

Автоматизированный комплекс для физических исследований квантовых кристаллов в милликельвиновой области температур

А. Н. Ганьшин, В. Н. Григорьев, В. А. Майданов, Г. А. Михайлов,
В. А. Михеев, Н. Ф. Омелаенко, А. А. Пензев, В. Н. Репин,
Э. Я. Рудавский, А. С. Рыбалко, Ю. А. Токарь, В. А. Шилин

*Физико-технический институт низких температур им. Б. И. Веркина НАН Украины
пр. Ленина, 47, г. Харьков, 61103, Украина
E-mail: rudavskii@ilt.kharkov.ua*

Статья поступила в редакцию 13 февраля 2001 г.

Описан разработанный криогенный комплекс для физических исследований квантовых кристаллов в области сверхнизких температур. Комплекс включает рефрижератор растворения с гибридной системой циркуляции ^3He , систему антивибрационной защиты и автоматизированную систему управления, сбора и обработки экспериментальных данных. Описаны конструкции основных узлов, система термометрии, а также алгоритмы измерений и программные средства для проведения исследований квантовых кристаллов методом прецизионного измерения давления. Представленный комплекс может быть использован для решения широкого круга задач по изучению различных конденсированных систем в милликельвиновой области температур.

Описано розроблений криогенний комплекс для фізичних досліджень квантових кристалів в області наднизьких температур. Комплекс включає рефрижератор розчинення з гібридною системою циркуляції ^3He , систему антивібраційного захисту та автоматизовану систему управління, збору та обробки експериментальних даних. Описано конструкцію основних вузлів, систему термометрії, а також алгоритми вимірювань і програмні засоби для проведення досліджень квантових кристалів методом прецизійного вимірювання тиску. Поданий комплекс може бути використано для рішення широкого кола задач по вивченню різних конденсованих систем в мілікельвіновій області температур.

PACS: 07.20.Mc, 67.80.-s

Введение

В настоящее время наибольшее распространение в лабораторной практике сверхнизких температур получили рефрижераторы растворения. Предложенный в [1] метод охлаждения, основанный на использовании теплоты смешения двух изотопов гелия, обеспечивает высокую хладопроизводительность и возможность получения и поддержания сверхнизких температур в течение сколь угодно длительного времени.

Впервые этот метод был удачно реализован в 1966 г. [2], а использованная этими авторами схема рефрижератора с внешним циклом циркуляции ^3He стала наиболее популярной в криогенных лабораториях. Типичным недостатком такого

рода рефрижераторов является необходимость использования громоздких откачных линий в системе циркуляции, а также специальных мер, исключающих попадание паров масла или ртути из насосов в криостат. Кроме того, кипение рабочей жидкости в насосах вызывает дополнительные вибрации, что нежелательно при использовании рефрижераторов растворения в криостатах ядерного размагничивания. Эти недостатки устранены в рефрижераторах с криогенным циклом циркуляции ^3He , которая осуществляется конденсационными либо адсорбционными насосами. Различные варианты таких рефрижераторов описаны в работах [3–8].

Достоинства криогенного цикла циркуляции заключаются, прежде всего, в использовании сте-

рильной откачки, что существенно понижает вероятность блокировки капилляров и дросселя различными примесями, которые могут попасть в систему циркуляции ^3He . В то же время реализация криогенного цикла требует либо дополнительной системы с ^3He (при использовании конденсационных насосов), либо надежно работающих криогенных клапанов, если циркуляция осуществляется адсорбционными насосами. Циклическая регенерация адсорбционных насосов в рефрижераторах с адсорбционной откачкой приводит также к повышенному расходу жидкого гелия.

Поэтому представлялось перспективным создание такого рефрижератора, в котором сочетались бы достоинства как криогенного цикла, так и внешней циркуляции ^3He . В настоящей работе описана конструкция и приведены основные характеристики рефрижератора растворения ^3He в ^4He , в котором в зависимости от условий эксперимента возможна реализация как внешнего цикла ^3He , так и криогенного цикла. Описываемый рефрижератор растворения является составной частью криогенного комплекса для физических исследований при сверхнизких температурах. Планируется, что этот рефрижератор будет дополнен ступенью ядерного размагничивания, поэтому при создании комплекса были приняты специальные меры по защите от возможных вибраций и высокочастотных помех. Комплекс снабжен системой автоматизированного сбора и обработки экспериментальных данных, причем система автоматизации разработана с учетом использования некоторых приборов с ручным управлением.

Комплекс был введен в эксплуатацию для экспериментального исследования квантовых кристаллов, в частности твердых растворов ^3He - ^4He , с помощью прецизионного измерения давления в образце. Поэтому измерительная часть, алгоритмы и программное обеспечение описаны на примере тех физических задач, которые решались в процессе таких исследований. Однако следует отметить, что представленный комплекс может быть использован для решения широкого круга задач, возникающих при исследовании различных конденсированных систем при сверхнизких температурах.

1. Система защиты от вибраций и электромагнитного излучения

Для уменьшения вибраций установка смонтирована в специальном здании, построенном из крупных бетонных блоков и не связанном с фундаментом и стенами основного здания. Основным элементом вибрационной защиты [9] служит по-

лудаторонная платформа, к которой крепится криостат. Платформа вместе с криостатом подвешена на восьми пеньковых канатах длиной 6 м к швеллерным балкам, расположенным под потолком. Груз платформы выбран таким образом, чтобы резонансная частота вертикальных колебаний

$$f_{\text{vert}} = \frac{1}{2} \pi \sqrt{K/M} \quad (1)$$

не совпадала ни с одной из частот основных источников вибраций. Здесь K — жесткость канатов; M — масса платформы. Специальные измерения показали, что f_{vert} составляет 6,5 Гц, что согласуется с расчетом по формуле (1) [9]. Естественно, эта величина может быть уменьшена за счет увеличения массы платформы.

Резонансная частота горизонтальных колебаний определена по формуле математического маятника

$$f_{\text{hor}} = \frac{1}{2} \sqrt{g/L}, \quad (2)$$

где L — длина каната; g — ускорение силы тяжести. Измеренное значение $f_{\text{hor}} = 0,25$ Гц, что хорошо согласуется с величиной, полученной при расчете по формуле (2).

Измерения амплитуды колебаний платформы проводили с помощью акселерометра [10] для двух положений платформы — подвешенной на канатах и арретированной (находящейся на специальных суппортах). Главным источником вибраций на частотах выше 10 Гц являются компрессоры оживительного зала, расположенного на расстоянии ~ 100 м. Установлено, что амплитуда колебаний платформы в подвешенном состоянии уменьшается в 40–50 раз по сравнению с арретированной платформой и вдаль от резонанса составляет 0,01 мкм, а вблизи $\approx 0,2$ мкм. Для уменьшения вибраций, передаваемых по откачным линиям, последние выполнены с применением металлорукавов и сильфонных развязок.

Требования к радиочастотной защите установки обусловлены близостью телерадиотрансляционного передатчика. С целью уменьшения высокочастотных помех, оказывающих влияние как на предельно достижимую температуру рефрижератора, так и на показания термометров сопротивления, используемых на установке, лабораторное помещение было обшито медными листами толщиной 0,3 мм. При полной экранировке помещения ослабление радиочастотного сигнала на частоте 100 кГц (скин-слой 30 мкм) достигало 120 Дб.

2. Рефрижератор растворения с гибридной системой циркуляции

На рис. 1 схематически показаны основные узлы и элементы рефрижератора растворения. Безазотный гелиевый криостат 1 внутренним диаметром 210 мм и длиной внутренней колбы 2,4 м имеет многослойную суперизоляция, что обеспечивает экономный расход жидкого гелия без дополнительного азотного охлаждения [11]. Градусная ванна 8 откачивается форвакуумным насосом НВПР-16 производительностью 16 л/с, а дроссель, расположенный на заборной трубке градусной ванны 6, имеет сопротивление потоку $2,2 \cdot 10^{-10}$ см⁻³. Для предотвращения его блокировки механическими примесями в жидком гелии на конце заборной трубки расположен фильтр с прессованным

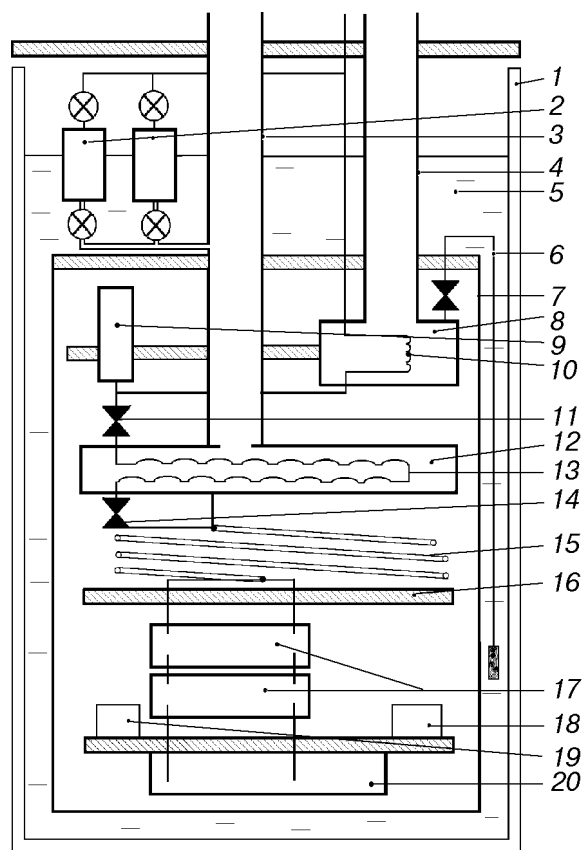


Рис. 1. Схема конструкции рефрижератора растворения. 1 — безазотный гелиевый криостат; 2 — адсорбционные насосы; 3 — труба откачки камеры испарения; 4 — труба откачки градусной ванны; 5 — жидкий ⁴He; 6 — капилляр заполнения градусной ванны с дросселем и фильтром на конце; 7 — вакуумная рубашка; 8 — градусная ванна; 9 — сборник; 10 — конденсор раствора; 11 — основной дроссель; 12 — камера испарения; 13 — теплообменник камеры испарения; 14 — вторичный дроссель; 15 — непрерывный теплообменник; 16 — промежуточная плита, расположенная между непрерывным и дискретными теплообменниками; 17 — дискретные теплообменники; 18 — экспериментальная ячейка; 19 — кристаллизационный термометр; 20 — камера растворения.

медным порошком. Рабочая температура градусной ванны обычно составляет 1,2–1,4 К.

Низкотемпературная часть рефрижератора растворения включает камеру испарения 12, камеру растворения 19 и систему теплообменников 15 и 17. Циркулирующий ³He предварительно охлаждается внутри медного капилляра (внутренний диаметр 1,2 мм, внешний диаметр 2 мм), навитого спиралью на экранах горловины криостата, и затем конденсируется в капилляре 10, расположенном внутри градусной ванны. После этого жидкий ³He собирается в сборнике 9, предназначенном для стабилизации работы рефрижератора при осуществлении циркуляции ³He с помощью адсорбционных насосов 2.

Сечение адсорбционного насоса изображено на рис. 2. Для надежного охлаждения адсорбента к медной трубке 1 твердым припоем припаяна стопка чередующихся медных тарелочек 2 с медной сеткой 3. Промежутки между тарелочкой и сеткой заполнены синтетическим адсорбентом СКМ-4. Толщина тарелочки с адсорбентом составляет 3 мм, период чередования 5 мм. Насос помещен во внешнюю вакуумную рубашку 4, а для регенерации насоса использован нагреватель 6 и специ-

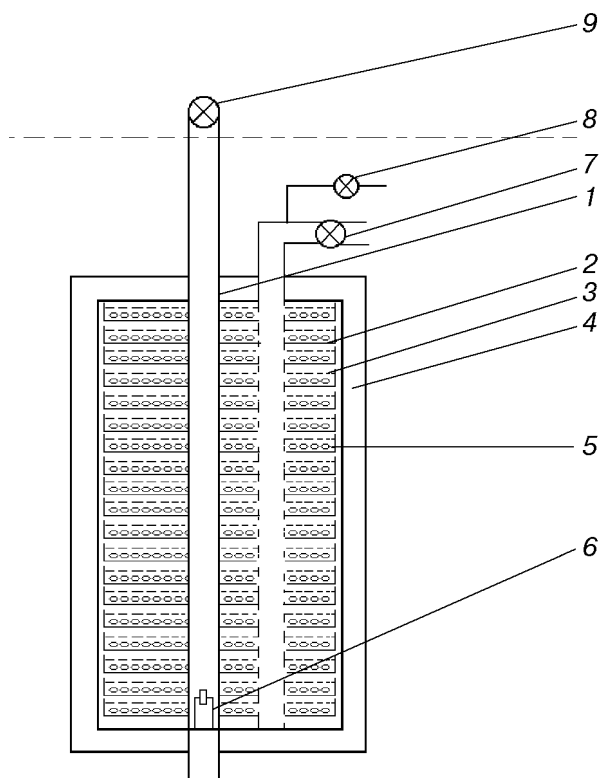


Рис. 2. Схема конструкции адсорбционного насоса. 1 — медная трубка с жидким гелием; 2 — тарелочка для адсорбента; 3 — медная сетка; 4 — вакуумная рубашка; 5 — адсорбент; 6 — нагреватель; 7 — клапан для включения адсорбционных насосов; 8 — регенерационный клапан; 9 — дренажный клапан.

альные дренажные трубки, аналогичные описанным в [7]. В такой конструкции тарелочки с адсорбентом имеют хороший тепловой контакт с жидким гелием и скорость отвода теплоты адсорбции обеспечивает циркуляцию $7 \cdot 10^{-4}$ моль/с.

Низкотемпературные вентили линии откачки аналогичны вентилям, использованным в работе [7]. Однако в отличие от [7] возвратные вентили расположены непосредственно в жидком гелии. Сечение вентиля составляет $\sim 1 \text{ мм}^2$.

Из сборника жидкий ^3He , проходя через основной дроссель (см. рис. 1, 11) с сопротивлением потоку $2 \cdot 10^{-11} \text{ см}^{-3}$, поступает в теплообменник камеры испарения 13, при этом его температура понижается до 0,7–0,8 К.

Камера испарения объемом 240 см^3 изготовлена из меди. Для подавления сверхтекучей пленки использована полированная диафрагма диаметром 4 мм. Из камеры испарения возвратный поток, проходя через вторичный дроссель 14 с сопротивлением потоку $1,8 \cdot 10^{-10} \text{ см}^{-3}$, поступает в непрерывный теплообменник 15 типа «спираль в трубке» и систему дискретных теплообменников 17. Непрерывный теплообменник представляет собой капилляр диаметром 2 мм и толщиной стенки 0,2 мм, свернутый в спираль вокруг проволоки диаметром 2 мм и вставленный в трубку диаметром 6 мм и толщиной стенки 0,3 мм. Разбавленная фаза расслоившегося жидкого раствора ^3He – ^4He течет в пространстве между трубками, а концентрированная жидкость — во внутренней трубке. Длина такого теплообменника составляет 1 м.

Восемь дискретных теплообменников 17 были изготовлены в университете г. Ланкастер (Великобритания) [12, 13]. На обе стороны серебряной пластины теплообменника толщиной 0,1 мм и размерами 30×75 мм припечен слой серебряного порошка с размером частиц 700 Å. Площадь поверхности с каждой стороны пластины составляла $\sim 7 \text{ м}^2$. Трубки из нержавеющей стали для входа и выхода разбавленной и концентрированной фаз соединены серебряным припоем с крышками теплообменника. Перегородка между фазами припаяна к крышкам «мягким» припоем ПОС-61. Диаметры каналов теплообменников изменялись от 3 до 5 мм со стороны концентрированной фазы и от 5 до 12 мм со стороны разбавленной фазы.

Между непрерывным и дискретными теплообменниками расположена плита 16 с прикрепленным к ней теплообменником. Этим теплообменником служит взятая в равной пропорции смесь медного порошка с размером частиц 25 мкм и ультрадисперсного серебряного порошка с размером частиц 700 Å, спрессованная под давлением

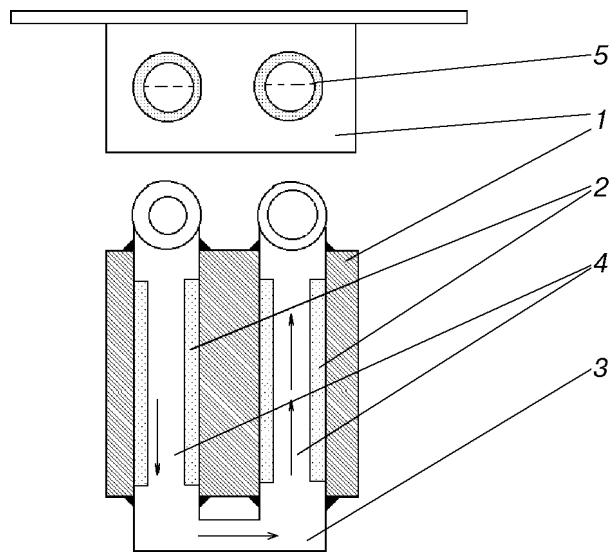


Рис. 3. Схема конструкции камеры растворения. 1 — корпус камеры; 2 — теплообменник камеры растворения; 3 — соединительная трубка; 4 — каналы для потока жидкости; 5 — положение линии расслоения.

2,3 кбар. При этом коэффициент заполнения составляет 50%, площадь теплообмена $\sim 20 \text{ м}^2$.

После теплообменников циркулирующий поток поступает в камеру растворения 20, выточенную из цельного куска бескислородной меди вместе с рабочим фланцем, который крепится к плите 16 на трех трубках из нержавеющей стали. Диаметр фланца составляет 131 мм, что обеспечивает достаточно большое пространство для расположения измерительных ячеек и установки различных типов термометров. Камера растворения и фланец для улучшения теплового контакта покрыты тонким слоем серебра. Камера растворения сконструирована по типу противоточного теплообменника (рис. 3) и изготовлена из медного блока 1, в котором расточено два параллельных отверстия диаметром 22 мм и длиной 90 мм. У стенок отверстий на расстоянии 5 мм запрессована смесь медного порошка с диаметром частиц 5–10 мкм и серебряного порошка с размером частиц 700 Å. Спрессованный порошок (давление прессования 2,3 кбар) служил теплообменником второй камеры растворения. С одной стороны торца отверстия соединены перемычкой 3, а с другого — с нижним дискретным теплообменником 17 (см. рис. 1).

Таким образом, поток жидкого ^3He попадает из теплообменника 17 в камеру растворения и проходит по специальным каналам 4. Очень важным было оптимально выбрать внутренний диаметр каналов, чтобы уменьшить вязкостный на-

грев. В соответствии с работой [14] внутренний диаметр канала выбран равным 12 мм. Объем камеры растворения составляет 64 см³, а площадь поверхности ее теплообменника ≈ 400 м². Камера растворения смонтирована таким образом, что линия расслоения в стационарном режиме располагается параллельно оси каналов. Для крепления измерительных устройств фланец камеры растворения содержит конические и резьбовые соединения.

В данном рефрижераторе кроме адсорбционной системы откачки предусмотрена и циркуляция ³He с помощью механического насоса, что позволяет значительно сократить расход гелия на предварительном этапе охлаждения, а также про-

водить длительные эксперименты, не требующие достаточно низких температур (до температур ~ 25–30 мК). Включение адсорбционных насосов обычно производится при необходимости дальнейшего понижения температуры. На рис. 4 показана схема циркуляции ³He, выполненная на такой «гибридной» основе. Как видно на рисунке, при циркуляции ³He, осуществляемой механическим насосом, поток поступающего на конденсацию газообразного ³He перед входом в криостат очищается с помощью азотной ловушки 7, расположенной на выходе механического насоса 8, и гелиевой ловушки 6, находящейся внутри гелиевой дьюары. Для контроля давления на выходе насоса расположен манометр 11, который реги-

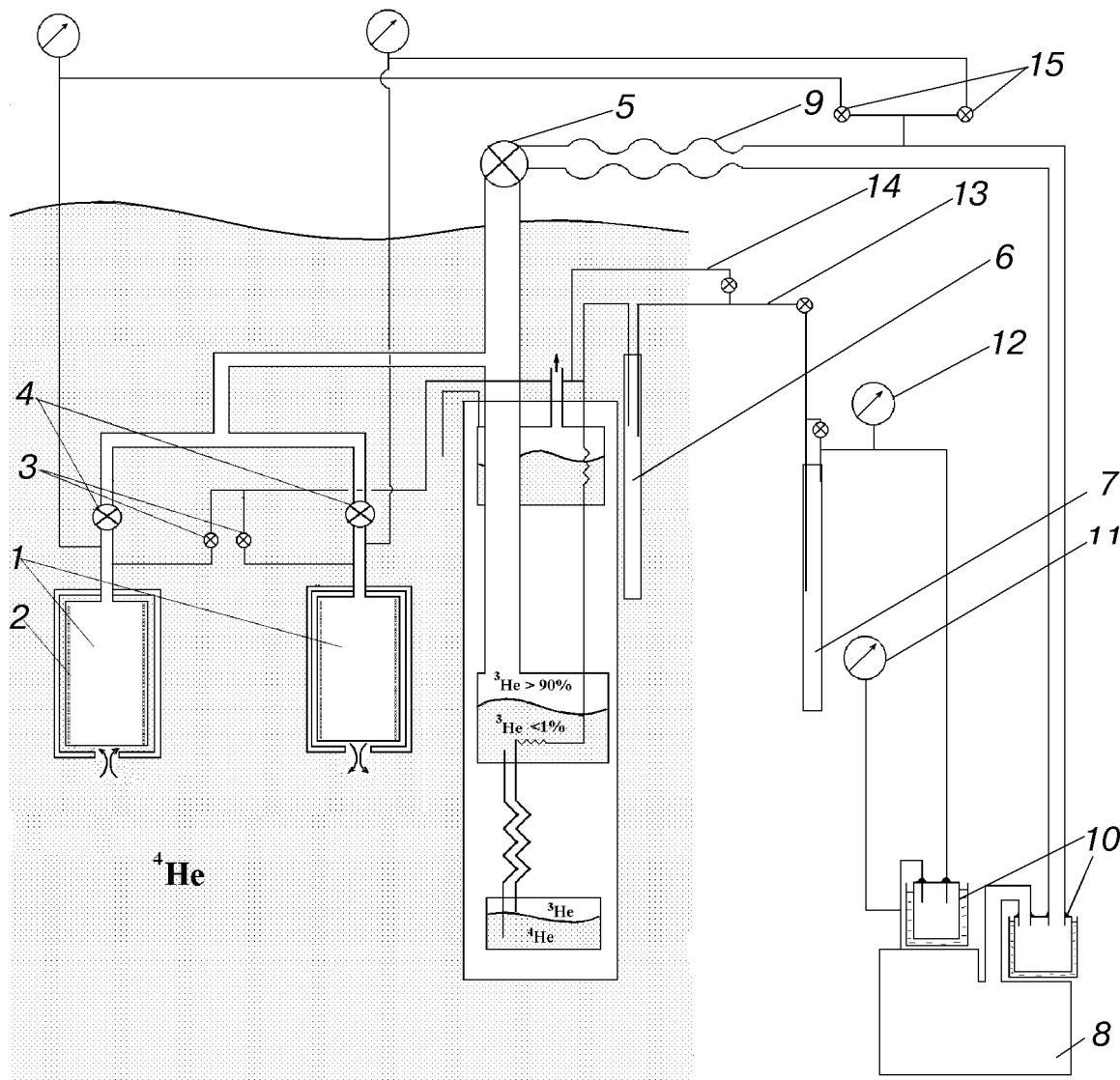


Рис. 4. Принципиальная схема циркуляции ³He в рефрижераторе растворения. 1 – адсорбционные насосы; 2 – нагреватель адсорбента; 3 – регенерационные клапаны; 4 – низкотемпературные клапаны для включения адсорбционных насосов; 5 – вентиль откачки камеры испарения механическим насосом; 6 – гелиевая ловушка; 7 – азотная ловушка; 8 – механический насос; 9 – сильфонный шланг откачки; 10 – азотные ловушки; 11, 12 – манометры; 13 – основная линия конденсации; 14 – запасная линия конденсации; 15 – вентили возврата из адсорбционных насосов.

стрирует возможную блокировку масляной ловушки 10. На установке также предусмотрена запасная линия конденсации 14, которая открывается вентилем при блокировке основной линии 13. В случае криогенной откачки ^3He из камеры растворения циркуляция осуществляется попеременно работающими насосами 1, которые управляются низкотемпературными клапанами 3 и 4. В данном устройстве предусмотрен возврат ^3He из адсорбционных насосов 1, находящихся в режиме регенерации, в линию конденсации 13 с помощью механического пластинчато-роторного насоса 8. В этом случае низкотемпературные клапаны 3 постоянно закрыты, а возврат ^3He непосредственно в линию откачки 9 механического насоса осуществляется через клапаны 15, расположенные при комнатной температуре. Вентиль 5 при этом закрыт. Таким образом, адсорбционный насос, находящийся в режиме регенерации, постоянно откачивается механическим насосом.

Такое сочетание криогенной откачки и регенерации с откачкой механическим насосом имеет следующие достоинства:

- существенно снижаются требования к основным криогенным клапанам 4, поскольку давление в адсорбционном насосе во время регенерации заметно не возрастает;
- адсорбционный насос очищается практически полностью, не оставляя заметного количества ^3He после завершения процесса регенерации;
- режим нагрева адсорбционных насосов более экономичный, поскольку нет необходимости существенно повышать давление в насосе.

Минимальная температура, которая была получена при охлаждении с незаполненной ячейкой (без теплопритока по капилляру заполнения), составила 4,2 мК. Первоначально циркуляция осуществлялась механическим насосом, а после достижения 25–30 мК включались адсорбционные насосы. При работе с внешней откачкой, когда по условиям эксперимента не нужны температуры ниже 20 мК, рефрижератор достаточно экономичен. Так, при «крейсерской» циркуляции 10^{-4} моль/с расход жидкого гелия составлял 7 л/сутки.

3. Экспериментальный комплекс для исследования твердого гелия с помощью прецизионного измерения давления

Работу данного автоматизированного криогенного комплекса можно проследить на примере исследования кинетических процессов в твердых растворах квантовых кристаллов ^3He – ^4He в милликельвиновой области температур. Измерительная ячейка 18 с образцом закреплена на плите

камеры растворения 20 (см. рис. 1) с помощью конического теплового контакта. На этой же плите расположены основные термометры (см. разд. 4) и нагреватель.

Конструкция измерительной ячейки подробно описана в работе [16]. Геометрия ячейки выбрана таким образом, чтобы обеспечить быстрое установление теплового равновесия в исследуемом кристалле и свести к минимуму неоднородности, возникающие в процессе кристаллизации. Эксперименты проводятся при постоянном объеме, регистрируется изменение давления в кристалле за счет различных процессов, происходящих в исследуемой системе. Изменение давления регистрируется емкостным мостом с разрешением ± 1 Па.

Метод прецизионного измерения давления квантового кристалла является очень информативным и удобным для решения следующих физических задач:

- исследование динамики роста и растворения включений ^3He в матрице ^4He или включений ^4He в матрице ^3He ;
- построение равновесной фазовой диаграммы;
- определение коэффициента взаимной диффузии;
- определение обменного взаимодействия в твердом гелии.

4. Система термометрии

Основным термометром для измерения сверхнизких температур служит кристаллизационный термометр, принцип действия которого основан на измерении давления плавления ^3He . Соотношение между давлением и температурой плавления чистого ^3He является универсальным и к настоящему времени стандартизировано с высокой степенью точности. Термометрия, основанная на свойствах линии плавления ^3He , стала возможной после разработки прецизионных мембранных датчиков давления [17–19] и наиболее распространена в милликельвиновой области температур. В настоящей работе использована обычная конструкция кристаллизационного термометра [19], калибровка проведена при температуре $\approx 1,3$ К по образцовому манометру.

Показания емкостного датчика кристаллизационного термометра регистрировались цифровым измерителем емкости Е8-4 или Е7-8. Полученная калибровочная кривая хорошо воспроизводится для каждого из образцов. Зависимость давления P от емкости C аппроксимировали формулой

$$P = P_1 - P_2/C, \quad (3)$$

где P_1 и P_2 — подгоночные коэффициенты, а связь между давлением и температурой, согласно [20,21], рассматривалась в виде

$$P = \sum_{n=-3}^9 a_n T_n, \quad (4)$$

где

$$\begin{aligned} a_{-3} &= -7,2175164 \cdot 10^{-13}, & a_{-2} &= 2,9055958 \cdot 10^{-9}, \\ a_{-1} &= -5,044198 \cdot 10^{-6}, & a_0 &= 3,4461924, \\ a_1 &= -4,4127628, & a_2 &= 1,5401113 \cdot 10^1, \\ a_3 &= -3,5780818 \cdot 10^1, & a_4 &= 7,1567462 \cdot 10^1, \\ a_5 &= -1,0429605 \cdot 10^2, & a_6 &= 1,0524591 \cdot 10^2, \\ a_7 &= -6,9301578 \cdot 10^1, & a_8 &= 2,6659433 \cdot 10^1, \\ a_9 &= -4,5298212. \end{aligned}$$

Эта формула, полученная в метрологическом институте Physikalisch Technische Bundesanstalt (Берлин, Германия), аппроксимирует кривую плавления ^3He в диапазоне температур от 1 мК до 1 К.

Средняя чувствительность использованного емкостного датчика составляет 0,8 пФ/атм. При измерениях автоматическим цифровым мостом переменного тока E8-4 с чувствительностью 0,01 пФ температурное разрешение составляло 0,3 мК, что вполне достаточно для проводимых исследований. Получение ^3He высокой чистоты (> 99,99%), применявшегося для термометрии, осуществлялось методом дистилляции коммерческого ^3He чистотой 99,75% с использованием обычной техники ректификационной очистки.

В каждом цикле охлаждения производили привязку к минимуму на кривой плавления ^3He . Измерения давления вблизи минимума на кривой плавления ^3He выполнены с помощью ручного моста General Radio (GR) 1615-A, что позволило повысить разрешение по давлению до 12,5 Па. Установлено, что калибровочные кривые до и после эксперимента согласуются с точностью до 0,01%; однако циклическое изменение температуры от комнатной до гелиевой заметно сдвигает калибровочную кривую, и поэтому для каждого эксперимента калибровку необходимо производить заново.

В данных исследованиях использованы также термометры сопротивления: два угольных термометра фирмы Matsushita номиналом 55 и 105 Ом,

полупроводниковый термометр из арсенида галлия номиналом 0,6 Ом, термометр из окиси рутения номиналом 1000 Ом. (Номиналы термометров указаны при комнатной температуре.) Эти термометры расположены в различных рабочих камерах рефрижератора и позволяют контролировать распределение температуры в нем в любой момент времени. Сопротивление термометров измеряли по четырехпроводной схеме мостом переменного тока Cryobridge R441 при выделяемой мощности 10^{-10} – 10^{-12} Вт и специально разработанным цифровым мостом переменного тока [22] с выделяемой мощностью порядка 10^{-15} Вт.

5. Автоматизированная система управления, сбора и обработки данных

Система автоматизации криогенного комплекса для исследования твердых растворов ^3He – ^4He при сверхнизких температурах построена на базе двух компьютеров и магистрально-модульной системы КАМАК. Она включает в себя набор технических и программных средств, обеспечивающих проведение эксперимента по различным методикам. На рис. 5 приведена блок-схема автоматизированной системы управления рефрижератора, в которой можно выделить следующие основные блоки:

- двухкомпьютерный комплекс;
- магистрально-модульная система КАМАК;
- экспериментальное устройство;
- измерительный блок.

Двухкомпьютерный комплекс состоит из компьютеров типа IBM PC — компьютера 1 и компьютера 2, который через магистрально-модульную систему КАМАК работает в диалоговом режиме с измерительной частью рефрижератора и осуществляет сбор информации из различных каналов, накопление и контроль данных, предварительную обработку и текущую визуализацию данных на экране монитора. По мере накопления данных этот компьютер передает их на компьютер 1, который принимает информацию через локальную вычислительную сеть, производит ее окончательную математическую обработку, визуализацию результатов обработки на мониторе, формирует архив экспериментальных данных и результатов обработки.

Магистрально-модульная система КАМАК выполняет функции устройства связи с исследуемым объектом, так как компьютер 2 не предназначен для автоматизации эксперимента, и часть измерительных приборов не имеет стандартных интерфейсов связи. Функции связи реализуются на стандартных блоках: входном регистре 3, цифро-

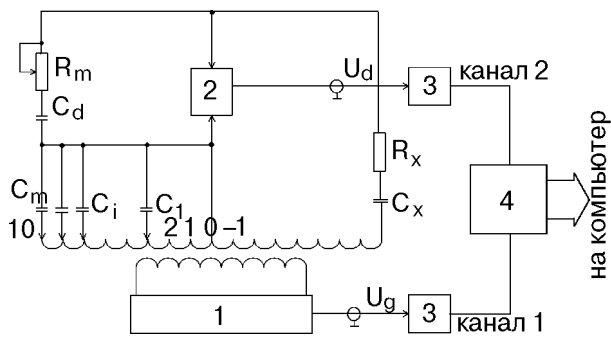


Рис. 6. Принципиальная схема автоматизированной системы для измерения емкости. 1 – опорный генератор; 2 – нуль-индикатор; 3 – усилители; 4 – аналого-цифровой преобразователь.

тивлений R_m с дополнительной емкостью C_d . Сигнал переменного тока частотой $\omega = 5$ кГц подается с опорного генератора 1 на трансформаторный мост, откуда снимается фазовым детектором 2. Последний снабжен фильтром, пропускающим лишь частоту генератора. Напряжение разбаланса моста, подаваемое с детектора 2, и опорный сигнал после масштабного усиления блоками 3 поступают на аналого-цифровой преобразователь 4. Таким преобразователем служит программируемая плата MSQUICK, которая одновременно измеряет напряжение на выходе генератора по каналу 1 и нуль-детектора по каналу 2 и заносит их в массив данных компьютера.

Автоматизация ручного моста основана на том, что после предварительной калибровки значение измеряемой емкости вычисляется из напряжения разбаланса моста. Проведенный анализ (рис. 7) зависимости напряжения разбаланса на нуль-детекторе, используемом в качестве усилителя, от разбаланса емкости показал, что более целесообразным является фазовое, а не амплитудное детектирование. Фазовое детектирование дает однозначную связь между измеряемыми значениями действительной A и мнимой B частей напряжения нуль-индикатора моста и разбаланса по емкости $C_m - C_x$ и диссипативному фактору $D_m - D_x$. При амплитудном детектировании, как видно на рис. 7 (кривая $(A^2 + B^2)^{1/2}$), каждому значению напряжения U соответствует два значения ΔC . Кроме того, при амплитудном детектировании возможна еще систематическая ошибка за счет изменения сопротивления подводящих проводов.

Расчет линейных электрических цепей дает следующее выражение для отношения напряжения после детектора U_d к напряжению генератора U_g :

$$U_d/U_g = A + iB =$$

$$= (k + i\varphi) \frac{C_m - C_x + i(C_m D_x - C_x D_m)}{C_k + C_x + i(C_k D_x + C_x D_m)}, \quad (5)$$

где $C_k = 1592$ пФ – суммарная емкость магазина; $k + i\varphi$ – коэффициент усиления нуль-детектора, определяемый при калибровке. При фиксированных значениях C_x и D_x значения емкости магазина изменяются скачком: $C_{m1} = C_m + \Delta C_m$, что, в свою очередь, приводит к изменению скачком величин A и B . Отсюда определяется коэффициент усиления

$$k = (A_1 - A) \frac{C_k - C_m}{\Delta C_m} + A; \quad (6)$$

$$\varphi = (B_1 - B) \frac{C_k - C_m}{\Delta C_m} + B,$$

где $A_1 + iB_1$ – разбаланс при новом значении C_{m1} . Если известен коэффициент усиления, то, измеряя в процессе эксперимента активную и реактивную составляющие разбаланса моста, легко вычислить измеряемую емкость C_x и диссипативный фактор D_x :

$$\frac{1}{C_x} + i\omega R_x = (1 + iD_m) \frac{k + i\varphi - (A + iB)}{C_m(k + i\varphi) - C_k(A + iB)}, \quad (7)$$

$$D_x = \omega C_x R_x. \quad (8)$$

Описанная система автоматизации моста достаточно проста и надежна и может быть использована

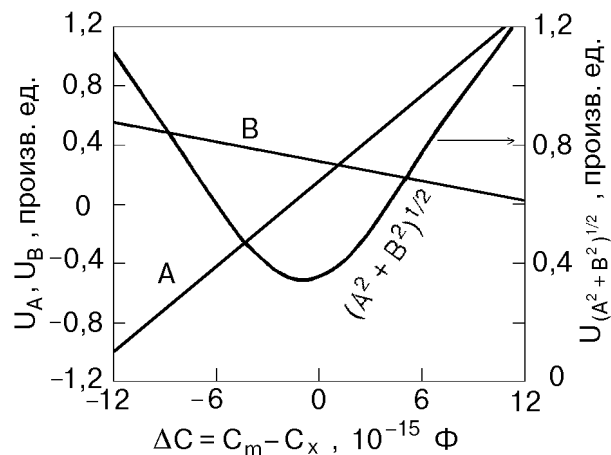


Рис. 7. Зависимость напряжения на нуль-индикаторе емкостного моста от разбаланса емкости. A – действительная часть напряжения разбаланса; B – мнимая часть; $(A^2 + B^2)^{1/2}$ – амплитуда напряжения.

на для автоматизации других мостов трансформаторного типа.

7. Программные средства для исследования кинетических процессов в твердых растворах ${}^3\text{He}-{}^4\text{He}$

Комплекс программ для прецизионного измерения давления при постоянном объеме и считывания показаний термометров включает в себя основную программу и набор подпрограмм. Все программы написаны на языке Turbo Pascal 6.0 в среде MS-DOS с применением вставок на языке Assembler, которые позволили существенно увеличить скорость выполнения программ. Подпрограммы написаны как процедуры и подключены к главной программе. Такое построение позволяет применять в одних подпрограммах процедуры, описанные в других подпрограммах. Кроме того, можно всегда подключить к основной программе новые подпрограммы.

Измерение давления

В подпрограмме для измерения давления предусмотрено, что аналого-цифровой преобразователь 4 (рис. 5) запоминает участки синусоид измерительного и опорного сигналов, поступающих с выходов масштабных усилителей 3. Эти сигналы обрабатывали методом наименьших квадратов на компьютере 2, сравнивали по фазе и амплитуде и вычисляли измеряемую емкость по (7), (8). Результат заносили в массив, после чего процедуру повторяли.

Перед запуском программы мост GR 1615-A балансируется по диссипативному фактору D_m и подбирается коэффициент усиления нуля-детектора так, чтобы изменение емкости на величину ΔC_m соответствовало крайним возможным значениям напряжения (60% предела зашкаливания). При запуске программы происходит определение работоспособности КАМАК, после чего в диалоговом режиме задаются параметры опорной емкости C_m , ΔC_m , D_m и время усреднения измеряемых величин (по умолчанию 1 мин). Затем происходит определение коэффициента усиления (калибровка) и начинаются измерения в режиме реального времени. Усреднение измеряемой величины давления производится по квадратичной зависимости с контролем выбросов. При создании программы автоматизации емкостного моста были решены следующие задачи:

Осуществлено распознавание изменения емкости при переключении ручки балансировки моста от изменения измеряемой емкости. При изменении C_m производится перекалибровка коэффициента

усиления нуля-детектора. Это позволяет, установив при запуске программы большую чувствительность, путем пошагового изменения C_m измерить изменение давления более точно. К сожалению, использование этого метода невозможно при измерении быстрых процессов (~ 5 мин), протекающих с большим изменением давления (например, при резком отогреве расслоившегося раствора в однофазную область), потому что время перекалибровки ≈ 1 мин.

Благодаря систематической обработке полученных данных стало возможным повысить точность измерения давления от ± 8 до ± 1 Па.

Измерение температуры

Подпрограмма для измерения температуры состоит из двух частей. Первая предназначена для измерения температуры по емкостному кристаллизационному термометру и управляет запуском измерительного прибора E7-8 и съемом с него показаний. Вторая часть подпрограммы отвечает за коммутацию и измерение термометров сопротивления с учетом времени балансировки специального моста переменного тока. Алгоритм измерения показаний термометров сопротивления можно записать следующим образом:

- коммутация на первое сопротивление (сброс);
- балансировка моста сопротивлений (10–12 с);
- измерение сопротивления;
- переход на второе сопротивление (коммутация);
- балансировка моста сопротивлений;
- измерение второго сопротивления и т.д.

Коммутация происходит для всех подключенных к аналоговому коммутатору сопротивлений, и после этапа измерения последнего сопротивления выполняется сброс.

Эти обе части подпрограммы работают одновременно, причем измерения температуры кристаллизационным термометром проводятся каждые 0,2 с.

Термостабилизация

Для реализации ступенчатого изменения температуры, необходимого для исследования температурных зависимостей кинетических коэффициентов при фазовых переходах, используется подпрограмма управления нагревателем. На вход цифро-аналогового преобразователя подается цифровой сигнал, определяемый по формуле

$$n = [k_1 \cdot dR[1] + k_2 \sum_{i=1}^7 dR[i] + k_3 (dR[1] - dR[2])^{1/2} (R^*/R)^2], \quad (9)$$

где k_1, k_2, k_3 — коэффициенты перед пропорциональным, интегральным и дифференциальным слагаемыми термостабилизации соответственно; $dR [1, \dots, 7]$ — массив разностей измеряемого сопротивления R и опорного значения сопротивления R_0 ($dR[1]$ соответствует последнему измерению, $dR[2]$ — предыдущему и т.д.); R^* — значение сопротивления, при котором были подобраны коэффициенты k_1, k_2, k_3 , обеспечивающие наиболее эффективную термостабилизацию при этой температуре. Вторая степень у множителя R^*/R выбрана исходя из предположения, что основную роль играет хладопроизводительность рефрижератора, которая пропорциональна T^2 .

Режимы работы

Основная программа, которая объединяет подпрограммы измерения давления, температуры, термостабилизации и др., определяет различные режимы работы и позволяет изменять их в зависимости от экспериментальных задач.

В графическом режиме на экран монитора выводится кинетика изменения давления образца и температуры кристаллизационного термометра. Такой режим очень удобен в работе и позволяет осуществлять непосредственный визуальный контроль за физическими процессами и при необходимости производить быструю корректировку условий эксперимента. Выбор масштаба и оцифровка осей производятся автоматически.

В цифровом режиме на экран выводятся также значения коэффициента усиления нуль-детектора, опорной емкости, разбаланса моста, показания кристаллизационного термометра и термометров сопротивления.

В режиме снятия усреднения в файл результатов записывается каждая точка (интервал между измерениями около 0,2 с). Этот режим позволяет исследовать быстрые процессы с характерными временами от 1 с до 2 мин. В частности, было исследовано растворение твердых включений ^4He в матрице ^3He при резком отогреве образца и обнаружен аномально быстрый массоперенос порогового характера [24].

В режиме термостабилизации не происходит коммутации на разные термометры сопротивления и не нужно ожидать балансировки моста сопротивления. Мощность нагревателя вычисляется по разности между опорным значением сопротивления и действительным сопротивлением при каждом цикле измерений (каждые 0,2 с).

Преимуществами термостабилизации с помощью компьютера являются:

- удобство в работе (для изменения температуры достаточно задать лишь опорное значение сопротивления);
- получение непосредственных показаний термометра сопротивления (в отличие от случая, когда опорное значение устанавливается вручную на измерительном мосте);
- возможность изменения мощности нагрева в зависимости от температуры образца, что позволяет учесть низкотемпературное поведение теплоемкости веществ и температурную зависимость хладопроизводительности рефрижератора;
- реализация специальных регулируемых режимов отогрева исследуемых объектов (например, линейное изменение температуры со временем).

Заключение

Описанный криогенный комплекс позволяет реализовать различные режимы работы, которые могут быть использованы для широкого круга физических исследований при сверхнизких температурах. При работе рефрижератора растворения с циркуляцией с помощью механического насоса осуществляется очень экономный (с точки зрения потребления жидкого гелия) режим, позволяющий проводить исследования до 20 мК. Использование двух попеременно работающих адсорбционных насосов дает возможность снизить предельную температуру до ~ 5 мК. Для дальнейшего понижения температуры предполагается добавить степень ядерного размагничивания.

Использование гибкой системы автоматизации позволяет легко изменять архитектуру системы, реализовать новые алгоритмы измерений и создавать новые программные средства.

Авторы выражают благодарность проф. Дж. Пиккету и И. Миллеру (Университет Ланкастера, Англия) за предоставленные дискретные теплообменники и сотрудникам метрологического института Physikalisch Technische Bundesanstalt (Берлин, Германия) за техническую поддержку.

1. H. London, G. R. Clarke, and E. Mendoza, *Phys. Rev.* **128**, 1992 (1962).
2. Б. С. Неганов, Н. С. Борисов, М. Ю. Либург, *ЖЭТФ* **50**, 49 (1966).
3. В. С. Эдельман, *ПТЭ* **4**, 229 (1971).
4. V. A. Mikheev, V. A. Maidanov, and N. P. Mikhin, *Cryogenics* **24**, 190 (1984).
5. P. R. Rocch, K. E. Gray, and B. D. Duulap, in: *Proc. LT-17*, Kyoto, **2**, 1727 (1987).
6. R. H. Solmenin, J. M. Kuynaragnen, M. P. Berglund, and J. P. Pekola, *J. Low Temp. Phys.* **76**, 83 (1989).
7. В. А. Майданов, Н. П. Михин, Н. Ф. Омелаенко, Э. Я. Рудаковский, А. С. Рыбалко, В. К. Чаговец, В. А. Михеев,

- П. Мохандес, Б. П. Каван, Дж. Сондерс, *ФНТ* **20**, 672 (1994).
8. В. А. Соболев, В. В. Доценко, А. А. Погорелов, В. Е. Сивоконь, *ФНТ* **19**, 144 (1993).
 9. А. С. Рыбалко, В. А. Михеев, В. И. Колесник, В. И. Белобородько, *ФНТ* **19**, 720 (1993).
 10. Г. А. Михайлов, *ИТЭ* **6**, 221 (1985).
 11. В. А. Гончаров, В. Н. Лукашов, Н. И. Першин, Э. Я. Рудаевский, А. С. N 947593 (СССР), МКИ NF25D3/10, опубл. 30. 07 (1982).
 12. Yu. M. Bunkov, A. M. Guenault, D. J. Hayward, D. A. Jackson, C. J. Kennedy, T. R. Nichols, I. E. Miller, G. R. Pickett, and M. G. Ward, *J. Low Temp. Phys.* **83**, 257 (1991).
 13. V. Keith and M. G. Ward, *Cryogenics* **24**, 249 (1984).
 14. J. C. Wheatley, R. E. Rapp, and R. T. Jonson, *J. Low Temp. Phys.* **4**, 1 (1971).
 15. А. С. Рыбалко, М. Б. Стерин, *ФНТ* **22**, 1095 (1996).
 16. А. Н. Ганьшин, В. А. Майданов, Н. Ф. Омелаенко, А. А. Пензев, Э. Я. Рудаевский, А. С. Рыбалко, *ФНТ* **24**, 815 (1998).
 17. G. C. Straty and E. D. Adams, *Rev. Sci. Instrum.* **40**, 1393 (1969).
 18. R. A. Scribner and E. D. Adams, *Rev. Sci. Instrum.* **40**, 287 (1970).
 19. E. D. Adams, *Rev. Sci. Instrum.* **64**, 601 (1993).
 20. G. Schuster, A. Hoffmann, and D. Hechtfisher, *doc. CCC/96-25 Bureau Intern. des Poids et Mesures, Comit Consultativ de Thermometrie, svres, France*, **19**, (1996) p. 25.
 21. G. Schuster, A. Hoffmann, and D. Hechtfisher, *Comite Consultatif de Thermometrie, Toward an International Temperature Scale from 0. 65 K to 1 mK*, Leiden (1998) p. 7.
 22. G. A. Mikhailov, *14th Intern. Cryog. Eng. Confer. and Intern. Cryog. Mater. Conference*, Kiev (1992) p. 130.
 23. Type 1615-A Capacitance Bridge, Type 1620-A Capacitance Mesuring Assembly. — General Radio Company. Massachusetts, USA (1963).
 24. А. Н. Ганьшин, В. А. Майданов, Н. Ф. Омелаенко, А. А. Пензев, Э. Я. Рудаевский, А. С. Рыбалко, *ФНТ* **24**, 1117 (1998).

The automated cryogenic system designed to investigate quantum crystals at millikelvin temperatures

A. N. Ganshin, V. N. Grigor'ev, V. A. Maidanov, G. A. Mikhailov, V. A. Mikheev, N. F. Omelaenko, A. A. Penzev, V. N. Repin, E. Ya. Rudavskii, A. S. Rybalko, Yu. A. Tokar, and V. A. Shilin

A cryogenic complex designed to investigate quantum crystals at ultralow temperatures is described. The complex includes a dilution refrigerator with hybrid ^3He circulation, an antivibration protection, a control system and a data acquisition and processing one. The main components, the thermometry system, the measuring algorithm and the software used to investigate quantum crystals by precision pressure measurements are described. The complex system may be used to solve a wide circle of problems concerning the study of different condensed systems at millikelvin temperatures.