

PACS: 82.80.Ej

П.Н. Постол, Л.В. Бережная, В.Ф. Русаков, Г.Г. Левченко

## КРИОСТАТ ЗАМКНУТОГО ЦИКЛА ДЛЯ МЕССБАУЭРОВСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ ПОД ДАВЛЕНИЕМ

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины  
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина  
E-mail: g-levch@ukr.net

Статья поступила в редакцию 30 марта 2011 года

*Для мессбауэровских измерений в диапазоне температур 4.2–325 К разработан криостат замкнутого цикла с установленной камерой высокого давления (КВД), использующий вместо жидких криоагентов механический криоохладитель.*

**Ключевые слова:** криоохладитель, компрессор, виброизоляционный стенд, обменный газ

Для исследовательских работ в условиях низких температур используют криостаты различных конструкций. Нами были разработаны и созданы криостаты (азотный [1] и гелиевые [2]), работа которых основана на применении хладосодержания жидких криоагентов (азот и гелий). Криостатирование сопровождается уменьшением криоагента, покидающего криостат, в рабочем режиме и режиме хранения (с течением времени). Время работы заливных криостатов зависит от теплофизических свойств криоагентов, его объема и качества теплоизоляции. Температурные границы криостатирования определяются теплофизическими свойствами криоагентов и давлением в зоне отвода их паров. Использование таких криостатов (открытого цикла) выгодно при наличии вблизи установок для получения жидких криоагентов. В условиях с ограниченными возможностями получения криопродуктов (жидких азота и гелия) удобно использовать криостаты с замкнутым циклом, в которых для захлаживания образцов применяют механические криоохладители. Отличительной особенностью конструкции криостата замкнутого цикла является отсутствие емкостей для жидких криоагентов. Рабочая камера с исследуемым образцом закреплена теплопроводным контактом на первой ступени криоохладителя (4.2 К) и охвачена радиационным экраном, механически связанным со второй ступенью криоохладителя (78–50 К).

В мировой практике изготавливают криоохладители с использованием циклов: Стирлинга, Вюлемье, Гиффорда–Мак-Магона, Брайтона, Клода и др. Они отличаются по весовым, мощностным характеристикам, а также по

ресурсу работы. Так, цикл Стирлинга имеет преимущества по энергетическим и весовым показателям, но обладает малым ресурсом работы [3]. Криоохладители, использующие цикл Гиффорда–Мак-Магона, при повышенных весовых характеристиках и энергопотреблении обладают ресурсом работы, в 2–3 раза большим, чем использующие цикл Стирлинга [3]. Это свойство является определяющим для систем криостатирования, работающих длительно, поэтому в них предпочтительнее использовать механическую криогенную установку с циклом Гиффорда–Мак-Магона.

При выборе такой установки, которая будет соответствовать условиям наших исследований, необходимо определить тепловую энергию, поступающую в рабочую камеру. Эти расчеты можно выполнить, используя данные по криостатам открытого цикла с аналогичной рабочей камерой. К примеру, гелиевый криостат объемом гелиевой емкости 5 л согласно технической характеристике расходует жидкий гелий в течение 1 д (24 h). Тогда приток тепла в рабочую камеру определяется по формуле

$$Q = mr/t \text{ [W]},$$

где  $m$  – масса жидкого гелия, kg,  $m = V\rho$  ( $V$  – объем гелиевой емкости,  $\rho$  – плотность жидкого гелия,  $\rho = 0.125 \text{ kg/l}$  [4]);  $r$  – скрытая теплота парообразования жидкого гелия,  $r = 20000 \text{ J/kg}$  [4];  $t$  – время испарения жидкого гелия,  $t = 24 \times 3600 \text{ s}$ .

Подставляя значения, получаем теплоприток в рабочую камеру гелиевого криостата  $Q \approx 0.145 \text{ W}$  (при наличии азотного экрана 78 K). В рабочем режиме, при изменениях температуры образца, тепловая нагрузка на криоохладитель может возрастать. С учетом этого, а также с целью уменьшения времени выхода на рабочий режим 4.2 K криоохладитель необходимо использовать с увеличенным запасом по холодопроизводительности. Для нашего варианта, с учетом минимальных массогабаритных характеристик, наиболее подходит криоохладитель SR DK-205D производства Sumitomo Heavy Industries (Япония), работающий на замкнутом газовом цикле Гиффорда–Мак-Магона с двумя температурными ступенями (рис. 1).



Рис. 1. Криоохладитель SRDK-205D

#### Технические характеристики криоохладителя

Холодопроизводительность:	
1-я ступень	
при температуре 4.2 K	0.5 W
2-я ступень	
при температуре 50 K	3 W
Минимальная температура (при минимальных теплопритоках)	2.8 K
Время захлаживания до 4.2 K, не более	90 min
Вес	15 kg
Габариты	512 × 294 × 180 mm

Криоохладитель работает с гелиевым газовым компрессором с водяным охлаждением CSW-21 производства Сумитомо Хеви Индастриз (Япония) (рис. 2).



Рис. 2. Компрессор

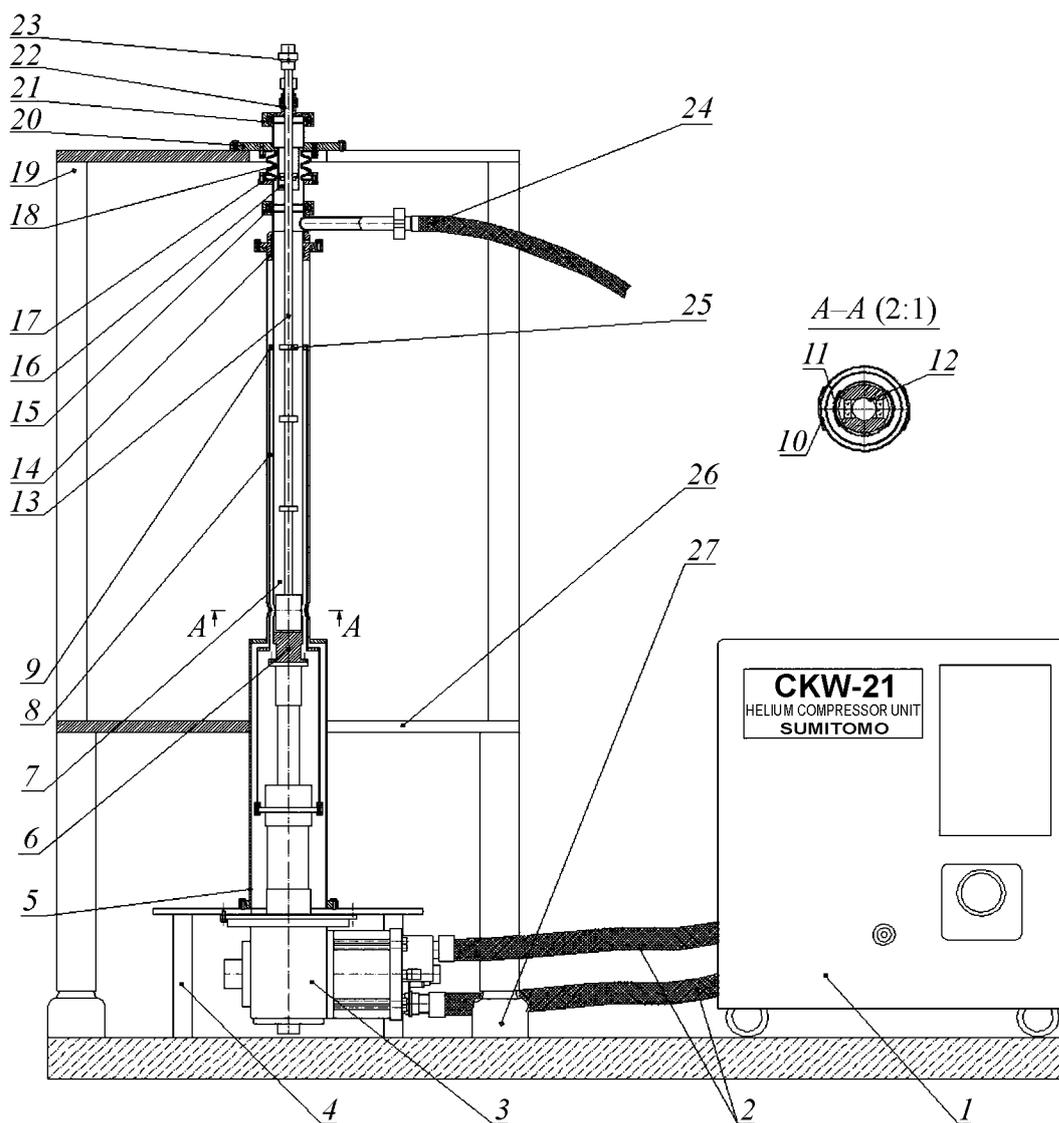
**Технические характеристики компрессора**

Потребляемая мощность	2.8 kW
Питание 3-фазное	380 V
Расход охлаждающей воды	3.3 l/min
Вес	70 kg
Габариты	461 × 400 × 550 mm
Температура охлаждающей воды	4–28°C

В комплект компрессора входят: газовые линии длиной 10 м, соединяющие компрессор и криоохладитель; кабель управления длиной 5 м; кабель криоохладителя длиной 6 м.

На основании выбранных криоохладителя и компрессора разработан криостат замкнутого цикла (рис. 3). Криостат состоит из компрессора 1 и криоохладителя 3, соединенных газовыми линиями 2. Криоохладитель своим фланцем крепится к подставке 4, а его холодная часть помещена в вакуумный кожух 5. Посредством теплопроводного контакта 6 первая ступень (4.2 К) криоохладителя механически связана с рабочей камерой 7 криостата. Радиационный экран 8 охватывает рабочую камеру и болтовым соединением связан со второй ступенью (50 К) криоохладителя, а в верхней части теплопроводным контактом 9 укреплен на рабочей камере. Такая конструкция позволяет благодаря радиационному экрану уменьшить теплоприток в рабочую камеру из окружающей среды как от излучения, так и от тепла, поступающего по «тепловому мосту» самой камеры.

Вакуумный кожух и рабочая камера оснащены майларовыми окнами 10, 11 (рис. 3, сечение А–А). В рабочей камере размещена КВД 12 с исследуемым образцом, закрепленная на держателе 13. Фланцевое соединение 14 с уплотнительными элементами между рабочей камерой и вакуумным кожухом позволяет герметично разделить вакуумную полость и обменный газ рабочей камеры. Быстросъемное соединение 15 серии KF или NW позволяет извлекать КВД с держателем из рабочей камеры криостата. Точность установки КВД в рабочей камере криостата обеспечивает устройство для центровки 16. Фланцевое соединение 17 предназначено для крепления узла сильфонной виброразвязки 18 к криостату и его стенду 19 фланцем 20. Соединение 21 серии KF или NW позволяет извлекать держатель КВД при выполнении монтажных работ. Грибковое уплотнение 22 предназначено производить корректировку расположения КВД в рабочей камере в процессе экспериментальных исследований, не нарушая ее герметичности. В КВД установлены датчики давления и температуры, а также нагреватель.



**Рис. 3.** Криостат замкнутого цикла: 1 – компрессор; 2 – газовые линии; 3 – криоохладитель; 4 – подставка; 5 – вакуумный кожух; 6 – теплопроводный контакт; 7 – рабочая камера; 8 – радиационный экран; 9 – теплопроводный контакт; 10, 11 – соответственно «теплое» и «холодное» окна; 12 – КВД; 13 – держатель; 14 – фланцевое соединение с уплотнительными элементами; 15 – быстросъемное соединение; 16 – устройство центровки; 17 – фланцевое соединение; 18 – узел сильфонной виброразвязки; 19 – стенд; 20 – фланец; 21 – соединение; 22 – грибковое уплотнение; 23 – герметичный разъем; 24 – газовая линия; 25 – радиационные экраны; 26 – полка; 27 – виброизоляционные пневматические подушки

Вывод электрических сигналов от них осуществляется герметичным разъемом 23. Такие же датчик температуры и нагреватель установлены на первой ступени криоохладителя (теплопроводный контакт 6). Откачка и заполнение рабочей камеры криостата обменным газом (газообразный гелий) осуществляется газовой линией 24, оснащенной соединением серии KF или NW. Для уменьшения теплоподвода к исследуемому образцу на держателе КВД уста-

новлены радиационные экраны 25. Оборудование для мессбуаэровских измерений размещено на полке 26 стенда криостата, который установлен на виброизоляционные пневматические подушки 27. Использование сильфонной виброразвязки и пневматических подушек стенда позволяет устранить передачу вибрации от криоохладителя к образцу и мессбуаэровскому оборудованию благодаря тому, что держатель образца изолирован от криоохладителя, но термически связан обменным газом.

Криостат должен комплектоваться устройством регулирования и поддержания температуры (термоконтроллером), средствами откачки (вакуумным насосом) и теплообменным газом (газообразным гелием).

Работа криостата заключается в следующем. После установки КВД в рабочую камеру производится ее откачка. Посредством термоконтроллера криоохладителю задается требуемая температура, при достижении которой в рабочую камеру подают газообразный гелий. В результате происходит охлаждение КВД с образцом до заданной температуры за счет теплообмена рабочей камеры с охлажденными ступенями криоохладителя. При работе в условиях комнатных температур включают нагреватели, не используя охладитель. Регулировка и контроль температуры осуществляются термоконтроллером типа 332S производства ЛейкШор (США), который обеспечивает точность криостатирования образцов  $\pm 0.5$  К.

#### *Достоинства криостатов замкнутого цикла*

Криостаты замкнутого цикла, в отличие от заливных, расходуют энергию только в рабочем режиме и не требуют:

- емкостей для жидких криоагентов;
- жидких криоагентов;
- транспортных сосудов Дьюара;
- технологических операций по доливке жидких криоагентов в процессе проведения длительных экспериментальных исследований;
- приспособлений для заливки криоагентов (сифон гелиевый и др.);
- газгольдерной системы для сбора испарившегося жидкого гелия и других ценных или опасных криоагентов.

Криостаты замкнутого цикла позволяют осуществлять:

- экспериментальные исследования любой длительности в заданном режиме;
- переход из одного температурного режима в другой оперативно, без применения дополнительного оборудования и средств.

Такие криостаты могут использоваться в учебных и научно-исследовательских учреждениях, на промышленных предприятиях (где необходимы криогенные температуры). При этом они не требуют больших эксплуатационных расходов.

**Технические характеристики криостата замкнутого цикла:** температурный интервал работы криостата 4.2–325 К; время выхода на температурный режим в диапазоне 4.2–325 К – не более 150 min; внутренний диаметр

рабочей камеры 34.4 mm; диаметр теплых окон 18 mm; диаметр холодных окон 16 mm; высота криостата, установленного на стенде, от уровня пола 1365 mm; габариты стенда 1220 × 810 × 610 mm.

1. П.Н. Постол, Л.В. Бережная, А.И. Скрыпаль, В.Ф. Ховяков, С.А. Терехов, Г.Г. Левченко, ФТВД **18**, № 2, 145 (2008).
2. П.Н. Постол, Л.В. Бережная, С.А. Терехов, Г.Г. Левченко, ФТВД **20**, № 1, 133 (2010).
3. А.М. Кабанов, В.Н. Муринец-Маркевич, в сб.: Техника низких температур, Наукова думка, Киев (1979), с. 99.
4. М.П. Малков и др., Справочник по физико-техническим основам криогеники, Энергия, Москва (1973).

*П.М. Постол, Л.В. Бережна, В.Ф. Русаков, Г.Г. Левченко*

### КРИОСТАТ ЗАМКНУТОГО ЦИКЛУ ДЛЯ МЕСБАУЕРІВСЬКИХ ВИМІРІВ ПІД ТИСКОМ

Для месбауерівських вимірювань в діапазоні температур 4.2–325 К розроблено криостат замкнутого циклу зі встановленою камерою високого тиску (КВТ), що використовує механічний криоохолоджувач замість рідких криоагентів.

**Ключові слова:** криоохолоджувач, компресор, віброізоляційний стенд, обмінний газ

*P.N. Postol, L.V. Berejnaya, V.F. Rusakov, G.G. Levchenko*

### THE CRYOSTAT OF CLOSED CYCLE FOR MÖSSBAUER MEASUREMENTS UNDER PRESSURE

The cryostat of closed cycle with the set high pressure chamber (HPC) was developed for Mössbauer measurements in the range of temperatures 4.2–325 K with using mechanical cryocooler instead of cryogenic liquids.

**Keywords:** cryocooler, compressor, a vibration isolation stand, exchange gas

**Fig. 1.** Cryocooler SRDK-205D

**Fig. 2.** Compressor

**Fig. 3.** The cryostat of closed cycle: 1 – compressor; 2 – gas lines; 3 – cryocooler; 4 – stand; 5 – vacuum case; 6 – heat-conducting contact; 7 – process chamber; 8 – radiation shield; 9 – heat-conducting contact; 10, 11 – «warm» and «cold» windows, respectively; 12 – HPC; 13 – holder; 14 – butt joint with sealing elements; 15 – quick-detachable joint; 16 – centering facilities; 17 – butt joint; 18 – vibration isolation stage; 19 – stand; 20 – flange; 21 – joint; 22 – fungous joint; 23 – connector; 24 – gas line; 25 – radiation shields; 26 – ledge; 27 – vibration isolation air dampers