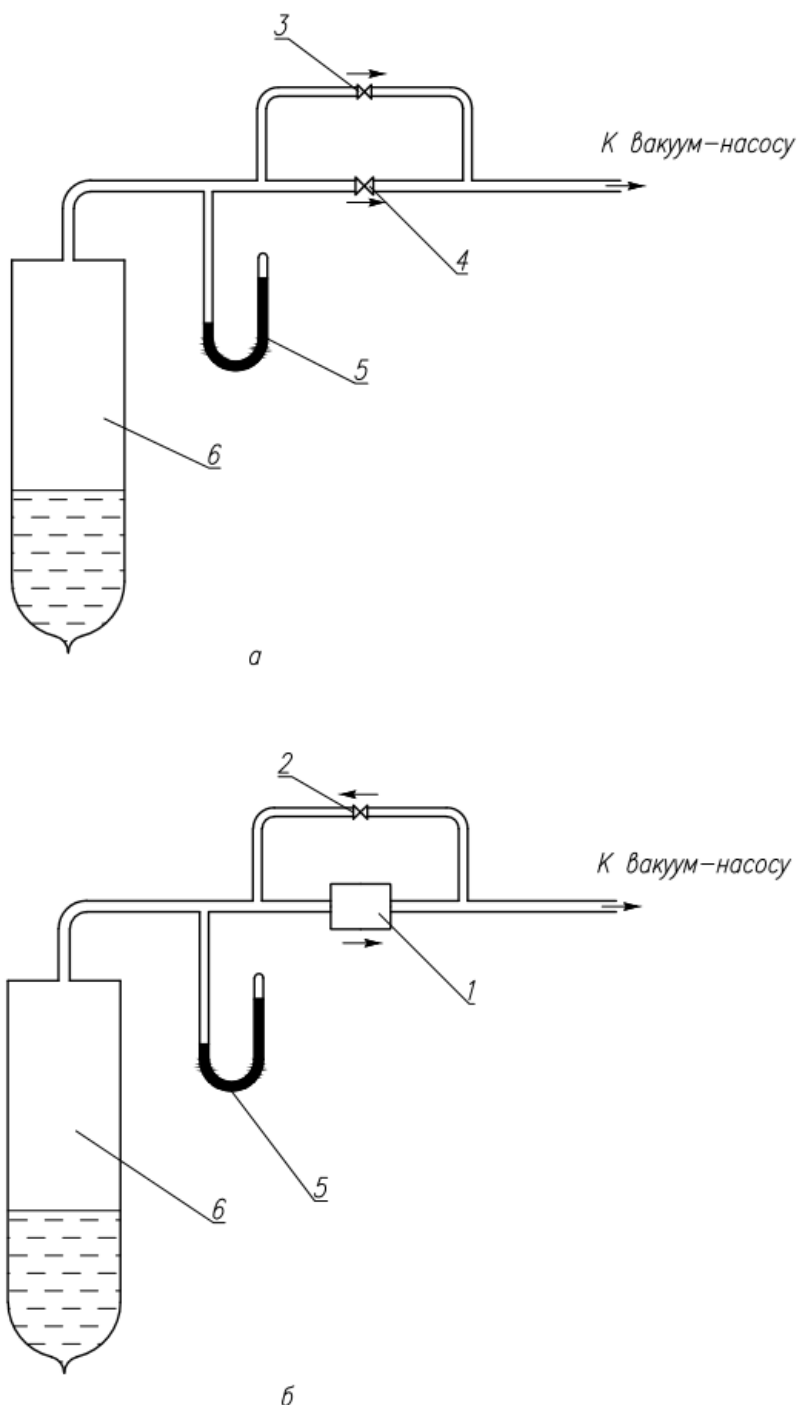


Рис.5.1 Методы регулирования температуры кипящей жидкости:
1 – вакуумный насос, 2 – байпасный вентиль, 3 – вентиль тонкой регулировки,
4 – вентиль, 5 – дифманометр, 6 – криостат

При ручной регулировке наиболее просто эта задача может быть решена путем подключения криостата к вакуум-насосу по схеме, показанной на рис. 5.1, а. Параллельно с вентилем, имеющим большое проходное сечение, подсоединяется игольчатый вентиль.

При работе в области гелиевых температур, температуры примерно до 2 К можно получить откачкой через меньший вентиль, а больший открывается тогда, когда требуется обеспечить достижение более низких температур. На рис. 5.1, б показана система регулирования перепуском газа на вход вакуум-насоса. В этом случае количество паров испаряющейся жидкости откачиваемых насосом 1, регулируется с помощью большего или меньшего открытия байпасного вентиля 2. Этот метод рекомендуется применять при низких давлениях.

При этих методах регулирования достижимая стабильность в значительной степени зависит от чувствительности прибора, используемого для регистрации изменений температуры.

Для контроля за отклонения от заданного значения давления используют обычный или дифференциальный манометр. Менее точные измерения производятся с помощью пружинных манометров (или вакуумметров) или жидкостных манометров, заполненных ртутью. Чаще для этих целей используются дифференциальные манометры.

Включение дифференциального манометра производится по схеме, показанной на рис. 5.2, а. Открывая вентиль 1, устанавливают такую скорость откачки, которая обеспечивает получение заданной температуры. После этого вентиль 1 закрывают, тогда в правой части манометра газ находится под давлением, соответствующем заданной температуре и давление этого газа может затем служить эталоном. Постоянство заданной температуры криогенной жидкости в криостате поддерживается путем плавной регулировки скорости откачки так, чтобы уровни в обоих коленах дифманометров совпадали. Для большей чувствительности прибора целесообразно заполнять дифманометр легкой жидкостью, например вакуумным маслом.

Если температура эталонного газа изменится, то изменится и его давление. Это изменение, как правило, не велико, однако если температура должна поддерживаться с высокой точностью, то колебаний давления можно избежать, поместив колбу 3 в сосуд Дьюара, заполненный маслом. Если объем колбы 3 намного больше объема правой части дифманометра, то эталонное давление не будет существенно меняться изменением комнатной температуры. Ещё более точное регулирование температуры можно осуществить при использовании наклонного дифманометра. Схема включения наклонного дифманометра приведена на рис. 5.2, б. Стрелку 4, которая может передвигаться по

направляющей 5, при закрытом кране устанавливают на уровне мениска масла. Наибольшие изменения давления вызывают сильные боковые смещения мениска и, таким образом, обеспечивается очень точный контроль давления.

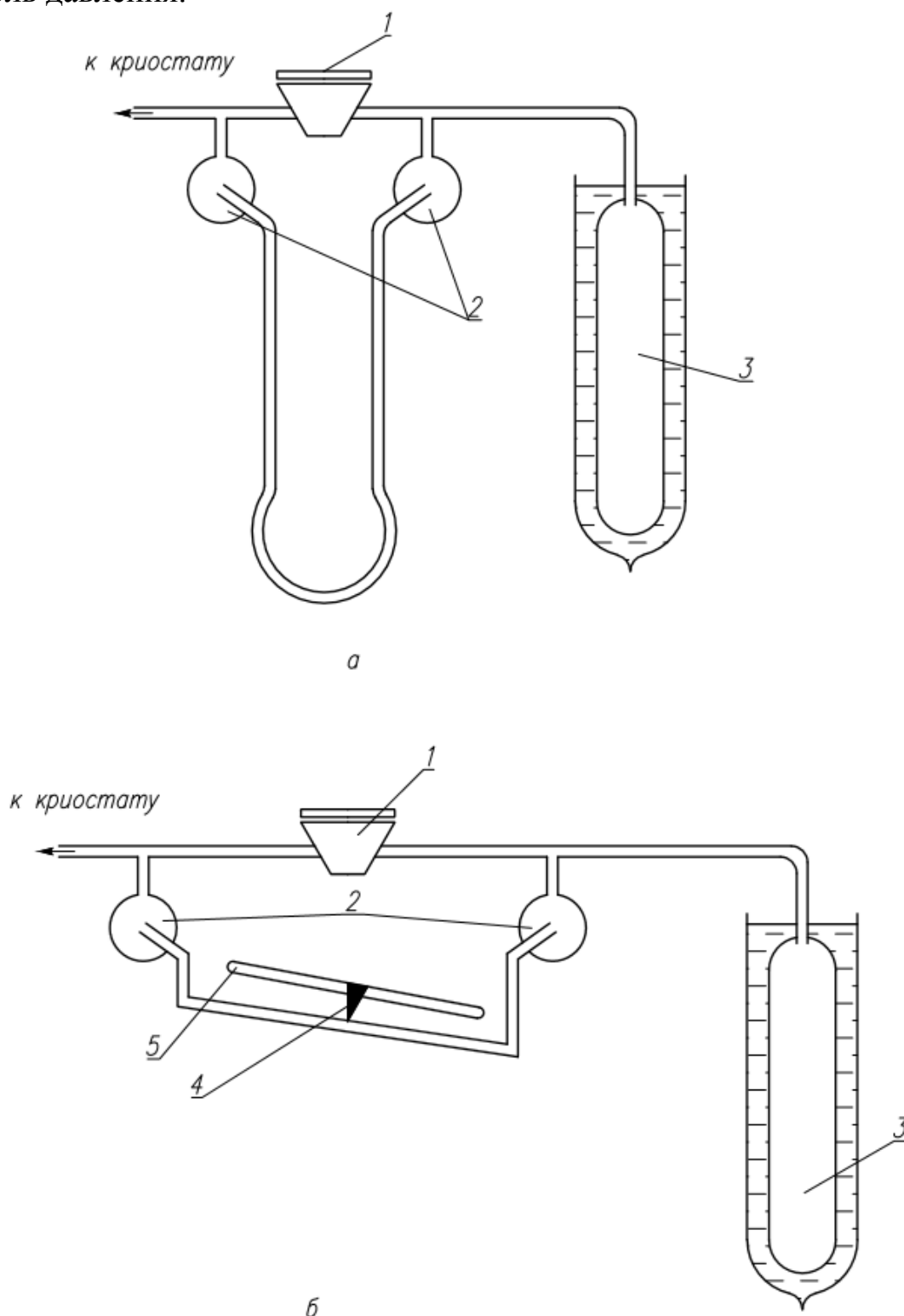


Рис.5.2 Схема подключения дифманометра в систему для регулирования температуры: 1 – вентиль, 2 – сферические полости, 3 – колба, 4 – стрелка-указатель, 5 – направляющая

При автоматическом контроле термостатирования также используют прямую или дифференциальную схему регистрации давления. Существует несколько достаточно простых устройств, позволяющих автоматически регулировать скорость откачки и тем самым поддерживать давление паров постоянным на заданном уровне.

Схемы таких автоматических регуляторов показана на рис. 5.3.

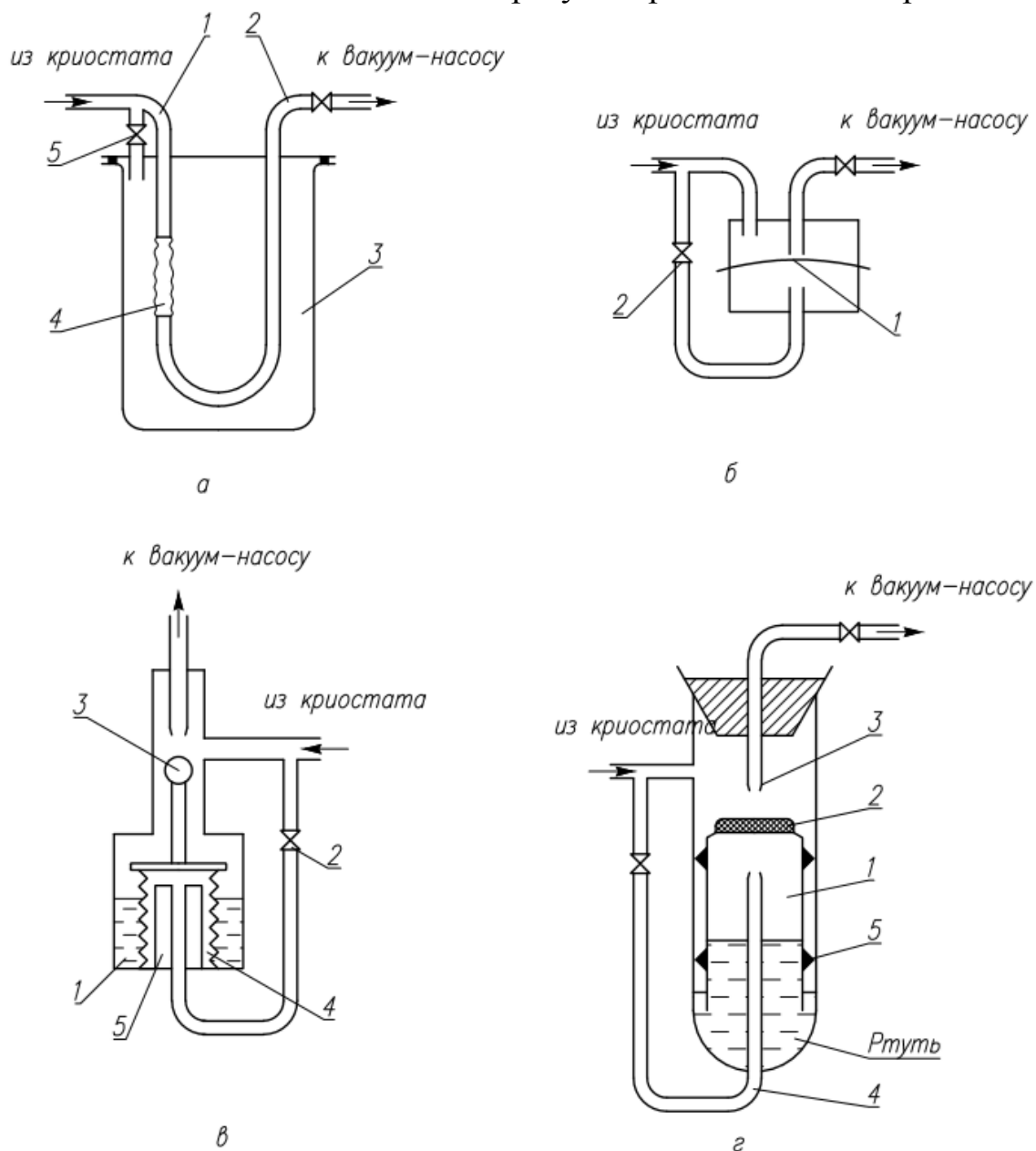


Рис.5.3 Автоматические регуляторы давления:

- а) с тонкостенной трубкой: 1 – входная трубка, 2 – выходная трубка, 3 – вакуумно-плотный сосуд, 4 – тонкостенная резиновая трубка, 5 – вентиль;
- б) с диафрагмой: 1 – эластичная диафрагма, 2 – установочный вентиль;
- в) с сифоном: 1 – вакуумное масло, 2 – установочный вентиль, 3 – запирающий шарик, 4 – сифон, 5 – ограничивающий цилиндр;
- г) с поплавком: 1 – поплавок, 2 – резиновая шайба, 3 – отверстие, 4 – трубка, 5 – центрирующие оттяжки

Достаточно простое устройство для регулирования давления паров показано на рис. 5.3, а. Трубопровод 1, идущий от криостата к вакуум-насосу, соединяется внутри вакуумного сосуда 3 с помощью тонкостенной трубки 4. В качестве такого соединительного элемента можно использовать палец резиновой хирургической перчатки. При открытом вентиле 5 криостат откачивают до заданного давления. В этом случае пространство вакуумного сосуда 3 сообщается с трубопроводом 1, поэтому давление снаружи и внутри трубки 4 одинаково. После достижения заданного давления вентиль 5 перекрывают и давление во внутреннем объеме сосуда 3 остается равным заданному. Теперь, если давление паров в криостате будет уменьшаться, то под действием избыточного наружного давления трубка 4 сожмется и скорость откачки уменьшится. Когда давление в криостате превысит заданную величину. Трубка 4 слегка растянется и скорость откачки возрастет. Трубка 4 должна быть достаточно длинной и провисать так, чтобы она могла полностью перекрываться под действием внешнего давления. Концы трубок 1 и 2 необходимо оградить проволочной сеткой, чтобы трубку 4 не засосало в них.

В [3,16] приводится описание весьма простых по конструкции регуляторов давления с эластичными элементами. Первый из них, показанный на рис. 5.3, б, в качестве рабочего элемента использует диафрагму из неопрена или резины толщиной 1,6 мм. При наличии разности давлений в разделяемых ею частях сосуда диафрагма выпучивается и перекрывает отверстие для откачки газа. При использовании такого устройства для термостатирования в области температур 1,6–4,2 К погрешность стабилизации по данным [16] не превышает ± 0.001 К.

На рис. 5.3, в показана конструкция сильфонного регулятора давления. На верхней крышке сильфона укреплен шарик, закрывающий отверстия для выхода паров к вакуум-насосу. Уплотнение нижней крышки сильфона обеспечивается заливаемой в корпус жидкостью, например вакуумным маслом. Внутренний цилиндр 5 центрирует сильфон, ограничивает его сжатие и способствует уменьшению объема сравнительной камеры и, следовательно, инерционности регулятора. В [16] отмечается, что применение такого регулятора в криостате с общими тепловыделениями около 0,1 Вт обеспечивает стабильность температуры гелиевой ванны на уровне 2 К с погрешностью 0,0005 К. В [2] описаны различные варианты конструкции регулировочного клапана, используемого в регуляторах сильфонного типа.

Достаточно удобным регулятором давления, применяемым при работе с криогенными жидкостями, является поплавковый регулятор.

Конструкция регулятора такого типа показана на рис. 5.3, г. Эти устройства используют для регулирования давлений как выше, так и ниже атмосферного. В [2] отмечено, что такие регуляторы, изготовленные из стекла, применялись для регулирования паров гелия, азота и кислорода от атмосферного давления до давлений 0,25–0,4 кПа. В этом приборе сравнительной камерой является пространство над легкими поплавком, плавающим в ванне с ртутью. Внутри поплавок сохраняется заданное эталонное давление. Верхнее отверстие поплавок затянуто резиновой мембраной 2, либо на вершине поплавок крепится резиновая шайба. Если давление в криостате, а следовательно, и под поплавком падает ниже заданного, то он всплывает и диафрагма прижимается в отверстие 3, перекрывая путь откачки. Для центровки поплавок 1 в трубке 4 на боковой поверхности поплавок делается несколько центрирующих оттяжек 5, позволяющих ему свободно перемещаться вверх и вниз.

Как отмечено в [2,3], диаметр отверстия 3 должен быть много меньше диаметра верхней части поплавок 1, иначе после заклинивания отверстия 3 мембрана 2 будет задерживаться там некоторое время из-за присасывания, даже после того, как давление в криостате возрастет. Это может привести к колебаниям давления в криостате с большой амплитудой.

В [2] величина колебания давления принимается равной $\approx 0,5\%$ от заданного при диаметре отверстия около 1 мм. Эти колебания давления пара происходят очень быстро и при регистрации давления пара ртутным манометром их трудно заменить. В большей части интервала давлений от 0,101 мПа до 0,26 кПа такие устройства дают возможность уменьшить колебания температуры для жидкого гелия до 0,001 К, а при использовании жидких O_2 и N_2 – до 0,01 К.

При более низких давлениях паров, когда вышеописанные регуляторы давления не обеспечивают необходимой стабильности при регулировании температуры может быть использовано устройство, показанное на рис. 5.4. В этом случае изменение уровня в дифманометре 1 регистрируется фотоэлементом 2, а возникающий сигнал управляет током нагревателя 2, помещенным в криостат 4 с криогенной жидкостью. Часть трубки дифманометра, содержащей масло, образует цилиндрическую линзу, которая фокусирует свет электрической лампочки 5, находящейся против нее в линейное изображение, расположенное в нескольких миллиметрах от линзы. Фотоэлемент 2 помещают в плоскости изображения так, что с ростом уровня масла увеличивается освещенность его чувствительной области. Сигнал от фотоэлемента с помощью усилителя 6, который управляет нагревателем 3, увеличивая ток в нем, если освещенность фотоэлемента возрастает. Это устройство может

стабилизировать высоту масляного столба в дифманометре с точностью до 0,2 мм, что эквивалентно изменению давления на 2 Па или стабильности температуры с точностью до 0,2% при 1,3 К. При более высоких температурах точность регулирования температуры еще выше.

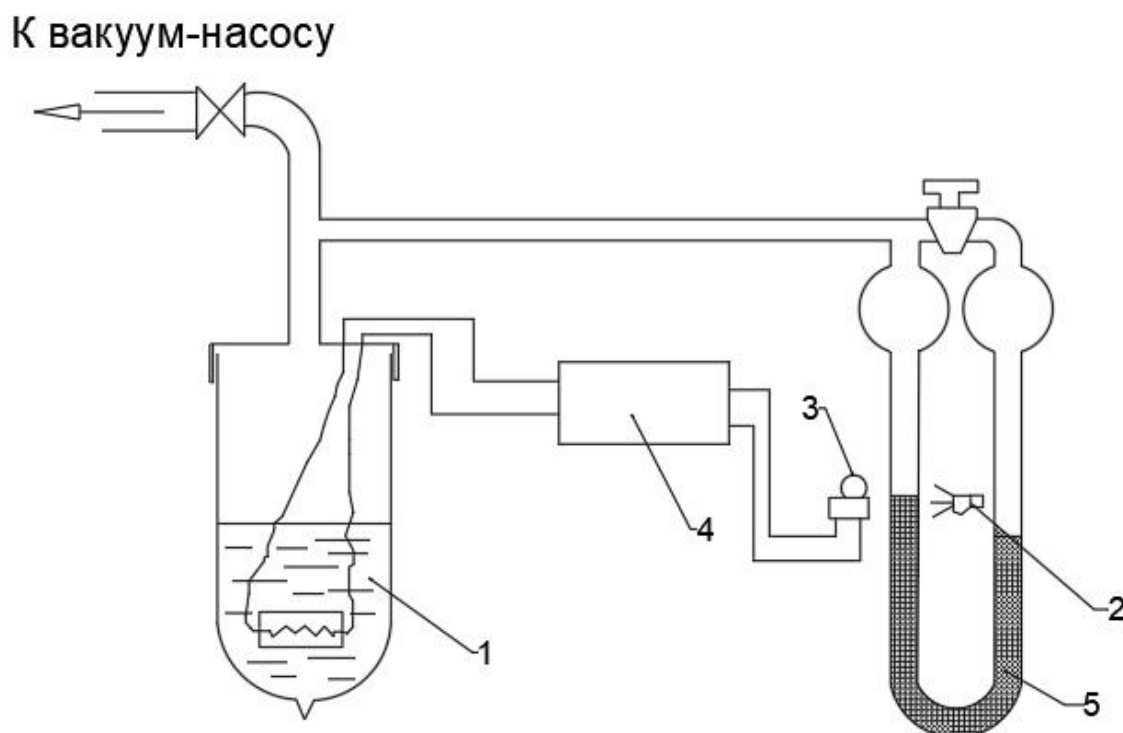


Рис.5.4 Система термостатирования с дифманометром и фотоэлектрической регистрацией:

1 – криостат, 2 – лампочка, 3 – фотоэлемент, 4 – усилитель, 5 – дифманометр

5.2 Регулирование температуры выше точки кипения криогенной жидкости

Регулирование температуры вне интервалов, перекрываемых путем откачки паров кипящей криогенной жидкости, представляет известные трудности, которые возрастают с увеличением необходимой точности регулирования.

В этом случае за счёт регулируемого электроподогрева температура T объекта или объема, где располагается объект, поддерживается выше температуры криогенной жидкости. Теплота, подводимая к криогенной жидкости от объекта охлаждения за счет излучения, теплопроводности и т.д., является монотонно возрастающей функцией, поэтому подводимая мощность электроподогрева должна также монотонно увеличиваться.

Схема такого регулятора показана на рис. 5.5. Регулирование тока в подогревателе может производиться как вручную, так и автоматически, в зависимости от показаний термометра, в качестве которого могут быть использованы газовый термометр, термометр сопротивления или термопара.

Если измерения производятся быстро и их результаты мало подвержены влиянию колебаний температуры, то регулировку тока нагревателя можно производить вручную.

Большая стабильность и удобство проведения эксперимента достигается при автоматической регулировке подогрева. Большинство систем с автоматическим подогревом основано на непрерывном регулировании. Регуляторы того типа обычно используют сигнал термопары или термометра сопротивления. После усиления сигнал подается обратно на подогреватель. Необходимая величина усилия зависит от чувствительности термометра, т.е. от величины сигнала, а также от требуемой точности стабилизации температуры.

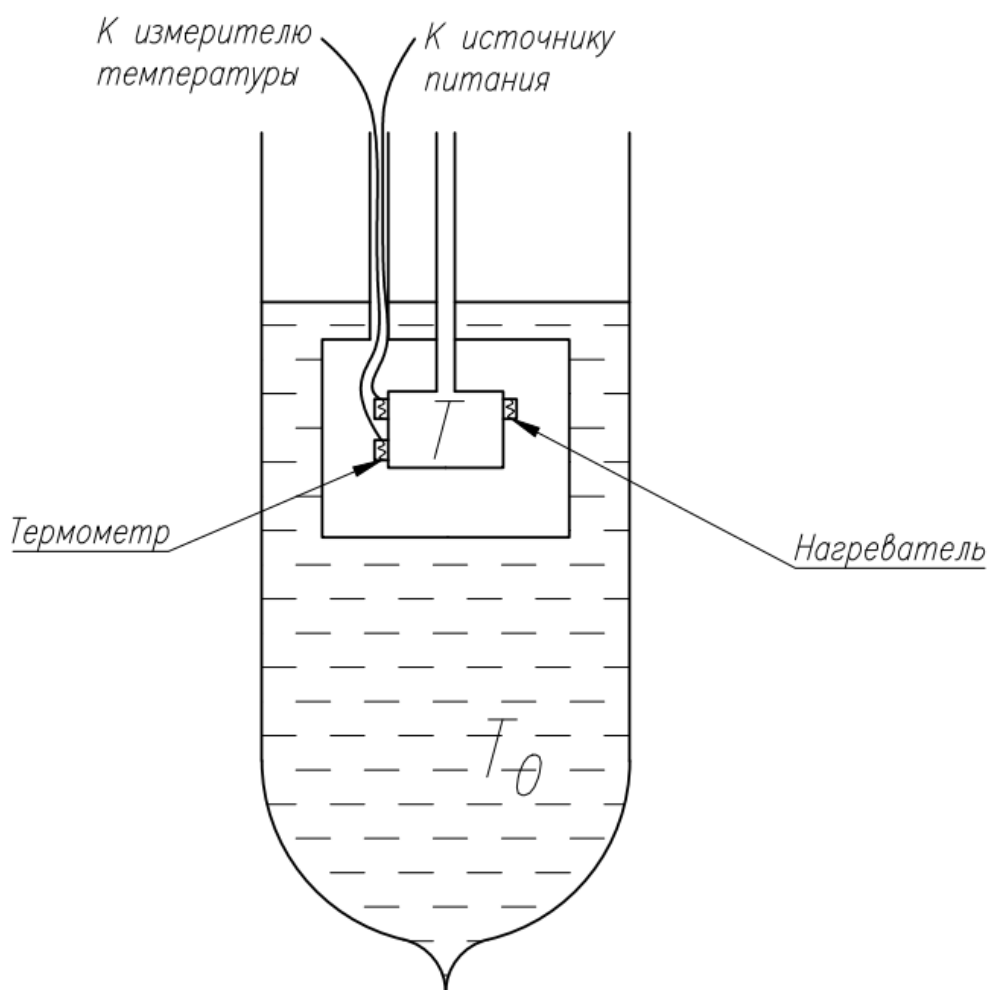


Рис. 5.5 Регулирование температуры электронагревателем

Обычно экспериментальная камера, температура в которой должна меняться в заданном интервале, не помещается в криогенную жидкость, а находится в пространстве криостата, заполненном парами испаряющейся жидкости. Тепловой контакт камеры с криогенной жидкостью осуществляется с помощью массивного стержня, выполненного из теплопроводного материала, который погружен в жидкость. Конструкция такого устройства, показана на рис. 5.6.

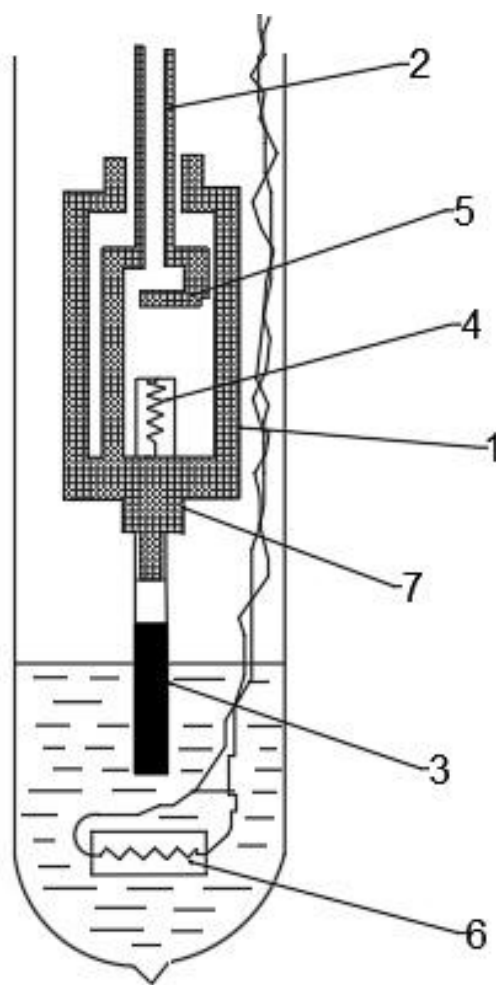


Рис.5.6 Прибор для получения температур выше температуры жидкого гелия:
1 – камера, 2 – тонкостенная трубка, 3 – холодопровод, 4, 6 – нагреватели, 5 – экран, 7 – нижняя стенка прибора

Экспериментальная камера, выполненная из меди (толщиной около 1,5 мм), подвешена на тонкостенной трубке 2 из сплава с низкой теплопроводностью. В дно камеры ввинчен стержень 3, верхняя часть которого сделана из латуни, а нижняя из меди. Стержень погружен в жидкий гелий. За счет теплопроводности вдоль стержня камера стремится охладиться до температуры жидкости, но вследствие выделения тепла нагревателем 4 вдоль стержня устанавливается перепад температуры и в камере устанавливается температура более высокая, чем температура криогенной жидкости, в которую погружен медный стержень. Экран 5 защищает расположенный в экспериментальной камере прибор от излучения, проходящего по трубе 2. Экспериментальная камера не герметична и заполнена газообразным гелием. При необходимости нагреватель 4 можно разместить и снаружи камеры. Даже при выключенном нагревателе 4 температура камеры в результате притока тепла будет выше температуры жидкого гелия. Если эксперимент необходимо провести при температурах около 4,2 К, то с помощью нагревателя 6, расположенного в жидком гелии, можно испарить

некоторое количество гелия с тем, чтобы поток холодного газа охладил камеру. При работах, когда необходимо иметь температуру в камере ниже примерно 4,2 К, количество жидкого гелия, заливаемого в криостат 7, должно быть таким, чтобы уровень жидкости был выше камеры. Понижение температуры в этом случае достигается за счет откачки паров жидкого гелия, а регулирование температуры производится одним из способов, рассмотренным в 4.

Большим преимуществом этого метода регулирования температуры является отсутствие высоковакуумных оболочек, что существенно упрощает доступ к прибору, установленному в экспериментальной камере. Изменяя мощность нагревателя, температуру камеры, можно регулировать достаточно точно.

Как было отмечено выше, непрерывные регуляторы для систем с автоматическим подогревом обычно управляются сигналом термопары для термометра сопротивления, который после усиления подается обратно на нагреватель. В зависимости от конкретных условий эксперимента выбирается тот или иной вид термометра. Преимуществом использования термометра сопротивления для этих целей является то, что он может работать на переменном токе, давая сигнал, более удобный для усиления, чем постоянное напряжение термопары. Однако термометр сопротивления сам по себе является источником тепловыделения, что является существенным неудобством при регулировании температуры камеры. Лизкой к температуре криогенной жидкости. Термопара характеризуется очень малым выделение тепла, однако менее надежна по сравнению с термометром сопротивления и при точной стабилизации температуры для неё необходим усилитель постоянного тока с большим коэффициентов усиления.

На рис. 5.7, а показана электрическая схема простого регулятора для автоматической стабилизации температуры. В обоих вариантах схемы датчиком для системы стабилизации температуры является термометр сопротивления 3, размещаемый в экспериментальной камере 6. Термометр сопротивления 3 управляет током, проходящим через гальванометр 4, против шкалы которого размещается фотопроводящий элемент сульфида кадмия, включенный параллельно нагревателю 2. Гальванометр включен так, что при возрастании температуры световым пятном его сопротивление падает до весьма малого значения, тогда большая часть тока батареи пойдет через элемент, а не через нагреватель 2 и подогрев камеры уменьшится. Передвигая элемент по шкале гальванометра в соответствующее положение, можно получить любую необходимую температуру. Сопротивление нагревателя должно быть выбрано так, чтобы оно было значительно меньше большого сопротивления

неосвещенного фотопроводящего элемента, но больше той малой величины, до которой падает сопротивление освещенного элемента.

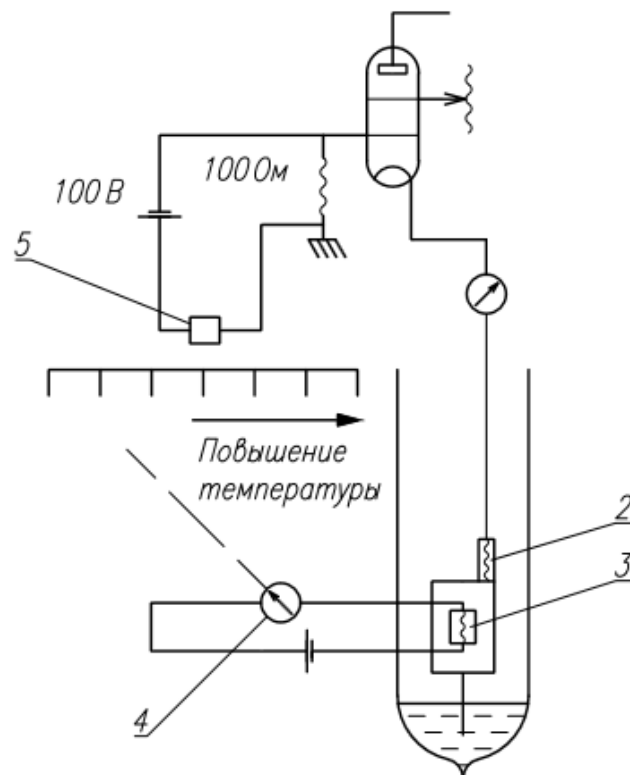
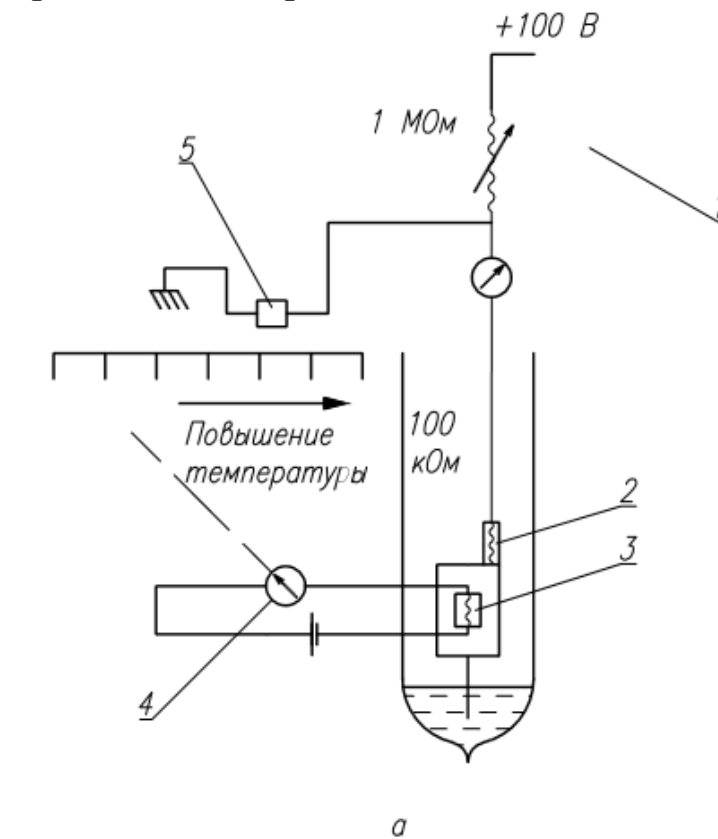


Рис. 5.7 Схема автоматического регулирования температуры выше 4,2 К:
1 – переменное сопротивление, 2 – сопротивление; 3 – термометр сопротивления, 4 – гальванометр, 5 – фотопроводящий элемент

Схема, показанная на рис. 5.7, допускает более широкий выбор значений сопротивления нагревателя. Нагреватель 2 является нагрузкой катодного повторителя. Током, протекающим через нагреватель, можно управлять вручную, меняя потенциал экранной сетки. При автоматическом регулировании по достижении заданного значения температуры элемент 5 освещается, сопротивление его падает, снижается потенциал сетки катодного повторителя, что приводит к уменьшению тока через нагреватель 2.

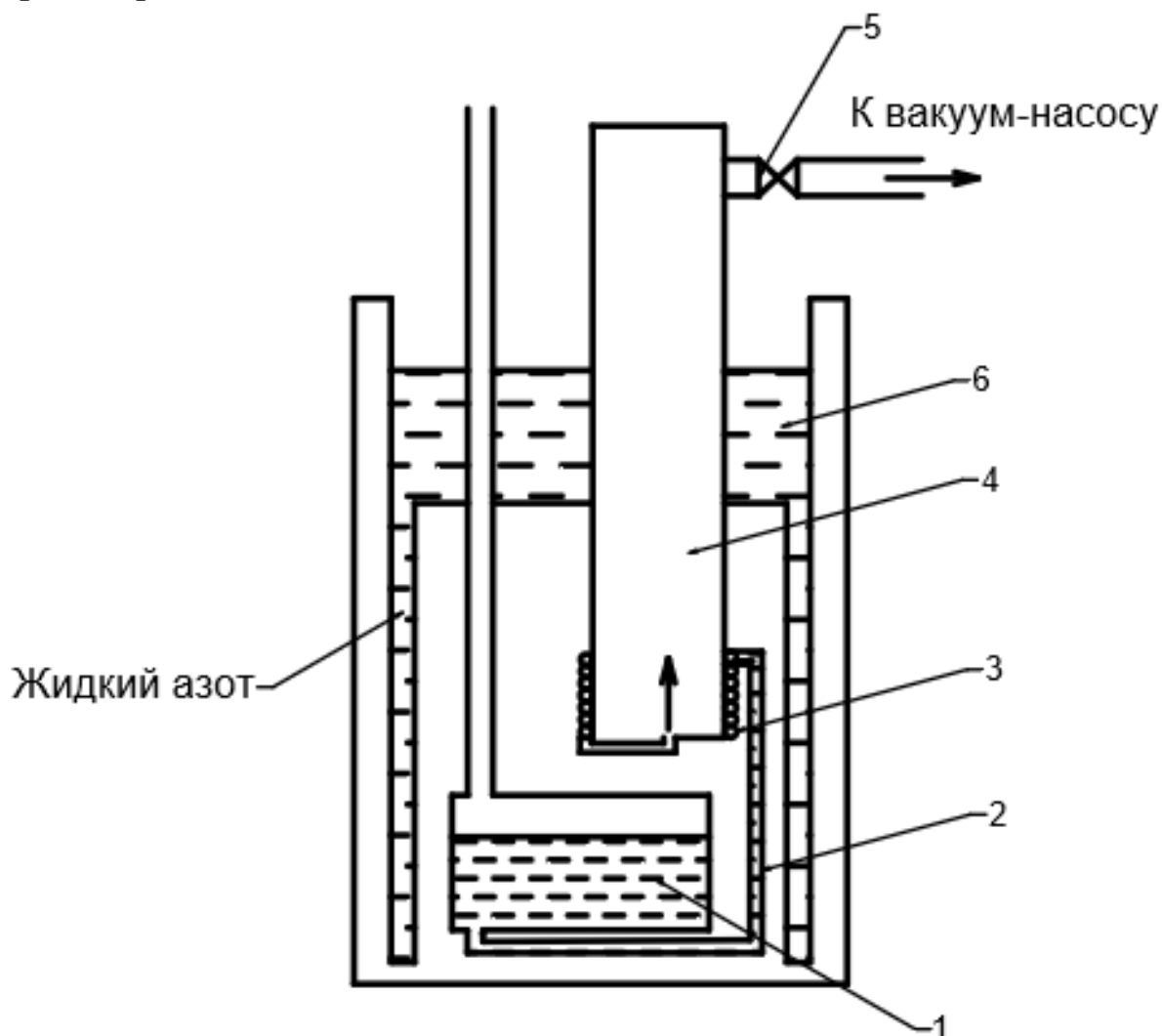


Рис.5.8 Схематическое изображение криостата с регулированием температуры путем изменения расхода гелия, подаваемого в теплообменники:

1 – резервуар с жидким гелием, 2 – трубка, 3 – змеевик, 4 – экспериментальная камера, 5 – игольчатый вентиль, 6 – азотный экран

В [2,3] приводится описание метода регулирования температуры от гелиевых до азотных, в устройствах где выделяется относительно большое количества тепла. В этом методе для компенсации теплоотвода к экспериментальной камере используется не только скрытая теплота парообразования гелия, которая довольно мала, но часть тепла дополнительно отводится за счёт нагревания газообразного

испарившегося гелия. Схематично такая конструкция показана на рис. 5.8. Жидкий гелий из нижнего резервуара подается через тонкую металлическую трубку 2 в змеевик 3. Змеевик 3 навивают из тонкостенной медной трубки, припаянной снаружи к экспериментальной камере 4, температуру которой нужно стабилизировать. Расход жидкого гелия, необходимого для поддержания в камере 4 заданной температуры, регулируется игольчатым вентилем 5, установленным на трубопроводе, идущем от камеры к вакуумному насосу. Этот метод не рекомендуется для небольших криостатов, в которых выделяется мало тепла. При таком методе относительно велик расход жидкого гелия и при небольшом резервуаре с гелием требуемая температура может поддерживаться в течение сравнительно короткого промежутка времени регулирования. Довольно трудно управлять игольчатым вентилем, поддерживая строго заданную температуру, поэтому для удобства регулирования иногда добавляет электрический нагреватель, который крепится снаружи змеевика 3. В этом случае с помощью вентиля 5 производят грубую регулировку, а меняя ток в нагревателе, добиваются точного установления заданной температуры.

При работе в диапазоне температур от 70 К до комнатной поддержание температуры производят аналогичным образом. В резервуар 1 вместо гелия заливается азот, а из наружного экрана 6 жидкий азот удаляется.

В тех случаях, когда температуру выше 4,2 К необходимо получать в течение ограниченного промежутка времени, можно производить регулирование температуры десорбционным методом. Устройство, работающее по такому методу, схематично показано на рис 5.9. Экспериментальная камера 1 помещена в криостат, заполненный гранулированным древесным углем, который охлажден жидким гелием до 4,2 К. Когда требуется получить температуры выше 4,2 К, жидкий гелий испаряют при атмосферном давлении с помощью нагревателя 2. Древесный уголь после этого остается насыщенным адсорбированным газом. В результате притока тепла температура в камере 1 начнёт повышаться. Повышение температуры можно ускорить с помощью нагревателя 3. По достижении заданной температуры начинают осторожно откачивать пары гелия, выделяющиеся при десорбции. Тепло десорбции, идущее на освобождение молекул, отнимается от системы, что приводит к понижению ее температуры.

Скорость откачки паров гелия можно регулировать так, чтобы охлаждения благодаря десорбции было сбалансировано с притоком тепла и температура оставалась постоянной. Отмечается, что в опыте с помощью 100 г угля температура 20 К поддерживалась в течение 1 часа,

при этом дополнительно к притоку тепла в приборе рассеивалась мощность в 20 мВт.

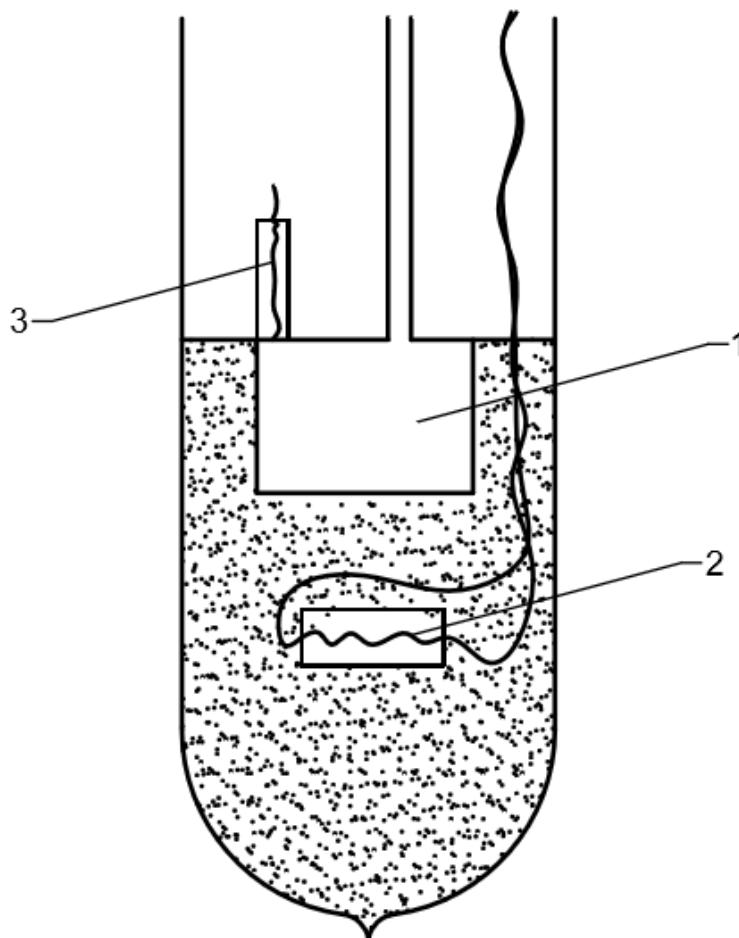


Рис.5.9 Десорбционный метод регулирования температуры:
1 – экспериментальная камера, 2,3 – нагреватели

Вопросы для самоконтроля:

1. Чем определяются нижний и верхний пределы регулирования температуры в криостате при использовании зависимости температуры кипения жидкости от давления над ее поверхностью?
2. Изобразите принципиальную схему регулятора давления сильфонного типа в криостате и объясните принцип его действия.
3. С помощью каких регуляторов давления можно добиться наименьшего колебания давления и соответственно колебания температуры жидкости в криостате при термостатировании?
4. Изобразите принципиальную схему автоматического регулятора температуры гелиевого криостата для $T > 4,2$ К и объясните принцип работы этого устройства.
5. Как работает криогенная система, использующая десорбционный метод регулирования температуры?

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Баранов А.Ю., Соколова Е.В. Хранение и транспортировка криогенных жидкостей. Часть 1: Учебное пособие - Санкт-Петербург: Университет ИТМО, 2017. - 95 с.
2. Уайт Г.К. Экспериментальная техника в физике низких температур. М., Гос.изд-во физ.-мат.литературы, 1961, 368 с.
3. Роуз-Инс А. Техника низкотемпературного эксперимента. М., "Мир", 1966, 216 с.
4. Шоэн и Бройда. Стеклянные Дьюары для оптических и других исследований при температуре жидкого гелия. - "Приборы для научных исследований", 1962, №4, с.58-61
5. Справочник по физико-техническим основам криогеники. Под ред. Малкова М.П. М.: Энергия, 1973
6. Алентьева О.С. Исследование влияния температуры экрана на испаряемость гелия в безазотном криостате. В сборнике: Альманах научных работ молодых ученых Университета ИТМО. 2015. С. 24-26.
7. Жарков И.П., Жирко Ю.И., Иващенко А.Н., Сафронов В.В., Солонецкий А.И. Расширение функциональных возможностей терморегулируемых криостатов жидкостно-проточного типа. Прикладная физика. 2011. № 3. С. 110-113.
8. Интернет-ресурс: сайт компании «ООО Криотрейд инжиниринг»: http://www.cryotrade.ru/cooled_cryostat_ln_111.html
9. Криогенные приборы и устройства в ядерной физике. Н.Н. Агапов, Н.И. Бalandиков, В.А. Белушкин и др./Под редакцией А.Г. Зельдовича. – М.: Энергоиздат, 1982, 200 с.
10. Поздняк В.Е., Орлов В.К., Савельев В.Н. – хим. т нефт. машиностроение, №3, 1980, с.8-9
11. Каганер М.Г. Тепловая изоляция в техник низких температур. М., Машиностроение, 1966, 275 с.
12. Иванов В.И. Вакуумная техника: Учебное пособие - Санкт-Петербург: Университет ИТМО; ИХиБТ, 2016. - 129 с. - 200 экз.
13. Фрадков А.Б. Гелиевые и водородные криостаты без дополнительного охлаждения жидким азотом. ПТЭ, 1961, №4, с.170–173
14. Скотт Р.Б. Техника низких температур. М., изд-во иностранной литературы, 1962, 413 с.
15. Горбачев С.П., Каганер М.Г. Тепловой поток по горловине сосудов для хранения криогенных жидкостей. Труды ВНИИКриогенмаша, вып.13, М., 1971, с. 68–78;
16. Фастовский В.Г., Петровский Ю.В., Ровинский А.Е. Криогенная техника, М., Энергия, 1974, 495 с.

17. Сафонов А.В. Методики проектирования энергоэффективных криогенных тоководов. Дисс. на к.т.н., Санкт-Петербург, 2019, 176 с.
18. Буянов Ю.Л., Фрадков А.Б., Шебалин И.Ю. Токовые вводы для криогенных устройств. – ПТЭ, 1974, №4, с.5–14
19. Ройзен Л.И., Петровский Ю.В., Жигулева И.С. и др. Расчет охлаждаемых медных тоководов для криогенных электротехнических устройств. – "Электротехника", 1975, №1, с.44–47
20. Орлова М.П. Низкотемпературная термометрия. М., Изд-во стандартов, 1975, 160 с.
21. Самсонов Г.В., Киц А.И., Кюздин О.А. и др. Датчики для измерения температуры в промышленности. Киев, "Наукова Думка", 1972, 223 с.
22. Каганер М.Г., Семенова Р.С. Исследование переноса тепла по горловине сосудов для жидкого кислорода. ИФЖ, 1964, т.7, №8, с.97–102
23. Горбачев С.П. Теоретическое и экспериментальное исследование теплообмена в горловине криогенного сосуда. Труды НПО "Криогенмаш", выпуск 17. М., 1975, с.70–80
24. Голубков В.С., Панкратов Н.Л. Расчет скорости испарения гелия в безазотных криостатах с высоковакуумной изоляцией. ИФЖ, 1970, т.19, №1, с.53–61
25. Голубков В.С., Панкратов Н.Л. Оптимальные размеры трубки подвеса в безазотных гелиевых криостатах. ИФЖ, 1974, т.26, №2, с.220–225
26. Чистяков С.Ф., Радун Д.В. Теплотехнические измерения и приборы. М., "Высшая школа", 1972, 392 с.
27. Зарубин Л.И., Немиш И.Ю. Полупроводниковая криогенная термометрия. – В кн.: Полупроводниковая техника и микроэлектроника, вып.16, Киев, "Наукова Думка", 1974, 3–12 с.
28. Зарубин Л.И., Немиш И.Ю. Характеристики термометров сопротивления для криогенных температур. – В кн.: Полупроводниковая техника и микроэлектроника, вып.16, Киев, "Наукова Думка", 1974, 77–79 с.
29. Калинкина И.Н. Зависимость сопротивления угольных термометров от температуры. ПТЭ, 1963, №3, с.204
30. Ардашев В.И. Измерение низких температур. М., МВТУ им. Н.Э.Баумана, 1976
31. Бродский А.Д. Новые методы измерения низких температур. М., Стандартгиз, 1962, 131 с.

Соколова Екатерина Владимировна

Техника низкотемпературного эксперимента

Учебное пособие

В авторской редакции

Редакционно-издательский отдел Университета ИТМО

Зав. РИО

Н.Ф. Гусарова

Подписано к печати

Заказ №

Тираж

Отпечатано на ризографе

Редакционно-издательский отдел
Университета ИТМО
197101, Санкт-Петербург, Кронверкский пр., 49, литер А