

P8-2005-23

А. Н. Черников, В. В. Журавлев,
В. А. Ульянов*, В. А. Трунов*,
А. П. Булкин*, М. Р. Колхидашвили*

ШАХТНЫЙ КРИОСТАТ ДЛЯ ПОРОШКОВОЙ
ДИФРАКЦИИ НЕЙТРОНОВ НА ОСНОВЕ
РЕФРИЖЕРАТОРА ЗАМКНУТОГО ЦИКЛА
ДЛЯ РАБОТЫ В ДИАПАЗОНЕ ТЕМПЕРАТУР
6–300 К

* Петербургский институт ядерной физики РАН, Гатчина

Черников А. Н. и др. P8-2005-23

Шахтный криостат для порошковой дифракции нейтронов на основе рефрижератора замкнутого цикла для работы в диапазоне температур 6–300 К

Описан шахтный криостат на основе рефрижератора замкнутого цикла CoolPower 5/100T. Криостат предназначен для проведения работ по нейтронной дифракции с порошковыми образцами диаметром до 18 мм и длиной до 100 мм в диапазоне температур 6,2–300 К. Порошковый образец помещается в ампулу, изготовленную из TiZr-сплава. Образец охлаждается при помощи теплообменного газа — гелия-4, связанного с теплообменником второй ступени рефрижератора. Смена образцов может быть осуществлена в потоке теплообменного газа в диапазоне рабочих температур на образце без остановки рефрижератора. Минимальная достигнутая температура образца 6,2 К при точности стабилизации температуры образца 0,1 К. Температура изменялась и стабилизировалась при помощи контроллера, связанного с персональным компьютером. Приводятся зависимости изменения температуры ампулы образца от времени при охлаждении и нагревании.

Работа выполнена в Лаборатории нейтронной физики им. И.М.Франка ОИЯИ.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна, 2005

Chernikov A. N. et al. P8-2005-23

Shaft Cryostat on the Basis of a Closed-Circuit Refrigerator for Neutron Powder Diffraction Studies in the Temperature Range 6–300 K

A description of a cryostat on the basis of the closed cycle refrigerator CoolPower 5/100T for operation in the temperature range 6.2–300 K is presented. The cryostat is intended for a sample up to 18 mm in diameter and up to 100 mm of length. The reload of the sample placed into the ampoule, which is made of TiZr alloy, is performed at any temperature of the refrigerator with the help of an insert. Thermal connection between the sample and the heat exchanger of the refrigerator second step is performed with the help of heat exchange gas helium-4. The minimal temperature of the sample is 6.2 K at the accuracy of the temperature stabilization of the sample 0.1 K. Measurement and temperature stabilization is performed by a controller connected with a computer. Dependences of temperature measurements on time at cooling and heating are presented. The shaft cryostat was developed to carry out the experiments on neutron diffraction from powder samples.

The investigation has been performed at the Frank Laboratory of Neutron Physics, JINR.

Communication of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna, 2005

ВВЕДЕНИЕ

В лаборатории исследования материалов ПИЯФ РАН создан порошковый дифракционный комплекс (ПДК). Этот комплекс предназначен для определения и уточнения кристаллических и магнитных структур веществ. Проведение таких исследований имеет обширную сферу применения в фундаментальной физике твердого тела (например, исследование высокотемпературных сверхпроводников, перовскитов с колоссальным магнитосопротивлением и родственных материалов; определение магнитных структур в интерметаллидных соединениях и в смешанных оксидах редкоземельных и переходных металлов и т.д.). Для выполнения этих исследований необходимо по определенной программе изменять и удерживать в течение длительного времени (несколько часов) температуру ампулы с порошковым образцом в широком диапазоне температур. Для проведения работ в низкотемпературном диапазоне температур от 6,2 до 300 К в Лаборатории нейтронной физики ОИЯИ был разработан и создан шахтный криостат на основе рефрижератора замкнутого цикла.

1. КОНСТРУКЦИЯ ШАХТНОГО КРИОСТАТА

В качестве основы для разработки использовался рефрижератор с циклом Гиффорда–Мак-Магона [1, 2] с холодной головкой CoolPower 5/100T (минимально достижимая температура по паспорту — 5 К) и компрессором CoolPak 6000 мощностью 6 кВт фирмы Leybold. На рис. 1 представлена схема криостата. На рис. 2 показана шахта криостата с тепловым мостом ко второй ступени холодной головки, а на рис. 3 — фотография шахты криостата с тепловым мостом и экранами из нитрида бора для формирования падающего на образец нейтронного пучка. На рис. 4 показано горизонтальное сечение криостата в средней части вакуумного стакана.

Холодная головка CoolPower 5/100T устанавливается на фланце криостата при помощи стандартного фланца ISO 160 (см. рис. 1). На фланце по центральной оси устанавливается узел-шахта (рис. 2) для ввода образца, патрубков которого уплотняется шлюзовым устройством криостата. Шлюзовое устройство криостата имеет фланец NW25 для введения образца, на котором мы располагали уплотнение Вильсона для введения штанги с образцом, и фланец NW16 для откачки и наполнения шахты гелием-4, используемым в качестве теплообменного газа. Шахта криостата имеет канал для введения образца, изготовленный из стальной трубки марки X18H10T диаметром 20 мм

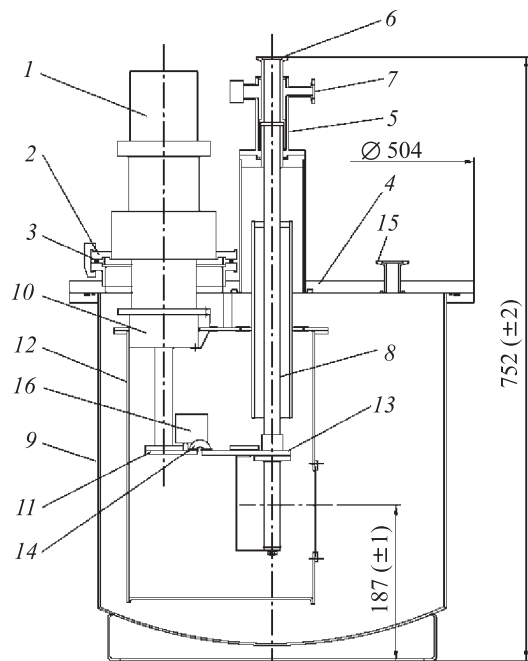


Рис. 1. Схема криостата. 1 — холодная головка CoolPower 5/100T; 2 — фланец стандарта ISO 160; 3 — уплотнение ISO 160; 4 — фланец криостата; 5 — шлюзовое устройство криостата; 6 — фланец NW25 для ввода образца; 7 — фланец NW16 для вакуумирования и наполнения гелием шахты; 8 — шахта; 9 — корпус криостата; 10 — первая ступень холодной головки; 11 — вторая ступень холодной головки; 12 — тепловой экран; 13 — теплообменник; 14 — гибкий тепловой мост; 15 — три фланца NW25; 16 — сорбционный насос

с толщиной стенки 0,3 мм, оканчивающийся теплообменником, к которому на индиевом уплотнении крепится вакуумный стакан для образца.

Температура образца изменяется при помощи нагревателя, который привинчивается на подложку с верхней стороны теплообменника. Шунтирующий медный теплопровод предназначен для выравнивания температуры вдоль вакуумного стакана. Теплопровод привинчивается к теплообменнику снизу строго под подложкой нагревателя. Теплопередача от второй ступени холодной головки к теплообменнику обеспечивается посредством медного фланца и гибкого моста (см. рис. 2). Центровка ампулы с образцом обеспечивалась при помощи центрирующих войлочных шайб на вставке. Так как криостат предназначен для дифракции нейтронов, ампула изготовлена из TiZr-сплава с нулевой когерентной длиной рассеяния, а вакуумный стакан — из ванадия.

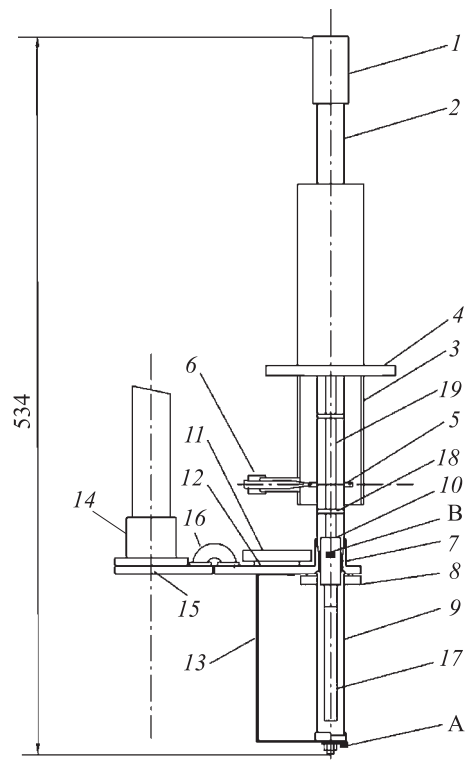


Рис. 2. Схема шахта криостата с тепловым мостом ко второй ступени холодной головки. 1 — патрубок; 2 — канал шахты; 3 — экран шахты; 4 — фланец; 5 — центровочное кольцо; 6 — центровочные винты; 7 — медный теплообменник; 8 — накидной фланец; 9 — вакуумный стакан; 10 — медный держатель; 11 — нагреватель; 12 — медная подложка нагревателя; 13 — шунтирующий медный теплопровод; 14 — вторая ступень холодной головки; 15 — медный фланец; 16 — гибкий тепловой мост; А, В — термодатчики; 17 — ампула с образцом; 18 — центрирующие войлочные шайбы; 19 — вставка

Размеры канала шахты, теплообменника и вакуумного стакана позволяют работать с образцом до 18 мм в диаметре длиной до 100 мм. Вакуумирование шахты и напуск гелия производится при помощи газового пульта.

Корпус криостата и тепловой экран первой ступени холодной головки изготовлены из алюминиевого сплава АМГ2. Тепловой экран имеет окно из листового ванадия толщиной 0,2 мм (см. рис. 4). На фланце (4, рис. 1) расположены три фланца NW25, которые используются для откачки криостата, размещения датчика измерения вакуума, а также для вывода измерительных

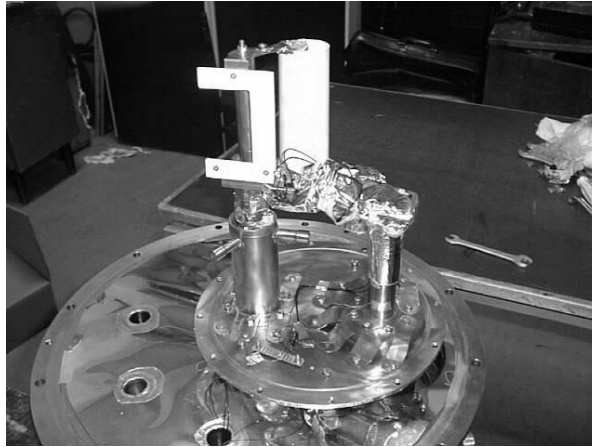


Рис. 3. Фотография шахты криостата с экранами из нитрида бора

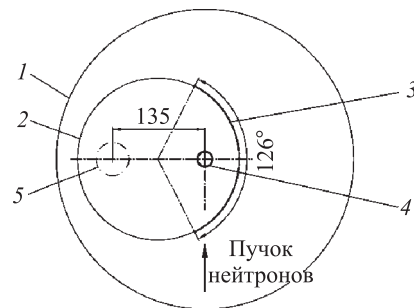


Рис. 4. Горизонтальное сечение криостата в середине камеры образца. 1 — корпус криостата наружным диаметром 434 мм с толщиной стенки из алюминиевого сплава АМГ2; 2 — экран первой ступени холодной головки; 3 — окно для нейтронов из листового ванадия; 4 — вакуумный стакан; 5 — положение второй ступени холодной головки

проводов термодатчиков и проводов нагревателя. Вакуум в криостате обеспечивается на предварительном этапе откачкой форвакуумным насосом. При достижении вакуума 10^{-2} мм рт. ст. форвакуумный насос отсекается вентилем. После включения рефрижератора при температуре ниже 100 К начинает работать сорбционный насос, который расположен на второй ступени холодной головки. Такой порядок поддержания вакуума нам представляется удачным, так как не требует применения дорогостоящего турбомолекулярного насоса.

2. УПРАВЛЕНИЕ КРИОСТАТОМ

На рис. 5 изображена структурная схема измерения и стабилизации температуры.

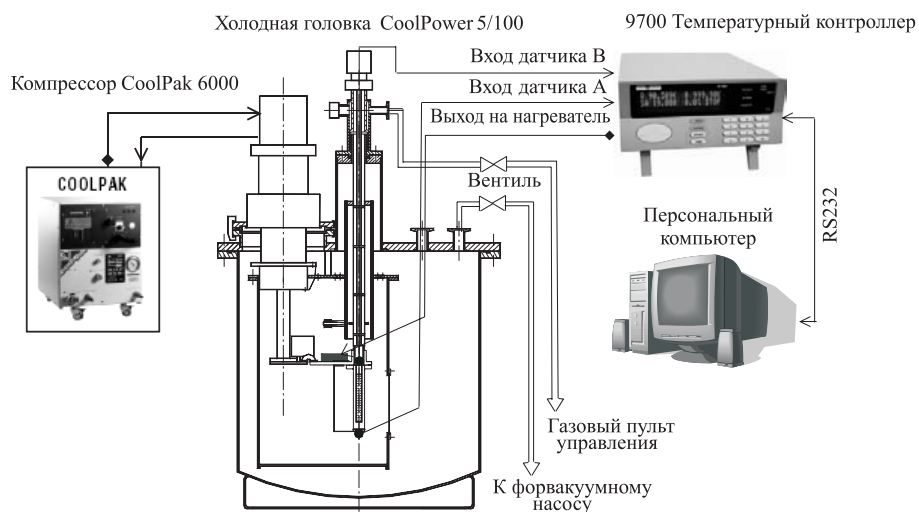


Рис. 5. Структурная схема измерения температуры и управления криостатом

Для регулирования температуры используется нагреватель фирмы Leybold 50 Ом, 50 Вт.

Контроллер модели 9700 фирмы Scientific Instruments имеет два входа для измерения температуры. К контроллеру могут подключаться два типа температурных датчиков: Si-диоды и термопары (J, K, T, R, S, E, CrAu). В память контроллера заносятся калибровочные кривые на любой из перечисленных типов датчиков. В криостате использованы Si-диоды DT470 (Leybold). Мощность выхода на нагреватель 50 Вт (1 А) с PID-режимом управления.

Для управления криостатом была создана программа, предназначенная для взаимодействия PC с контроллером температуры модели 9700 на основе передач команд и получении данных через последовательный порт RS-232. Главное окно программы показано на рис. 6.

Программа выполняет следующие функции:

- чтение из контроллера текущей температуры (channel A, B);
- чтение из контроллера мощности нагревателя (Heater Output) и проверка срабатывания аварийного датчика (Heater alarm);
- чтение текущих PID-параметров;

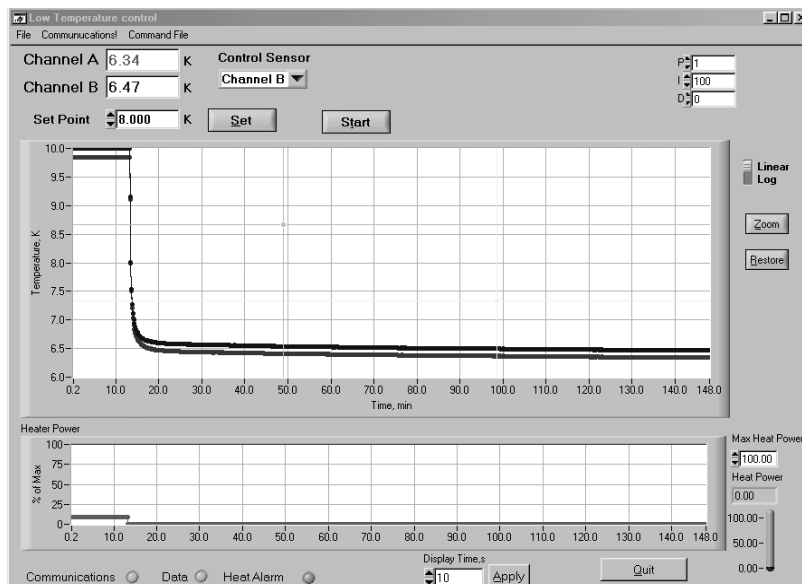


Рис. 6. Главное окно программы

- выбор управляющего канала (переключатель Control Sensor) А или В, по которому выполняется стабилизация температуры;
- запись стабилизируемой температуры в контроллер (кнопка Set);
- запуск и останов стабилизации температуры (кнопка Start/Stop);
- вывод текущей температуры и мощности нагревателя в виде графика, в линейном и логарифмическом масштабе (переключатель Linear/Log);
- возможность масштабирования графика (кнопки Zoom, Restore);
- запись данных измерения в файл;
- задание интервала времени вывода очередной точки на экран (кнопка Apply).

3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ

В результате испытаний была достигнута минимальная температура 6,2 К (по термометру В, расположенному на вставке на медном держателе вблизи ампулы образца). При этом температура второй ступени холодной головки была 5,0 К. Время охлаждения до 10 К порядка 100 мин. На рис. 7 приведена зависимость температуры в криостате от времени при отключенном

нагревателе. Из графика видно, что во время переходного процесса в процессе охлаждения от 300 до 10 К температура внизу вакуумного стакана и температура ампулы образца внутри шахты различаются, но при установив-

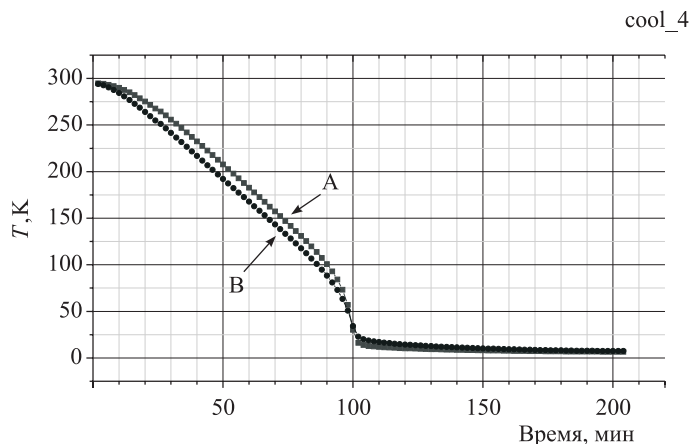


Рис. 7. Временная характеристика захлаживания. Термодатчики установлены: А — в вакууме внизу вакуумного стакана; В — на вставке на медном держателе в гелиевой атмосфере (рис. 2)

шейся температуре показания термодатчиков совпадают. Дальнейшие испытания были направлены на подбор оптимальных PID-параметров регулирования температуры с использованием температурного контроллера 9700 и программы управления контроллером, установленной на РС. В результате были получены PID-параметры, равные 14, 200, 28. Значения этих параметров использовались для регулирования во всем температурном диапазоне от 10 до 300 К. Стабилизация производилась по термодатчику В, расположенному на вставке, результаты приведены на рис. 8.

Разность показаний датчиков А и В в режиме стабилизации при установившемся переходном процессе меньше 0,3 К для диапазона температур $6,2 < T < 150$ К и расходится при > 150 К. По-видимому, такое поведение связано с зависимостями от температуры теплоемкостей и теплопроводностей конструкционных материалов, использованных в криостате.

Для выяснения вопроса о градиенте температуры по высоте в ампуле образца была сделана специальная измерительная штанга с тремя термопарами. Термопары были размещены по высоте ампулы на расстоянии 35 мм друг от друга. Поскольку штанга образца с датчиком В была заменена на специальную измерительную штангу с тремя термопарами, то регулирование температуры проводилось по датчику А. Наличие градиента было проверено при температурах 6,2; 50,0; 99,88; 200,5; 250,3 К. Было получено, что раз-

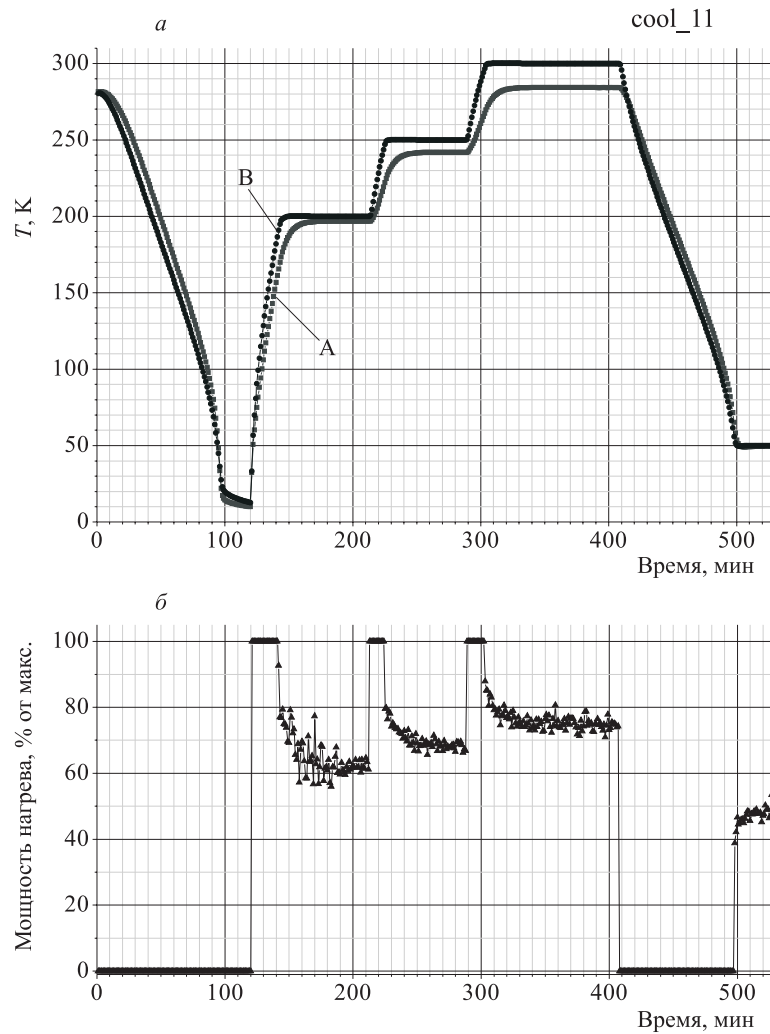


Рис. 8. Зависимость температуры в кристате от времени для двух термодатчиков А и В. а) процесс охлаждения от 300 до 10 К, затем процесс нагревания и стабилизации при температурах 200, 250, 300 К, а также процесс охлаждения и стабилизации при температуре 50 К; б) изменение мощности нагревателя в процессе регулирования температуры (нагреватель)

ница в показаниях термопар практически отсутствует на уровне 0,1–0,2 К, то есть температура по высоте ампулы образца практически одинакова для диапазона температур от 6,2 до 300 К.

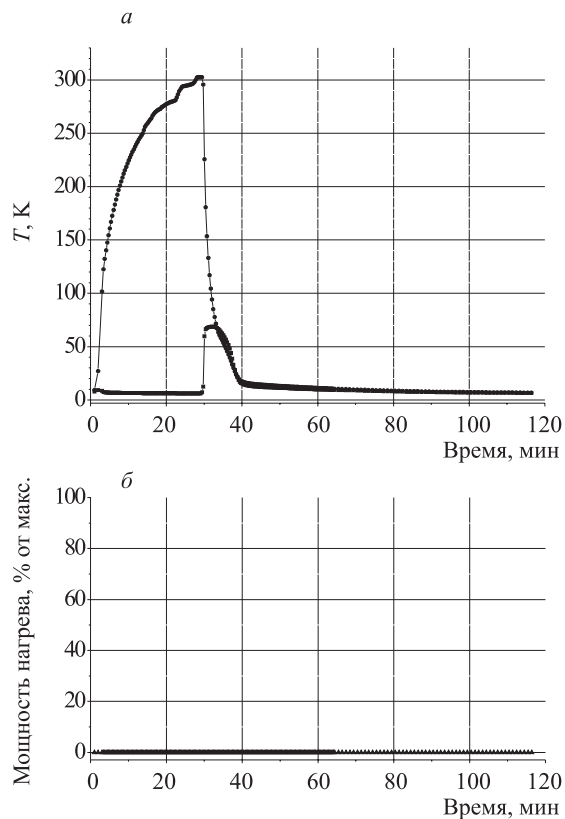


Рис. 9. а) Зависимость температуры от времени в криостате и в ампуле образца при удалении штанги образца из шахты криостата и при загрузке ее обратно для двух термодатчиков А и В. б) График показывает, что мощность нагревателя в этом процессе равнялась 0; —▲— нагреватель

Криостат позволяет заменить образец в потоке гелия при работающем рефрижераторе и любой температуре рабочего диапазона. Эта возможность была проверена при температуре 9 К. Штанга с ампулой образца и датчиком температуры В в потоке гелия была извлечена из шахты криостата, перенесена в комнату, отогрета до 300 К и в потоке гелия вставлена обратно. Результаты этого эксперимента приведены на рис. 9.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Данный криостат может использоваться и с другими холодными головками. Например, для работы в температурном диапазоне 3–200 К может ис-

пользоваться холодной головка РТ405 на основе импульсных труб фирмы Cryomech, USA. Достоинством РТ405 является также низкий уровень вибраций.

Конструкция криостата предусматривает изменение размеров канала шахты и образца в зависимости от желания заказчика.

В заключение авторы считают своим долгом выразить благодарность А. В. Белушкину за поддержку и постоянное внимание к работе, а также И. В. Натканцу и В. Г. Симкину за помощь в работе и полезные обсуждения.

ЛИТЕРАТУРА

1. Экспериментальное оборудование спектрометров реактора ИБР-2 «Окружение образца» / Под ред. В. Г. Симкина. Дубна: ОИЯИ, 200. 59с.
2. *Bailey I. F.* A review of sample environments in neutron scattering. // *Z. Kristallogr.* 2003. V. 218. P. 84–95.

Получено 11 марта 2005 г.

Редактор *М. И. Зарубина*

Подписано в печать 30.06.2005.

Формат 60 × 90/16. Бумага офсетная. Печать офсетная.

Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 1,32. Тираж 255 экз. Заказ № 54948.

Издательский отдел Объединенного института ядерных исследований
141980, г. Дубна, Московская обл., ул. Жолио-Кюри, 6.

E-mail: publish@pds.jinr.ru

www.jinr.ru/publish/