

KRIOSTATI IN VAKUUMSKA TEHNIKA

Andrej Pregelj, Miran Mozetič in Alojz Paulin*,

Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko, Teslova 30, 61000 Ljubljana

*Tehniška fakulteta Maribor, Smetanova 17, 62000 Maribor

CRYOSTATS AND VACUUM TECHNIQUE

Abstract

An extremely good vacuum thermal insulation is an indispensable condition for liquefying and preservation of the liquid nature of gases. Cryostats are vessels for experiments to be performed at low constant temperatures, at which even helium evaporates from hardly perceptible. According to their use, they are of different size and shape. A good insulation is attained by the vacuum coat, thermal shields around the internal vessel and by piping having a minimal thermal conductivity. Besides conductivity also other material characteristics such as emissivity factor, thermal expansion etc. are of great importance. This paper presents various cryostat realisations differing in construction and manufacturing technology.

Povzetek

Toplotna izolacija z vakuumom je neobhoden pripomoček za utekočinjanje in ohranjanje kapljevinske faze permanentnih plinov. Vakuumski kriostati so posode, iz katerih celo helij (vrelišče pri 4,2 K) izhlapeva komaj opazno; služijo kot okolje za poskuse, ki morajo potekati na konstantni nizki temperaturi. Glede namena in uporabe obstajajo naprave različnih velikosti in oblik. Dobra izolacija je dosežena z vakuumskim plaščem, s sevalnimi ščiti okrog osrednje posode in z dovodnimi cevmi, ki naj imajo čim manjšo toplotno prevodnost. Poleg prevodnosti so pomembne še druge lastnosti materialov, kot npr. koeficient sevanja, razteznost itd. Prispevek predstavlja značilne izvedbe kriostatov s konstrukcijsko tehnološkega vidika.

1 UVOD

Kriotehnika uporablja za doseganje nizkih temperatur različne fizikalne principe, hkrati pa s svojimi vrhunskimi tehnološkimi rešitvami pomaga drugim sodobnim panogam, ki potrebujejo hladno okolje. Glavna področja njene uporabe so:

- doseganje čim nižjih temperatur (fizikalne metode)
- utekočinjanje plinov (hladilni stroji)
- shranjevanje in transport utekočinjenih plinov

- vzdrževanje nizkih temperatur za proizvodne in eksperimentalne namene (kriostati)

Za izvajanje omenjenih nalog rabijo najrazličnejše kriogenske naprave. Med njimi so kriostati bistveno povezani z vakuumsko tehniko, kajti samo ta omogoča izvedbo izolacije, ki - v povezavi s še drugimi prijemi - zagotavlja vzdrževanje nizkih temperatur.

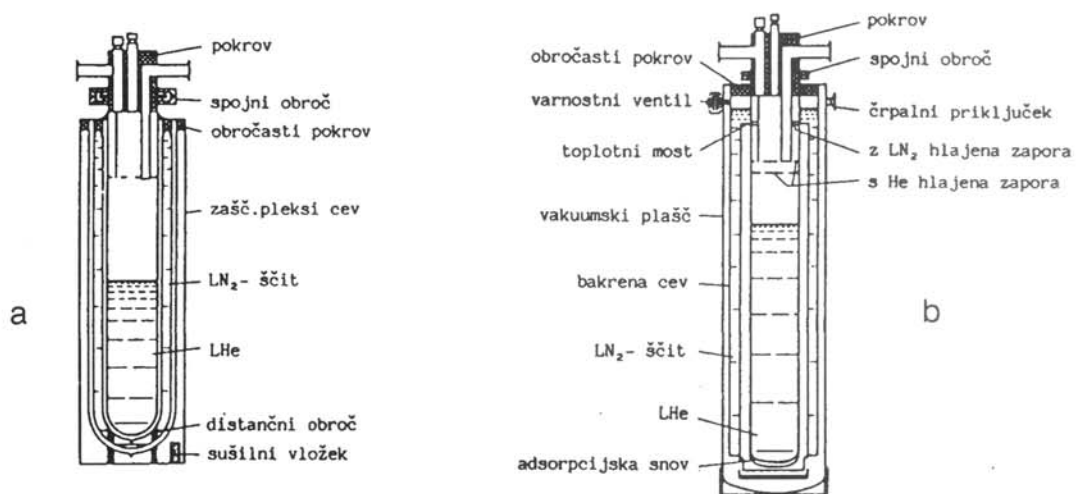
Izdelava kvalitetne krio naprave je tem zahtevnejša, za čim nižje temperature je namenjena. Tako so npr. kriostati za temperature nad 77K s sodobnimi tehnologijami povsem obvladljivi, pri izdelavi aparatov za nižje temperaturno območje (od nekaj K do 77K) pa je smiselno poleg obstoječega znanja iskati še novih rešitev, kajti izvedbene domislice različnih proizvajalcev kažejo, da razvoj tu še ni povsem zaključen. Še veliko bolj je to izraženo pri gradnji naprav za temperature pod 1K, kjer si napredovanja brez visokih tehnologij in raziskovalnega dela sploh ne da zamisliti.

V tem prispevku bomo predstavili pregled obstoječih kriostatov, pomen oz. potrebnost vakuumov za njih delovanje ter nekaj primerov izvedb, s poudarkom na tehnološko konstrukcijskih zahtevah.

2 VRSTE KRIOSTATOV

Najrazličnejše obstoječe kriostate lahko razporedimo v skupine, npr.:

- glede na uporabljeni hladilni medij in po višini delovne temperature
- glede na velikost koristne prostornine, gabaritne dimenzije in po širini ustja



Slika 1. Steklen (a) in kovinski kriostat (b)

Prispevek je bil predstavljen na 1. srečanju vakuumistov Slovenije in Hrvaške v Zagrebu.

- po namenu uporabe
- glede na princip delovanja itd.

Med naštetimi je za splošno poznavanje kriostatov najpomembnejši zadnji način opredeljevanja. Poznani so torej:

A) Potopni kriostati

To so v bistvu dewar posode, tj. toplotno dobro izolirane shrambe za utekočinjene pline. Lahko so:

- steklene
- kovinske, povsem zvarjene (sl.1 in sl.3)
- kovinske z razstavljenim dnom
- kovinske z izrastkom v dnu, v katerem se nahaja vzorec, ki je lahko v vakuumu pritrjen na hlajen nosilec ali pa je direktno potopljen v helij; obstajajo tudi variante z oknom za opazovanje vzorca.

Pri teh kriostatih je temperatura določena z vreliščem uporabljenega utekočinjenega plina, torej imamo predvsem dve možnosti: 4,2K pri tekočem heliju (LHe) in 77K pri tekočem dušiku (LN₂).

B) Kriostati na uparjanje z nastavljivo temperaturo

Pri tovrstnih kriostatih lahko dosegamo temperature pod ali nad vreliščem uporabljenega hladilnega plina.

Ohlajanje pod vrelišče dosežemo tako, da znižujemo tlak nad utekočinjenim helijem oziroma dušikom. Konstrukcijsko so podobni dewar posodam, le da imajo prostor nad tekočo fazo obvezno zaprt in vgrajen priključek za vakuumsko črpalko ter merilnik tlaka.

Za zvišanje temperature nad vrelišče moramo dovesti zunanjo toploto v podstavek vzorca; to lahko storimo na dva načina:

- a) z vgradnjo lokalnega grelnika v nosilec vzorca; pri tem mora biti nosilec dobro toplotno izoliran od drugih delov kriostata
- b) z dovajanjem par krio-tekočine v okolico vzorca. Tlak teh par, ki ga lahko nastavljamo med 10⁻⁴ in 1000 mbar, ustvarja kondukcijski most med vzorcem in toplejšimi zunanji deli kriostata. Dosegljive so vse temperature med 2K in 300K. Ločimo dva tipa tovrstnih kriostatov; to so:
 - taki, pri katerih helijeva para prihaja v okolico vzorca iznad tekoče faze in
 - tisti, pri katerih je tekoči helij iz osrednje posode napeljan po kapilari v okolico vzorca in se tam uparja (slika 2). Dobra lastnost obojih je, da vzorca ni treba segrevati na nosilcu in je zato predmet temperaturno neodvisen od podlage.

C) Posebni kriostati

- a) Kriostati s plinskim hladilnim strojem (G. Mc Mahon, Stirling), ki delajo brez utekočinjenega plina z zaprtim plinskim tokokrogom; pokrivajo temperaturno območje 10 do 300K
- b) Kriostati s kombinacijo potopnega in uparjevalnega tipa (1K-300K)

c) Kriostati, običajno helijevi, za superprevodne (S.P.) magnetne, ki imajo vgrajeno S.P. tuljavo in električni priključek zanj

d) Kriostati na helijev izotop z atomsko maso 3 (0,01-300K),

e) Kriostati, prilagojeni za specialna raziskovalna področja.

3 VAKUUMSKE IN TEHNOLOŠKE ZAHTEVE

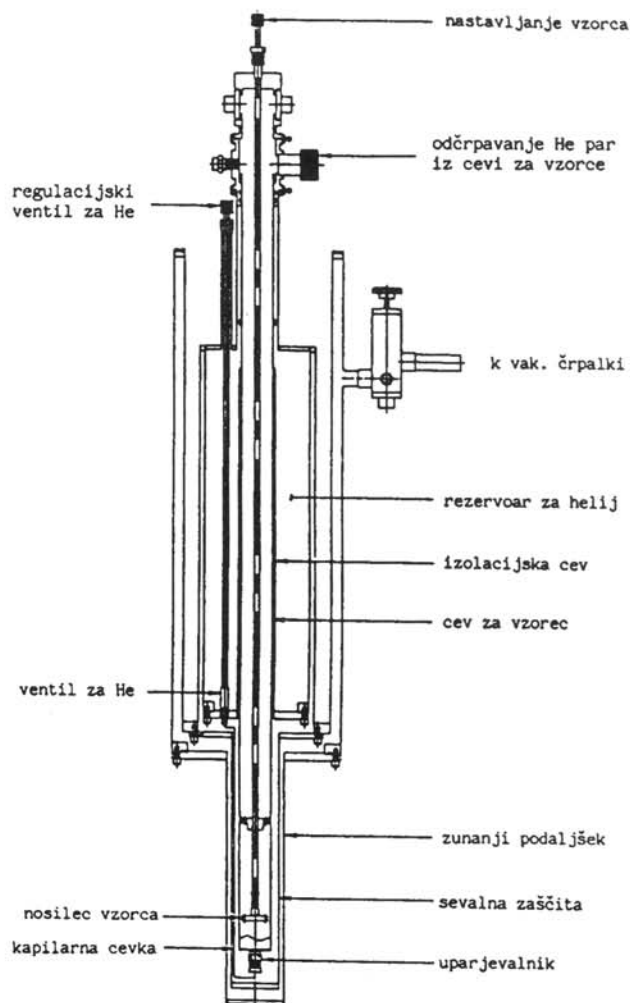
Kriostatske posode so sestavljene iz enega ali dveh koncentričnih rezervoarjev, ki vsebujeta tekoči dušik in helij; nahajata se v evakuiranem prostoru, ki povsem onemogoči direktno kondukcijo toplote na notranje hladne površine. Posodi sta medsebojno in na zunanji plašč povezani s cevmi za natakanje utekočinjenega plina in za izhajanje njegovih par. Te cevi povzročijo veliko toplotno obremenitev krioposode in hkrati kondenzacijo vlage na zunanjih priključkih. Da bi učinke prevodnosti zmanjšali, se za konstrukcijo priporočajo dolge cevi s čim tanjšo steno, ne prevelikega premera, in to iz materiala, ki ima čim manjšo toplotno prevodnost (npr. nerjavno jeklo). Za opore in distančnike med stenami posod se uporabljajo elementi s čim bolj točkovnim dotikom (npr. steklene kroglice).

Pri helijevih kriostatih plašč tekočega dušika razdeli vakuumski prostor v dva, znotraj povezana dela. Posoda za tekoči dušik in pogosto še po en ali dva toplotna reflektorja rabijo za preprečevanje sevalne obremenitve He-rezervoarja. Ker po Stefan-Boltzmannovemu zakonu velja sorazmerje med sevalnim tokom in 4. potenco absolutne temperature, je npr. sevanje LN₂-plašča pri 77K občutno manjše od sevanja enake površine pri sobni temperaturi 300K. Zato se z vsakim sevalnim ščitom zmanjša toplotna obremenitev helijevih posode. Druge vrste izolacija kriostatov in pretočnih cevi je večplastna, tki. multilayer superinsulation. Notranja posoda je ovita 30-60 krat z Al-folijo oz. s plastično folijo, ki je prekrita s kovinsko tanko plastjo; ovoji zrcalnih površin so medsebojno ločeni z distančnim trakom. Pri helijevih kriostatih se ta tip izolacije uporablja predvsem v predelu med dušikovim rezervoarjem in zunanjo steno naprave. Pri velikih shranjevalnikih (več m³) za utekočinjene pline je vakuumski plašč pogosto zasut s perlitnim granulatom.

Tlak v vakuumskem prostoru naj ne bi bil v nobenem primeru višji od 10⁻⁴ mbar. Pri sobni temperaturi so tedaj proste poti molekul ~100 cm, kar je več, kot so značilne razdalje med hladnimi in toplimi stenami večine krio naprav. To je tipično področje molekularnih tokov, kjer dominirajo trki molekul med stenami vakuumskega plašča; če je tlak še za dekadno ali dve nižji, lahko prevajanje toplote še toliko bolj zanemarimo. Ker konvekcije ni, ostane edini možni prenosnik energije: sevanje. Le-tega zmanjšujemo z zrcalnimi ščiti, ki z gladkostjo površin pri izbranih materialih najbolj vplivajo na zvečanje refleksije (oziroma na zmanjšanje emisijskega koeficienta).

Ugotavljamo, da je pri gradnji kriostatov nujno potrebno dobro poznavanje materialov in tehnoloških postopkov, poleg tega pa še vakuumske tehnike in prenosa toplote. Navajamo nekaj znanih izkušenj in ugotovitev:

- Najpogostejši gradbeni materiali za kovinske kriostate so: aluminij, nerjavno jeklo in baker
- Tesnost posod dosegamo s kvalitetnim spajanjem; navadno je to varjenje TIG ali mikroplazma; pri razstavljivih elementih pa pridejo v poštev tesnila iz elastomerov za normalne in iz indija za kriotemperature
- Materiali se morajo dobro variti
- Gladkost. Že osnovni, izhodiščni material (pločevina) ne sme biti hrapav, po obdelavah in varjenju pa sestavne dele dodatno poliramo in tudi elektro-poliramo; bakreni deli kvalitetnih kriostatov so pred tem še kromani
- Običajni so vsi vakuumske tehnološki prijemi, kot npr.: čistoča, detekcija netesnosti sestavnih delov že v vmesnih fazah izdelave, skrbna montaža itd.
- Doseganje toplotnega stika (termično sidranje) je izvedeno z masivnimi bakrenimi pletenicami in vijachenjem; uporabljajo se tudi specialne toplotno prevodne paste, predvsem za zagotavljanje kvalitetnega stika temperaturnih senzorjev z vzorcem

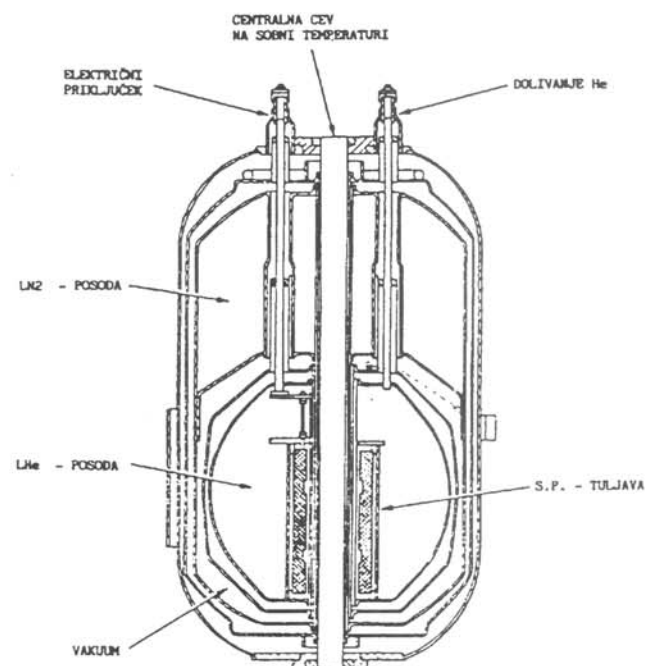


Slika 2. Helijev kriostat z razstavljivim podaljšanim dnom

- Za morebitno obnovo vakuuma je večina kriostatov in tudi drugih krio naprav opremljena na zunanji steni z ventilom za ponovno izčrpavanje
- Zaradi nevarnosti prehitrega uparjanja je v zunanji steni poleg črpalnega priključka vgrajen skoraj vedno tudi varnostni ventil (0,2-0,4 bar)
- Za oceno toplotnih tokov je potrebno narediti vsaj približne preračune, ki opozorijo projektanta na prenekatero pomembno podrobnost.

4 PRIMERI KRIOSTATOV

A) Primera na sliki 1 sta enostavni dvojni dewar posodi; v notranjo, napolnjeno s helijem, potopimo vzorec. Na vrhu sta pokriti, da se izboljša izolacija, hkrati pa pokrov rabi za nameščanje vzorca, za priklop odsesavanja, za polnjenje s svežim He in za vgraditev morebitnih električnih prevodnic. Prednosti steklene izvedbe sta možnost opazovanja in cenenost, slabost pa krhkost in prepustnost za He. Pri kovinski varianti je vgrajen tudi varnostni ventil in priključek za ponovno evakuiranje zunanjega plašča.



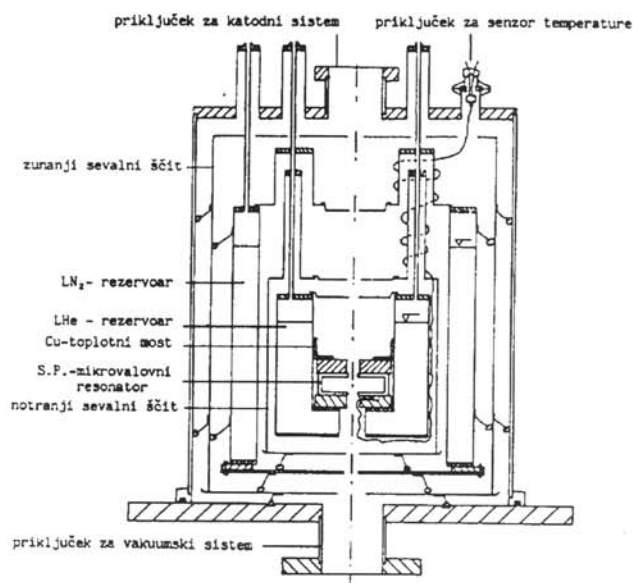
Slika 3. Helijev kriostat iz aluminija firme Varian

B) Slika 2 prikazuje uparjevalni kriostat iz nerjavnega jekla s sestavljivim podaljšanim dnom. Pri tej izvedbi prihaja helij iz osrednje posode preko dozirnega ventila in kapilare do uparjevalnika, ki se nahaja v bližini vzorca. Vzorec je nameščen v posebni cevi na drogu za pozicioniranje; oblijava ga pare vplinenega helija katerih tlak lahko z nastavljenim odčrpavanjem vzdržujemo na poljubnem nivoju med 10^{-4} in 1000 mbar. Tako lahko zagotovimo vzorcju katerokoli temperaturo med 2 in 300K.

C) Kriostat za superprevodno tuljavo (slika 3) je proizvod firme Varian v ZDA. Izdelan je povsem iz aluminija; vsi spoji so varjeni. Notranje posode so medsebojno fiksirane z vrvicami iz umetne snovi, tako da kot toplotni mostovi nastopajo samo cevi za natanjanje. Skozi sredino ima v navpični smeri speljano odprto cev, v kateri S.P. tuljava ustvarja zelo močno magnetno polje. Navitje sestavlja več manjših, različno orientiranih tuljavic, katerih priključki so združeni na posebni vtičnici v tekočem heliju. Naprava rabi za analizo kemičnih snovi z jedrsko magnetno resonanco (NMR); vzorci se namestijo v sredino cevi. Hladni

rezervoar sprejme ca 25 l tekočega helija. Za občasno izčrpavanje je na stranski steni vgrajen priključek z zatičnim čepom.

D) Helijev kriostat za eksperimentiranje s superprevodnim mikrovalovnim resonatorjem je v fazi priprave projekta na IEVT. Izdelan bo iz nerjavnega jekla iz pločevin debeline 0,5 do 3 mm, ki bodo varjene in potem elektropolirane. Debelejši sta le zgornja in spodnja zunanja plošča, ki imata vakuumske prirobnice za priklop izvira elektronov in dinamičnega vakuumskega črpalnega sistema.



Slika 4. Konstrukcija helijevega kriostata za eksperimentiranje s superprevodnim mikrovalovnim resonatorjem.

5 SKLEP

Opisali smo glavne vrste kriostatov in se dotaknili nekaterih problemov, ki jih je potrebno upoštevati pri gradnji krio naprav. V okviru nastajanja projekta Herkriostata za S.P. resonator smo se z njimi tudi praktično srečali ter zbrali obilo podatkov o kovinah, plinih, tekočinah, ki so načrtovalcu kriogenih naprav nujno potrebni, a presegajo okvir tega prispevka.

6 LITERATURA

- /1/ R. B. Scott: Cryogenic Engineering, Met.-Chem. Inc., Boulder 1963,
- /2/ R. Borron: Cryogenics Systems, McGraw Hill, N.Y. 1981,
- /3/ LH-tehnični prospekt: Cryogenics HV 250/12, 10/81,
- /4/ A. Pregelj: Doseganje nizkih temperatur, seminar 1991,
- /5/ M. N. Jirmanus: Introduction to laboratory cryogenics, Janis R. C. Inc., 1990,
- /6/ Varian: General instructions for handling liquid helium, VXR-Series Magnet Installation and Maintenance, 1987, USA,
- /7/ A. J. Croft: Cryogenic Laboratory Equipment, Plenum Press, N. York, London, 1970.

NOVA KNJIGA

Vakuumska tehnika za srednješolske predavatelje, urednik J. Gasperič,
Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije, junij 1993, 113 str., 84 slik

Knjigo lahko naročite na naslov: DVT Slovenije, Teslova 30, 61111 Ljubljana,
ali po telefonu (061) 263 461 (dr. Bojan Jenko, Andrej Pregelj)