

Установка для калориметрических измерений при температурах ниже 1 К

В.Н. Еропкин, Т.В. Чаговец

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

Статья поступила в редакцию 16 апреля 2003 г.

Для исследования теплоемкости различных образцов при температурах ниже 1 К сконструирован компактный рефрижератор испарения ^3He погружного типа с адсорбционной откачкой, использующий в качестве криостата транспортный гелиевый дьюар типа СТГ-40. Создана калориметрическая ячейка, позволяющая исследовать теплоемкость образцов массой меньше грамма. Минимальная температура измерений составляет 0,32 К. Установлена зависимость температуры камеры испарения ^3He от подводимой к ней мощности. Время непрерывной работы рефрижератора при тепловой нагрузке 50 мкВт составляет два часа.

Для дослідження теплоємності різних зразків при температурах нижче 1 К зконструйовано компактний рефрижератор випаровування ^3He заглибного типу з адсорбційним відкачуванням, який використовує в якості криостата транспортний гелієвий дьюар типу СТГ-40. Побудовано калориметричну ячейку, яка дозволяє досліджувати теплоємність зразків масою менш грама. Мінімальна температура вимірів складає 0,32 К. Встановлено залежність температури камери випаровування ^3He від потужності, що до неї підводиться. Час неперервної роботи рефрижератора при тепловому навантаженні 50 мкВт складає дві години.

PACS: 07.20.Ms, **65.40.+g**

Введение

В настоящее время существует значительное количество физических задач, для решения которых необходимы калориметрические измерения при температурах ниже 1 К в магнитных полях выше 1 Тл. К таким задачам, в частности, относятся исследования тройных интерметаллических соединений, которые характеризуются чрезвычайно широким спектром превращений во всех подсистемах элементарных возбуждений. Среди этих соединений есть такие, у которых сильная корреляция электронов приводит к образованию тяжелых фермионов, что проявляется как рост электронной составляющей теплоемкости при понижении температуры ниже 4 К. Другие соединения из этого класса проявляют нефермижидкостное поведение электронной подсистемы, что также сопровождается необычным поведением низкотемпературной теплоемкости.

В этих соединениях в области низких температур могут проходить фазовые превращения в

магнитной подсистеме, что требует проведения исследований теплоемкости в магнитных полях.

В ряде соединений нами ранее был обнаружен сверхпроводящий переход, температура которого изменялась от 5 до 25 К в зависимости от состава [1]. Не исключена возможность обнаружения сверхпроводимости в других соединениях при более низких температурах.

Наибольшую информацию можно извлечь при исследовании монокристаллических образцов, однако их массы, как правило, невелики, меньше грамма, поэтому сама измерительная ячейка должна иметь небольшие размеры и малую собственную теплоемкость.

Для решения подобных задач нами спроектирована и изготовлена установка для калориметрических измерений на основе рефрижератора испарения ^3He с погружным шлюзом и адсорбционной откачкой, имеющая малое время охлаждения до базовой температуры. Небольшая масса и разборная конструкция рефрижератора делают его перенос-

ным; в качестве криостата может быть использован стандартный транспортный дьюар типа СТГ-40, что позволяет применять рефрижератор в любой лаборатории, оборудованной гелиевой системой.

Существуют различные конструкции рефрижераторов испарения ^3He [2]. Мы постарались выбрать такой вариант, который бы наилучшим образом соответствовал нашим задачам. При создании рефрижератора мы руководствовались следующими требованиями: рабочий интервал температур $\sim 0,3\text{--}3\text{ К}$, компактность, короткое время захлаживания и отогрева, небольшое потребление жидкого гелия и электроэнергии.

Обычно для измерения теплоемкости используют адиабатические методы калориметрии с импульсным или непрерывным нагревом. Однако для исследований этими методами при температурах ниже 1 К требуются большие образцы и хорошая тепловая изоляция, что приводит к увеличению времени охлаждения образца до самой низкой температуры. Для уменьшения этого времени обычно используют тепловые ключи, однако их применение всегда сопровождается дополнительным выделением тепла, подводимого к камере испарения. По этим причинам нами был выбран метод тепловой релаксации, который не требует адиабатических условий.

Конструкция и принцип работы рефрижератора

Расчитанный и изготовленный нами компактный рефрижератор испарения погружного типа (top-loading) предназначен для проведения физических исследований при температурах до $\sim 0,3\text{ К}$. Высота части рефрижератора, погружаемой в криостат, 1 м, внешний диаметр — 24 мм. Такие параметры и специально разработанный герметичный шлюз позволяют применять в качестве криостата стандартный транспортный гелиевый дьюар типа СТГ-40. Для измерений в магнитных полях был спроектирован и изготовлен переходной фланец, позволяющий в качестве криостата использовать дьюар малого объема, $\sim 5\text{ л}$, диаметром 105 мм. Небольшой диаметр криогенной вставки позволяет применять соленоиды с малым внутренним диаметром ($\sim 30\text{ мм}$), в которых можно получить магнитные поля до 8 Тл с хорошей однородностью.

В качестве хладагента рефрижератора могут быть использованы как жидкий ^3He , так и ^4He . Низкотемпературная часть рефрижератора выполнена как одно целое с блоком управления и системой хранения хладагента. Вся конструкция смонтирована на подвижной платформе, что делает установку автономной.

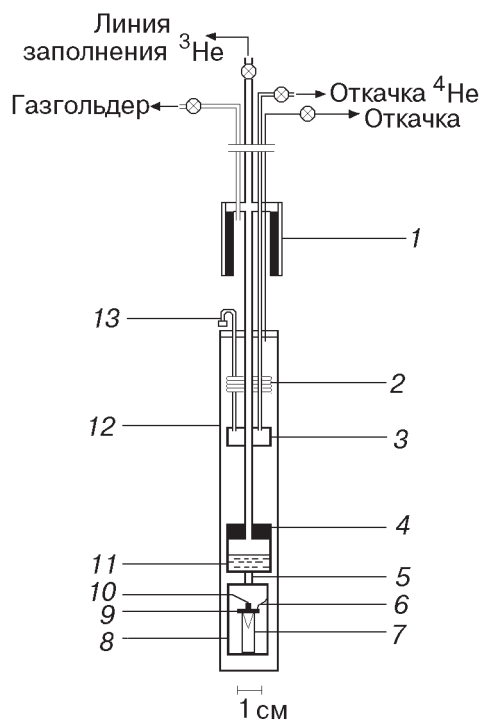


Рис. 1. Схема рефрижератора испарения ^3He : 1 — адсорбционный насос, 2 — дроссель, 3 — камера откачки ^4He , 4 — адсорбент вакуумной рубашки, 5 — резьбовой контакт, 6 — тепловая связь, 7 — графитовый стержень, 8 — корпус калориметрической ячейки, 9 — сапфировая подложка с напыленным на нее нагревателем, 10 — германиевый термометр сопротивления, 11 — камера испарения ^3He , 12 — вакуумная рубашка, 13 — заборная трубка с фильтром.

Рефрижератор испарения, схематически представленный на рис. 1, состоит из следующих основных узлов: камеры испарения ^3He 11 и камеры откачки ^4He 3, помещенных в вакуумную рубашку 12, адсорбционного насоса 1, системы коммуникаций, системы хранения и сбора остатков гелия (на рисунке не показана).

Камера откачки ^4He , представляющая собой тор, выполнена из меди и расположена на откачной трубке камеры испарения ^3He . Она служит для конденсации хладагента внутрь камеры испарения и уменьшения внешнего теплопритока. Заполнение ее осуществляется автоматически из внешней ванны криостата через дроссель 2 и заборную трубку с фильтром 13. Гидродинамическое сопротивление потоку дросселя 10^{11} см^{-3} . Фильтр представляет собой медный цилиндр, заполненный спрессованным и запеченным медным мелкодисперсным порошком. Использование камеры откачки ^4He существенно снижает затраты гелия, избавляет от необходимости откачки всей гелиевой ванны и дает возможность подливать гелий во время эксперимента. Камера

испарения ^4He работает непрерывно, если поддерживать уровень гелия во внешней ванне криостата выше заборной трубки. Рабочая температура камеры $\sim 1,5\text{--}1,8\text{ К}$.

Камера испарения ^3He представляет собой медную емкость объемом 2 см^3 . Снизу камера имеет резьбовое гнездо для крепления измерительной ячейки. Откачка паров осуществляется адсорбционным насосом, расположенным в гелиевой ванне криостата и имеющим собственную вакуумную рубашку. В насосе использован синтетический адсорбент СКН. Количество адсорбента рассчитано так, что он способен поглотить весь хладагент из камеры испарения [3]. Вакуумная рубашка адсорбционного насоса имеет вид «перевернутого стакана», из-под которого через дренажную трубку имеется выход в паровую область криостата (газгольдер). Насос снабжен нагревателем для регенерации адсорбента, электросопротивление которого 130 Ом .

Работает рефрижератор следующим образом: при комнатной температуре в откачанную вакуумную рубашку для улучшения теплообмена напускают небольшое количество ^4He ($\sim 1\text{ мм рт. ст.}$). При низкой температуре этот гелий поглощается внутренним адсорбционным насосом 4, который расположен на камере испарения ^3He . При охлаждении вставку погружают в жидкий гелий и включают откачку камеры с ^4He . Дренажную трубку насоса при этом переключают, не позволяя жидкости проникнуть под

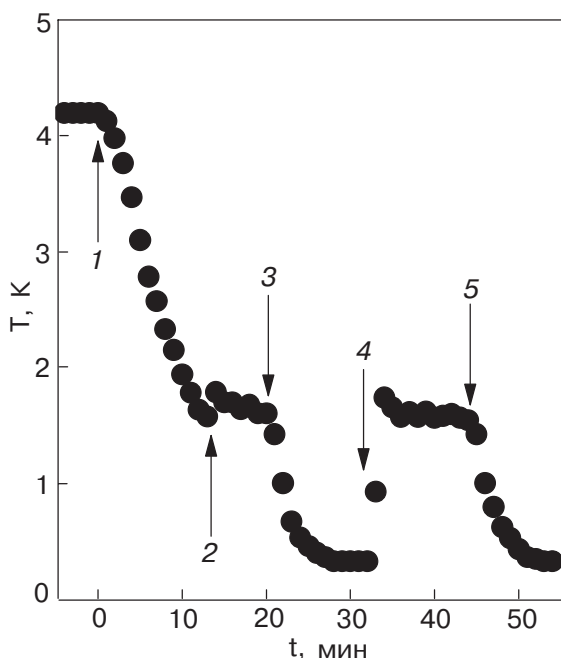


Рис. 2. Диаграмма циклов охлаждения рефрижератора: 1 — откачка камеры испарения ^4He ; 2 — конденсация ^3He в камеру испарения ^3He ; 3 — откачка камеры испарения ^3He ; 4 — отогрев адсорбционного насоса и повторная конденсация ^3He ; 5 — откачка камеры испарения ^3He .

«стакан» и охладить адсорбент. Камера откачки ^4He и камера испарения ^3He за 15 мин принимают температуру $\sim 1,5\text{ К}$ (рис. 2), после чего можно начинать конденсацию ^3He из баллона хранения в камеру ^3He . Конденсация газообразного ^3He происходит на стенке камеры откачки ^4He . Для улучшения процесса конденсации на поверхности этой стенки нанесена резьба. Конденсация ^3He занимает 5 мин. Затем охлаждают адсорбционный насос. Для этого открывают дренажную трубку и запускают жидкий ^4He под «стакан», тем самым охлаждая насос. Время установления рабочей температуры ($\sim 0,3\text{ К}$) составляет не более 10 мин.

Когда вся жидкость из камеры испарения будет выкачана, процесс охлаждения можно повторить. Для этого насос необходимо нагреть до температуры $\sim 20\text{--}25\text{ К}$. При этих температурах происходит десорбция гелия из насоса и повторная конденсация (рис. 2). Отогреть насос можно двумя способами: либо поднять его над уровнем гелия во внешней ванне криостата, либо испарить гелий из-под «стакана» при помощи нагревателя, намотанного на стенку насоса. Процесс перекоденсации занимает 10 мин. После выключения нагревателя адсорбционного насоса начинается новый цикл охлаждения.

Система коммуникаций рефрижератора испарения расположена на отдельной панели и служит для управления и контроля при работе. Система хранения и сбора остатков хладагента из коммуникаций (при разборке установки) собрана в виде отдельного узла и соединяется с системой коммуникаций рефрижератора с помощью гибкого металлоукава. Для сбора остатков используется специальный адсорбционный насос, который может быть охлажден в обычном транспортном гелиевом дьюаре. Для хранения основного количества ^3He используется баллон емкостью $1,8\text{ л}$.

Ресурс работы рефрижератора и его минимальная температура зависит от тепловой нагрузки. Для определения этой зависимости к резьбовому гнезду был прикреплен медный цилиндр, снабженный нагревателем ($\sim 60\text{ Ом}$) и термометром сопротивления RuO_2 . В процессе эксперимента на нагреватель подавали разные напряжения и следили за изменением температуры. На рис. 3 представлена зависимость температуры от подводимой мощности. Внешний паразитный теплоприток, по оценке, составляет $0,5\text{ мкВт}$.

Кроме того, мы провели несколько тестовых испытаний на длительность поддержания температуры. При постоянном внешнем теплопритоке 50 мкВт температура $0,6\text{ К}$ сохранялась в течение 2 ч. Без внешнего теплопритока температура $0,32\text{ К}$ держалась более 4 ч и затем эксперимент был прекращен.

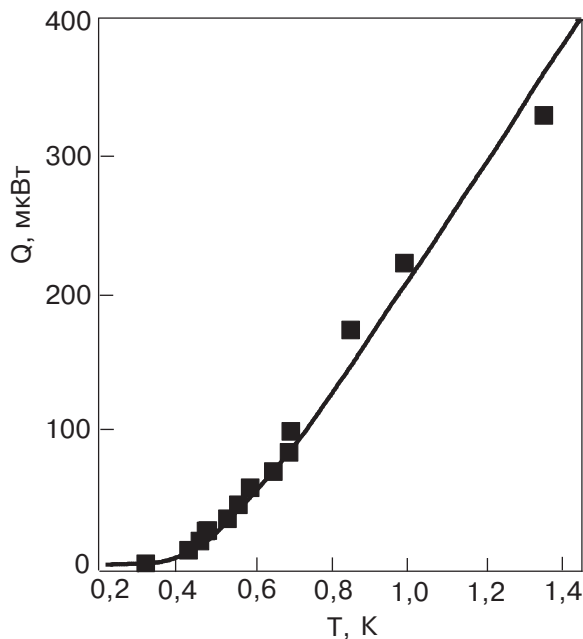


Рис. 3. Зависимость температуры камеры испарения ^3He от подводимой к ней мощности.

При измерениях теплоемкости теплоприток составляет не более 1 мкВт.

Конструкция и принцип работы калориметра

Медный корпус калориметрической ячейки 8 (см. рис. 1) выполнен в виде полого цилиндра 15 мм и крепится к камере испарения ^3He при помощи резьбового контакта 5. Он снабжен нагревателем (~ 60 Ом) и термометром сопротивления и играет роль изотермического экрана. Внутри экрана помещена сапфировая подложка с напыленным на нее нагревателем 9 и небольшим германиевым термометром сопротивления 10, помещенным в центр подложки. Передачи холода от экрана к образцу, закрепленному на подложке, осуществляется с помощью тепловой связи — тонкой медной проволоки 6 малого диаметра, длину и диаметр которой необходимо подбирать экспериментально. Элемент тепловой связи должен быть основным путем теплообмена между экраном и подложкой, поэтому подложка теплоизолирована от экрана и опирается на графитовый стержень 7 (\varnothing 9 мм). Таким образом, конструкция имеет малую теплопроводность и длинный путь теплопередачи, поскольку время релаксации в образце должно быть меньше, чем время релаксации между образцом и корпусом калориметра.

В методе тепловой релаксации, используемом в настоящей установке, температура ванны поддерживается постоянной. Стабилизировав корпус калориметра на нужной температуре, образец нагре-

вают выше температуры ванны, после чего он экспоненциально охлаждается к исходной температуре. Изменение температуры образца во времени t соответствует уравнению

$$T(t)_s = \Delta T \exp(-t/\tau) + T_0, \quad (1)$$

где T_s — температура образца, T_0 — температура ванны, ΔT — начальная разность температур образца и ванны, τ — постоянная времени (C_p/K), C_p — теплоемкость образца и K — теплопроводность элемента тепловой связи [4]. Теплопроводность элемента тепловой связи определяют путем измерения разности температур ΔT между образцом и ванной при разных мощностях нагрева \dot{Q} согласно зависимости

$$K = \Delta \dot{Q} / \Delta T. \quad (2)$$

Если τ и K измерены, то теплоемкость C_p определяется из уравнения

$$C_p = \tau K. \quad (3)$$

В заключение отметим, что работа на описанной установке, выполненной на основе переносного рефрижератора испарения ^3He с адсорбционной откачкой погружного типа, показала, что она удобна и надежна в эксплуатации. В круг наших задач входит измерение теплоемкости ниже 1 К, но рефрижератор может быть использован для исследования других физических величин, таких как теплопроводность, электропроводность, магнитосопротивление и др., поскольку крепление измерительной ячейки к камере испарения ^3He разборное. Компактность и экономичность делают ее весьма полезной при проведении физических исследований при сверхнизких температурах.

Авторы выражают благодарность профессору В.М. Дмитриеву и А.М. Гуревич за поддержку и интерес к теме, а также В.А. Майданову за консультации и плодотворные дискуссии.

1. А.М. Гуревич, В.М. Дмитриев, В.Н. Еропкин, Б.Ю. Котур, Н.Н. Пренцлау, В. Суски, А.В. Терехов, Л.В. Шлык, *ФНТ* **27**, 11 (2001).
2. F. Pobell, *Matter and Methods at Low Temperatures*, Springer-Verlag, Berlin (1992).
3. Р.И. Щербаченко, В.Н. Григорьев, *ФНТ* **24**, 11 (1998).
4. В.Н. Бахман и др., *Приборы для научных исследований*, № 2, 21 (1972).

The calorimeter for temperatures below 1 K

V.N. Eroarkin and T.V. Chagovets

A top-loading ^3He evaporation refrigerator with adsorption pumping, using a STG-40 transport helium dewar as a cryostat has been devised to study heat capacity of various sam-

ples at temperatures below 1 K. A calorimetric cell for measuring heat capacity of samples of less than 1 gram has been constructed. The lowest temperature of the measurements is 0.32 K. We have measured the temperature of evaporation chamber vs input power. The operating continuous time of the refrigerator at an input power of $50\ \mu\text{W}$ is two hours.