

И. А. Архаров, С. С. Кошелев,
Д. А. Сергацков, Р. Карканьо

АЛГОРИТМ И ФУНКЦИОНАЛЬНАЯ СХЕМА СБОРА ИНФОРМАЦИИ ДЛЯ СТЕНДА ИССЛЕДОВАНИЯ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ ПРИ ТЕМПЕРАТУРАХ НИЖЕ 10 К

Для исследования теплофизических свойств сверхпроводящего нити необходимо обеспечить температуры в диапазоне 1,4...10 К и качественные средства ее измерения. Погрешность измерения температуры не должна превышать 1 мК. Исследованы типы термометров, используемых при низких температурах. В качестве основного материала термометра выбран оксинитрид циркония. Предложен алгоритм измерения, позволяющий снизить погрешности измерения температуры и повысить точность.

E-mail: 20772@mail.ru

Ключевые слова: низкие температуры, термометрия, теплопроводность.

Для решения существующих научных задач по исследованию низкотемпературной теплопроводности необходимо обеспечить высокую точность измерений. Измерения при температурах ниже 10 К требуют особого внимания к причинам возможных погрешностей. Среди них наибольшее влияние оказывают тип используемого термометра, функциональная схема и метод измерения, джоулева теплота в термометрах и проводах.

По результатам проведенного анализа [1] для исследования теплопроводности был выбран метод измерения теплопроводности стержня. Для определения теплопроводности измеряется температурный градиент на образце и мощность, подаваемая на нагреватель.

Нагреватель. При низких температурах сопротивление многих резисторов значительно изменяется с температурой. Такая зависимость характерна для сопротивлений на основе толстых оксидных пленок, например RuO_2 . Для обеспечения стабильности характеристик нагревателя в температурном диапазоне 1,5...10 К в настоящем экспериментальном стенде использованы тонкопленочные резисторы из никелевого сплава. Эти нагреватели имеют низкую массу и малую тепловую инерцию. Ток на нагреватель подается прецизионным источником тока. Перед измерением проводится калибровка сопротивления резистора с помощью четырехпроводного подключения. В процессе измерения питание на нагреватель подается по двухпроводной схеме.

Выбор типа термометра. В криогенной технике наиболее часто используются газовые термометры, термопарные датчики и термометры сопротивления. Малые размеры образца и испытательной вакуумной камеры ограничивают возможность использования газовых

термометров. Кроме того, в газовых термометрах тяжело достичь погрешности < 10 мК [6] по причине адсорбции газа на измерительной гильзе. Парожидкостные термометры в исследуемом температурном диапазоне будут иметь погрешность $10 \dots 15$ мК [6], обусловленную движением сверхтекучего компонента жидкого гелия вверх по трубке термометра и термическим сопротивлением Капицы. Использование ^3He в качестве наполнителя термометра значительно увеличивает стоимость конструкции. Кроме того газовые и парожидкостные термометры имеют относительно большую постоянную времени.

При температурах ниже 10 К у термопарных датчиков резко снижается чувствительность [2, 4, 5]. Наиболее часто используемая термопара для таких температур — Au-Fe/хромель с безразмерной чувствительностью $\xi \sim 1$ [2], определяемой как

$$\xi = \frac{dO/O}{dT/T},$$

где O — выходной сигнал, T — температура. Для обеспечения такой точности измерения второй конец термопары должен быть охлажден до температуры $\sim 4,2$ К [5]. Для вывода второго конца термопары необходимо иметь в испытательной вакуумной камере герметичный разъем, а также систему контроля давления в ванне, чтобы избежать дрейфа температуры жидкого гелия.

С понижением температуры сопротивление металлов падает, стандартные платиновые термометры становятся нечувствительными ниже 10 К. Их использование будет приводить к большим погрешностям. Родий-железные сплавы сохраняют безразмерную чувствительность $\xi_{0,2}$ [2] и имеют самый низкий дрейф калибровки при повторных измерениях.

Среди неметаллических термисторов широко распространены германиевые, угольные, из оксида рутения и оксинитрида циркония. Сопротивление германиевых резисторов резко возрастает при температуре ниже 10 К, что обеспечивает их безразмерную чувствительность $\xi \sim 3$ [2] в требуемом диапазоне температур. Температурный дрейф при повторяющихся измерениях $\sim 0,5$ мК. Так как германиевые резисторы чувствительны к механическим нагрузкам, их помещают в защитные капсулы. Такие капсулы имеют относительно высокую постоянную времени $\sim 0,5$ с. Угольные резисторы не производятся целенаправленно в качестве термометров и их доступность на рынке ограничена. Угольные термометры обладают достаточно высоким временным дрейфом температуры, поэтому требуют калибровки перед каждым измерением. Их безразмерная чувствительность изменяется в диапазоне $\xi \sim 3-8$ [2] при снижении температуры от 10 до $1,5$ К. Низкая доступность и чувствительность к механическим повреждениям

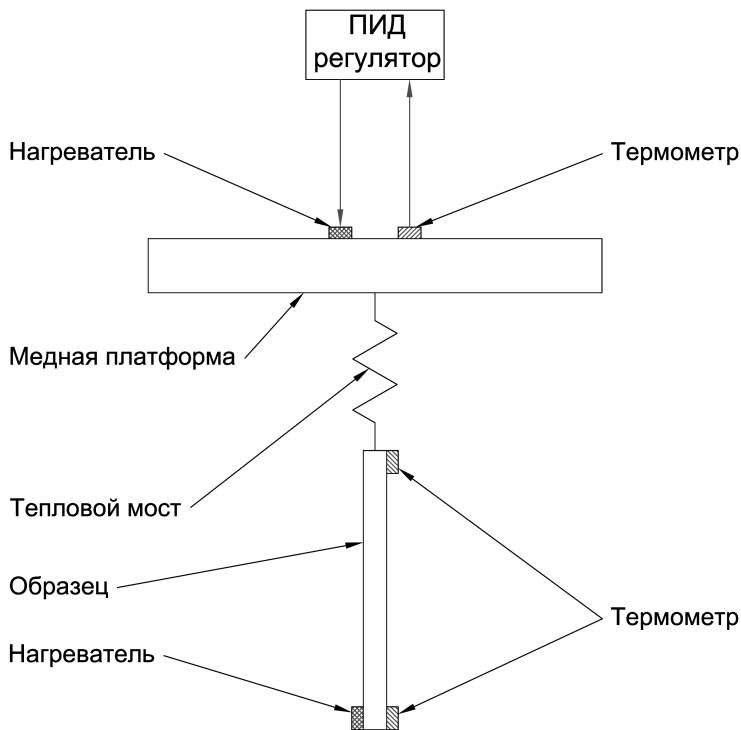
[3] ограничивает возможность их использования для предложенного исследования.

Термометры на основе оксида рутения имеют все преимущества угольных и германиевых термометров, однако их чувствительность [2, 3] уступает как германиевым термометрам, так и термометрам из оксинитрида циркония в исследуемом температурном диапазоне. Термометры из оксинитрида циркония имеют безразмерную чувствительность $\xi \sim 2$ [2] при температуре 4,2 К, небольшое время охлаждения — 1 мс при температуре 1,7 К. Их малая масса позволяет использовать их и при измерении теплоемкости, которое является частью данного исследования.

Калибровка термометров. Криогенная система, в которую интегрирован испытательный стенд, имеет отдельный аппарат для калибровки циркониевых термометров. Калибровка осуществляется в процессе плавного контролируемого отогрева калибровочной камеры. За стандарт принимается значение температуры, измеряемое расположенным в калибровочной камере термометром Setpoint с заводской калибровкой. Регулирование температуры происходит при помощи периодического включения нагревателя малой мощности. Благодаря большому времени тепловой релаксации температурный дрейф в процессе опроса всех датчиков незначителен. Для снятия точек при температуре ниже 4,5 К используется регулировка давления при помощи игольчатого клапана на откачной линии. После стабилизации температуры проводится измерение сопротивления всех термометров, полученные данные записываются в таблицу.

Функциональная схема (рисунок). Для исключения возникновения термоэлектрических эффектов используется переменный ток для возбуждения термометра. Все термометры подключаются по четырехпроводной схеме для исключения сопротивления проводов из измерения. В целях снижения теплопритоков по проводам было решено использовать AWG-36 марганциновые провода, имеющие относительно низкую теплопроводность. Для снятия тепловой нагрузки, включающей джоулеву теплоту, выделенную в проводах, предусмотрено тепловое заземление на уровне 4,5 К. Термометры подсоединены к измерительному модулю с мостовой схемой возбуждения. Чтобы уменьшить влияние емкостных эффектов на измерение, частота переменного тока не должна превышать 40 Гц. Нежелательно использование значений делителей частоты в рабочей сети 60 Гц. На основе предыдущего опыта выбраны частоты 13 Гц и 16 Гц для возбуждения термометров, измеряющих температурный градиент.

Для стабилизации температуры медной плиты, на которую устанавливается образец [1], используется ПИД регулятор. Регулятор получает сигнал с температурного монитора, подавая соответствующее



Функциональная схема установки для калибровки термометров

напряжение на нагреватель. Температурный монитор измеряет сопротивление термометра, возбуждая его постоянным током. Исключение термоэлектрических эффектов достигается сменой полярности постоянного тока с частотой 1 Гц. Выходной сигнал температурного монитора подается на ПИД регулятор. Напряжение на выходе температурного монитора пропорционально разности текущего и установленного значений, что позволяет избежать погрешности связанной с работой ПИД регулятора.

Все измерительные модули объединены в единый блок, облегчающий работу с модулями. Инструментальный блок через разъем GPIB подключен к модулю PXI, связанному по оптическому кабелю с управляющим компьютером. Управление измерительным оборудованием осуществляется от компьютера с помощью разработанной в рамках данного проекта программы. Оптический кабель применяется для защиты измерительного оборудования и экспериментального стенда от дополнительных электромагнитных шумов. Для уменьшения погрешности, связанной с колебанием температуры во времени, было решено отказаться от использования мультиплексоров, поэтому каждый термометр подключен к отдельному измерительному модулю.

Для исключения погрешностей, связанных с ошибкой калибровки термометров, каждые полградуса температурного интервала измеряет-

ся зависимость температурного градиента от мощности нагревателя. Определенный графическим методом угол наклона прямой не содержит погрешности калибровки и статического теплопритока к образцу. Принимая значение суммарной погрешности постоянным в интервале 0,5 К, возможно проводить измерения температуры с точностью до 1 мК, превышающей точность обычных измерений.

Заключение. Предложенная функциональная схема позволяет проводить измерения теплопроводности в температурном диапазоне 1,5...10 К с точностью определения температуры до 1 мК. Предусмотрены методы исключения погрешности калибровки термометра и паразитного теплопритока, а также возможность автономной работы и управления измерительной системой с помощью компьютера.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Архаров И. А., Кошелев С. С., Сергацков Д. А., Карканьо Р. Выбор метода исследования теплопроводности ниобия в сверхпроводящем состоянии (статья в настоящем сборнике).
2. Jack W. Elkin. Experimental techniques for low-temperature measurements. – Oxford University Press, 2006.
3. Frank P o b e l l. Matter and methods at low temperatures. – Springer, 2007.
4. Robert C. Richardson, Eric N. Smith. Experimental techniques in condensed matter physics at low temperatures. – Advanced Books Classics, 1998.
5. Guglielmo Ventura, Lara Risegari. The art of cryogenics. – Elsevier, 2008.
6. Guy K. White. Experimental techniques in low-temperature physics, 1979.

Статья поступила в редакцию 3.09.2012