

PACS: 82.80.Ej

П.Н. Постол, Л.В. Бережная, С.А. Терехов, Г.Г. Левченко

## ГЕЛИЕВЫЙ КРИОСТАТ ДЛЯ МЁССБАУЭРОВСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ ПОД ДАВЛЕНИЕМ

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины  
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина  
E-mail: levch@levch.fti.ac.donetsk.ua

Статья поступила в редакцию 9 февраля 2009 года

*Разработан и изготовлен гелиевый криостат с вертикальными окнами для мёссбауэровских измерений в диапазоне температур 2.2–300 К и давлении до 10 kbar.*

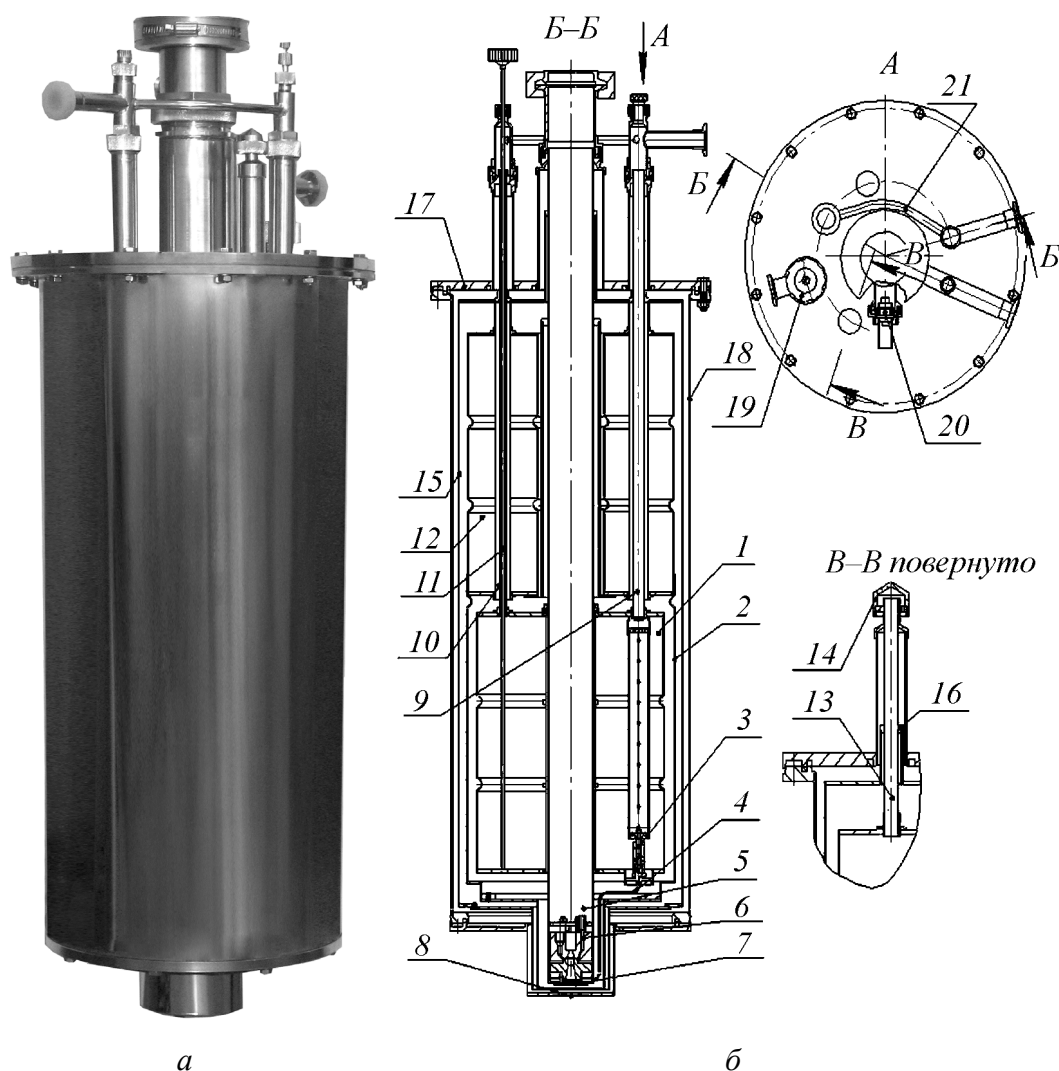
**Ключевые слова:** криостат, гелиевая емкость, азотная емкость, азотный резервуар, камера высокого давления (КВД), рабочая камера, радиационный экран, заливочная горловина, дренажная горловина, точка теплообмена

Мёссбауэровские измерения производят при различных состояниях и воздействиях на исследуемые образцы. Поэтому требуются универсальные криостаты, способные не только термостатировать в широком диапазоне низких температур, но и создавать высокие давления. Отличительной особенностью конструкции изготовленного гелиевого криостата является наличие: камеры высокого давления (КВД); капилляра с вентилем тонкой регулировки для подачи жидкого или газообразного гелия в рабочую камеру; термоизоляции камеры от гелиевой емкости вакуумным пространством, благодаря которой регулировка температуры и давления в рабочей камере практически не влияет на теплоприток в гелиевую емкость.

На рис. 1,б представлена конструкция криостата. Он состоит из гелиевой емкости 1, охваченной азотным экраном 2. В гелиевой емкости установлен вентиль 3 с капилляром 4, который соединен с рабочей камерой 5. В рабочей камере вдоль оси размещена КВД 6 на «холодном» окне 7 соосно с «теплым» окном 8 криостата. «Холодное» и «теплое» окна изготовлены из майлара.

Гелиевая емкость снабжена двумя горловинами: заливочной 9 и дренажной 10. Последняя позволяет устанавливать трубчатый ( $\varnothing$  3 mm) индикатор 11 или электронный датчик ( $\varnothing$  6 mm) уровня жидкого гелия.

Над гелиевой расположена азотная емкость 12 с азотным экраном 2, из которой выходят две одинаковые горловины 13 с крышками 14 (см. рис. 1,б, В–В). Крышки предотвращают попадание конденсата и сторонних предметов в азотную емкость при транспортировке, монтаже и в рабочем режиме криостата.



**Рис. 1.** Гелиевый криостат для мёссбауэровских измерений под давлением: *a* – внешний вид; *б* – конструкция

Азотная емкость охвачена промежуточным активным радиационным экраном *15*, подвешенным на его горловины в точках эффективного теплообмена *16* [1, с. 144]. Гелиевая и азотная емкости своими горловинами закреплены на верхнем фланце *17* и помещены в вакуумный кожух *18*.

На верхнем фланце установлен вакуумный вентиль *19* (рис. 1, *б*, *A*) для откачки воздуха из вакуумной емкости. Вывод электрических сигналов из рабочей камеры осуществляется с помощью токоввода *20*, представляющего собой герметичный разъем РСГ10ТВ. Заливочная и дренажная горловины гелиевой емкости соединены коллектором *21*. Последний выравнивает тепловые сопротивления горловин с различными сечениями, устраняет застойную зону в горловине с датчиком уровня жидкого гелия, осуществляя принудительное охлаждение обеих горловин, что, в свою очередь, уменьшает теплоподвод по горловине к жидкому гелию на 30%.

Особый интерес представляет вентиль игольчатого типа, установленный в гелиевой емкости. Он позволяет производить тонкую регулировку подачи гелия по капилляру в рабочую камеру для охлаждения установленной в ней КВД. Управление вентилем осуществляется с помощью ключа, который вводят в заливочную горловину криостата до стыковки с его маховиком. Маховик выполнен в виде перфорированного цилиндра, дно которого жестко закреплено на игле вентиля, а верхняя часть (с отверстием под ключ) крепится на крышке гелиевой емкости с возможностью вращения. Поэтому стыковка ключа и маховика осуществляется в районе входа в заливочную горловину, что позволяет уменьшить теплоподвод к жидкому гелию за счет охлаждения стыка уходящими парами. Отверстие под ключ используется также для ввода сифона при заливке жидкого гелия. Корпус вентиля своим опорным фланцем помещен в трубу (которая приварена к днищу гелиевой емкости) и закреплен в ней при помощи сварки. Опорный фланец изготовлен с удлиненной кромкой под сварку, что позволяет производить его срез и выполнять неоднократную сварку. Такая конструкция дает возможность при необходимости извлекать вентиль из криостата с минимальными затратами труда.

Рабочая камера представляет собой тонкостенную трубу (изготовленную из стали 12X18H10T), в нижней части которой смонтировано «холодное» окно с КВД. Верхняя часть камеры крепится на верхнем фланце криостата с выводом к насосу и газгольдеру. Рабочая камера не имеет теплопроводного контакта с гелиевой емкостью, а с азотной такой контакт осуществляется с помощью медного кольца, установленного на заданном расстоянии от КВД. Таким образом, рабочая камера с КВД представляет собой внутренний встроенный криостат, использующий азотную емкость основного криостата для уменьшения теплопритоков снаружи, а гелиевую – для заливки гелия. Поэтому повышение температурного режима в КВД не влияет на расход жидкого гелия из гелиевой емкости.

КВД – это самостоятельное устройство типа цилиндр–поршень, позволяющее создать на исследуемом образце давление 10 kbar. Корпус КВД изготовлен из бериллиевой бронзы, в нем установлены вертикально расположенные окна, выполненные из карбида бора.

Для осуществления контроля режимов исследования образца КВД снабжена датчиками давления и температуры, а также нагревателем, сигналы из которых выведены разъемным токовводом.

Установку КВД в рабочей камере и извлечение из нее осуществляют специальным приспособлением, которое прилагается к криостату.

Температурные режимы для образца создают подачей криоагента в рабочую камеру, нагревателем КВД и регулировкой скорости откачки паров криоагента. Для достижения температур ниже 4.2 К рабочую камеру наполняют жидким гелием по капилляру из гелиевой емкости при полностью открытом вентиле. Затем производят откачку паров гелия при закрытом вен-

тите до достижения требуемой температуры. Для создания температурного режима выше 4.2 К рабочую камеру используют как проточный криостат. При этом производят тонкую регулировку вентиля гелиевой емкости для подачи криоагента в рабочую камеру, осуществляют регулировку мощности нагревателя КВД и устанавливают заданную скорость откачки паров криоагента из рабочей камеры.

Азотная и гелиевая емкости выполнены цельносварными. Оболочки емкостей, с целью повышения прочности на устойчивость, подкреплены ребрами жесткости в виде накатанных кольцевых зигов. Это позволяет изготавливать оболочки из тонколистовой (1 mm) нержавеющей стали 12X18H10T. Вакуумный кожух по эстетическим соображениям изготовлен без накатки зигов (рис. 1,а), что по условиям прочности определило толщину его оболочки – 1.5 mm. Вакуумный кожух съемный и имеет разъем в нижней части для доступа к элементам крепления и центровки экранов и емкостей, а также к «холодному» окну и гелиевому вентилю. Экраны выполнены из теплопроводного материала – меди М1 с целью эффективного и равномерного охлаждения жидким азотом азотного экрана и выходящими парами – промежуточного экрана. Медь М1 обладает достаточной отражательной способностью, что уменьшает подвод лучистой тепловой энергии к криоагентам, а следовательно, уменьшает их потери. С этой же целью поверхности криогенных емкостей и экранов электрополированы.

В криостате реализованы такие основные конструкторские решения.

1. Установлен вентиль тонкой регулировки в гелиевой емкости, позволяющий производить подачу криоагента в рабочую камеру.
2. Управление вентилем осуществляется снаружи при минимальных потерях гелия, так как стыковка ключа управления и маховика вентиля происходит в верхней части гелиевой емкости (газовой подушке) и охлаждается выходящими парами жидкого гелия.
3. Маховик вентиля является приемником сифона для заливки жидкого гелия и ключа управления.
4. Изменения величины давления на исследуемом образце не влияют на термодинамические характеристики криостата.
5. Конструкция рабочей камеры позволяет повышать температуру исследуемого образца, не увеличивая потерь криоагента в гелиевой емкости.
6. На гелиевых горловинах установлен коллектор, устраняющий в них застойную зону выходящих паров и уменьшающий теплоподвод к жидкому гелию по горловине на 30%.
7. Установлен активный радиационный экран, позволяющий уменьшить расход жидкого азота за счет использования хладосодержания собственных выходящих паров.
8. Криостат позволяет устанавливать трубчатый индикатор уровня или электронный датчик уровня жидкого гелия ( $\varnothing$  6 mm) без дополнительных доработок.

9. В конструкции криостата используются материалы, обладающие наилучшими технологическими показателями для эксплуатации и изготовления с учетом оптимальной стоимости.

На криостат разработан полный комплект конструкторской документации, по которой он изготовлен на опытном производстве Донецкого физико-технического института.

**Технические характеристики криостата:** объем гелиевой емкости 6.8 л; объем азотной емкости 8.4 л; время хранения жидкого гелия 2 д; время хранения жидкого азота 3 д; внутренний диаметр рабочей камеры 47.2 мм; диаметр «теплого» окна 18 мм; диаметр «холодного» окна 16 мм; наружный диаметр 255 мм; высота криостата 890 мм.

1. П.Н. Постол, Л.В. Бережная, А.И. Скрипарь, В.Ф. Хов'яков, С.А. Терехов, Г.Г. Левченко, ФТВД **18**, № 2, 143 (2008).

*П.М. Постол, Л.В. Бережна, А.І. Скрипарь, В.Ф. Хов'яков, С.О. Терехов, Г.Г. Левченко*

## ГЕЛІЄВИЙ КРІОСТАТ ДЛЯ МЕССБАУЕРІВСЬКИХ ВИМІРЮВАНЬ ПІД ТИСКОМ

*Розроблено та виготовлено гелієвий кріостат з вертикальними вікнами для мессбауерівських вимірювань в діапазоні температур 2.2–300 К та тиску до 10 кбар.*

**Ключові слова:** кріостат, гелієвий резервуар, камера високого тиску (КВТ), робоча камера, радіаційний екран, заливна горловина, дренажна горловина, точка теплообміну

*P.N. Postol, L.V. Berezhnaya, S.A. Terekhov, G.G. Levchenko*

## HELIUM CRYOSTAT FOR MÖSSBAUER MEASUREMENTS UNDER PRESSURE

A helium cryostat with vertical windows intended for Mössbauer measurements in the 2.2–300 K temperature range at a pressure to 10 kbar has been designed and manufactured

**Keywords:** cryostat, helium reservoir, nitrogen reservoir, high pressure chamber (HPC), working chamber, radiation jacket, tubes for filling, tubes drainage, point of heat exchange

**Fig. 1.** Helium cryostat for Mössbauer measurements under pressure: *a* – exterior; *b* – structure