

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

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЙ СТЕНД ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ НИОБИЯ В СВЕРХПРОВОДЯЩЕМ СОСТОЯНИИ

*Для исследования теплофизических свойств сверхпроводящего ниобия разработана вставка в криостат с вакуумной камерой. Рабочий диапазон температур 1,4...10 К. Представлена конструкция градусной камеры, охлаждающей образец. Расчетная холодопроизводительность градусной камеры составляет 10 мВт. Описаны особенности конструкции и работы криостата.*

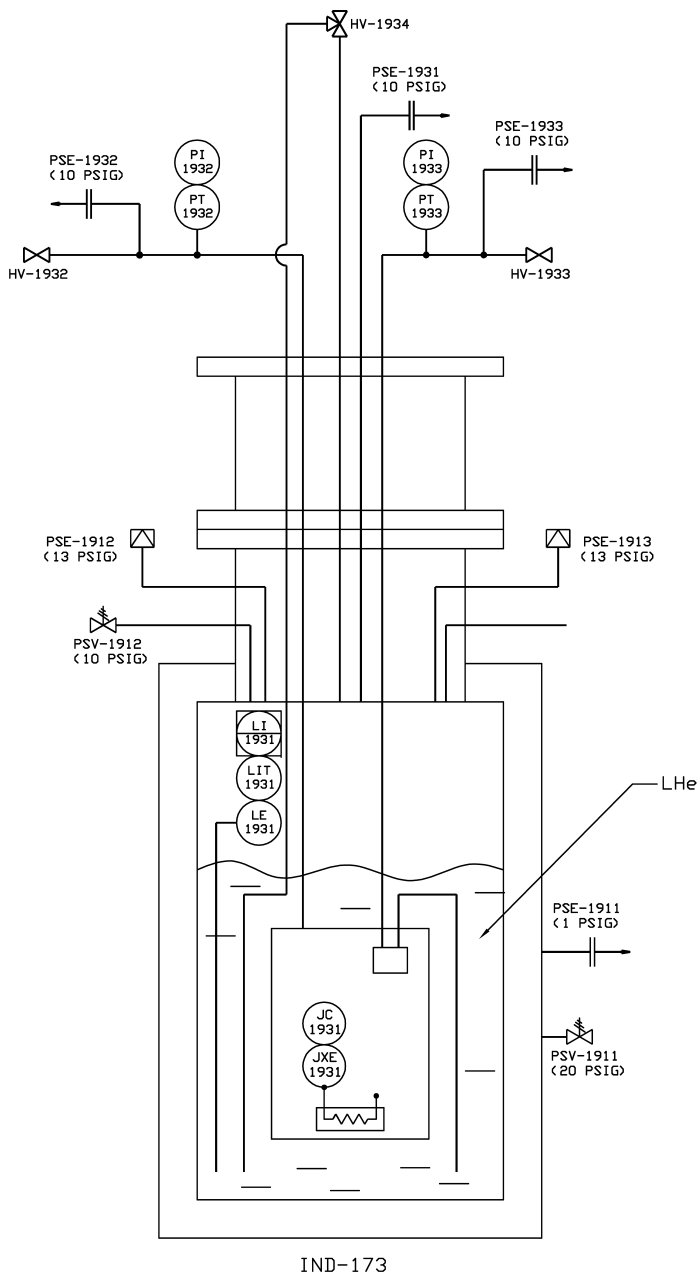
**E-mail: 20772@mail.ru**

**Ключевые слова:** криостат, ниобий, теплопроводность, теплоемкость.

Развитие технологий изготовления сверхпроводящих резонаторов предъявляет все новые требования к качеству ниобия — наиболее распространенного материала СВЧ резонаторов. Эти требования, в первую очередь, касаются таких свойств ниобия, как относительное остаточное сопротивление и качество внутренней поверхности, по которой протекает высокочастотный поверхностный ток. Ниобиевый резонатор, работающий в условиях переменного нагружения, должен обладать определенными механическими свойствами. Для удовлетворения этих требований весь материал проходит контроль твердости, содержания примесей и пределов прочности и текучести. Для создания резонаторов нового поколения с низким уровнем потерь и большими ускоряющими градиентами необходимо исследовать, какие ограничения на качество резонатора накладываются при использовании ниобия, удовлетворяющего современным требованиям. По результатам этого исследования станет возможным разработать новые требования к качеству ниобия и методы их контроля.

Распределение температур и отвод диссипированной энергии в сверхтекучий гелий являются ключевыми факторами в улучшении качества СВЧ резонаторов. Для решения поставленной задачи исследования теплофизических свойств [1] необходимо создать установку для измерения теплопроводности и теплоемкости сверхпроводящего ниобия. По окончании исследования такая установка позволит проводить проверку качества всего материала, идущего на изготовление СВЧ резонаторов.

*Конструкция криостата.* В рамках проводимого исследования была разработана схема (рис. 1) и конструкция криостата (рис. 2) для термостатирования образцов в температурном диапазоне 1,4...10 К.



**Рис. 1. Схема криостата**

Криостат выполнен в виде погружной вставки, используемой вместе с существующим сосудом Дьюара (см. рис. 2). Температурный диапазон исследования определяется минимальной температурой фоновых пика 1,4К и температурой перехода ниобия в нормальное состояние. Криостат интегрирован в существующую криогенную систему цеха испытания сверхпроводящих магнитов и резонаторов. Подключение криостата позволяет автоматически поддерживать уровень

жидкости во внутренней полости сосуда Дьюара, а также возвращать испарившийся гелий в буферные емкости, уменьшая потери гелия при проведении измерений. Колебания уровня гелия при дозаправке сосуда Дьюара приводят к повышению уровня шума в снимаемом сигнале. Поэтому, в целях повышения точности измерения в процессе эксперимента криостат изолируется от криогенной системы. Конструкция вставки позволяет также работать независимо от криогенной системы, используя жидкий гелий из транспортировочного сосуда Дьюара.

*Вакуумная камера.* Основной частью вставки является вакуумная камера 1 (см. рис. 2), внутри которой располагается градусная камера 2 (рис. 3), обеспечивающая охлаждение образца 3. Согласно нормам безопасности, диаметр вакуумной камеры не должен превышать шести дюймов. Высота вакуумной камеры позволяет проводить измерения в течение 24 ч без дозаправки жидким гелием. Максимальная длина образца составляет 150 мм. Крепление образца осуществляется с помощью медного держателя 4. Для обеспечения теплового контакта между образцом и держателем прокладывается индиевая фольга. Для каждого вида образца необходимо изготавливать соответствующий держатель. Данная вставка позволяет исследовать до трех образцов одновременно. Образец крепится к платформе 5 из бескислородной меди, температура которой поддерживается постоянной при помощи ПИД-регулятора, подающего питание на нагреватель, установленный на платформе. Использование ПИД-регулятора необходимо для стабилизации температуры платформы с точностью до 10 мК. Такая стабильность температуры приемника теплоты позволяет уменьшить температурный дрейф в процессе измерения и увеличить точность. Платформа прикреплена к фланцу вакуумной камеры

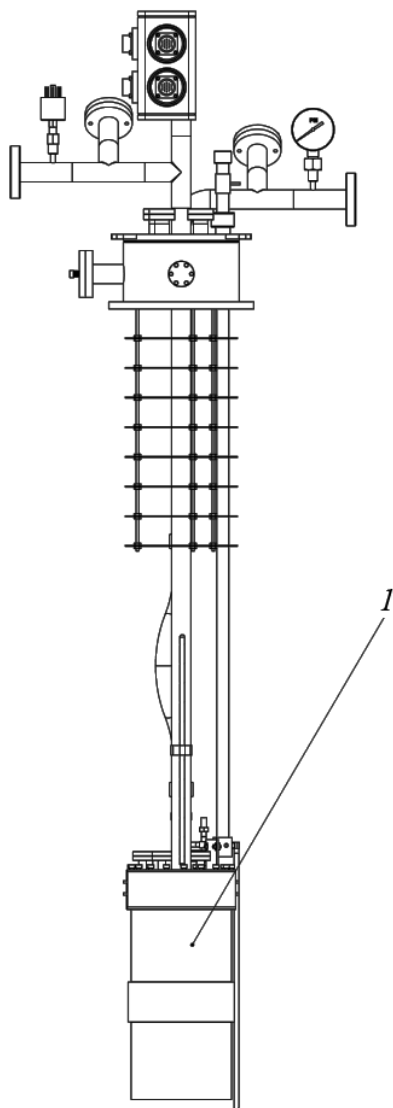
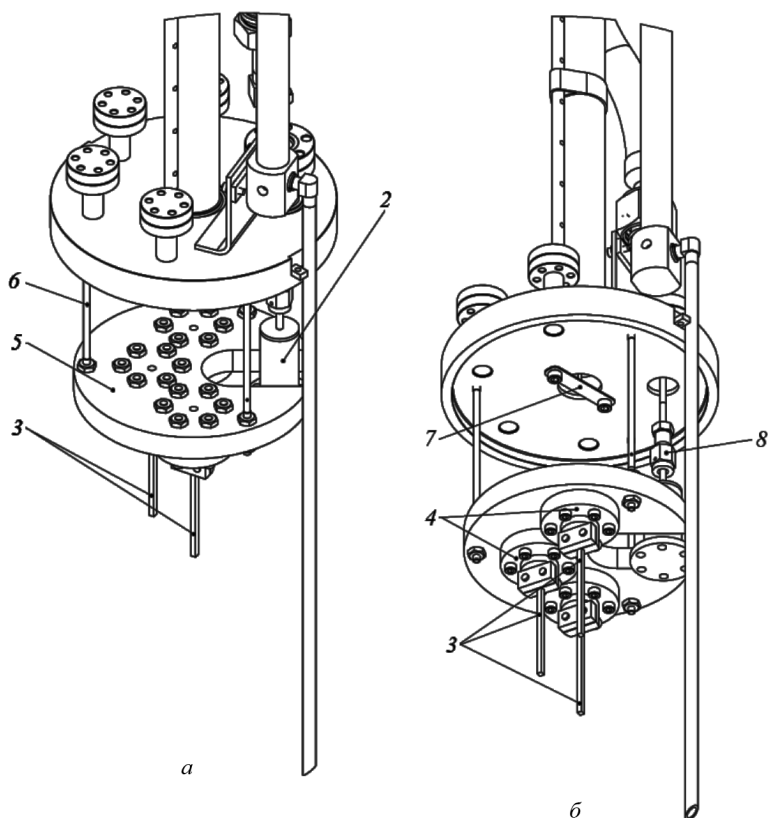


Рис. 2. Конструкция криостата

Рис. 2. Конструкция криостата



**Рис. 3. Вакуумная камера**

тонкостенными стальными трубками 6, обеспечивающими малый теплоприток к низкотемпературной части установки. Для уменьшения теплопритоков возможно охлаждение подвесов при помощи тепловых мостов, соединяющих подвесы с градусной камерой. Для этого на градусной камере предусмотрен медный фланец с шестью отверстиями. Снижение теплопритока излучением через трубу откачки вакуумной камеры от теплого верхнего фланца достигается использованием многоэкранный отражателя 7. Так как ввод проводов термометров осуществляется через эту трубу, в конструкции отражателя предусмотрены соответствующие отверстия. Для уменьшения потока теплоты по проводам предусмотрен узел сброса теплоты на уровне 4,5 К [2]. Для уменьшения наводок и теплопотерь медные провода нагревателя вставки и сверхпроводящего уровнемера выведены отдельно через заполненное гелием пространство.

*Источник холода.* Для исследования теплопроводности ниобия наиболее широко применяются установки с откачкой паров  $^4\text{He}$  над зеркалом жидкости [3–5]. В данной конструкции для охлаждения образца используется градусная камера, разработанная в рамках проводимого исследования. Жидкий гелий поступает в градусную камеру

по капиллярному устройству из внутренней полости сосуда Дьюара. Пары гелия непрерывно откачиваются из градусной камеры при помощи двухступенчатого вакуум-насоса, создающего в камере давление, необходимое для заданной температуры. Капиллярное устройство выполнено в виде тонкостенной трубки с внутренним диаметром 0,006 дюйма, в которую помещена проволока с наружным диаметром 0,005 дюйма. Зазор между трубкой и проволокой создает достаточное гидравлическое сопротивление для достижения необходимой температуры. Такая конструкция позволяет сократить длину капилляра (от ~1 м до 17 см), а также избежать резкого изменения гидравлического сопротивления при возможных перегибах. Это устройство дешевле и надежнее игольчатых дроссельных вентилях, кроме того, гидравлическое сопротивление устройства плавно регулируется изменением длины проволоки, помещенной в трубку. Минусом конструкции данного капилляра является необходимость ручной подгонки гидравлического сопротивления. Съёмный фильтр на капиллярном устройстве изготовлен на основе стандартного фильтрующего элемента из спеченного порошка с размером пор 0,5 мкм. Расчетный расход жидкого гелия через капиллярное устройство составляет 30 г/ч. Для облегчения диагностики неисправностей градусной камеры и устранения неполадок откачная трубка градусной камеры имеет вакуумный разъем 8 с медной прокладкой.

Градусная камера имеет простую конструкцию, малые размеры, и способна автоматически поддерживать постоянную температуру своей поверхности. Постоянство температуры достигается за счет того, что при уменьшении тепловой нагрузки на градусную камеру уровень сверхтекучего гелия повышается, что, в свою очередь, приводит к увеличению теплового потока к гелию по откачной трубке [6]. Таким образом, рост уровня сверхтекучего гелия в градусной камере будет замедляться до тех пор, пока не остановится в новом положении, соответствующем изменившейся тепловой нагрузке. При увеличении тепловой нагрузки на градусную камеру происходит обратный процесс, который будет продолжаться, пока тепловой поток по трубе откачки не уменьшится достаточно, чтобы скомпенсировать изменения тепловой нагрузки, или пока весь сверхтекучий гелий не испарится. В последнем случае температура градусной камеры начнет расти, чего не случается при наличии в ней гелия. Избыточная холодопроизводительность приводит к накоплению жидкого гелия в градусной камере, что повышает стабильность работы устройства. Неоспоримым достоинством подобной градусной камеры является ее способность выдерживать кратковременные скачкообразные увеличения теплового потока за счет накопленного в камере жидкого гелия [6]. Рабочий

объем градусной камеры составляет  $\sim 9 \text{ см}^3$ , что обеспечивает запас холода в 30 Дж. Теоретическая расчетная холодопроизводительность градусной камеры составляет  $\sim 80 \text{ мВт}$  при необходимой мощности охлаждения образца и медной плиты  $\sim 10 \text{ мВт}$ . Избыток холодопроизводительности будет компенсироваться теплопритоком по откачной трубке градусной камеры [7]. Контроль температуры градусной камеры позволяет экспериментально определить полезную холодопроизводительность термостата.

Несомненно, колебания уровня гелия в градусной камере будут приводить к неизбежным небольшим изменениям температуры, поэтому градусная камера должна иметь большую тепловую инерцию. В конструкции используется тепловой мост между градусной камерой и медной платформой для уменьшения амплитуды температурных колебаний. Температура гелия в градусной камере поддерживается ниже  $\lambda$ -точки ( $\sim 2 \text{ К}$ ) для исключения температурных градиентов в жидкости. Стабилизация давления осуществляется ручным вакуум-регулятором, настроенным на давление  $\sim 450 \text{ Па}$ . Часть измерений проводится при температуре выше  $2 \text{ К}$ , поэтому термическое сопротивление теплового моста должно быть достаточно высоким, чтобы избежать перегрева камеры. В качестве теплового моста выбрана медная проволока AWG30 длиной  $5 \text{ см}$  с термическим сопротивлением  $\sim 800 \text{ К/Вт}$ .

*Особенности эксплуатации.* Расчетное время охлаждения медной плиты через подвесы составляет  $\sim 11$  дней. Для ускорения процесса охлаждения погружного криостата предусмотрена возможность использования теплообменного газа. В качестве теплообменного газа был выбран неон, так как он инертен и имеет относительно низкую температуру конденсации. При заполнении вакуумной камеры неоном до давления  $10^{-5} \dots 10^{-6} \text{ Па}$ , удастся сократить время охлаждения до нескольких часов. При появлении жидкости в сосуде Дьюара неон десублимируется на стенках вакуумной камеры, обеспечивая достаточный вакуум для проведения эксперимента. В случае утечки гелия в вакуумную камеру существует вероятность проникновения неона в криогенную систему. Поэтому необходимо следить за давлением в вакуумной камере как в процессе испытания, так и во время отогрева криостата. Во избежание забивания капиллярного устройства в процессе охлаждения криостата необходимо обеспечить поток газообразного гелия через систему откачки градусной камеры во внутреннюю полость сосуда Дьюара. Газообразный гелий, поступающий в капиллярное устройство, подвергается дополнительной фильтрации комбинированным фильтром или азотной ловушкой. Таким образом, все примеси скапливаются в фильтре капиллярного устройства, не препятствуя нормальной работе.

**Заключение.** Разработанный экспериментальный стенд служит для изучения теплофизических свойств материалов в температурном диапазоне 1,4... 10 К. Модульная конструкция позволяет исследовать до трех образцов различных форм и размеров одновременно. Данный криостат позволяет проводить калибровку термометров для низкотемпературных измерений [8]. Основным назначением данной вставки является исследование теплопроводности и теплоемкости сверхпроводящего ниобия. По результатам исследования с помощью данного криостата будет проводиться регулярный контроль качества ниобия, идущего на изготовление сверхпроводящих резонаторов.

## 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. Kaluzhniy M. Thermal anchoring for TPRI wiring. – Fermilab, 2012 (в печати).
3. Aizaz A. et al. // IEEE Trans. on Appl. S., 17, 2, 2007.
4. Mittag K. Cryogenics, February 1973.
5. Bousson S. et al. // Proc. 1999 Workshop RF Supercond., 1999.
6. DeLong L.E., Symko O.G. and Wheatley J. C. Rev. Sci. Instr., 42, 1, 1971.
7. Jack W. Elkin. Experimental techniques for low-temperature measurements. – Oxford University Press, 2006.
8. Архаров И. А., Кошелев С. С., Сергацков Д. А., Карканьо Р. Алгоритм и функциональная схема сбора информации для стенда исследования теплопроводности при температурах ниже 10 К (статья в настоящем сборнике).

Статья поступила в редакцию 3.09.2012