

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ**  
**МОСКОВСКИЙ ИНЖЕНЕРНО-ФИЗИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ**  
**(ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ)**

*И.Ю. Безотосный, Г.И. Жабрев, И.А. Руднев*

# **ТЕХНИКА НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУР**

## **Лабораторный практикум**

*Рекомендовано УМО "Ядерные физика и технологии"*  
*в качестве учебного пособия*  
*для студентов высших учебных заведений*

Москва 2008

УДК 536.483(076.5)

ББК 22.317я7

Б40

Безотосный И.Ю., Жабрев Г.И., Руднев И.А. **Техника низких температур: Лабораторный практикум.** – М.: МИФИ, 2008. 80 с.

Изложены различные экспериментальные методики изучения свойств жидкого гелия, низкотемпературной термометрии, получения и измерения высокого вакуума и магнитных полей сверхпроводящих соленоидов.

Практикум предназначен для студентов, обучающихся по специальности «Физика конденсированного состояния вещества» и специализирующихся по кафедре «Физика твердого тела и наносистем», студентов факультета ЭТФ, слушающих курс «Основы сверхпроводимости», а также может быть рекомендован для слушателей групп повышения квалификации специалистов в области высокотемпературной сверхпроводимости.

Пособие подготовлено в рамках Инновационной образовательной программы МИФИ.

Рецензент к.т.н., доцент К.В. Куценко

ISBN 978-5-7262-1027-8

© *Московский инженерно-физический институт*  
(*государственный университет*), 2008

## **ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ**

### **В ходе подготовки к лабораторной работе следует:**

- внимательно прочитать описание работы (при необходимости воспользоваться списком рекомендованной литературы);
- разобраться в порядке выполнения лабораторной работы и схеме измерения;
- ответить на все контрольные вопросы, предлагаемые в работе;
- подготовить краткое (1-2 стр.) описание лабораторной работы с необходимыми схемами;
- подготовить съемный носитель (дискету/флешку) для записи полученных результатов.

### **В ходе выполнения лабораторной работе необходимо:**

- строго следовать указаниям преподавателя и инженера, ведущих лабораторную работу;
- провести измерения, указанные в задании к работе.

### **Оформление и сдача лабораторной работы:**

- используя полученные результаты построить указанные в задании зависимости и рассчитать указанные величины, определить ошибки измерения;
- написать выводы относительно полученных результатов (сравнить с теоретическими предсказаниями).

# ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 1

## ПОЛУЧЕНИЕ И ИЗМЕРЕНИЕ ВЫСОКОГО ВАКУУМА

*Цель: приобретение практических навыков работы со средствами вакуумной откачки и приборами для измерения давления разреженных газов.*

### Введение

В работе научных лабораторий, занимающихся вопросами физики и технического применения сверхпроводимости, немаловажную роль играет грамотное использование выпускаемого промышленностью большого многообразия средств вакуумной откачки. Создание и эксплуатация различных криостатов для исследования свойств сверхпроводящих соединений часто включает в себя необходимость выбора адекватных вакуумных откачных средств и приборов для измерения давления разреженных газов в криостатах.

### Основные определения и соотношения вакуумной техники

Состояние разреженного газа при давлении ниже атмосферного называется вакуумом. Количественной характеристикой состояния является давление  $p$ , единицей измерения которого служит паскаль (Па). В вакуумной технике в настоящее время также используются приборы для измерения степени разрежения, градуированные в других единицах. Перевод различных единиц давления приведен в табл. 1.1.

Таблица 1.1

	Па	мбар	атм	торр (мм рт.ст.)
Па	1	$10^{-2}$	$9,87 \cdot 10^{-6}$	$7,5 \cdot 10^{-3}$
мбар*	$10^2$	1	$9,87 \cdot 10^{-4}$	0,75
атм	101325	1013,25	1	760
торр	133,32	1,3332	$1,32 \cdot 10^{-3}$	1

\* Данная единица используется в основном в США.

Интенсивность протекания физико-химических процессов в вакууме зависит от соотношения между числом столкновений молекул газа со стенками ограничивающего его вакуумного объема, характеризующимся отношением средней длины свободного пробега  $\lambda$  к характерному линейному размеру сосуда  $L$ . Это отношение называется числом Кнудсена и оно положено в основу условного разделения областей вакуума на следующие диапазоны:

- **низкий вакуум** –  $\lambda \ll L, 10^5 > p > 100$  Па;
- **средний вакуум** –  $\lambda \cong L, 100 > p > 0,1$  Па;
- **высокий вакуум** –  $\lambda \gg L, 0,1 > p > 10^5$  Па;
- **сверхвысокий вакуум** – характеризуется давлением газа, при котором не происходит заметного изменения свойств поверхности за время, существенное для рабочего процесса, обычно  $p < 10^{-5}$  Па (в экспериментальной аппаратуре по сверхпроводимости сверхвысокий вакуум обычно не требуется).

Средняя длина свободного пробега молекул газа может быть вычислена по формуле  $\lambda = 1/\sqrt{2}\sigma^2 n$ , где  $\sigma$  – эффективный диаметр молекул, а  $n$  – концентрация. Так как  $p = nk_B T$ , то при постоянной температуре для определенного газа произведение  $p\lambda = \text{const}$ . Для воздуха при температуре 298 К и давлении 1 торр величина  $\lambda = 4,6 \cdot 10^{-3}$  см. Отсюда следует простая зависимость для оценки длины свободного пробега при различных давлениях:

$$\lambda(\text{см}) = \frac{4,6 \cdot 10^{-3}}{p(\text{торр})} = \frac{3,5 \cdot 10^{-5}}{p(\text{Па})}.$$

Степень разрежения, которую можно достичь в вакуумном объеме, определяется равновесным давлением, устанавливающимся под действием двух противоположных процессов:

- откачка объема с помощью вакуумного насоса;
- натекание газа в объем через неплотности (вакуумные течи) и в результате газовой выделенности со стенок объема.

На рис. 1.1 приведена схема простейшей вакуумной установки. Откачиваемый объем  $I$  через трубопровод  $2$  откачивается вакуумным насосом  $3$ . Коммутация насоса и объема осуществляется с помощью вакуумного клапана  $4$ . Давление измеряется манометрическими преобразователями  $5$ , соединенными с вакуумметром. Напуск атмосферы в объем осуществляется через натекатель  $6$  при закрытом вакуумном клапане  $4$ .

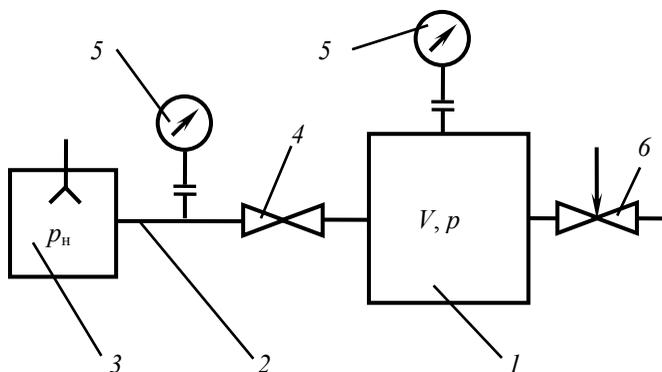


Рис.1.1

До начала работы насоса давление во всей системе одинаковое. С началом работы насоса начинается перемещение газа из объема в насос, при этом количество газа в вакуумной системе уменьшается, т.е. понижается давление. Если давление в насосе  $p_n$ , а в откачиваемом объеме  $p$ , то разница  $p_n - p$  называется *движущей разностью давлений*.

*Скорость откачки вакуумного объема* (или эффективная быстрота откачки)  $s_0$  – объем газа, поступающий в единицу времени из вакуумного объема в трубопровод при давлении  $p$ , есть  $s_0(p) = dV/dt$  (единица измерения  $\text{м}^3/\text{с}$ , также часто употребляется единица измерения л/с).

*Производительность вакуумного насоса* при давлении на его входе  $p_n$  есть объем газа  $Q_n$ , поступающий в работающий насос в единицу времени.

Если натекание через неплотности и газовыделение со стенок мало, то количество газа  $Q_i$ , протекающее в единицу времени в любом  $i$ -м сечении трубопровода (поток газа) есть  $Q_i = p_i s_i$  где  $s_i$  – объем газа, проходящий через  $i$ -е поперечное сечение в единицу

времени. Размерность  $Q_i - \text{м}^3 \cdot \text{Па} / \text{с} \equiv \text{Вт}$ . Перевод различных единиц газового потока приведен в табл.1.2.

Таблица 1.2

	$\text{м}^3 \cdot \text{Па} / \text{с}$	$\text{л} \cdot \text{торр} / \text{с}$	$\text{атм} \cdot \text{см}^3 / \text{с}$	молекул/с
$\text{м}^3 \cdot \text{Па} / \text{с}$ , при $20^\circ\text{C}$	1	7,5	9,87	$2,47 \cdot 10^{19}$
$\text{л} \cdot \text{торр} / \text{с}$ , при $20^\circ\text{C}$	1,333	1	1,32	$3,29 \cdot 10^{19}$
$\text{атм} \cdot \text{см}^3 / \text{с}$ , при $20^\circ\text{C}$	0,101	0,76	1	$2,50 \cdot 10^{19}$
молекул/с	$4,05 \cdot 10^{-21}$	$3,04 \cdot 10^{-20}$	$3,99 \cdot 10^{-20}$	1

Скорость откачки вакуумного насоса  $s_n$  связана с величиной  $Q_n$  соотношением  $Q_n = p_n \cdot s_n$ . Так как во всех сечениях трубопровода поток газа одинаковый, то  $Q_i = Q_n = p_n \cdot s_n = p \cdot s_0$ .

Можно провести аналогию между вакуумной системой и электрической цепью. При этом  $p - p_n$  эквивалентно разности потенциалов, а величина  $Q$  – силе тока. Тогда по аналогии можно ввести понятие проводимости трубопровода  $U = Q / (p_n - p)$ . Исходя из равенства потоков газа в любом сечении  $Q = p_n \cdot s_n = p \cdot s_0 = U(p_n - p)$ , получаем следующее соотношение

$$1/s_0 = 1/U + 1/s_n. \quad (1.1)$$

Выражение (1.1) называют *основным уравнением вакуумной техники*. В более удобном виде оно может быть представлено как

$$s_0 = \frac{s_n U}{s_n + U}. \quad (1.2)$$

Из этого соотношения видно, что для случая  $U \gg s_n$  скорость откачки вакуумного объема  $s_0$  определяется скоростью откачки насоса  $s_n$ . Если же  $U \ll s_n$ , то  $s_0$  примерно равна проводимости трубопровода.

Расчет проводимости трубопроводов различной конфигурации приведен в справочной литературе [1,4], которой необходимо пользоваться при расчете конкретных вакуумных систем. Из соотношения (1.2) следует, что необходимо использовать трубопроводы с возможно большей проводимостью (для цилиндрических трубопроводов, например,  $U \sim d^3/l$ , где  $d$  – диаметр,  $l$  – длина трубопровода).

Время откачки вакуумного объема от начального давления  $p_{\text{нач}}$  до давления  $p$  при постоянной величине газовыделения и натекания можно определить следующим образом. За время  $dt$  из вакуумного объема величиной  $V$  удаляется за счет откачки количество газа  $s_0 p(t) dt$ . За это же время за счет газовыделения и натекания в него поступает с постоянной скоростью количество газа  $Q_{\Sigma} dt$  (ясно, что для процесса откачки необходимо, чтобы  $s_0 p(t) > Q_{\Sigma} dt$ ). Изменение количества газа в объеме за время  $dt$  равно  $V dp = Q_{\Sigma} dt - s dt$ , отсюда

$$dt = \frac{dp}{\frac{Q_{\Sigma}}{V} - \frac{s_0 p}{V}} = \frac{V}{s_0} \cdot \frac{dp}{\frac{Q_{\Sigma}}{s_0} - p}.$$

Считая  $Q_{\Sigma}$  и  $s_0$  постоянными, после интегрирования получим время откачки объема от  $p_{\text{нач}}$  до  $p_{\text{к}}$

$$t = \frac{V}{s_0} \ln \frac{p_{\text{нач}} - Q_{\Sigma} / s_0}{p_{\text{к}} - Q_{\Sigma} / s_0}. \quad (1.3)$$

При  $t \rightarrow \infty$  получается предельное давление  $p_{\text{ост}} = Q_{\Sigma} / s_0$  в откачиваемом объеме, которое может обеспечить вакуумный насос со скоростью откачки  $s_0$ .

Поток газовыделения со стенок вакуумной камеры  $Q_{\Gamma} = A q_{\Gamma}$ , где  $A$  – площадь поверхности материала, обращенного в вакуумную камеру;  $q_{\Gamma}$  – удельный поток газовыделения. Значения  $q_{\Gamma}$  для некоторых материалов приведены в табл. 1.3.

Таблица 1.3

Время откачки, час	$q_{\Gamma}$ , Па·м <sup>3</sup> /с·м <sup>2</sup>			
	медь	нержавеющая сталь	кварцевое стекло	вакуумная резина
1	$6,1 \cdot 10^{-5}$	$1,7 \cdot 10^{-4}$	$6 \cdot 10^{-5}$	$2,5 \cdot 10^{-4}$
5	$1 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$1,3 \cdot 10^{-5}$	$1,2 \cdot 10^{-4}$

Как видно из таблицы, удельный поток газовыделения со стенок уменьшается в процессе откачки. Кроме того, для большинства материалов  $q_{\Gamma}$  зависит от температуры материала и увеличивается при возрастании температуры, поэтому эффективным приемом снижения газовыделения является высокотемпературный прогрев

всех элементов вакуумной системы в течение нескольких часов при непрерывной откачке.

При использовании соотношения (1.3) необходимо иметь в виду, что любой вакуумный насос имеет предельное значение создаваемого им разрежения –  $p_{пр}$ . Поэтому при любых временах откачки  $p_k < p_{пр}$ .

Натекание газа в вакуумный объем через места нарушения герметичности, называемые *течами*, имеет место в любой вакуумной системе. Можно добиться лишь того, чтобы суммарное натекание находилось в допустимых пределах, для чего необходимо уметь оценивать количественно величину газового потока через течи.

Рассмотрим, как это можно сделать на примере вакуумной системы, приведенной на рис.1.1. Пусть при открытом клапане 4, расположенном на трубопроводе 2, и работающем вакуумном насосе 3 в объеме 1 установилось давление  $p^*$ , измеряемое манометром 5. Если насос имеет предельное остаточное давление  $p_{пр}$ , то возможна одна из трех ситуаций:

1.  $p^* \ll p_{пр}$ , в этом случае имеются течи, натекание газа через которые много больше потока газовой выделенной, т.е. вакуумная система не герметичная.

2.  $p^* \cong p_{пр}$ , в этом случае вакуумную систему можно считать герметичной.

3.  $p^* > p_{пр}$ , что можно объяснить газовой выделенной из материала стенок вакуумного объема и наличием натекания атмосферного воздуха через течи в объем.

Оценить, какой из этих процессов превалирует, можно следующим образом. После закрытия клапана давление в объеме будет увеличиваться. Если снять зависимость величины давления в объеме от времени –  $p(t)$ , то по виду этой зависимости можно определить, что вносит основной вклад в увеличение давления – газовой выделенной или натекание.

Если давление вначале возрастает (кривая а, рис.1.2), а затем, начиная с некоторого момента времени, практически перестает изменяться, то основной вклад вносит газовой выделенной (возрастание давления замедляется по мере приближения к равновесному давлению, при котором газовой выделенной и газопоглощение сравниваются). Если же  $p$  возрастает пропорционально времени (кривая б, рис.1.2),

то основной вклад вносит кание через течи, т.е. ный объем является недоста- точно герметичным.

То, что в этом случае изменение давления должно быть пропорционально времени, можно показать следующим образом. Наличие течей можно

представить как соединение объема с атмосферным давлением  $p$  через "трубопровод" с проводимостью  $U_{\text{т}}$ , поэтому поток атмосферного воздуха в объем  $Q_{\text{т}} = (p_{\text{ат}} - p) U_{\text{т}}$ . С другой стороны,  $Q_{\text{т}} = V dp/dt$ , отсюда  $dp/(p_{\text{ат}} - p) = (U_{\text{т}}/V)dt$ . После интегрирования получим

$$\ln \frac{p_{\text{ат}} - p}{p_{\text{ат}} - p^*} = -\frac{U_{\text{т}}}{V} t,$$

где  $p^*$  – давление в объеме при закрытии клапана в момент времени  $t = 0$ .

Учитывая, что  $p^*/p_{\text{ат}} \ll 1$  и  $p/p_{\text{ат}} \ll 1$ , окончательно получим

$$p = p^* + p_{\text{ат}} \frac{U_{\text{т}}}{V} t. \quad (1.4)$$

Таким образом, сняв кривую изменения давления в объеме за счет натекания после закрытия насоса, можно, зная величину объема, найти поток натекания в него  $Q = V dp/dt$ .

### Вакуумные насосы

Промышленные вакуумные насосы работают в области давлений от  $10^5$  до  $10^{-9}$  Па. Несмотря на большие отличия в принципах действия и конструкции, все многообразие вакуумного откачного оборудования основано на одном из двух принципов удаления газов из откачиваемой вакуумной системы:

- удаление газа за счет приложения к нему механических сил в некотором месте вакуумной системы;
- связывание газа путем сорбции, конденсации или химических реакций в замкнутой вакуумной системе.

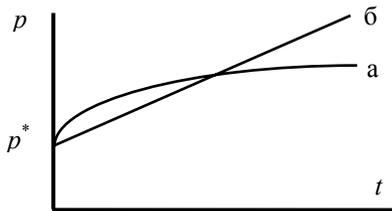


Рис.1.2

Вакуумные насосы характеризуются следующими параметрами:

1. **Давление запуска**  $p_з$  – наибольшее давление во входном сечении насоса, при котором он может начать работу. Не все насосы способны начинать работать с атмосферного давления, для некоторых необходимо создать предварительное разрежение – *форвакуум*.

2. **Выпускное давление**  $p_в$  – наибольшее давление в выходном сечении насоса, при котором он еще может осуществлять откачку (для насосов, работающих на втором принципе, данный параметр не вводится). Все насосы, у которых наибольшее выпускное давление ниже атмосферного, должны иметь на выходе создающий необходимое разрежение дополнительный форвакуумный насос.

3. **Наибольшее рабочее давление**  $p_{раб}$  – наибольшее давление во входном сечении вакуумного насоса, при котором он длительное время сохраняет номинальную быстроту действия.

4. **Предельное остаточное давление**  $p_{пр}$  – наименьшее давление, которое может быть достигнуто при работе насоса без нагрузки, т.е. с заглушенным входным сечением.

5. **Быстрота действия**  $s_n$  – скорость откачки, получаемая во входном сечении насоса при данном давлении, т.е. объем газа, проходящий через выпускное сечение насоса в единицу времени при данном давлении. У большинства типов насосов в области рабочих давлений  $s_n$  – константа, причем качество насоса тем лучше, чем шире диапазон давлений, в котором  $s_n$  не меняется.

6. **Производительность**  $Q_n$  – поток газа во входном сечении насоса при данном давлении, т.е. количество газа, удаляемого в единицу времени при этом давлении. Производительность и быстрота действия насоса связаны соотношением  $Q_n = p_n s_n$ , где  $p_n$  – давление во входном сечении насоса.

По принципу действия промышленные вакуумные насосы, используемые для получения давлений меньше  $10^2$  Па, разделяют на следующие группы:

1. **Насосы объемного действия**, в которых перемещение газа осуществляется путем периодического изменения объема рабочей камеры.

2. **Эжекторные насосы**, в которых происходит турбулентно-вязкостное увлечение газа струей рабочей жидкости или пара.

3. **Молекулярные насосы**, которые осуществляют откачку путем сообщения молекулам откачиваемого газа дополнительной скорости в определенном направлении. Насосы этой группы могут быть **струйными**, действие которых основано на сообщении молекулам откачиваемого газа дополнительной скорости непрерывно истекающей струей пара и механическими молекулярными, в которых эта скорость сообщается движущимися поверхностями твердого тела. Последний тип насосов принято называть **турбомолекулярными**.

4. **Сорбционные насосы**, которые осуществляют откачку газов путем их сорбции на поверхности или в объеме твердых тел.

5. **Криогенные насосы**, которые осуществляют откачку путем конденсации откачиваемых газов и паров на поверхностях, охлаждаемых до сверхнизких (криогенных) температур. Разновидностями криогенных насосов являются конденсационные и криосорбционные насосы.

Области применения различных насосов в зависимости от необходимого давления в вакуумной системе приведены в табл. 1.4.

Таблица 1.4

Насосы объемного действия																			
				Эжекторные насосы															
				Турбомолекулярные															
Сорбционные насосы																			
				Криогенные насосы															
$10^5$	$10^4$	$10^3$	$10^2$	$10^1$	1	$10^{-1}$	$10^{-2}$	$10^{-3}$	$10^{-4}$	$10^{-5}$	$10^{-6}$	$10^{-7}$	$10^{-8}$	$10^{-9}$	Па				

### Измерение давления в вакуумных системах

Давление в вакуумных системах измеряется с помощью датчиков давления и измерительных приборов – вакуумметров. Рассмотрим наиболее употребительные датчики давления.

В диапазоне давлений  $6,6 \cdot 10^{-2} - 10^{-1}$  Па – это датчик ПМТ-2 (образователь манометрический термопарный) вместе с упрощенной схемой измерительного блока, приведенный на рис.1.3. Преобразователь представляет собой стеклянный корпус, в котором на двух герметичных вводах смонтирован никелевый подогреватель 1, а на двух других – термопара 2 из хромель-алюмеля. Спай термопары, нагреваемый подогревателем, является источником термоЭДС, значение которой показывает милливольтметр 4. Силу тока через подогреватель (ток накала преобразователя) можно регулировать реостатом 3 и измерять с помощью того же милливольтметра 4 при другом положении переключателя. При давлении в вакуумной системе, равном атмосферному, стрелка милливольтметра при заданном токе накала стоит вблизи нуля, так как теплопроводность газа при атмосферном давлении достаточна, чтобы отвести тепло от места спаев. При уменьшении давления теплопроводность газа уменьшается и стрелка прибора перемещается в сторону увеличения термоЭДС. Точность измерения давления термопарным вакуумметром

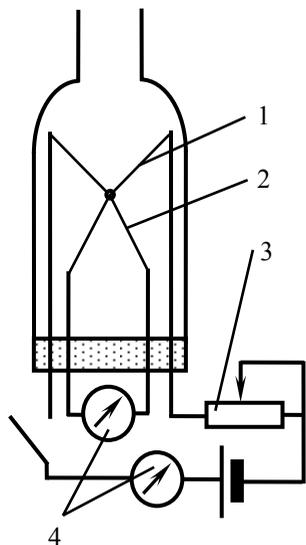


Рис.1.3

зависит от правильного подбора тока накала подогревателя. Для преобразователя ПМТ-2 ток накала определяется следующим образом. До вскрытия стеклянного корпуса (давление в котором меньше  $10^{-2}$  Па) подбирается такой ток накала, чтобы стрелка милливольтметра при измерении термоЭДС совпала с последним делением. Определенное таким образом значение тока через подогреватель и будет значением тока накала данного преобразователя после его вскрытия и установки в вакуумную систему. Таким образом, измерение давления осуществляется при фиксированном токе накала. Датчик ПМТ-4 является аналогом ПМТ-2, выполненным в металлическом корпусе и с заранее отградуированным током накала. Пересчет значений термоЭДС в давление для этих двух датчиков производится с помощью градуировочной кривой, прилагаемой к датчику.

Второй способ измерения давления основан на поддержании постоянной температуры измерительного элемента – нити (вакуумметры сопротивления). Измерительная часть вакуумметра сопротивления содержит мост Уитстона для измерения сопротивлений. При постоянной температуре нити мост сбалансирован. При уменьшении давления меняется теплоотвод и, следовательно, падает температура нити. Изменяя ток накала, мост балансируют (температуру нити возвращают к исходному значению). По изменению тока накала судят о давлении в системе. Датчики подобного типа в зарубежной литературе принято называть датчиками Пирани (Pirani Gauge).

Давления ниже  $10^{-1}$  Па обычно измеряются манометрическими преобразователями, основанными на ионизации газа электронным потоком и измерении ионного тока, по которому судят о давлении.

Конструкция одного из наиболее распространенных преобразователей ПМИ-2 (преобразователь манометрический ионизационный) приведена на рис.1.4. В стеклянной колбе смонтирована трехэлектродная система, состоящая из коллектора ионов 1, анодной сетки 2 и прямонакального катода 3. На анодную сетку относительно катода подается напряжение  $+200$  В, а на цилиндрический коллектор ионов  $-50$  В. Анодная сетка выполнена в виде бифилярной спирали. Вольфрамовый катод преобразователя испускает электроны, движущиеся к аноду. Часть электронов пролетает сквозь анодную сетку и начинает совершать колебательные движения между анодной сеткой и коллектором. При столкновении электронов с атомами и молекулами газа образуются положительно заряженные ионы, которые собираются находящимся под отрицательным потенциалом коллектором, создавая в его цепи ионный ток. При давлении меньше  $10^{-1}$  Па отношение ионного тока  $I_i$ , из-

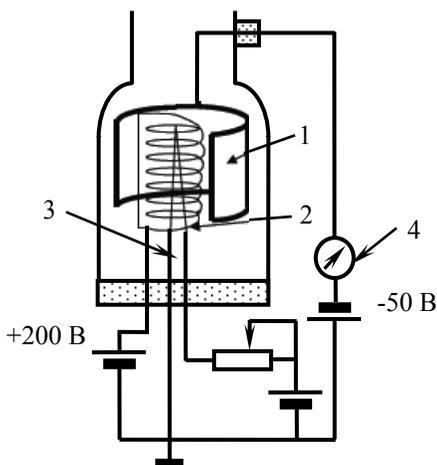


Рис.1.4

меряемого микроамперметром 4, к электронному  $I_e$  прямо пропорционально давлению  $p$  в манометрическом преобразователе

$$I_i = I_e K p = k_{\text{воз}} p = p / C, \quad (1.5)$$

где  $K$  – приведенная чувствительность,  $\text{Па}^{-1}$ ;  $k_{\text{воз}}$  – абсолютная чувствительность,  $\text{А/Па}$ ;  $C$  – постоянная преобразователя,  $\text{Па/А}$ .

Для одного типа преобразователей значения  $k_{\text{воз}}$  и, соответственно,  $C$  одинаковы и определяются при изготовлении. Таким образом, измерив ионный ток и зная  $k_{\text{воз}}$ , можно определить давление. Величина электронного тока задается током нагрева катода до термоэлектронной эмиссии (ток эмиссии) и для каждого типа преобразователя является фиксированной величиной. Ионизационные преобразователи других типов отличаются от ПМИ-2 только конструктивными особенностями.

При измерении давления различных газов необходимо иметь в виду, что постоянная ионизационного преобразователя отличается от приводимого в паспорте значения  $k_{\text{воз}}$ , имеющего место для воздуха. Для различных газов значения  $\varepsilon = k_{\text{г}}/k_{\text{воз}}$  приведены в [1]. В частности,

газ	He	Ne	Ar	Kr	N <sub>2</sub>
$q$	0,19	0,33	1,37	1,91	1,0

Помимо ионизационных преобразователей широко используются магнитные электроразрядные преобразователи. Данный тип преобразователей представляет собой двухэлектродную систему (катод, анод), помещенную в магнитное поле, создаваемое постоянными магнитами, размещенными на преобразователе. При высоком межэлектродном напряжении (несколько киловольт) в объеме преобразователя загорается самостоятельный газовый разряд. Зависимость ионного тока, собираемого на катоде, от давления имеет вид  $I_i = k_{\text{воз}} p^n$ , где величина  $n$  (0,9-1,7) зависит от типа преобразователя. Переход от измеренного ионного тока к давлению осуществляется либо с помощью прилагаемой градуировочной кривой (старые типы вакуумметров), либо производится цифровой микросхемой в самом вакуумметре (в этом случае вакуумметр дает показания непосредственно в единицах давления).

Вакуумметры с магнитными электроразрядными преобразователями позволяют измерять давление в диапазоне  $10^2 - 10^{-12}$  Па.

Так как в преобразователях отсутствует накаливаемый катод, то срок службы значительно возрастает по сравнению с ионизационными преобразователями. Недостатком подобных преобразователей является нестабильность разряда, обуславливающая более высокую погрешность измерения. Значения  $\epsilon$  для разных газов близки к соответствующим значениям для электроразрядных преобразователей.

## Описание экспериментальной установки

Установка собрана на базе вакуумного поста Pfeiffer TSU 071 E, состоящего из азотной ловушки, форвакуумного насоса, турбомолекулярного насоса, датчиков давления и коммутирующих клапанов. На вакуумной схеме установки (рис. 1.5) показаны: 1 – форвакуумный насос, 2 – электромагнитный клапан, перекрывающий форвакуумный насос, 3 – азотная ловушка, 4 – вакуумный датчик (датчик Пирани) для измерения давления, создаваемого форвакуумным насосом, 5 – электромагнитный клапан, перекрывающий турбомолекулярный насос, 6 – турбомолекулярный насос, 7 – клапан-нагреватель, 8 – манометрический преобразователь для измерения давления, создаваемого турбомолекулярным насосом.

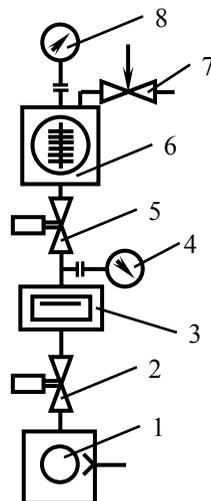


Рис.1.5

Действие форвакуумного насоса проиллюстрировано на рис. 1.6. Рабочая полость насоса представляет собой цилиндрическую камеру 1, в которой вращается ротор 2, расположенный эксцентрично по отношению к оси своего вращения. В роторе имеются полости для смещения центра тяжести к оси вращения. Пластина 3 скользит вдоль прорези в стенке камеры и при этом плотно прижимается к внешней поверхности ротора пружиной. Газ всасывается через впускное отверстие 4 и выталкивается через клапан 5, состоящий из шарика, прижатого пружиной, в масло 6, которым залита коробка насоса.

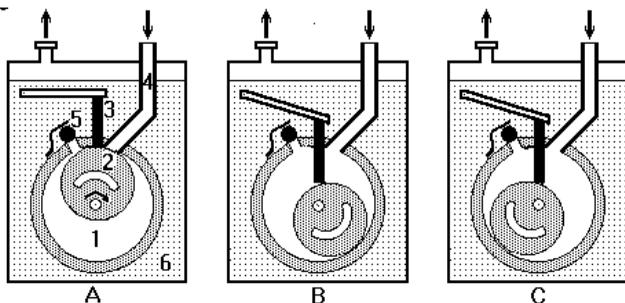


Рис.1.6

Процесс откачки происходит следующим образом. Положение А – ротор находится в исходном состоянии. Положение В – ротор подвинулся вниз, и в камере создается разрежение со стороны впускного отверстия. Через это отверстие газ поступает из откачиваемой системы. Одновременно происходит сжатие газа в сторону выпускного клапана. Положение С – происходит дальнейшее всасывание газа из вакуумной системы и выход сжатого газа через выпускной клапан. У лучших одноступенчатых насосов остаточное давление достигает  $(1-5) \cdot 10^{-2}$  торр.

Азотная ловушка заливного типа (хладагент – жидкий азот) служит для вымораживания паров масла, поступающих в вакуумную магистраль из форвакуумного насоса.

Основным откачивающим средством в данной установке является турбомолекулярный насос. Турбомолекулярные насосы сочетают принцип молекулярного увлечения и осевого компрессора. При этом точки на окружности ротора имеют линейные скорости порядка скоростей молекул остаточного газа ( $\sim 400$  м/с). Поэтому вал таких насосов должен вращаться со скоростью  $10\ 000-60\ 000$  об/мин в зависимости от диаметра насоса.

По сравнению с другими высоковакуумными насосами турбомолекулярным насосам присущ ряд преимуществ: постоянная готовность к работе, быстрый (10–15 мин) запуск, нечувствительность к резкому повышению давления (вплоть до атмосферного), широкий диапазон рабочих давлений ( $10^{-7} - 10^{-1}$  Па) примерно одинаковая быстрота действия по большинству газов, чрезвычайно высокая степень сжатия ( $10^{15}$ ) для газов с большой молекулярной массой ( $M \geq 44$ ). Высокая степень сжатия обеспечивает давление углеводородов на входе турбомолекулярного насоса не более  $10^{-5}$

Па ( $10^{-3}$  торр), т.е. практически безмаслянный вакуум, при давлении на форвакууме 1–13 Па, соответствующем остаточному давлению большинства насосов с масляным уплотнением. Большое влияние на характеристики насоса оказывает конструкция опорных узлов: на смазываемых подшипниках качения, на магнитных опорах или газовой подушке.

На рис. 1.7 приведены схемы насосов с горизонтальным (а) и вертикальным (б) расположением вала ротора. В корпусе 2 установлены неподвижные статорные колеса 4, между которыми вращаются колеса 3, закрепленные на роторе 1. Роторные колеса выполняются в виде дисков с прорезями. В статорных колесах имеются зеркально расположенные прорези такой же формы.

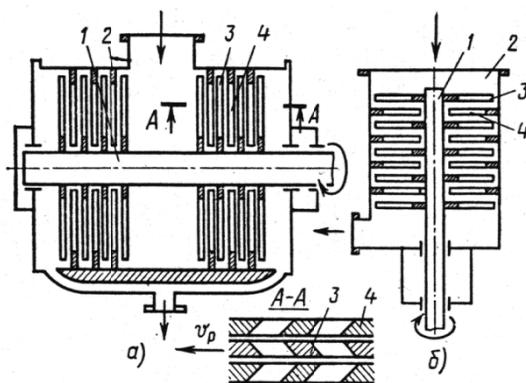


Рис. 1.7

При горизонтальном положении ротора движение газа в насосе после входа во всасывающий патрубок разветвляется на два потока, которые соединяются в выхлопном патрубке.

В связи с малыми коэффициентами компрессии каждой ступени в турбомолекулярном насосе можно увеличить рабочие зазоры. При диаметре рабочих колес 200 мм осевой (между колесами) и радиальный (между корпусом и роторным колесом или ротором и статорным колесом) зазоры могут составлять 1–1,2 мм, что позволяет значительно повысить надежность их работы. Увеличение зазоров, снижая коэффициент компрессии насоса, слабо влияет на его быстроту действия. При молекулярном режиме течения молекулы откачиваемого газа, прошедшие через паз статорного диска сверху или отразившиеся от него и попавшие в паз роторного диска, имеют большую вероятность пройти через него, так как боковая

стенка 5 паза роторного диска уходит с пути молекул, а стенка 6 в подавляющем большинстве случаев не нагоняет их. В тех редких случаях, когда стенка 6 нагоняет часть молекул, большинство из них после соударения приобретает результирующее направление дальнейшего движения в направлении откачки (на рисунке сверху вниз). Напротив, молекулы, вошедшие в паз роторного диска снизу, против направления откачки, с большой вероятностью отражаются им обратно.

Отношение вероятностей пролета молекул любого газа в прямом и обратном направлениях характеризуется степенью сжатия данного газа насосом. Легкие газы, тепловая скорость молекул которых больше, легче проникают через насос. Для них быстрота действия больше, а степень сжатия меньше. Степень сжатия существующих насосов составляет  $10^2 - 10^3$  по водороду,  $10^7 - 10^{12}$  по азоту, больше или равна  $10^{15}$  по углеводородам и возрастает с увеличением частоты вращения ротора. Увеличение угла наклона паза ведет к снижению степени сжатия и увеличению быстроты действия.

Турбомолекулярный насос может начинать откачку с давления  $10^2$  Па ( $\sim 1$  торр), но при этом быстрота действия его будет мала, а потребляемая мощность велика в результате тормозящего действия газа; к тому же в насосе будет выделяться заметное количество тепла. Рабочий диапазон впускных давлений турбомолекулярного насоса –  $10^{-7} - 1$  Па ( $10^{-9} - 10^{-2}$  торр). При этом быстрота откачки постоянна. При давлении ниже  $10^{-6}$  Па ( $10^{-8}$  торр) заметнее становится перетекание водорода и других легких газов со стороны форвакуума в откачиваемый сосуд, их парциальное давление приобретает большую относительную величину, что вызывает уменьшение быстроты действия турбомолекулярных насосов.

## Контрольные вопросы

1. На каких принципах основана работа вакуумных насосов?
2. Можно ли с помощью вакуумного насоса, имеющего предельное остаточное давление  $p_{пр}$ , получить в откачиваемом объеме давление  $p = p_{пр}$ ?
3. В чем отличие работы термпарного вакуумметра и вакуумметра сопротивления?

4. На каких принципах работают ионизационные преобразователи и магнитные электроразрядные преобразователи?

5. Вакуумный объем до начала откачки был наполнен гелием. В процессе откачки выкуумметр с ионизационным преобразователем показывает давление  $10^{-4}$  торр. Каково истинное давление в объеме? Ответ дать в торрах и паскалях.

6. На каком принципе основано действие турбомолекулярного насоса?

### **Задания**

1. Ознакомиться с описанием вакуумного поста Pfeiffer TSU 071E.

2. При закрытом электромагнитном клапане, перекрывающем форвакуумный насос, снять зависимость давления на входе форвакуумного насоса от времени. Сравнить полученное предельное давление с паспортными данными насоса.

3. Запустить турбомолекулярный насос и снять зависимость давления на входе турбомолекулярного насоса от времени. Сравнить полученное предельное давление с паспортными данными насоса.

### **Список рекомендованной литературы**

1. Вакуумная техника: Справочник/*Е.С. Фролов, В.Е. Минайчев, А.Т. Александрова и др.*; Под общ. ред. *Е.С. Фролова, В.Е. Минайчева* – М.: Машиностроение, 1992.

2. Пипко А.И., Плисковский В.Я., Королев Б.И., Кузнецов В.И. Основы вакуумной техники. М.: Энергоатомиздат, 1981.

3. Хефер Р. Криовакуумная техника. М.: Энергоатомиздат, 1983.

4. Данилин Б.С., Минайчев В.Е. Основы конструирования вакуумных систем. М.: Энергия, 1971.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 2 ЖИДКИЙ ГЕЛИЙ И ЕГО СВОЙСТВА

*Цель: изучение свойств жидкого гелия как хладагента и получение навыков работы с криогенным оборудованием.*

### Введение

Известны различные способы получения низких температур. Выбор того или иного способа зависит от температурного уровня охлаждения, преследуемой цели, масштабов и ряда других факторов. В научных лабораториях наиболее широкое применение находит использование "холода", запасенного в жидких хладагентах: азоте и гелии, причем для наблюдения и изучения явления сверхпроводимости до 1986 года необходимы были только гелиевые температуры. С момента открытия высокотемпературных сверхпроводников для исследований стали использоваться и азотные температуры, но для получения большей информации по-прежнему необходимы эксперименты при гелиевых температурах.

### Хладагенты и их свойства

В научных лабораториях для экспериментальных исследований при низких температурах применяются специальные устройства — криостаты, в которых используются сжиженные газы — хладагенты. Выбор хладагента определяется многими факторами, в первую очередь, требуемой минимальной температурой. В табл. 2.1 приведены основные свойства азота, водорода и двух изотопов гелия:  $^4\text{He}$  и  $^3\text{He}$ . Остановимся на некоторых свойствах хладагентов и сопоставим их между собой.

Очевидно, что наиболее низкие температуры — ниже тройной точки водорода 13,8 К — можно получить, только используя жидкий гелий. Если учесть, что водород химически активен и взрывоопасен и поэтому редко применяется в научных исследованиях, то для реализации устройств, работающих в интервале температур 70÷2 К, подходят только гелиевые криогенные устройства. Для получения температур выше 80 К и до комнатных используются

Таблица 2.1

Вещество	Темп. кипения при атмосфер. давл., К	Критическая точка		Тройная точка		Точка инверсии при атм. давл., К	Плотность жидкости кг/л	Теплота испарения при атм. давл., кДж/моль	$(i_{300} - i_{\text{кип}})h$	Минимальная работа сжижения (кВт.ч)/л
		темпер., К	давл., атм	темпер., К	давл., атм					
Азот	77,3	126	33,5	63,2	0,12	621	0,81	5,58	1,2	0,17
Водород	20,4	33,2	12,8	14	0,08	205	1,2	0,9	10	0,23
Гелий $^4\text{He}$	4,2	5,2	2,26	—	—	40	0,125	0,084	70	0,24
$^3\text{He}$	3,2	3,4	1,2	—	—	—	0,06	0,048	—	—

азотные криостаты. Обращает внимание малая теплота испарения жидкого гелия (в 60 раз меньше, чем у азота). Это означает, что для понижения температуры в криостате на заданную величину нужно в 60 раз больше гелия, чем азота.

В седьмой колонке таблицы 2.1 приведены значения точки инверсии. Видно, что температура инверсии для гелия ( $\approx 40$  К) меньше температуры кипения азота. Это означает, что получить жидкий гелий предварительным охлаждением азотом и последующим дросселированием нельзя.

В предпоследней колонке представлено отношение разности энтальпий к теплоте испарения. Эта разность равна количеству тепла, которое должно быть подведено к газу для его подогрева при постоянном давлении (в данном случае при одной атмосфере) от температуры кипения до комнатной (300 К). Указанное выше отношение характеризует пользу, которая может быть получена от утилизации не только теплоты испарения, но и "холода", содержащегося в газообразном испарившемся хладагенте. Видно, что полезный подогрев газа особенно эффективен для гелия и во много раз менее полезен для азота. Поэтому использование "холода" испарившегося газа в гелиевых установках является принципиальным вопросом и требует специальных конструкторских и организационных решений.

В последней колонке таблицы указаны значения минимальной работы, которую необходимо затратить для ожижения одного литра хладагента. Следует отметить, что реальные затраты энергии на ожижение гелия превосходят на порядок минимальные, так как к.п.д. реальных процессов ожижения примерно 10%, тогда как для азота эта величина составляет 15÷20%.

### **Получение низких температур**

С принципиальной точки зрения все низкие температуры получают одинаковыми методами. Процесс охлаждения всегда можно разделить на два этапа. На рис.2.1 показана схематическая диаграмма "энтропия  $s$  — температура  $T$ " для какого-либо рабочего тела. Чтобы вещество могло служить рабочим телом процесса охлаждения, степень его упорядоченности (энтропия) должна зависеть не только от температуры, но и от какого-либо другого параметра, поддающегося изменению. Для газа таким параметром явля-

ется давление  $p$ . На рисунке приведены две кривые  $s(T)$  при постоянных значениях параметра состояния.

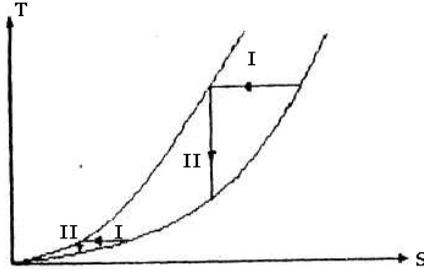


Рис.2.1

На первом этапе процесса охлаждения производят "упорядочение" хладагента, т.е. уменьшение его энтропии за счет изменения (по возможности изотермического) значения параметра состояния (прямая I на рис.2.1). В газовом процессе — это сжатие в компрессоре с отводом тепла в окружающую среду. На втором этапе, стараясь сохранить степень упорядоченности хладагента, т.е. по возможности в адиабатических условиях при  $s = const$ , возвращают параметр состояния к его первоначальному значению (прямая II на рис.2.1). В газовом процессе — это адиабатическое расширение с совершением механической работы в детандерах.

Важную роль в технике охлаждения играет процесс дросселирования (эффект Джоуля — Томпсона). Дросселирование — это снижение давления реального газа без теплообмена с внешней средой и без совершения им внешней работы. В процессе дросселирования сохраняется энтальпия  $i$ , по определению равная сумме внутренней энергии и произведения давления на удельный объем. Нас интересует, как будет изменяться температура при дросселировании. Очевидно, что для идеального газа изменения температуры не происходит; реальные газы в процессе дросселирования могут и охлаждаться и нагреваться. В термодинамике доказывается, что дифференциальный эффект Джоуля — Томпсона

$$\alpha_i = \left(\frac{\partial T}{\partial p}\right)_i = \frac{T \left(\frac{\partial V}{\partial T}\right)_p - V}{C_p}, \quad (2.1)$$

где  $T$ ,  $p$ ,  $V$  — соответственно температура, давление и объем газа, а  $C_p$  — его теплоемкость при постоянном давлении.

Температура, при которой  $\alpha_i$  меняет знак, называется точкой инверсии. Эта температура зависит от давления. Для гелия при давлениях  $1 \div 20$  атм точка инверсии имеет значение около 40 К. На практике процесс дросселирования реализуется в специальных устройствах (вентиллях, диафрагмах), хотя может происходить и в длинной (длина много больше диаметра) теплоизолированной трубе.

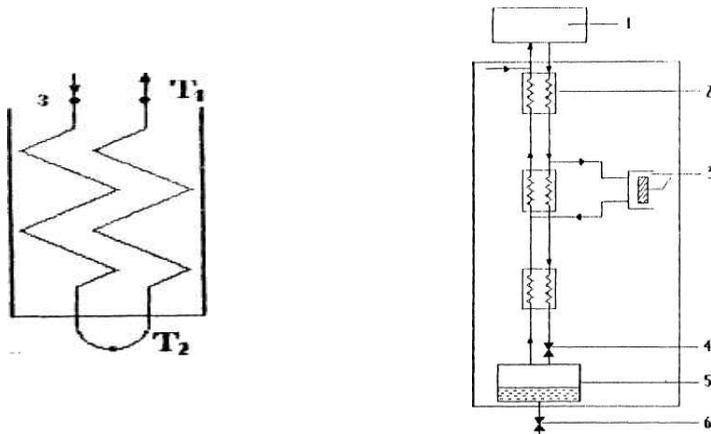


Рис. 2.3

Принципиальное значение в криогенной технике имеют теплообменники, так как без них практически невозможно было бы получить жидкий гелий. Идея теплообменника ясна из рис.2.2. Газ (или жидкость) с начальной температурой  $T_1$  проходит по теплообменнику, где охлаждается (или нагревается) тем же газом, идущим навстречу по второй секции. В идеальном теплообменнике температура выхода  $T_3 = T_1$ . Что касается температуры  $T_2$  на противоположном конце теплообменника, то она может быть как ниже, так и выше температуры входа, в зависимости от начальных условий. Таким образом, теплообменник позволяет на какое-то время изменить температуру порции газа.

### Получение и хранение жидкого гелия

Основываясь на том, что было рассказано в предыдущем разделе, легко понять устройство и работу гелиевой ожижительной

установки с детандером, принципиальная схема которой представлена на рис.2.3. Газ поступает при атмосферном давлении в компрессор 1, где сжимается до рабочего давления. Затем гелий проходит через систему теплообменников 2. Между первым и вторым теплообменником часть газа отводится в детандер 3 и после расширения в детандере возвращается в обратный поток второго теплообменника. Пройдя через систему теплообменников и дроссельный вентиль 4, гелий попадает в сборник жидкости 5. Жидкий гелий выпускается через вентиль 6. Часть оставшегося газа возвращается через теплообменник в компрессор. Полезно разобраться, как изменяются температура и давление по всему пути газа и каковы их характерные значения в реальных гелиевых ожижителях.

Очевидно, что реальная установка значительно сложнее и содержит больше узлов.

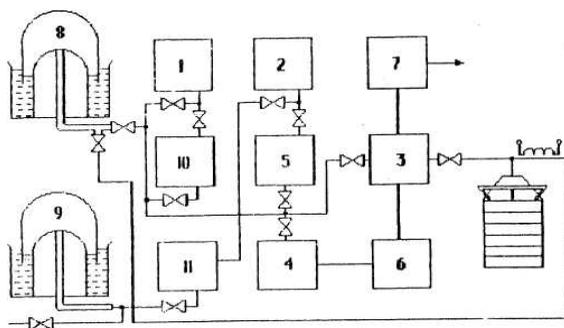


Рис. 2.4

На рис.2.4 показана структурная схема ожижительной гелиевой установки, работающей в криогенной лаборатории МИФИ. Здесь имеются две параллельные ветви для газообразного гелия. По одной ветви проходит чистый газ, по другой — с примесями. Гелий с примесями принято называть техническим. Хранится газ под давлением в устройстве, называемом рампой. Соответственно имеются рампы чистого гелия 1 и технического гелия 2. Из рампы чистый гелий может подаваться непосредственно в ожижитель 3. Здесь под ожижителем понимается часть, обведенная на рис. 2.3 пунктиром. Технический гелий подается в ожижитель с помощью компрессора 4 через блоки очистки 5 и тонкой очистки 6. Назначение блоков очистки ясно из их названия. Принцип действия тонкой

очистки - адсорбция азота, кислорода и части водорода при температуре жидкого азота. Вакуум в ожижительной установке создается насосом 7. В обратной ветви ожижительной установки для сбора газа используются газгольдеры чистого 8 и технического 9 гелия. Газгольдер предназначен для поддержания постоянного давления в сети трубопроводов с испарившимся гелием и во всасывающей линии компрессора (обычно на  $10 \div 20$  Торр выше атмосферного). Полезная емкость газгольдера  $1 \div 20$  м<sup>3</sup>. Положение колокола однозначно определяет количество газа в газгольдере. Из газгольдеров с помощью компрессоров 10 и 11 газообразный гелий возвращается в соответствующую рампу.

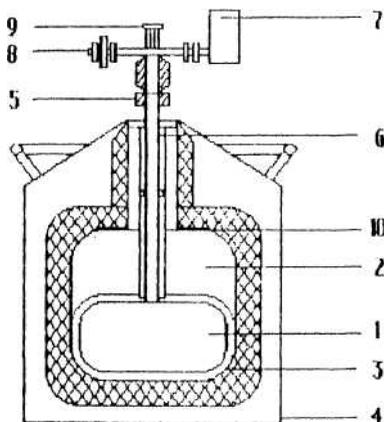


Рис. 2.5

Для хранения и транспортировки жидкого гелия используются сосуды Дьюара, принципиальная схема устройства которых показана на рис. 2.5. Гелиевый сосуд Дьюара (СТГ-25 или СТГ-40) состоит из внутренней гелиевой емкости 1, азотной камеры 2 с медным экраном 3, корпуса 4 и арматурной головки 5. Пространство между гелиевой емкостью, азотным экраном и стенкой корпуса откачено до остаточного давления  $10^{-2}$  Па. В этом же пространстве находится суперизоляция (на рисунке не показана),

представляющая собой многослойную металлизированную пленку. Азотная камера 2 укреплена на горловине корпуса, а внутренняя гелиевая емкость подвешена внутри азотного экрана на тонкостенной трубке 6 из нержавеющей стали. Эта трубка соединена с арматурной головкой сосуда Дьюара. На головке расположены: манометр 7, предохранительный клапан 8 и наконечник для испаряющегося гелия; центральное отверстие сосуда, через которое заливается жидкий гелий, снабжено пробкой 9. Для сбора газообразного гелия наконечник соединен с магистралью сбора гелия, которая ведет в газгольдер. Для углубления вакуума при низких температурах в сосуде Дьюара на гелиевой и азотной емкостях помещается адсорбент 10 (активированный уголь). Жидкий азот в камеру 2 заливают через отверстия, расположенные в крышке сосуда Дьюара. Для

уменьшения теплопритока к жидкому гелию внутренняя поверхность азотного экрана и внешняя поверхность гелиевой емкости покрыты серебром. Наполнение сосуда Дьюара жидким гелием производится от ожижителя в предварительно откаченный, а затем заполненный газообразным гелием внутренний объем.

### Работа с жидким гелием

Как было сказано выше, для работы с гелием в научных лабораториях применяются специальные устройства — криостаты. Конструктивно криостаты имеют те же составные части, что и гелиевый сосуд Дьюара: гелиевую емкость, вакуумно изолированную от внешнего корпуса, промежуточные металлические экраны, заливные и выходные отверстия. Кроме того, большинство гелиевых криостатов имеет и азотные камеры для предварительного захлаживания и охлаждения азотного экрана. Наряду с этим криостаты содержат специальные узлы и детали для измерений (измерительные штоки, держатели образцов, термометров, электрические вводы и т.д.); во многие криостаты, когда это необходимо, помещают сверхпроводящие магниты.

Одним из необходимых действий при низкотемпературных экспериментах является заливка жидкого гелия в криостат. Оценить количество жидкого гелия, необходимого для охлаждения криостата, можно по формулам:

$$\int_{4,2}^{300} C(T)mdT = V_{жс} \cdot \left[ h + \frac{\rho_{жс}}{\rho_г} (i_{300} - i_{4,2}) \right], \quad (2.2)$$

$$\int_{4,2}^{300} C(T)mdT = V_{жс} \cdot h. \quad (2.3)$$

Здесь  $C(T)$  — удельная теплоемкость материала, из которого сделан криостат;  $m$  — масса охлажденной части;  $h$  — объемная теплота испарения;  $\rho_{ж}$  и  $\rho_{г}$  — плотность жидкого и газообразного гелия; —  $i_{300} - i_{4,2}$  — разность энтальпий единицы объема газообразного гелия при 4,2 и 300 К. Формула (2.3) получена в предположении, что криостат охлаждается только за счет испарения гелия, тогда как (2.2) учитывает нагревание газа; при этом считается, что газ нагре-

вается до комнатной температуры. Величины, рассчитанные по этим формулам, различаются в 40 раз. Для азота и гелия результаты расчетов представлены в табл.2.2. На практике получается промежуточный результат, причем он зависит как от конструкции криостата, так и от мастерства экспериментатора.

Таблица 2.2

Хладагент	Начальная температура металла, К	Расход хладагента, кг на 1 кг металла (л на 1 кг металла)		
		для алюминия	для нержавеющей стали	для меди
При использовании теплоты парообразования				
He	300	8,0(64,0)	3,8(30,4)	3,5(28,0)
	77	0,40(3,20)	0,18(1,44)	0,27(2,16)
N <sub>2</sub>	300	0,81(1,0)	0,43(0,53)	0,37(0,46)
При использовании теплоты парообразования и холода пара				
He	300	0,20(1,60)	0,10(0,80)	0,10(0,80)
	77	0,030(0,24)	0,014(0,11)	0,020(0,16)
N <sub>2</sub>	300	0,51(0,64)	0,27(0,34)	0,23(0,29)

Если криостат предварительно охлаждается жидким азотом, то верхний предел интегрирования в левых частях (2.2) и (2.3) будет 77,3, а в правой части (2.2) будет стоять разность ( $i_{78} - i_{4,2}$ ). Существенно, что при этом количество гелия, необходимого для заливки криостата, сокращается в 20 раз. Это объясняется тем, что теплоемкость твердых тел изменяется приблизительно как  $T^3$ . Поэтому при предварительном охлаждении азотом экономится большое количество гелия.

Переливание жидкого гелия из сосуда Дьюара в криостат осуществляется с помощью жесткого или гибкого переливного сифона. Сифон состоит из двух коаксиальных труб из нержавеющей стали; трубы гибкого сифона гофрированы так, что их можно свободно изгибать. Пространство между трубами откачено до остаточного давления 10-2 Н/м<sup>2</sup>. Сифон оснащен клапаном вакуумирования и регулировочным вентилем. В гибком сифоне для устранения теплового контакта между внутренней и внешней трубами вставлены фторопластовые прокладки. Существуют два способа переливания жидкого гелия из сосуда Дьюара в криостат:

- 1) создание в криостате разрежения;

2) создание в сосуде Дьюара избыточного давления с помощью, например, резиновой камеры.

Очень часто при проведении низкотемпературного эксперимента необходимо определить количество гелия в сосуде Дьюара или в криостате. Для этого используются различные уровнемеры.

Наиболее простой уровнемер, который может быть изготовлен в любой лаборатории, — термоакустический. Он представляет собой тонкостенную трубку из нержавеющей стали, на верхнем конце которой помещен упругий элемент. При погружении свободного конца уровнемера в сосуд Дьюара или криостат возникают термоакустические колебания, которые наблюдаются на упругом элементе. При прохождении границы раздела фаз частота и интенсивность колебаний изменяется. Проградуировав предварительно каким-либо способом шкалу (линейку), можно определить количество гелия в сосуде.

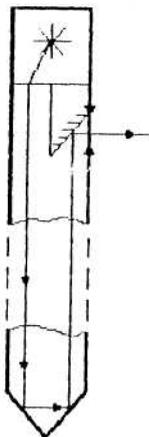


Рис. 2.6

Прост и удобен в эксплуатации оптический уровнемер. Принцип его работы основан на том, что коэффициенты отражения света в газе и жидкости различны. На рис.2.6 показана принципиальная схема его устройства. Нижняя его часть (призма) отшлифована под таким углом, что в газовой фазе наблюдается полное внутреннее отражение и поле зрения будет светлым; при погружении стержня в жидкость луч уходит и поле зрения становится темным.

Эти два вида уровнемера просты и удобны и могут широко использоваться для определения количества жидкого гелия в криостатах и сосудах Дьюара. Однако для непрерывных измерений они не пригодны.

Для постоянного измерения уровня гелия в сложных криогенных установках применяются поплавковые и гидростатические указатели уровня.

В научных лабораториях для измерения уровня жидкого гелия в криостатах применяются электрические уровнемеры: резистивный и емкостный (рис.2.7, а и б). Принцип действия резистивного уровнемера основан на разнице сопротивления части, погруженной в жидкость и находящейся в газовой фазе. Особенно хорошие результаты получают, когда чувствительный элемент является сверхпроводником с критической температурой чуть больше 4,2 К (например, тантал).

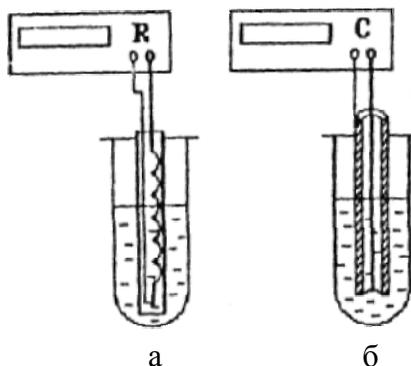


Рис. 2.7

Недостаток такого уровнемера — большая мощность, которая выделяется на чувствительном элементе в нормальном состоянии. От этого недостатка свободен емкостный уровнемер, который представляет собой металлическую трубку с отверстиями, внутри которой по оси натянута нить. Поскольку жидкость и газ имеют разную диэлектрическую проницаемость, емкость такого цилиндрического конденсатора будет изменяться в зависимости от уровня жидкости. Некоторые неудобства пользования этим уровнемером заключаются в том, что температурная усадка, т.е. изменение размеров конденсатора, приводит к изменению емкости такого же порядка, как и при заливке гелия. Этот недостаток можно уменьшить, если применять материал с низким коэффициентом температурного расширения (например, инвар).

При хранении гелия в сосудах Дьюара, а также при проведении исследований в криостатах происходит испарение жидкого гелия вследствие притока тепла. В оценках скорости испарения гелия следует различать два крайних случая. В первом — тепло подводится к сосуду (криостату) снаружи и идет как на испарение жидкости, так и на увеличение энтальпии образовавшегося газа. Во втором случае, когда тепло подводится непосредственно к жидкости (например, выделяется из погруженной в гелий части прибора), то оно уходит только на испарение жидкости. При таких условиях

жидкого гелия испаряется значительно больше, чем в первом случае.

Экспериментально количество испаряющегося гелия можно определить с помощью электрических уровнемеров, но более точно и удобно это делать с помощью газовых счетчиков, выпускаемых промышленностью.

## Описание экспериментальной установки

На рис. 2.8 показана функциональная схема установки для определения теплоты испарения гелия и подводимой тепловой мощности к исследовательскому криостату.

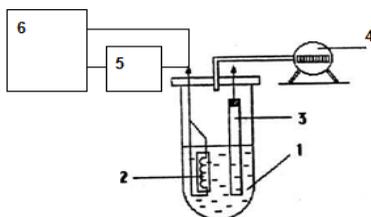


Рис. 2.8

В гелиевый криостат 1 помещены электрический нагреватель 2 с переменной и известной мощностью и емкостный уровнемер 3. Выходное отверстие гелиевой емкости криостата соединено с газовым счетчиком 4, который показывает количество газа, прошедшего через него. Нагреватель соединен с источником питания 5, ток которого изменяется с помощью компьютера 6. На компьютер через аналого-цифровой преобразователь (АЦП) подается напряжение с нагревателя. Изменяя ток нагревателя и измеряя количество испарившегося гелия, можно по зависимости скорости испарения от подводимой мощности определить теплоту испарения жидкого гелия.

## Контрольные вопросы

1. Перечислите основные свойства жидкого гелия как хладагента.
2. Какие термодинамические газовые процессы использованы в установке для получения жидкого гелия?

3. Сколько литров жидкого гелия необходимо для охлаждения 1 кг меди от комнатной до гелиевой температуры, если считать, что охлаждение происходит только за счет испарения гелия?

4. Как измеряется уровень жидкости в гелиевых устройствах?

5. Как можно экспериментально определить теплоту испарения гелия?

6. При каких мощностях нагревателя необходимо определять теплоту испарения гелия?

## **Задания**

1. Залить в криостат жидкий гелий.

2. Измерить количество испарившегося гелия за заданное преподавателем время.

3. Поделив объем газа на время, определить скорость испарения.

4. Установив в программе на компьютере четыре заданных значения тока, провести четыре измерения скорости испарения.

5. Построить график зависимости скорости испарения гелия от подводимой мощности.

6. Методом наименьших квадратов провести по всем точкам прямую.

7. Определить теплоту испарения жидкого гелия и подводимую к гелию мощность. Сравнить с табличным значением.

8.

## **Список рекомендованной литературы**

1. Фастовский В.Г., Петровский Ю.В., Ровинский А.Е. Криогенная техника. М.: Энергия, 1974.

2. Хэфер Р. Криовакуумная техника. М.: Энергоатомиздат, 1983.

3. Баррон Р.Ф. Криогенные системы. М.: Энергоатомиздат, 1989.

# ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 3

## СВОЙСТВА ГЕЛИЯ В ИНТЕРВАЛЕ ТЕМПЕРАТУР 4,2 - 1,5 К

*Цель: изучение свойств жидкого гелия и методов получения температур ниже 4,2 К*

### Введение

Известны два типа систем, обладающих сверхпроводимостью: сверхпроводящее состояние металлов и сверхтекучая фаза жидкого гелия (в эту фазу может переходить только изотоп  $^4\text{He}$ ). Еще до создания микроскопической теории сверхпроводимости возникло понимание того, что сверхпроводимость и сверхтекучесть являются макроскопическим проявлением одного и того же квантового эффекта: образование бозе-конденсата. Жидкий гелий интересен, таким образом, не только как источник низких температур, при которых возможно сверхпроводящее состояние, но и как квантовая система, обладающая рядом уникальных свойств, из которых некоторые аналогичны свойствам сверхпроводников.

### Физические свойства жидкого гелия

На рис.3.1 представлена фазовая диаграмма тяжелого изотопа  $^4\text{He}$ . Из рисунка видно, что существуют две жидкие фазы HeI и HeII и что низкотемпературная жидкая фаза распространяется при нормальном давлении вплоть до абсолютного нуля температур. Высокотемпературная фаза HeI ведет себя, как обычная жидкость. Напротив, поведение HeII определяется его сверхтекучестью. Существование HeII в жидком состоянии при абсолютном нуле свидетельствует о доминирующей роли квантовых нулевых колебаний его атомов, которые препятствуют отвердеванию. Легкий изотоп  $^3\text{He}$  в жидкой фазе не обладает сверхтекучестью, по крайней мере при температурах выше 0,003 К. Поскольку атомы  $^3\text{He}$  — фермионы, а атомы  $^4\text{He}$  — бозоны, становится ясным, что сверхтекучесть является следствием бозе-конденсата. Фазовый переход HeI — HeII отчетливо проявляется в виде логарифмической особенности в теплоемкости при температуре перехода, обнаруженной Кеезо-

мом и Клаузиусом и названной  $\lambda$ -точкой (по форме кривой  $C(T)$ , рис.3.2). При  $\lambda$ -переходе резко возрастает теплопроводность и практически до нуля падает вязкость. Ниже  $\lambda$ -точки жидкий гелий можно представить как состоящий из двух компонентов: нормального — с плотностью  $\rho_n$  и сверхтекучего — с плотностью  $\rho_s$ . Отношение  $\rho_s/\rho_s+\rho_n$  изменяется от единицы при  $T=0$  до нуля в  $\lambda$ -точке. Оба компонента могут двигаться с различными скоростями  $v_s$  и  $v_n$ , и в случае, когда в жидкости нет вращательного движения, трение между компонентами отсутствует. Нормальный компонент ведет себя, как обычная жидкость с вязкостью  $\eta_n \approx 10^{-5}$  Па·с, и несет всю энтропию системы. Сверхтекучий компонент, подобно идеальной жидкости, не обладает вязкостью, однако в отличие от последней его движение является безвихревым ( $rot \vec{v} = 0$ ) независимо от начальных условий, и циркуляция его скорости по любому контуру в жидкости квантуется:

$$\oint_L \vec{v}_s d\vec{l} = \frac{h}{m},$$

где  $m$  — масса атома  ${}^4\text{He}$ . В результате во вращающемся HeII возникают вихревые нити с нормальной сердцевиной, подобные вихрям в сверхпроводниках второго рода. Сверхтекучесть HeII является следствием особого вида энергетического спектра его возбуждений  $E(\vec{k})$ , который определяется образованием бозе-конденсата и отталкиванием между атомами гелия (рис.3.3).

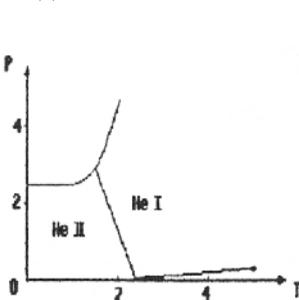


Рис. 3.1

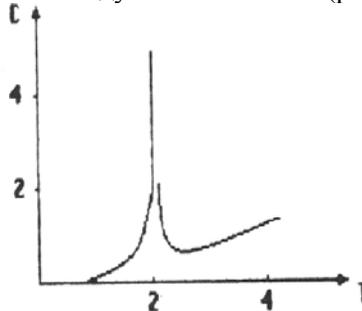


Рис. 3.2

Используя законы сохранения энергии и импульса для взаимодействия жидкости с препятствием (например, со стенками капилляра), можно показать, что рождение возбуждений оказывается не-

возможным при скорости течения жидкости  $v_s \leq \frac{E(\vec{k})}{k}$  (критерий Ландау).

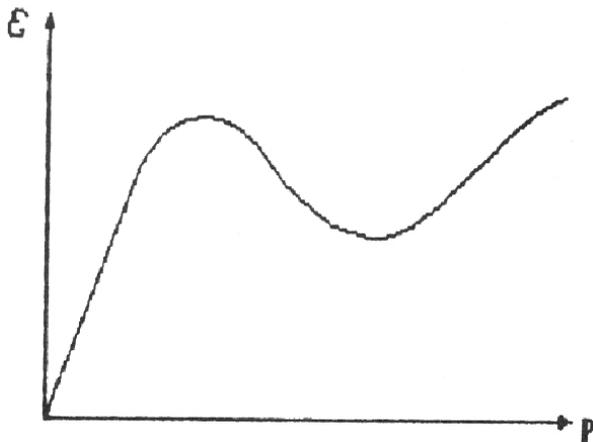


Рис. 3.3

Так как для спектра  $E(\vec{k})$  (см. рис.3.3)  $\min \frac{E(\vec{k})}{k} \neq 0$ , то при неслишком больших скоростях HeII будет иметь нулевую вязкость. Это явление было открыто П.Л. Капицей в 1937 г.

### Получение температур ниже 4,2 К

В настоящее время разработано и существует довольно много методов получения сверхнизких температур (ниже 1 К): среди них такие, как адиабатическое размагничивание парамагнитных солей, растворение  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$  и т.д. С помощью этих методов можно получать температуры до 0,001 К. Еще более низкие температуры (до  $2 \cdot 10^{-6}$  К) получают при адиабатическом размагничивании ядерных спинов.

Наиболее распространенным способом получения температур 4,2 — 1,5 К является откачка паров  $^4\text{He}$ . Техника этого метода довольно проста. При понижении давления над жидким гелием в системе устанавливается температура в соответствии с  $p$ — $T$  диаграммой (см. рис. 3.1), причем количество оставшейся жидкости уменьшается, а часть гелия испаряется при откачке. В табл.3.1 при-

ведены данные о связи конечной температуры, давления и оставшейся части жидкости. Видно, что для того, чтобы получить температуру 1,5 К, нужно откачать почти половину жидкого гелия.

Таблица 3.1

Давление, торр	760	355	182	77	24	5,7
Температура, К	4,2	3,5	3,0	2,5	2,1	1,6
Оставшаяся часть жидкости	1,0	0,83	0,74	0,68	0,63	0,58

Возможность понижения температуры ниже 1 К этим методом ограничена быстрым уменьшением упругости насыщенных паров. Кривая  $p(T)$  имеет экспоненциальный характер (см. табл.3.2 и рис.3.4). При снижении упругости паров быстро возрастают необходимые размеры вакуумных насосов и их мощность.

Таблица 3.2

Температура, К	1,0	0,5	0,1	
Давление, торр	<sup>4</sup> He	0,3	$2 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-32}$
	<sup>3</sup> He	8,6	0,14	$2 \cdot 10^{-5}$

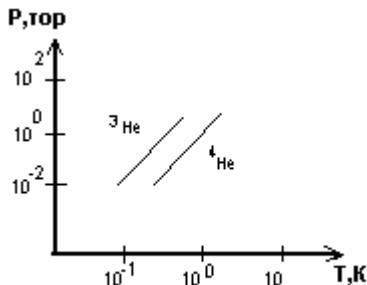


Рис. 3.4

Кроме того, в области HeI мешает пленка сверхтекучей жидкости, которая поднимается по стенкам сосуда и испаряется, что увеличивает необходимую скорость откачки. С помощью специальных средств откачкой паров <sup>4</sup>He можно достичь температур ~0,7 К; на практике, в научных лабораториях обычно получают 1,2 К. Более

низкие температуры (до 0,3 К) можно получить откачкой паров  $^3\text{He}$ .

### Термостатирование и измерение температуры по давлению паров гелия

В лабораторной практике термостатирование исследуемых объектов может достигаться одним из следующих методов:

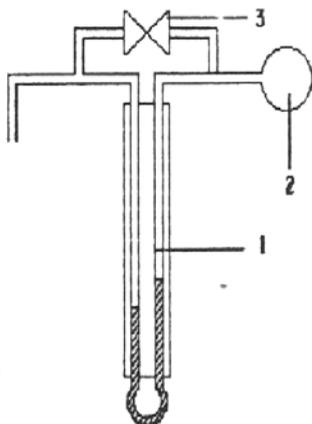


Рис. 3.5

1) поддержанием определенного неизменного давления над зеркалом кипящей жидкости;

2) интенсивным охлаждением теплопровода с одновременным подводом требуемого количества тепла при помощи автоматического регулирования.

Поскольку понижение температуры методом откачки паров  $^4\text{He}$  фактически есть метод получения температуры с помощью изменения давления, то естественным путем термостатирования будет первый из вариантов.

Давление в криостате можно регулировать ручным способом с наблюдением за отклонением от заданного значения по обычному или дифференциальному манометру. В первом случае это чаще всего ртутный или пружинный манометр (или вакуумметр) с достаточно большим количеством делений. При использовании дифференциальной схемы (рис.3.5) второе колено манометра 1 соединено со сравнительной камерой (или объемом опорного давления) 2 и оба колена шунтированы трубкой с вентилем 3. Вначале при открытом вентиле устанавливают требуемую температуру ванны и затем перекрывают вентиль. Отклонение температуры от заданного значения фиксируется по изменению показаний дифференциального манометра, который может быть заполнен в этом случае легкой жидкостью (водой, маслом, эфиром и т.д.), причем чем легче жидкость, тем выше будет чувствительность измерения. Измерив давление паров гелия по ма-

нометру, с помощью стандартных таблиц давление-температура можно определить температуру двухфазной системы.

Давление в криостате можно поддерживать одним из двух способов:

- 1) регулируя скорость откачки паров с помощью вентиля или системы вентиляей, установленных на линии к вакуумному насосу;
- 2) регулируя количество образующихся в криостате паров с помощью вспомогательного нагревателя при постоянной скорости откачки.

Термостатирование при этом сводится к изменению мощности, выделяемой на нагревателе, и может быть осуществлено тонко и просто, но связано с повышенным расходом жидкого гелия в криостате. Более дешево, просто и надежно использовать устройства непосредственного действия, в которых труба для откачки криостата перекрывается клапаном, укрепленным на поплавке или упругом элементе. Все эти устройства выполняют обычно дифференциальными с использованием легких жидкостей или чувствительных эластичных элементов. Называются такие устройства маностатами.

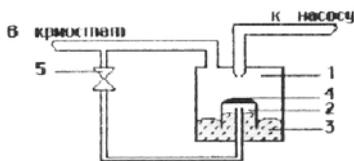


Рис. 3.6

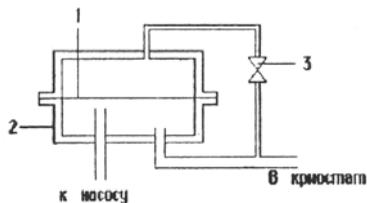


Рис. 3.7

В поплавковом регуляторе (рис.3.6) сравнительной камерой *I* является пространство над легким колпачком (поплавком) 2, плавающим в жидкости 3. На верхней части поплавка установлена резиновая шайба 4. Опорное давление создается с помощью установочного вентиля 5. При повышении давления в криостате "поплавок" тонет, увеличивая сечение прохода для откачки паров вакуумным насосом.

Более удобны и надежны регуляторы давления с эластичными элементами. На рис.3.7 показан регулятор давления с плоской диафрагмой из резины. Диафрагма *I* закреплена и уплотнена по пери-

ферии в корпусе 2. Верхняя часть маностата является сравнительной камерой. Опорное давление в ней создается через установочный вентиль 3. Когда давление в криостате меньше опорного давления, диафрагма перекрывает выход к вакуумному насосу. Как только давление повышается, выход к насосу открывается.

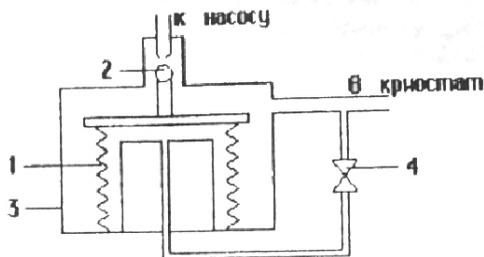


Рис. 3.8

В другом регуляторе давления, представленном на рис.3.8, использован сиффон 1 (гофрированная металлическая трубка), на верхней крышке которого укреплено запирающее приспособление 2 (например, металлический шарик), которое перекрывает отверстие для выхода паров гелия к вакуумному насосу. Нижняя часть сиффона приварена к корпусу 3 маностата. Сравнительной камерой является внутренний объем сиффона. Обычно внутри сиффона помещают металлический цилиндр, который, во-первых, центрирует сиффон, а во-вторых, уменьшает объем сравнительной камеры и, следовательно, инерционность регулятора. Установочный вентиль 4 необходим для создания опорного давления в сравнительной камере. Выход к вакуумному насосу открыт, когда давление в криостате выше опорного, и закрыт в противоположном случае.

### Описание экспериментальной установки

На рис.3.9 показана структурная схема установки для получения температур 4,2 — 1,5 К с помощью откачки паров гелия и наблюдения перехода гелия в сверхтекучее состояние. Стекланный гелиевый криостат 1 соединен через систему термостатирования (обведено пунктиром) с вакуумным насосом 2. В системе термостатирования расположены сиффонный регулятор давления 3 (ма-

ностат) и манометры 4. В криостат вставлен измерительный штوك 5 с термометром и нагревателем, которые подключены к цифровому вольтметру и источнику питания в приборной стойке 6. В металлическом покрытии стеклянных колб криостата протравлена вертикальная полоса для визуального наблюдения; вдоль полосы расположена шкала для измерения уровня жидкого гелия в криостате. Обычно для удобства наблюдения имеется подставка (на схеме не показана). Система вентиляй позволяет подсоединять криостат к газгольдеру или к маностату и изменять давление в криостате.

Такая простая установка позволяет получать температуру в интервале 4,2 — 1,5 К с термостабилизацией не хуже 0,01 К.

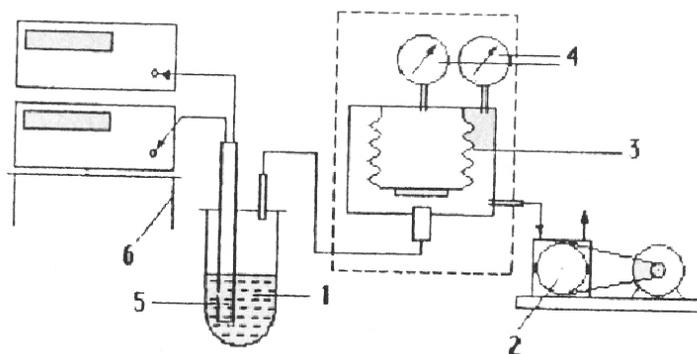


Рис. 3.9

### Контрольные вопросы

1. При каких условиях возникает сверхтекучесть жидкого гелия?
2. Что такое энергия нулевых колебаний?
3. За счет чего происходит уменьшение температуры жидкого гелия при откачке его паров?
4. Как повысить температуру жидкого гелия, находящегося в равновесии с паром?
5. Как влияет переход жидкого гелия в сверхтекучее состояние на получение низких температур с помощью откачки паров?
6. Что такое регуляторы давления? Как они устроены?

## Задания

1. Залить в криостат жидкий гелий.
2. Рассчитать показания образцового вакуумметра в точках по температуре, заданных преподавателем, для этого использовать таблицу давление - температура для двухфазной системы жидкость – пар для гелия.
3. Измерить уровень жидкого гелия при атмосферном давлении.
4. Изменяя давление в криостате, с помощью вентиля «сравнение», измерить уровень гелия в заданных точках.
5. Построить график зависимости оставшейся части гелия от температуры. Сравнить с табличными значениями.

## Список рекомендованной литературы

1. Фастовский В.Г., Петровский Ю.В., Ровинский А.Е. Криогенная техника. М.: Энергия, 1974.
2. Хэфер Р. Криовакуумная техника. М.: Энергоатомиздат, 1983.
3. Таблицы физических величин/Под ред. И.К.Кикоина. М.: Атомиздат, 1976.
4. Баррон Р.Ф. Криогенные системы. М.: Энергоатомиздат, 1989.

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 4 ИЗМЕРЕНИЕ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУР**

*Цель: изучение особенностей измерения низких температур и получение навыков работы с низкотемпературными термометрами.*

### **Введение**

Низкотемпературные измерения в настоящее время являются составной частью целого ряда важнейших научно-технических направлений в физике, энергетике, электронике и других областях науки и техники. Практическое использование криогеники теснейшим образом связано с необходимостью температурных измерений на уровнях жидкого азота, водорода и гелия. Во многих случаях удастся обойтись стандартными термометрами промышленного изготовления и хорошо разработанными методиками. Однако в новых направлениях науки и техники и, в частности в физике сверхпроводимости, всегда происходят случаи, когда стандартными приборами и приемами обойтись нельзя, и тогда знание физических принципов термометрии становится совершенно необходимым. Такие знания требуются при решении многочисленных экспериментальных научных задач, связанных с повышением точности измерения температуры, при изготовлении термометров в научных лабораториях или при выборе метода измерений и соответствующих ему приборов. Квалифицированное решение этих и подобных им вопросов невозможно без знания основ измерения температуры вообще и их особенностей на уровне криогенных температур в частности.

### **Температурные шкалы**

Важнейшим требованием, которому должна удовлетворять любая температурная шкала, является определение с ее помощью значения температур, входящих в уравнения термодинамики. Применение точных соотношений, являющихся следствием второго начала термодинамики, требует создания очень сложной аппаратуры, неудобной для различного рода экспериментальных исследований. Выходом из этого трудного положения является введение

практических температурных шкал, в которых используются простые и удобные вторичные термометры.

В настоящее время для измерений как высоких, так и низких температур установлена Международная практическая температурная шкала МПТШ-68, а для измерения температур ниже 13,81 К — предварительная температурная шкала ПТШ-76. Основной температурой этих шкал является термодинамическая, которая обозначается символом  $T$ . Ее единица — Кельвин (К), определенная как  $1/273,16$  часть температуры тройной точки воды. Температура  $T$  связана с температурой Цельсия следующим образом:

$$t^{\circ}\text{C} = T - 273,15 \quad (4.1)$$

### Термометры для измерения низких температур.

Выбор термометра и метода измерения определяется задачами, которые собираются решать, а также требуемой точностью, чувствительностью, кратковременной и долговременной стабильностью и воспроизводимостью значений и температур, которые будут получены с выбранным термометром.

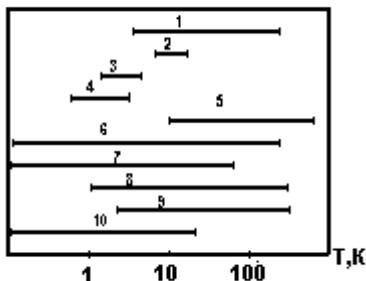


Рис. 4.1

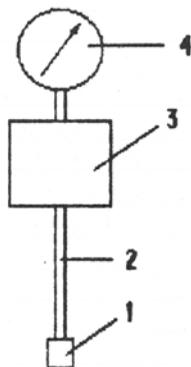


Рис. 4.2

На рис.4.1 показано распределение наиболее распространенных типов термометров по интервалам температур: 1 — газовый (гелиевый) термометр; 2 — конденсационный термометр с водородом; 3 — конденсационный термометр с  $^4\text{He}$ ; 4 — конденсационный термометр с  $^3\text{He}$ ; 5 — металлический терморезистор; 6 — угольный терморезистор; 7 — германиевый терморезистор; 8 —

германиевый термодиод; 9 — термопары; 10 — парамагнитный термометр. Термометры для измерения низких температур образуют две основные группы: 1) термометры, в которых температура определяется по измеренному давлению; 2) термометры, в которых для определения температуры измеряются электрические параметры.

К первой группе относятся газовые и конденсационные термометры, схема которых показана на рис.4.2. Измерительный объем  $I$  ( $V \approx 1 \text{ см}^3$ ) через соединительную трубку (обычно капилляр) 2 и балластный объем 3 ( $V_0$  определяется условиями эксперимента) связан с измерительным прибором 4. В качестве измерительного прибора может быть использован любой манометр с требуемой чувствительностью.

Газовый гелиевый термометр (прямая 1 на рис.4.1) перекрывает самый широкий интервал температур (4÷900 К) и является в принципе абсолютным прибором. Кроме того, он не выделяет тепла и может быть изготовлен на неспециализированных предприятиях. Недостатком его является громоздкость и, следовательно, инерционность. Чувствительность термометра будет определяться выбранным манометром, а также отношением  $V_0/V$  балластного объема к измерительному, и может достигать  $10^{-3}$  К. Газовый термометр обычно применяют для градуировки других термометров.

Конденсационный термометр также основан на зависимости давления от температуры, только здесь измеряется давление насыщенного пара в двухфазной системе жидкость — газ. Естественно, что такой термометр может работать только в узком интервале от тройной точки до критической. На рис. 4.1 показаны температурные интервалы для конденсационных термометров, наполненных водородом 2,  $^4\text{He}$  3 и  $^3\text{He}$  4. Конденсационные термометры не требуют калибровки. Температура определяется по стандартным таблицам, так же как и в случае термометрии по давлению насыщенного пара (см. лабораторную работу 3). Для измерения очень низких температур (ниже 1 К) применяются парамагнитные термометры 10, основанные на зависимости парамагнитной восприимчивости парамагнетиков  $\chi$  от температуры. Как известно, для идеальных парамагнетиков справедлив закон Кюри  $\chi \sim 1/T$ .

В настоящее время наиболее широкое распространение получили электрические термометры. В зависимости от измеряемого

параметра они делятся на терморезисторы, термодиоды, емкостные датчики и термопары.

Терморезисторы или термометры сопротивления основаны на зависимости сопротивления от температуры. На рис. 4.3 показаны температурные зависимости электросопротивления чистых металлов 1 и сплавов 2. Как известно, для чистых металлов выполняется правило Матиссена

$$\rho = \rho_0 + \rho_i(T)$$

где  $\rho$  — удельное сопротивление.

Наиболее часто для металлических термометров сопротивления используется платина, для которой  $\rho_{300}/\rho_{4,2} \sim 10^3$ . Выпускаемые платиновые термометры имеют марки ТСПН или ТСП с разной нумерацией, и имеют при комнатной температуре сопротивление 50 или 100 Ом. Платиновые термометры обла-

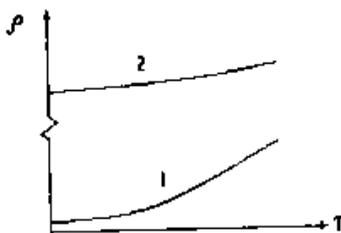


Рис. 4.3

дают высокой стабильностью и воспроизводимостью и поэтому используются в качестве эталонных. Применение их в качестве рабочих термометров ограничено из-за сравнительно больших размеров, малого сопротивления, что требует больших измерительных токов, и в силу зависимости показаний от магнитных полей. Свободны от указанных недостатков (кроме последнего) выпускаемые в последнее время терморезисторы на основе сплавов с парамагнитными примесями железа или никеля. Такие термометры имеют сопротивление при комнатной температуре  $\sim 1$  кОм и  $\rho_{300}/\rho_{4,2} \sim 50$ . Металлические термометры сопротивления обычно применяются для измерений в интервале от 10 К до сотен Кельвинов (интервал 5 на рис.4.1). Измерения ниже 10 К затруднены из-за падения чувствительности (см. рис.4.3). Металлические термометры необходимо градуировать во всем диапазоне температур. К термометрам, пускаемым промышленно, обычно придается градуировочная таблица. Градуировочная таблица для платины имеется во многих справочниках.

Полупроводниковые термометры сопротивления относятся к наиболее распространенным. Все они отличаются быстрым ростом сопротивления при понижении температуры, обычно вблизи ге-

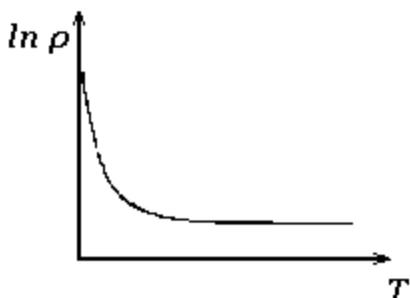


Рис. 4.4

лиевых температур (рис.4.4), вплоть до очень больших величин, типичных для изоляторов. Материалами полупроводниковых терморезисторов могут служить углерод, германий, арсенид галлия.

Угольные термометры широко используются для измерения низких температур благодаря их

большой чувствительности, малой зависимости от магнитного поля; их можно приготовить и в лабораторных условиях. В России угольные термометры, изготавливаемые промышленностью, имеют марку ТСУ. Кроме того, часто в качестве термометров используются угольные резисторы фирм "Allen-Bradley" и "Speer-Carbon", а также отечественные радиотехнические сопротивления марки ТВО. Угольные терморезисторы необходимо градуировать во всем диапазоне температур (см. рис.4.1, прямая б). Температурную зависимость их сопротивления  $R$  можно описывать различными функциями, в зависимости от марки терморезистора и температурного интервала. Например, для резисторов фирмы "Allen-Bradley" в интервале температур 4,2÷20 К можно пользоваться формулой

$$\frac{\ln R}{T} = a + b \ln R,$$

где  $a$  и  $b$  — постоянные.

Для других марок резисторов используются более сложные интерполяционные формулы. Угольные терморезисторы, выпускаемые промышленно, обычно имеют градуировочную таблицу и интерполяционную формулу для всего интервала температур, в котором его рекомендуется применять.

К недостаткам угольных терморезисторов следует отнести долговременную нестабильность, т.е. изменение параметров при мно-

гократном термоциклировании. Это относится в первую очередь к незащищенным угольным сопротивлениям. В последнее время угольные терморезисторы выпускаются в защитной оболочке, и, если она не повреждена, то параметры термометра могут оставаться неизменными и при длительном использовании.

Арсенид-галлиевые термометры (ТСАД) применяются для измерения в интервале температур  $1 \div 100$  К, имеют небольшие размеры и высокую чувствительность. К недостаткам относится сравнительно узкий интервал измеряемой температуры и то, что он имеет корпус, заполненный газообразным гелием. Поэтому этот терморезистор нельзя использовать длительное время в вакууме.

Терморезисторы из германия марки ТПК (ранее обозначались как КГ, КВ, КГГ и др.), выпускаемые в Институте полупроводников АН Украины (г. Киев), являются одними из лучших низкотемпературных термометров. Высокая чувствительность, стабильность, широкий диапазон измеряемой температуры (см. рис.4.1, прямая 7), слабая чувствительность к магнитному полю, малые размеры и инерционность, а также различная армировка корпуса позволяют применять эти термометры практически во всех областях низкотемпературного эксперимента. Каждый датчик снабжается градуировочной таблицей и интерполяционной формулой. Если происхождение датчика неизвестно или утеряна его градуировочная таблица, то требуется калибровка во всем интервале температур. Аппроксимирующая функция может быть задана в виде:

$$\ln T = \sum_{i=0}^n \alpha_i (a + b \ln R)^i,$$

где  $n = 14 \div 16$  для различных термометров и в зависимости от требуемой точности;  $a$ ,  $b$ ,  $\alpha_i$  — постоянные коэффициенты, которые рассчитываются на ЭВМ для каждого температурного интервала.

Термодиоды из арсенид-галлия и германия перекрывают довольно большой диапазон измеряемой температуры (см. рис.4.1, прямая 8). По своим свойствам и применению они близки к полупроводниковым резисторам, но имеют более сильную зависимость от магнитного поля. Кроме того, у некоторых термодиодов при гелиевых температурах появляются шумы.

В последнее время для измерения низких температур стали применяться емкостные термометры. Они основаны на изменении диэлектрической проницаемости, а, следовательно, и емкости ке-

рамических конденсаторов от температуры. Главным достоинством таких термометров является практически нулевая выделяемая мощность и очень слабая чувствительность к магнитному полю. К недостаткам можно отнести довольно узкий интервал измеряемой температуры и немонотонную температурную зависимость емкости.

К самым простым термометрам, которые могут быть изготовлены практически в любой лаборатории, относятся термопары. С помощью различных термопар можно перекрыть очень широкий интервал температуры (рис.4.1, прямая 9), но при гелиевых температурах их чувствительность падает (рис.4.5).

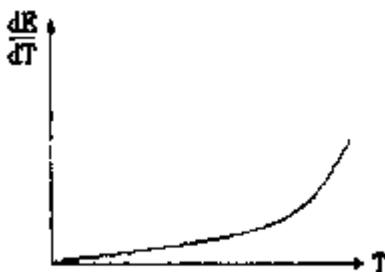


Рис. 4.5

Для измерения низких температур используются различные термопары. Для азотных температур наиболее часто применяют термопары медь-константан, медь-копель, железо-константан, хром-копель. Для гелиевых температур используют термопары медь-золото с железом, медь-золото с кобальтом, медь-медь с железом; вместо медного электрода можно применять хромель. (Характеристики этих термопар стандартизированы и приведены во многих справочниках). К основным недостаткам термопар относятся сравнительно невысокая точность ( $\sim 0,1$  К) и долговременная нестабильность.

### Особенности измерения низких температур

Далеко не все измерения в области низких температур существенно отличаются от обычных физических измерений, но для измерения низких температур необходимо отметить ряд особенно-

стей, без учета которых вряд ли возможно правильное определение температуры. Главная особенность состоит в том, что даже если датчик и образец скреплены друг с другом, между ними может быть большое тепловое сопротивление и, следовательно, большая разница в температуре. Это объясняется малой теплоемкостью элементов экспериментальной системы, и поэтому подвод даже небольшого количества тепла к одному из элементов может приводить к значительному перегреву элемента относительно всей системы. Причинами подвода неконтролируемого тепла могут быть подводящие провода, соединительная арматура, выделяемая мощность измерительного тока в электрических датчиках, тепловое излучение с более теплых поверхностей. На величину разности температур в основном влияет качество теплового контакта образца с термометром. Неприемлем простой механический контакт. Наилучший тепловой контакт обеспечивается припайкой. Однако гальваническая связь термометра с образцом или с землей часто нежелательна. Тогда датчик приклеивают к образцу.

Необходимо принимать ряд мер для устранения или уменьшения воздействия неконтролируемого и нежелательного теплоподвода. Одна из них — тепловое "закорачивание" проводов, т.е. придание им на некотором расстоянии от датчика или образца температуры, близкой к измеряемой. Для этого, например, провода в лаковой изоляции приклеиваются к металлической поверхности с гелиевой температурой. Вторая мера — дополнительное экранирование образца и датчика. Это особенно необходимо, когда датчик и образец имеют малые массы, а следовательно, и теплоемкости. Иногда для увеличения теплоемкости датчик и образец помещаются внутри массивного медного блока, при этом обязателен хороший тепловой контакт как образца и термометра между собой, так и между ними и медным блоком. Необходимой мерой является также правильный выбор измерительного тока через термометр. В принципе, нужно стремиться, чтобы этот ток был минимальным, но "снизу" он ограничен чувствительностью датчика и имеющимся в наличии измерительным прибором. Для того чтобы убедиться, что ток выбран верно, необходимо с требуемой в эксперименте точностью снять вольт-амперную характеристику (ВАХ) при фиксированной температуре окружающей среды.

На рис.4.6 показана такая ВАХ для металлического термометра. Очевидно, что там, где она отклоняется от прямой, температура

датчика выше температуры системы, поэтому измерительный ток должен быть таким, чтобы его значение лежало на прямом участке ВАХ.

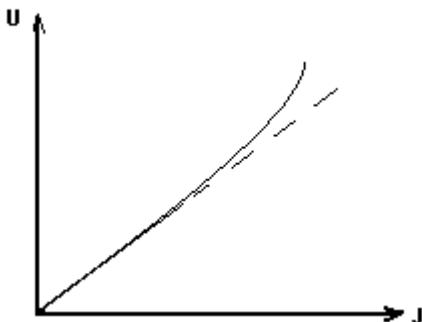


Рис. 4.6

Многое зависит от требуемой точности измерения температуры. На уровне температуры кипения гелия точность  $\sim 0,1$  К легко достигается с помощью перечисленных мер, а точность  $0,01$  К и лучше требует дополнительных мер и тщательного количественного анализа возможных погрешностей.

### **Градуировка низкотемпературных термометров**

Обычно термометры градуируются в организациях и фирмах, выпускающих эти приборы, но иногда возникает необходимость сделать это и в научной лаборатории. Для правильного проведения градуировки нужно соблюдать следующие условия:

- 1) температура, которая наносится на градуируемый термометр, должна определяться по термометру, на который нанесена одна из рекомендуемых к применению температурных шкал, т.е. по образцовому или эталонному термометру;
- 2) градуировку следует производить в специально созданных для этой цели установках с соблюдением всех специальных правил и условий.

## Описание экспериментальной установки

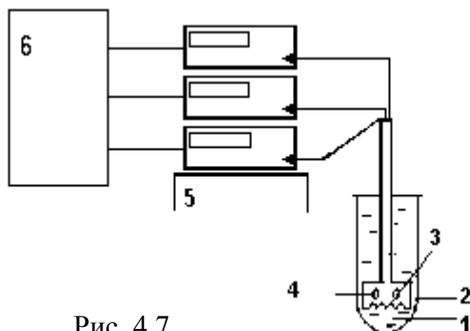


Рис. 4.7

На рис.4.7 показана функциональная схема установки для градуировки низкотемпературных резисторов. В криостате 1 в вакууме размещен массивный медный блок сравнения 2, в котором имеются

отверстия. Туда на специальной замазке вставляются образцовые 3 и градуируемый 4 термометры. Замазка обеспечивает хороший тепловой контакт и удерживает термометры в отверстиях. На поверхности блока находится нагреватель. Провода от термометров с соблюдением указанных в предыдущем разделе мер выведены к приборной стойке 5, в которой расположены источники измерительного тока, обычно регулируемые, а также необходимые приборы (вольтметры, образцовые сопротивления и т.д.) и компьютер 6. Изменяя с помощью нагревателя температуру блока сравнения, регистрируем показания всех термометров. По градуировочным таблицам образцовых термометров необходимо определить температуру и построить зависимость показания (напряжение, сопротивление, емкость и т.д.) – температура для градуируемого термометра.

## Контрольные вопросы

1. Какие типы термометров вы знаете?
2. На каких физических принципах основаны известные вам термометры?
3. Какие термометры применяются для измерения температуры ниже 1 К?
4. Как выбрать измерительный ток термометра?
5. Назовите основные элементы установки для градуировки термометров.

## **Задания**

1. Залить в криостат жидкий гелий.
2. По заданной преподавателем точности градуировки и с помощью градуировочных таблиц определить рабочие токи термометров.
3. Измерить вольт-амперные характеристики термометров. Проверить правильность выбранных рабочих токов.
4. Проградуировать термометр в заданном интервале температур (20 точек).
5. Учтя тип термометра и температурный интервал, подобрать градуировочную кривую, используя статистические методы. Определить точность проградуированного термометра.

## **Список рекомендованной литературы**

1. Орлова М.П., Погорелова О.Ф., Улыбин С.А. Низкотемпературная термометрия. М.: Энергоатомиздат, 1987.
2. Таблицы физических величин. /Под ред. И.К.Кикоина. М.: Атомиздат, 1976.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 5

### ЖИДКИЙ АЗОТ И ЕГО СВОЙСТВА. ТРОЙНАЯ ТОЧКА АЗОТА

*Цель: приобретение практических навыков работы с жидким азотом, определение теплоты испарения азота. Получение твердого азота.*

#### ВВЕДЕНИЕ

Жидкий азот является самым широко используемым хладагентом в научных лабораториях. Это объясняется сравнительно низкой температурой, которую можно получить с его помощью, достаточной простотой использования и доступностью. Тем не менее, необходимо научиться грамотно и безопасно работать с жидким азотом и учитывать его особенности как хладагента.

#### Свойства азота как хладагента

Жидкий азот – бесцветная прозрачная жидкость с температурой кипения 77,38 К при нормальном давлении, химически не активная, без запаха. Некоторые параметры азота приведены в таблице 2.1 (см. лабораторную работу 2). Обращает внимание достаточно большая, особенно по сравнению с гелием, теплота парообразования. Поэтому азота для охлаждения необходимых объектов и материалов требуется значительно меньше (см. таблицу 2.2. из лабораторной работы 2), чем гелия. В больших объемах жидкий азот получают на газоразделительных заводах и привозят в специальных криогенных цистернах в научные и учебные учреждения, например в МИФИ, и хранят в азотных танках различного объема. Азотный танк МИФИ вмещает 10 т азота. Затем его разливают в азотные сосуды Дьюара емкостью 16, 25 и 40 л. В таких сосудах в научных лабораториях жидкий азот хранится около двух недель. Заметим, что для переливания жидкого азота из танка в лабораторные сосуды необходимо предварительно испарить более 100 л азота. Поэтому экономически выгодно выдавать сразу большое количество

во азота. В малых количествах азот сжижают на небольших лабораторных установках, как это описано в лабораторной работе 8. При переливании жидкого азота в лаборатории специальных средств не предусмотрено, его можно выливать из сосуда Дьюара как обычную воду через край. При этом, однако, необходимо соблюдать меры предосторожности, старясь, чтобы брызги не попали на открытые участки тела, особенно глаза. В отличие от жидкого гелия, жидкий азот можно доливать в различные устройства (криостаты, сосуды Дьюара и т.д.), не дожидаясь, когда хладагент закончится полностью, более того, рекомендуется заливать азот в холодную систему.

В закрытых системах количество жидкого азота или его уровень определяют с помощью различных уровнемеров, аналогичных гелиевым уровнемерам (см. лабораторную работу 2). В больших азотных танках обычно используют поплавковые или гидростатические уровнемеры, проградуированные в единицах массы, в лабораторных криостатах применяют резистивные и емкостные уровнемеры.

### **Определение теплоты испарения жидкого азота. Получение твердого азота**

Для определения теплоты испарения используется измерения скорости испарения азота от мощности нагревателя. Твердый азот получают откачкой паров в двухфазной системе жидкость – газ. При понижении давления уменьшается температура системы. В табл. 5.1 приведена связь между температурой и давлением.

Таблица 5.1

T, K	63,148	65	67	69	71	73	75	77,348
P, 10 <sup>2</sup> Па	126,1	174,189	243,223	332,453	445,711	587,131	761,122	972,341

Откачав определенную часть жидкого азота, мы тем самым понизим температуру до температуры тройной точки, при этом в криостате будет образовываться твердый азот, который можно наблюдать через прорезь в металлическом покрытие колбы криостата.

## Описание экспериментальной установки

На рис.5.1 показана структурная схема установки для определения теплоты испарения азота и получения твердого азота.

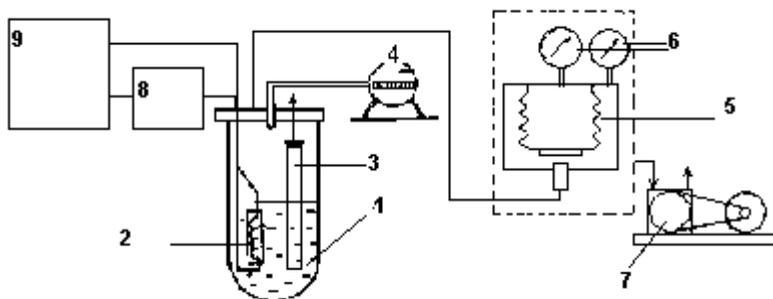


Рис. 5.1

Стеклянный криостат 1 соединен через систему термостатирования (обведено пунктиром) с вакуумным насосом 7. В системе термостатирования расположены сильфонный регулятор давления 5 (маностат) и манометры 6. В криостат вставлены измерительный шток 2 с нагревателем, который подключен к источнику питания 8, управляемому компьютером 9, и уровнемер 3. В металлическом покрытии стеклянных колб криостата протравлена вертикальная полоса для визуального наблюдения; вдоль полосы расположена шкала для измерения уровня жидкого азота в криостате. Скорость испарения измеряется с помощью газового счетчика 4, как это описано в лабораторной работе 2. Система вентиляей позволяет подсоединять криостат к маностату и изменять давление в криостате.

### Контрольные вопросы

1. Как определить теплоту парообразования азота?
2. Какими параметрами характеризуется тройная точка? Каковы они для азота?
3. Как определить количество жидкого азота в лабораторном сосуде Дьюара?

4. На каком физическом принципе работает уровнемер, установленный в криостате?

### **Задания**

1. Измерить скорость испарения жидкого азота при отключенном нагревателе, подсоединив криостат к газовому счетчику.

2. Измерить скорость испарения жидкого азота при двух различных мощностях нагревателя.

3. По измеренным точкам определить теплоту испарения азота. Сравнить с табличной величиной.

4. Отсоединить криостат от газового счетчика и подсоединить к системе маностатирования и откачки.

5. Определить начальный уровень жидкости в криостате.

6. Откачать пары в криостате до давления тройной точки. Измерить уровень жидкого азота в криостате.

7. Продолжить откачку и наблюдать появление твердой фазы.

8. Определить относительное количество испаренного азота. Сравнить с расчетным значением.

### **Список рекомендованной литературы**

1. Хефер Р. Криовакуумная техника. М.: Энергоатомиздат, 1983.

2. Баррон Р.Ф. Криогенные системы. М.: Энергоатомиздат, 1989.

# ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 6

## ПОЛУЧЕНИЕ МАГНИТНЫХ ПОЛЕЙ С ПОМОЩЬЮ СВЕРХПРОВОДЯЩИХ СОЛЕНОИДОВ. МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ МАГНИТНЫХ ПОЛЕЙ

*Цель* – изучение устройства и работы сверхпроводящего соленоида и методов измерения магнитного поля в нем.

### Введение

Создание сверхпроводников с высокими значениями критических параметров (критической температуры –  $T_{кр}$ , критического тока –  $J_{кр}$ , критического магнитного поля –  $H_{кр}$ ) позволило использовать явление сверхпроводимости для получения постоянных магнитных полей с индукцией 10 Тл ( $10^5$  Гс) и выше. Преимуществом сверхпроводящих магнитных систем, по сравнению с обычными электромагнитами, является отсутствие потерь подводимой электрической энергии на нагревание токонесущих элементов. За счет этого существенно повышается КПД магнитной системы, сокращаются её габариты и масса. Сверхпроводящие магнитные системы в настоящее время используются во многих физических и технических установках.

### Сверхпроводящий соленоид

Сверхпроводящий соленоид представляет собой катушку, обмотка которой выполнена из сверхпроводящего материала. Если через обмотку пропустить ток, то возникает магнитное поле, которое в центре соленоида достигает большой величины. Оно определяется числом витков обмотки, геометрическими размерами соленоида и электрическим током через обмотку. Принципиально конструкция сверхпроводящего соленоида мало отличается от конструкции обычного соленоида. Для улучшения контакта сверхпроводящего материала с хладагентом между слоями обмотки оставля-

ются зазоры, ставятся прокладки из материала с хорошей теплопроводностью, обмотку разбивают на отдельные секции.

При изготовлении сверхпроводящего соленоида принципиальным является вопрос стабилизации сверхпроводящего провода, из которого выполнена обмотка (поскольку возможны, вообще говоря, тепловые неустойчивости). Предположим, что на коротком участке обмотки, через которую течет электрический ток, в силу внутренних или внешних причин выделилось некоторое количество тепла, достаточного для того, чтобы перевести этот участок из сверхпроводящего состояния в нормальное. Источником таких тепловых возмущений могут быть скачки магнитного потока и различные механические неоднородности в сверхпроводнике.

Рассмотрим поведение такого сверхпроводника после действия кратковременного теплового импульса. Существуют два варианта. Первый – границы области нормальной фазы распространяются на весь сверхпроводник и, таким образом, вся обмотка соленоида перейдет в нормальное состояние. Второй – границы области нормальной фазы «схлопнутся», т.е. сверхпроводник останется в сверхпроводящем состоянии. Во втором случае говорят, что сверхпроводник стабилизирован, т.е. устойчив относительно кратковременных тепловых возмущений. Существует несколько способов стабилизации сверхпроводника.

Криостатическая стабилизация достигается, если сверхпроводящий провод поместить в матрицу из нормального металла с высокой электропроводностью. Когда сверхпроводник переходит в нормальное состояние, электрический ток целиком переносится матрицей из нормального металла.

Энтальпийная стабилизация достигается за счет отвода тепла от сверхпроводника другим материалом с высокой теплоемкостью.

Динамическая стабилизация достигается добавлением к сверхпроводнику определенного количества нормального металла, достаточного для магнитного демпфирования скачка потока.

Решение вопросов, связанных со стабилизацией сверхпроводящего провода, привело к созданию сверхпроводящих кабелей, состоящих из большого числа жил, каждая из которых в свою очередь состоит из тонких сверхпроводящих нитей, погруженных в медную матрицу. Сверхпроводящие кабели применяются в основном в специальных магнитных системах, где их использование экономически целесообразно.

## Расчет соленоида

На рис.6.1 приведены обычно используемые обозначения для соленоидов.

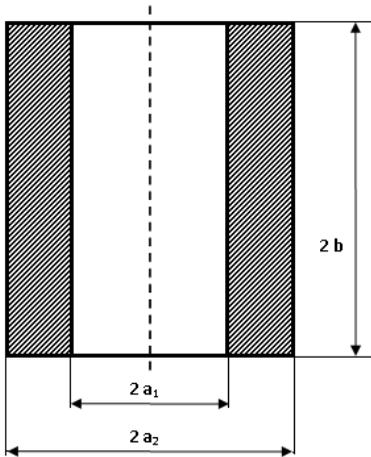


Рис. 6.1

Соленоиды характеризуются двумя безразмерными параметрами:  $\alpha = a_2/a_1$  и  $\beta = b/a_1$ . Соленоиды с одинаковыми  $\alpha$  и  $\beta$  называются подобными. Для бесконечно длинного соленоида магнитная индукция внутри него

$$B_\infty = \mu_0 I = \mu_0 j a_1 (\alpha - 1) = \mu_0 j (a_2 - a_1), \quad (6.1)$$

где  $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$  Гн/м – магнитная проницаемость вакуума;  $I$  [А/м] линейная плотность тока;  $j$  [А/м<sup>2</sup>] – плотность тока в обмотке. Для тонкого ( $\alpha \approx 1$ ) соленоида конечной длины

$$B_0 = \mu_0 I / \sqrt{1 + \beta^2}, \quad (6.2)$$

$$B(z) = 1/2 \cdot \mu_0 I \left[ \frac{1}{\sqrt{1 + \left(\frac{b-z}{a_1}\right)^2}} + \frac{1}{\sqrt{1 + \left(\frac{b+z}{a_1}\right)^2}} \right], \quad (6.3)$$

где  $B_0$  – индукция в центре соленоида;  $B(z)$  – индукция на оси соленоида на расстоянии  $z$  от центра. Поле в центре соленоида конечной толщины

$$B_0 = \mu_0 j a_1 \beta \ln \frac{\alpha + \sqrt{\alpha^2 + \beta^2}}{1 + \sqrt{1 + \beta^2}}. \quad (6.4)$$

### Методы измерения магнитных полей

**Баллистический метод.** Основан на явлении электромагнитной индукции. Катушка, содержащая несколько витков тонкой проволоки, помещается в исследуемое магнитное поле. При изменении магнитного потока  $\Phi$  через катушку в ней индуцируется ЭДС ( $\varepsilon$ ):

$$\varepsilon = -d\Phi / dt$$

Если концы катушки замкнуты на сопротивление  $R$ , то в контуре находится ток

$$i = \varepsilon / R = -\frac{1}{R} \cdot \frac{d\Phi}{dt},$$

где  $R$  – сопротивление контура.

Заряд, прошедший через контур при изменении магнитного потока от  $\Phi_1$  до  $\Phi_2$ , определяется следующим образом:

$$q = \int dq = \int i \cdot dt = -\frac{1}{R} \cdot \int d\Phi = \frac{\Phi_1 - \Phi_2}{R}. \quad (6.5)$$

Если катушка помещена в область однородного магнитного поля, направленного перпендикулярно к плоскости витков, то

$$\Phi = nBS, \quad (6.6)$$

где  $n$  – число витков катушки;  $S$  – площадь витка.

При  $\Phi = 0$  из выражений (6.5) и (6.6) получаем:

$$B = qR/nS. \quad (6.7)$$

Таким образом, для определения индукции магнитного поля  $B$  необходимо измерить заряд  $q$ , прошедший через катушку. Величины  $R$ ,  $n$ ,  $S$  известны.

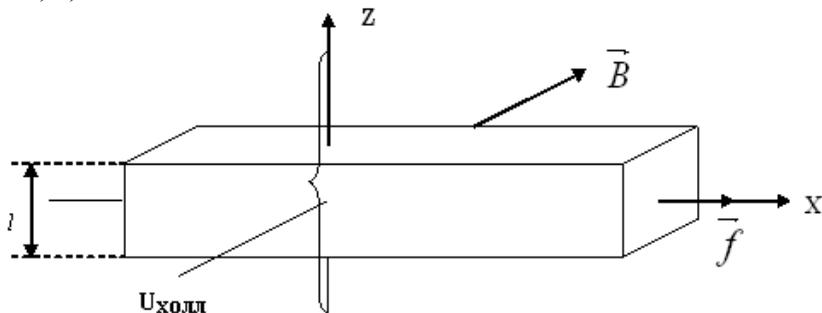


Рис. 6.2

**Метод, основанный на эффекте Холла.** Если через образец в виде прямоугольного параллелепипеда пропустить постоянный электрический ток и поместить в магнитное поле  $B$ , перпендикулярное к вектору плотности тока  $\vec{j}$  (рис. 6.2), то между его гранями вдоль оси  $z$  возникает разность потенциалов

$$U = Rj_l B, \quad (6.8)$$

где  $R$  – постоянная Холла;  $j$  – плотность тока,  $l$  – размер образца вдоль оси  $z$ . Для металлов постоянная Холла

$$R = 1/ne, \quad (6.9)$$

где  $n$  – концентрация свободных носителей тока;  $e$  – заряд электрона. В случае полупроводникового образца выражение для  $R$  имеет более сложный вид, так как в полупроводниковых материалах существуют два типа носителей электрического заряда – электроны и дырки, причем подвижность электронов и дырок не одинакова.

Из выражения (6.8) следует, что напряжение Холла пропорционально измеряемому магнитному полю, поэтому при заданной плотности тока  $j$  и известных значениях  $R$  и  $l$  можно вычислить  $B$ .

### **Метод, основанный на эффекте магнетосопротивления.**

Электрическое сопротивление многих металлов и сплавов изменяется под действием внешнего магнитного поля. Образец из такого материала, предварительно прокалиброванный по известному магнитному полю, помещается в магнитное поле, значение которого необходимо определить. Измеряя электросопротивление образца и сравнивая его с градуировочным графиком, определяют значение магнитной индукции  $B$  измеряемого поля.

Существуют и другие методы измерения магнитного поля, например, метод ЯМР и магнетооптический эффект Фарадея. Выбор конкретного метода определяется требуемой точностью измерения величины магнитного поля и диапазоном измеряемых полей. Описанные выше методы весьма просты с точки зрения технического осуществления, однако они уступают по точности измерений, например, методу ЯМР.

### **Описание экспериментальной установки**

Экспериментальная установка состоит из сверхпроводящего соленоида с блоком питания и измерительного блока с датчиками магнитного поля.

В данной работе используется соленоид, обмотка которого изготовлена из проволоки Nb-Ti, заключенной в медную матрицу. Соленоид *1* помещен в гелиевый криостат *2* (рис. 6.3).

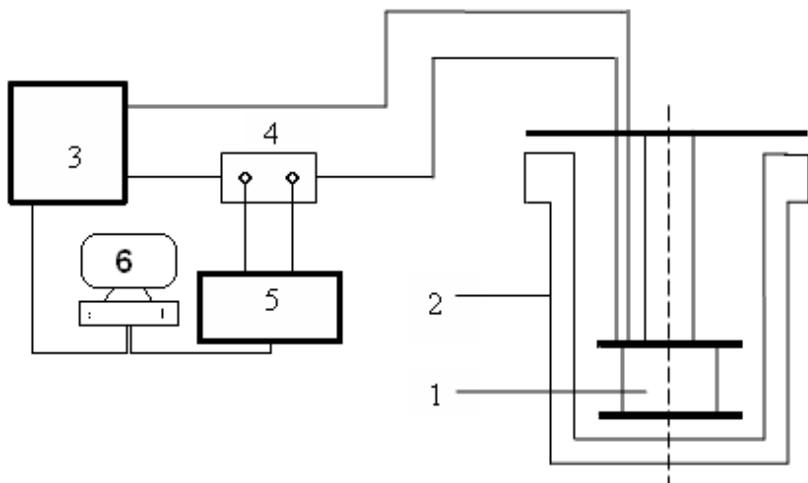


Рис. 6.3

Датчики магнитного поля вводятся внутрь соленоида через отверстие в верхнем фланце криостата. На этом же фланце расположены токовводы для питания соленоида. Блок питания *3* позволяет плавно изменять ток через обмотку соленоида от 0 до 30 А. Последовательно с соленоидом включен шунт *4*. Падение напряжения на шунте, пропорциональное величине тока через соленоид, измеряется цифровым вольтметром *5*. Управление блоком питания и сбор данных с вольтметра осуществляется с помощью персонального компьютера *6*.

Схема измерения магнитного поля баллистическим методом представлена на рис. 6.4. В баллистическом методе в качестве датчика используется катушка из тонкой медной проволоки *1*.

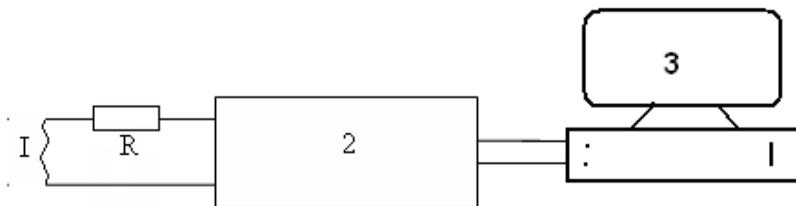


Рис. 6.4

Индукционный ток в катушке измеряется с помощью нановольтамперметра 2. Нановольтр соединен с персональным компьютером 3, который программно производит интеграцию сигнала по времени с учетом заранее заданных калибровок (число витков, геометрические размеры катушки и т.п.). Изменение магнитного потока, пронизывающего контур измерительной катушки, осуществляется плавным изменением тока через обмотку соленоида. Сопротивление  $R$  ограничивает максимальный ток в контуре. Для измерения магнитного поля с помощью магнитосопротивления ( $R_M$ ), величина сопротивления определяется как:

$$R_M = \frac{U_{R_M}}{U_R} R_3,$$

где  $U_{R_M}$  – падение напряжения на датчике магнитного поля  $R_M$ ;  $U_R$  – падение напряжения на нагрузочном резисторе  $R_3$ .

Значения  $U_{R_M}$  и  $U_{R_3}$  измеряются с помощью вольтметра. Величина  $R_3$  известна заранее. Все датчики магнитного поля (катушка, датчик Холла, резистор  $R_M$ ) установлены на штоке. Перемещая шток по вертикали, можно измерить распределение магнитного поля по оси соленоида.

## Контрольные вопросы

1. Опишите устройство сверхпроводящего соленоида.

2. Какие сверхпроводящие материалы используются для изготовления сверхпроводящих соленоидов?

3. Чем ограничивается величина максимально допустимого тока через сверхпроводящий соленоид?

4. В чем состоит стабилизация сверхпроводящего провода?

5. Почему не затухает ток через сверхпроводящий соленоид, если концы его обмотки накоротко замкнуть сверхпроводящей перемычкой?

6. Каковы особенности различных методов измерения магнитного поля? В чем преимущества и недостатки этих методов?

### **Задания**

1. Залить в криостат жидкий гелий.

2. Запитать сверхпроводящий соленоид током 10 А.

3. Включить датчик Холла. Определить величину магнитного поля.

4. С помощью вставки вертикального перемещения найти положение, соответствующее максимальному значению магнитного поля.

5. Измерить зависимость величины холловского напряжения от значения тока через соленоид при плавной развертке тока.

6. Определить значение магнитного поля баллистическим методом.

7. Определить значение магнитного поля по магнитосопротивлению.

8. Выключить источник тока через соленоид.

9. Сравнить результаты, полученные различными методами.

10. Рассчитать величину магнитного поля в центре сверхпроводящего соленоида по известным геометрическим параметрам.

11. Сравнить экспериментальные данные и результаты расчета. Если есть расхождение, объяснить его.

### **Список рекомендуемой литературы**

1. Уилсон М. Сверхпроводящие магниты. М.: Мир, 1985.

2. Брехна Г. Сверхпроводящие магнитные системы. М.: Изд-во иностр. лит., 1962. Гл. 4.4.

# ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 7

## ПОЛУЧЕНИЕ ТЕМПЕРАТУР 10 – 80 К.

### ГЕЛИЕВЫЙ КРИОКУЛЕР

*Цель: изучение методов получения температур в интервале 10 – 80 К и получение практических навыков работы с гелиевым криокулером.*

### Введение

В научных и технологических лабораториях, занимающихся вопросами физики низких температур, сверхпроводимости, физики конденсированного состояния, для получения низких температур все чаще используют криокулеры или компактные криорефрижераторы. Основное преимущество этих устройств заключается в отсутствии в системе жидких хладагентов. Охлаждению, как правило, подвергается держатель образца или криоголовка. Для работы криокулера требуется термостатированный объем, который практически представляет собой обычный гелиевый или азотный криостат. Для охлаждения больших объектов с помощью криокулеров необходимо применять теплообменный газ. Основными характеристиками криорефрижераторов является тепловые мощности, снимаемые на первой и второй ступенях охлаждения, минимально достижимая температура и время, требуемое для захолаживания устройства. В настоящее время имеется целый ряд компаний производителей компактных криорефрижераторов. Ниже рассмотрим некоторые модели криорефрижераторов, основанные на цикле Гиффорда–МакМагона и пульсационных трубах, серийно выпускаемые одним из ведущих производителей Sumitomo Heavy Industries (Япония).

### Двухступенчатые криорефрижераторы 4,2 К на цикле Гиффорда-МакМагона

Двухступенчатые криорефрижераторы модели SDRK находятся на рынке более десяти лет и известны своей высокой хладопро-

изводительностью, работоспособностью при любой ориентации в пространстве, исключительной надежностью, компактностью и простотой в обращении. Вышесказанное делает серию SRDK идеальным выбором как для исследовательских приложений, так и для промышленного применения.

На рис. 7.1. представлена диаграмма хладопроизводительности модели SRDK-4008D. Эта диаграмма позволяет определить либо допустимые мощности теплоподвода к первой и второй ступеням при заданных температурах, либо значения температур, которых можно достигнуть при имеющихся мощностях тепловых потоков. Например, при подводимой мощности на первой ступени 60 Вт и второй ступени 4 Вт, температура соответственно первой ступени будет составлять 66 К, а второй ступени – 6.2 К. Видно, что если тепловой подвод ко второй ступени уменьшить до 1 Вт, предельно достижимая температура также уменьшится и составит 4 К.



Рис. 7.1

В таб. 7.1. представлены основные характеристики криорефрижераторов серии SRDK.

Таблица 7.1

Модель	SRDK-415D	SRDK-408D2	SRDK-305D	SRDK-205D	SRDK-101D
1-ая ступ., Вт	35 Вт @ 50 К	31 Вт @ 40 К	15 Вт @ 40 К	3 Вт @ 50 К	3 Вт @ 60 К
2-ая ступ., Вт	1,5 Вт @ 4,2 К	1,0 Вт @ 4,2 К	0,4 Вт @ 4,2 К	0,5 Вт @ 4,2 К	0,1 Вт @ 4,2 К
T <sub>мин</sub> 2-й ступ., К	< 3,5	< 3,5	< 3,5	< 3,5	< 3,0
Охлаждение до 4,2 К, мин	< 60	< 60	< 120	< 90	< 150
Т-ра окр. среды, °С	5 ... 35	5 ... 35	5 ... 35	5 ... 35	5 ... 35
Вес, кг	18,0	18,0	16,0	14,0	7,2

### Двухступенчатые криорефрижераторы 4,2 К серии SRP (пульсационные трубы)

Криогенные рефрижераторы серии SRP представляют собой высокопроизводительные устройства, работающие по принципу пульсационной трубы. В связи с отсутствием в холодной голове криокулера каких-либо движущихся частей, данные машины обладают существенно меньшими вибрациями, более простой конструкцией и, соответственно, большей надежностью чем аналогичные криорефрижераторы на базе цикла Гиффорда–МакМагона или Стирлинга. Вышесказанное делает SRP серию идеальным выбором для исследовательских приложений, особенно чувствительных к вибрациям, таких, например, как оптические исследования или охлаждение образцов в электронных и туннельных микроскопах. В таб. 7.2 приведены характеристики криорефрижераторов серии SRP.

Таблица 7.2

Модель	SRP-052A	SRP-052D	SRP-062A	SRP-082A
1-ая ступ. , Вт	10 Вт @ 45 К	10 Вт @ 50 К	30 Вт @ 65 К	40 Вт @ 45 К
2-ая ступ., Вт	0,5 Вт @ 4,2 К	0,5 Вт @ 4,2 К	0,5 Вт @ 4,2 К	1,0 Вт @ 4,2 К
T <sub>мин</sub> 2-й ступ., К	< 3,0	< 3,5	< 2,6	< 3,0
Охлаждение до 4,2 К, мин	< 70	< 80	< 80	< 70
Т-ра окр. среды, °С	5 ... 35	5 ... 35	5 ... 35	5 ... 35
Вес, кг	23,5	23,5	23,2	25,7
Вибрация, мкм				
1-й ступени	н/д	± 3	± 3	± 8
2-й ступени	н/д	± 3	± 5	± 11
Ориентация	вертик.	вертик.	вертик.	вертик.

### Двухступенчатые криорефрижераторы на температуры 10 – 20 К

В ряде приложений требуются температуры не ниже 10 К. В этом случае имеет смысл использовать высокопроизводительные криогенные рефрижераторы серий DE, M, CH, SRDK на цикле Гиффорда–МакМагона. Данные серии криорефрижераторов применяются для широкого круга задач, в том числе, в криостатах для охлаждения экранов или исследуемых образцов, а также в качестве ключевого элемента криогенных вакуумных насосов. Первое поколение таких криорефрижераторов на 10 К было разработано более чем 40 лет назад и известно своей исключительной надежностью и удобством в эксплуатации. Возможно сверхвысоковакуумное (UHV) исполнение криорефрижераторов с возможностью прогрева цилиндра до 200 °С, а также исполнение с минимальной температурой 6,5 К. По требованию заказчика, головка криорефрижератора

может быть оснащена необходимым присоединительным фланцем, в том числе нестандартным. На рис. 7.2 представлена диаграмма хладопроизводительности криорефрижератора DE-202. Общие характеристики криорефрижераторов серии DE, M и CH, SRDK даны соответственно в таб. 7.3, 7.4, 7.5.



Рис. 7.2.

Таблица 7.3

Модель	DE-202	DE-204SL 6,5 K
1-ая ступ., Вт	7,3 Вт @ 77 K	13,5 Вт @ 77 K
2-ая ступ., Вт	1,8 Вт @ 20 K	2,5 Вт @ 10 K 7,5 Вт @ 20 K
$T_{\text{мин}}$ 2-й ступ., K	< 10	< 6,5
Охлаждение до 10 K, мин	< 75	< 35
Т-ра окр. среды, °C	4 ... 40	4 ... 40
Вес, кг	6.8	7.7

Таблица 7.4

Модель	M-204S	M-208R	M-208S
1-ая ступ. , Вт	13,5 Вт @ 80 К	65 Вт @ 77 К	28 Вт @ 77 К
2-ая ступ., Вт	6,7 Вт @ 20 К	6,0 Вт @ 20 К	8,0 Вт @ 20 К
T <sub>мин</sub> 2-й ступ., К	< 10	< 10	< 10
Охлаждение до 10 К, мин	< 35	< 55	< 50
T-ра окр. среды, °С	4 ... 40	4 ... 40	4 ... 40
Вес, кг	6,8	11,7	15,9

Таблица 7.5

Модель	CH-210	SRDK- 408S	SRDK-400 линия
1-ая ступ. , Вт	110 Вт @ 77 К	30 Вт @ 45 К	54 Вт @ 40 К
2-ая ступ., Вт	6,0 Вт @ 20 К	5,4 Вт @ 10 К	нет
T <sub>мин</sub> 2-й ступ., К	< 10	< 7	< 25
Охлаждение до 10 К, мин	Н/Д	< 60	Н/Д
T-ра окр. среды, °С	4 ... 40	5 ... 35	5 ... 35
Вес, кг	13,6	17,2	16,0

## Описание экспериментальной установки

Экспериментальная установка (рис. 7.3) состоит из головки криокулера 1, соединенной с компрессорным блоком 2. Головка 1 монтируется в криостат 3. Теплоизоляция осуществляется откачки за счет вакуумного объема криостата и медного экрана 4, прикрепленного к первой ступени криокулера 5. Держатель образца 6 вместе с датчиком температуры и нагревателем присоединяется ко второй ступени криокулера 7. Температура образца изменяется увеличением или уменьшением мощности электрического нагревателя, которая определяется по току и напряжению в цепи нагревателя.

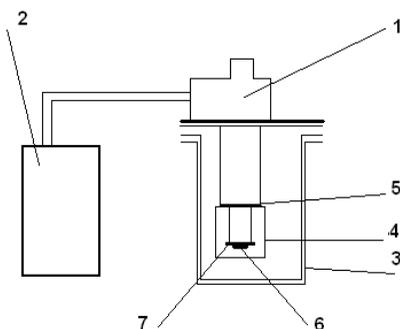


Рис. 7.3

## Контрольные вопросы

1. На каких циклах работают компактные криофрижеры (криокулеры)?
2. Какие основные характеристики криокулеров?
3. Почему криокулер необходимо использовать вместе с криостатом?
4. Как с помощью криокулера охладить массивные объекты, например, сверхпроводящий соленоид?
5. С какой целью применяется медный экран?
6. Как изменить температуру образца?
7. Как определить мощность электрического нагревателя?

## Задания

1. Провести внешний осмотр держателя образца вместе с датчиком температуры, нагревателя. Убедиться в отсутствии механических повреждений.
2. Провести монтаж криокулера в криостате.
3. Проверить коммутацию датчика температуры и нагревателя.
4. Откачать внутренний объем криостата до  $10^{-4}$  мм рт. ст.
5. Включить компрессор.
6. Определить время охлаждения образца до 4 К.
7. Включить электрический нагреватель на 5-7 уровнях мощности. Определить в каждом случае предельную температуру второй ступени криокулера.
8. Выключить нагреватель и компрессор.
9. Построить зависимость температуры второй ступени криокулера от выделяемой мощности.

## Список рекомендованной литературы

1. Фастовский В.Г., Петровский Ю.В., Ровинский А.Е. Криогенная техника. М.: Энергия, 1974.
2. Руднев И.А. Принципы конструирования низкотемпературных устройств. М.: МИФИ, 2007.

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 8**

### **ПОЛУЧЕНИЕ ТЕМПЕРАТУР 80 – 300 К.**

### **АЗОТНЫЙ КРИОКУЛЛЕР**

*Цель: изучение методов получения температур в интервале 80–300 К с помощью азотного криокулера.*

#### **Введение**

В большом количестве экспериментальных и технологических установок, а также в устройствах технической сверхпроводимости необходимо длительное охлаждение на уровне 80 К. Применение жидкого азота при этом оказывается не всегда оправдано из-за большого расхода жидкого хладагента. Современные компактные криорефрижераторы (криокулеры) позволяют решить проблему охлаждения устройств в диапазоне 80–300 К без применения жидкого азота. Как и в гелиевых криокулерах, охлаждению подвергается криоголовка. Для охлаждения больших объектов с помощью криокулеров необходимо применять теплообменный газообразный гелий. Основными характеристиками азотных криокулеров являются тепловая мощность, снимаемая на криоголовке, минимально достижимая температура и время, требуемое для захлаживания устройства.

#### **Одноступенчатые криорефрижераторы 77 К серии SRP (пульсационные трубы)**

Для работы с азотными температурами достаточно эффективными являются одноступенчатые криогенные рефрижераторы серии SRP, работающие по принципу пульсационной трубы. Как и рефрижераторы серии SRP на 4,2, эти устройства, рассчитанные на азотные температуры, обладают существенно меньшими вибрациями, более простой конструкцией и соответственно большей надежностью, чем аналогичные криорефрижераторы на базе цикла Гиффорда–МакМагона или Стирлинга. В таб. 8.1 приведены основные характеристики криорефрижераторов серии SRP. На рис. 8.1 дана зависимость температуры криоголовки рефрижерато-

ра серии SRP от угла ориентации при различных тепловых нагрузках. Внешний вид одноступенчатого криорефрижера серии SRP на 77 К показан на рис.8.2.

Таблица 8.1

Модель	SRP-1512A	SRP-2620A
1-я ступ. , Вт	5 Вт @ 80 К	10 Вт @ 77 К
$T_{\text{мин.}}$ , К	< 60	< 55
Время охлаждения, мин.	< 20 (80 К)	< 40 (77 К)
Т-ра окр. среды, °С	5 ... 35	5 ... 35
Вес, кг	8,8	10,1
Ориентация	Произвольная	Произвольная

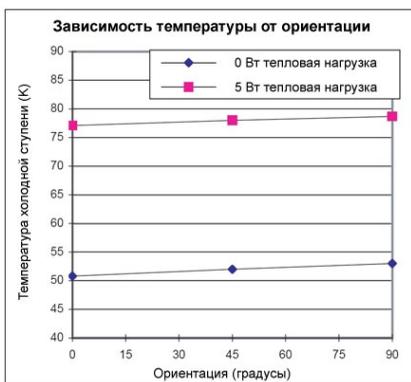


Рис. 8.1



Рис. 8.2

## Описание экспериментальной установки

Экспериментальная установка (рис. 8.3) состоит из головки криокулера 1, соединенной с компрессорным блоком 2. Головка 1 монтируется в криостат 3. Теплоизоляция осуществляется за счет либо вакуумирования стенок криостата, либо за счет покрытия стенок криостата теплоизоляционным материалом 4. Непосредственно к криоголовке 5 крепится держатель образца 6 вместе с датчиком температуры и нагревателем. Температура образца изменяется увеличением или уменьшением мощности электрического нагревателя, которая определяется по току и напряжению в цепи нагревателя.

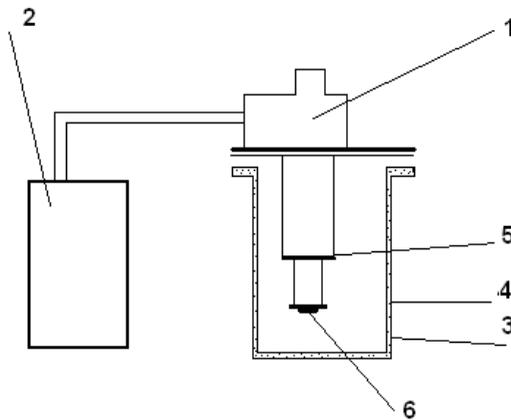


Рис. 7.3

## Контрольные вопросы

1. В чем отличие азотного и гелиевого криокулеров?
2. Какие основные характеристики криокулеров?
3. Почему в криостате для азотного криокулера отсутствует медный экран?
4. Может ли криокулер работать не в вертикальном положении?
5. Какие изменения нужно внести в схему 7.3 для охлаждения объемных объектов?

6. Какой газ можно использовать в качестве теплообменного для охлаждения массивных объектов?

### **Задания**

1. Провести внешний осмотр держателя образца вместе с датчиком температуры, нагревателя. Убедиться в отсутствии механических повреждений.
2. Провести монтаж криокулера в криостате.
3. Проверить коммутацию датчика температуры и нагревателя.
4. Откачать внутренний объем криостата до  $10^{-4}$  мм рт. ст.
5. Включить компрессор.
6. Записать и построить зависимость температуры криоголовки от времени работы компрессора.
7. Определить время охлаждения образца до 80 К.
8. Включить электрический нагреватель на 5-7 уровнях мощности. Определить в каждом случае предельную температуру второй ступени криокулера.
9. Выключить нагреватель и компрессор.
10. Построить зависимость температуры криоголовки от выделяемой мощности.

### **Список рекомендованной литературы**

1. Фастовский В.Г., Петровский Ю.В., Ровинский А.Е. Криогенная техника. М.: Энергия, 1974.
2. Руднев И.А. Принципы конструирования низкотемпературных устройств. М.: МИФИ, 2007.

## СОДЕРЖАНИЕ

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 1 .....	4
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 2 .....	21
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 3 .....	34
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 4 .....	43
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 5 .....	54
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 6 .....	58
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 7 .....	67
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 8 .....	75

Безотосный Игорь Юрьевич  
Жабрев Геннадий Игоревич  
Руднев Игорь Анатольевич

ТЕХНИКА НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУР  
Лабораторный практикум

Редактор Волвенкова Т.В.

Подписано в печать 8.12.08 Формат 60x84 1/16

Печ.л 5,0 Изд. № 3/39 Тираж 120 экз.

Заказ 2-2420

Московский инженерно-физический институт

(государственный университет)

115409 Москва, Каширское шоссе, 31

Типография издательства «Тривант»

г. Троицк