

Московский физико-технический институт (государственный университет)
Кафедра физики и техники низких температур
Институт физических проблем им. П. Л. Капицы РАН

Скрипка Константин Юрьевич

Кристаллизационный термометр ^3He

Выпускная квалификационная работа
на степень магистра

Направление: 511600 — Прикладные математика и физика
Магистерская программа: 511611 — Физика низких температур

Научный руководитель
чл.-корр. РАН К. О. Кешишев

Москва, 2010 г.

1. Термометрия в миллиградусной области.

Измерение температур, наряду с их получением, является одним из важнейших вопросов экспериментальной физики низких температур. Как известно, существует два типа термометров: первичные и вторичные. Первичными являются термометры, уравнение состояния которых может быть записано точно без введения неизвестных параметров, зависящих от температуры. В миллиградусной области к таким термометрам относятся ядерный ориентационный ($1 \div 100$ мК), шумовой (10 мК $\div$ 1 К), осмотический (10 мК $\div$ 700 мК) и термометр, основанный на эффекте Мёссбауэра. Использование первичных термометров в большинстве случаев неудобно, поэтому применяются прокалиброванные по ним вторичные термометры и практические температурные шкалы.

В миллиградусном диапазоне существует удобная шкала температур, основанная на фазовой диаграмме ^3He . В качестве реперных точек в ней используются температуры сверхтекучих переходов в жидкости, а также магнитного упорядочения в твердой фазе. Температуры в диапазоне от $0,9$ мК до 1 К можно определять по непрерывной кривой плавления.

Первыми использовать кривую плавления ^3He в термометрии предложили Скрибнер и другие [1]. Затем последовали основополагающие работы Гальперина [2] ($1,1$ мК до 25 мК) и Грейволла [3, 4, 5] (1 мК до 330 мК). В своих экспериментах Грейволл использовал магнитный термометр с церий-магниевым нитратом, прокалиброванный по анизотропии γ -излучения. Следует отметить, что он измерял также теплоемкость жидкой фазы, благодаря чему показал согласованность полученной шкалы с термодинамической температурой. Для этого он вычислил энтропию жидкой фазы ^3He по формуле

$$S_{\text{ж.пл.}} = \int_0^{T_m} \left(\frac{C_{V,\text{ж.}}}{T'} \right)_{\text{пл.}} dT',$$

где $S_{\text{ж.пл.}}$ — энтропия жидкой фазы на кривой плавления, T_m — температура плавления, $C_{V,\text{ж.}}$ — удельная теплоёмкость жидкого гелия при постоянном объёме.

Затем, используя уравнение Клапейрона-Клаузиуса

$$S_{\text{ТВ.ПЛ.}} = S_{\text{Ж.ПЛ.}} - (V_{\text{Ж.ПЛ.}} - V_{\text{ТВ.ПЛ.}}) \left(\frac{dP}{dT} \right),$$

где $S_{\text{ТВ.ПЛ.}}$ — энтропия твёрдой фазы на кривой плавления, а $V_{\text{Ж.ПЛ.}}$ и $V_{\text{ТВ.ПЛ.}}$ — молярные объёмы жидкого и твёрдого ${}^3\text{He}$ соответственно на кривой плавления, он получил значение энтропии кристалла гелия на кривой плавления равным $0,688R$ ($0,693R$) при температурах $0,02\text{ К}$ ($0,32\text{ К}$). Это значение хорошо согласуется с энтропией системы ${}^3\text{He}$ с полностью неупорядоченными спинами, которая равна $\ln(2)R = 0,693R$.

В октябре 2000-го года Международный комитет мер и весов принял Предварительную низкотемпературную шкалу [6] (Provisional Low Temperature Scale, PLTS-2000), основанную на температурной зависимости давления кристаллизации ${}^3\text{He}$. Эта зависимость описывается в диапазоне температур от $0,9\text{ мК}$ до 1 К следующей формулой:

$$P = \sum_{i=-3}^9 a_i T^i. \quad (1)$$

Здесь температура T выражена в кельвинах, давление P в мегапаскалях, а коэффициенты a_i указаны в таблице 1. В этой шкале указаны также координаты реперных точек на кривой плавления, перечисленные в таблице 2.

i	a_i	i	a_i
-3	$-1,3855442 \cdot 10^{-12}$	-2	$4,5557026 \cdot 10^{-9}$
-1	$-6,4430869 \cdot 10^{-6}$	0	$3,4467434 \cdot 10^0$
1	$-4,4176438 \cdot 10^0$	2	$1,5417437 \cdot 10^1$
3	$-3,5789853 \cdot 10^1$	4	$7,1499125 \cdot 10^1$
5	$-1,0414379 \cdot 10^2$	6	$1,0518538 \cdot 10^2$
7	$-6,9443767 \cdot 10^1$	8	$2,6833087 \cdot 10^1$
9	$-4,5875709 \cdot 10^0$		

Таблица 1. Численные коэффициенты в формуле (1).

Таким образом, кристаллизационный термометр ${}^3\text{He}$ на сегодняшний день является одним из самых точных и удобных в миллиградусной области температур.

Точка	Температура, мК	Давление, бар
Минимум	315,24	29,3113
Сверхтекучий А-переход	2,444	34,3407
Сверхтекучий В-переход	1,896	34,3609
Переход магнитного упорядочения	0,902	34,3934

Таблица 2. Реперные точки на кривой плавления ^3He .

Целью данной дипломной работы было изготовление кристаллизационного термометра, проверка с его помощью работы криостата растворения Kelvinox 400HA и повторная калибровка по нему термометра сопротивления RuO_2 , поставляемого вместе с рефрижиратором, в диапазоне температур от 7 мК до 0,5 К. Также в дальнейшем этот термометр может быть использован для калибровки других вторичных термометров.

2. Экспериментальная установка.

Термометрия, основанная на кривой плавления ^3He получила широкое распространение благодаря предложенному Страти и Адамсом[7] в 1969-ом году низкотемпературному емкостному датчику давления. Мы использовали датчик, основанный на конструкции Грейволла [3]. Его схема изображена на рисунке 1.

Весь датчик, за исключением медного основания, изготовлен из упорчнённой бериллиевой бронзы. В основании 1 был просверлен проход для заполнения рабочего объёма гелием. Также на нём была нарезана резьба, на которую навинчивается корпус 2. Верхняя стенка корпуса выполнена в виде мембраны 3 толщиной 0,25 мм и диаметром 6 мм, в середине которой при изготовлении был оставлен хвост диаметром 1 мм и высотой 1,3 мм. На этот хвост позже крепились нижняя подвижная пластина конденсатора 4. Вторая пластина 5 зафиксирована на крышке 6 датчика. На самом верху датчика находится защитный колпак 7, через отверстия в котором пропущены провода к верхней пластине.

Диаметр пластин конденсатора составляет 7 мм. После обработки на

станке их поверхность шлифовалась для получения плоскости. Результат проверялся при помощи плоскопараллельных оптических пластин путем наблюдения колец Ньютона. В итоге неровность составила половину разницы длин волн красного (650 нм) и зелёного (550 нм) цветов, т. е. около 50 нм.

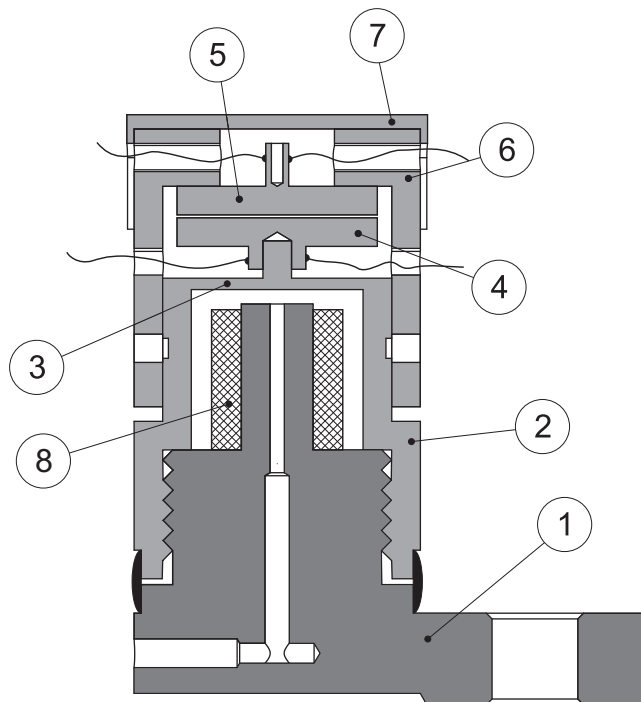


Рис. 1. Схема кристаллизационного термометра.

Датчик собирался в следующей последовательности. Вначале основание датчика электролитически покрывалось тонким слоем серебра, при этом на резьбу надевалась тефлоновая защитная оправка. Затем на верхнюю часть основания напекся серебряный порошок с размером зерна около $1000 \text{ \AA}$ и общим объёмом 75 мм^3 (8 на рис. 1). Всего было напечено $0,425 \text{ г}$ порошка, площадь его поверхности составляет порядка $0,4 \text{ м}^2$. После этого на основание навинчивался корпус и резьба пропаивалась индий-оловянным припоем. Хвост на мембране покрывался эпоксидной смолой «Stycast 1266», после чего на него надевалась нижняя пластина конденсатора, к которой были припаяны два провода. Далее на корпус надевалась крышка, к которой предварительно была прикреплена верхняя пластина, которая нагружалась сверху силой 60 Г . После этого в датчике создавалось давление 40 бар . При этом через специальные отверстия в крышке пазы в корпусе наполнялись смолой «Stycast 2850 GT» и в таком виде конструкция выдерживалась около

20 часов. Затем к верхней пластине припаивались два провода и на датчик одевался колпак.

Зависимость смещения мембраны датчика от разности давлений по разные стороны от него согласно теории упругости определяется выражением:

$$y = \frac{3a^4 p}{16Et^3},$$

где a — радиус мембраны, t — её толщина, E — модуль Юнга материала, из которого она изготовлена, а p — разница давлений. При этом максимальное напряжение в ней определяется формулой:

$$s = \frac{3a^2 p}{4t^2}.$$

Исходя из этих формул толщина и диаметр мембраны выбирались таким образом, чтобы при рабочих температурах смещение, которое определяет чувствительность датчика, было максимальным, а напряжение не превышало предела текучести материала.

Зазор между пластинами конденсатора при гелиевых температурах, рассчитанный по измеренной ёмкости, менялся от 25 мкм при $p = 0$ до 2 мкм при $p = 40$ бар.

Для создания в датчике рабочего давления вплоть до 40 бар, использовалась газовая система, изображённая на рисунке 2. В промежутках между экспериментами весь ^3He находится в баллоне 1 объёмом 4 л при комнатной температуре и давлении примерно 0,9 атм. Сразу после баллона располагается азотная ловушка 2. За вентилем 3 находятся стрелочный манометр 4 и сорбционный насос 5, при помощи которого в ячейке 6 создается необходимое давление.

Калибровка ёмкостного датчика производилась по деформационному датчику МИДА-ДА-13П-К(Н) (7 на рис. 2), работающему в диапазоне давлений от 0 до 40 бар с погрешностью $\pm 0,25\%$. Измерение ёмкости производилось LCR-мостом НР 4284А на частоте 10 кГц с возбуждением 1 В и относительной чувствительностью $\Delta c/c!$ лучше, чем 10^{-5} . Показания датчика МИДА, моста и термометра сопротивления RuO_2 (прокалиброванного фирмой-

производителем), расположенного на плите камеры растворения криостата, записывались на компьютер раз в 2 сек и отображались на графике в режиме реального времени, что позволяло следить за динамикой процессов.

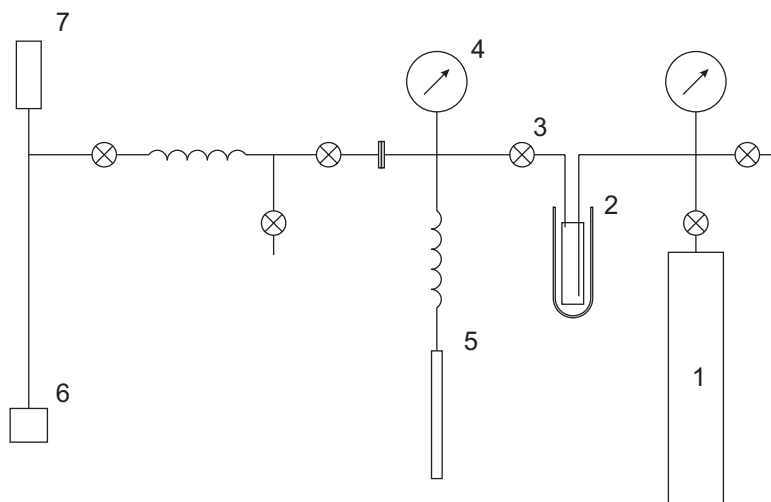


Рис. 2. Схема газовой системы термометра.

Эксперимент проводился в криостате растворения Kelvinox 400HA с предельной паспортной температурой 7 мК. В ячейку гелий подаётся по капилляру заполнения из нержавеющей стали $\varnothing 0,34/0,11$ мм и длиной 2 м. Также к ячейке подходят 4 коаксиальных кабеля для соединения с LCR-мостом. Для уменьшения теплопритока по капилляру и кабелям осуществлялся их тепловой контакт с каждой из пластин криостата растворения (см. рис. 3). Для этого на каждой пластине были закреплены по два медных столбика с винтовой нарезкой, на которую плотно наматывались капилляр и кабели. Капилляр припаивался к столбикам мягким припоем, а кабели закреплялись смолой «Stycast 1266». Расчётный теплоприток к камере растворения при этом не превышал 1 нВт.

В эксперименте использовался метод блокирования капилляра. Для этого в датчике при температуре порядка 1 К создавалось давление 34,6 бар, а затем ячейка охлаждалась. В определённый момент в капилляре образовывалась пробка и дальше средняя плотность гелия в ячейке оставалась постоянной. На рисунке 4 отображена плотность твёрдого и жидкого гелия в зависимости от температуры. Справа от изопикналей написаны начальные давления, при которых производится охлаждение. Из графика видно, что

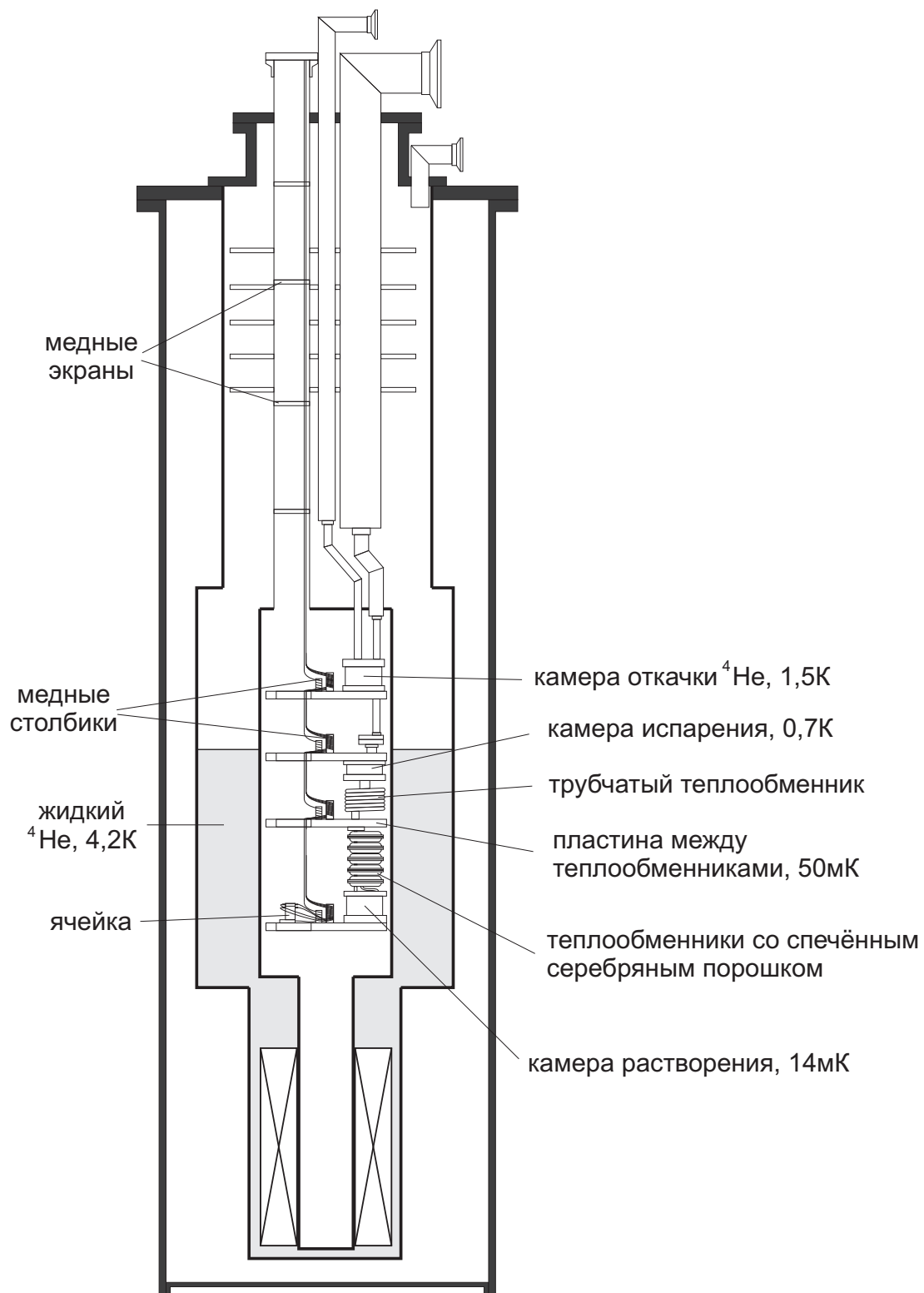


Рис. 3. Схема криостата Kelvinox 400НА.

при стартовом давлении 34,6 бар с одной стороны вплоть до минимальных температур в ячейке были как жидкая, так и твёрдая фазы гелия, а с другой стороны, максимальная доля твёрдого гелия вблизи минимума составляла около 60%. В свободном объёме ячейки, не занятом спечённым серебряным порошком, находится 67% всего гелия. Учитывая это, а также тот факт, что кривая плавления в мелких порах смещается вверх по давлению, можно утверждать, что кристаллизация происходила вне пор серебра.

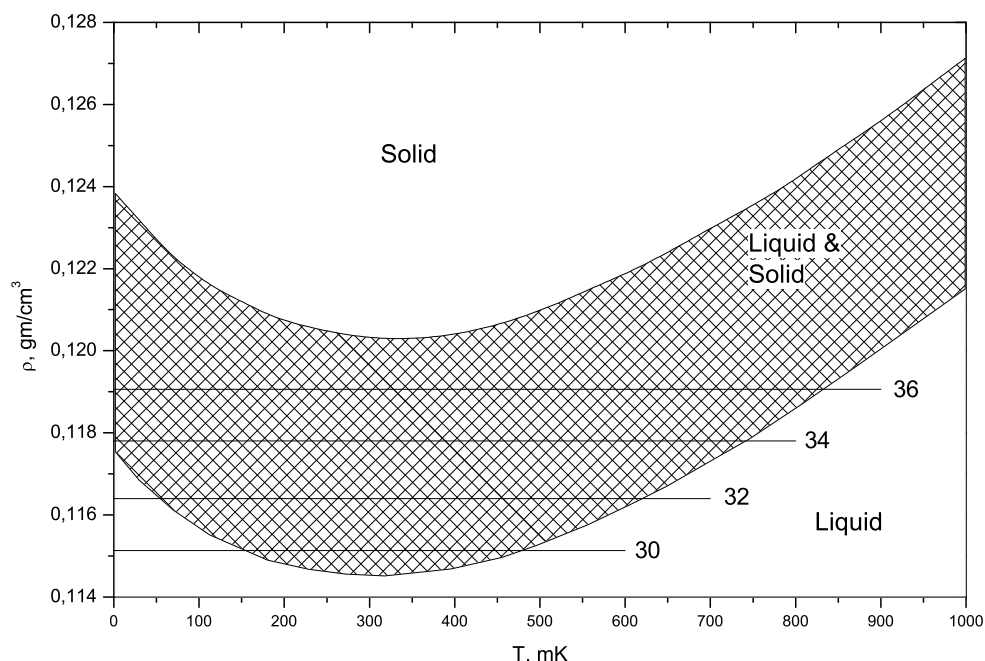


Рис. 4. Плотность жидкого и твёрдого ^3He [3]. Справа от изопикналей написаны стартовые давления, при которых происходит блокирование капилляра.

3. Полученные результаты и их обсуждение.

Ёмкость датчика определяется формулой

$$c = \frac{S}{4\pi h},$$

где S — площадь каждой из пластин, а h — расстояние между ними. Тогда справедливо следующее выражение

$$1/c_0 - 1/c = \frac{4\pi(h_0 - h)}{S} \propto p.$$

Здесь c_0 и h_0 — ёмкость и зазор между пластинами при нулевом давлении в датчике. Таким образом, в координатах $(1/c_0 - 1/c)$ и p рассматриваемая кривая должна быть близкой к прямой, проходящей через начало координат.

Полученные результаты калибровки датчика при температурах от 0,7 К до 1,5 К отображены на рисунке 5. Как видно из графика, вблизи давления 33 бар кривая претерпевает излом. При этом данные, полученные при разных температурах как при понижении, так и при повышении давления, хорошо воспроизводятся, поэтому можно утверждать, что излом не может объясняться необратимыми процессами в датчике.

Такое поведение датчика может быть вызвано попаданием диэлектрической микрочастицы в зазор между пластинами конденсатора, как это изображено на рисунке 6. Когда пластины зажимают с двух сторон частицу, они перестают быть параллельными, сближаются только с одной стороны и чувствительность датчика падает. Согласно расчётам, излом происходит при зазоре между пластинами порядка 4 мкм.

На рисунке 7 изображен один из процессов охлаждения при стартовом давлении 34,6 бар. На графике видно, как в 12:26 капилляр блокируется, и дальше показания ёмкостного и деформационного датчиков расходятся. В 14:37 в систему было подано небольшое избыточное давления для укрепления пробки.

Кривая плавления была промерена два раза, оба результата отображены на рисунке 8. Там же проведена кривая, рассчитанная по формуле (1). На одной из экспериментальных кривых в диапазоне температур от 550 мК до 650 мК видны две особенности, которые связаны с резким изменением скорости охлаждения камеры растворения. В остальном кривые между собой отличаются не существенно.

Теперь рассмотрим причины, которые могли привести к расхождению эталонной и померенных кривых.

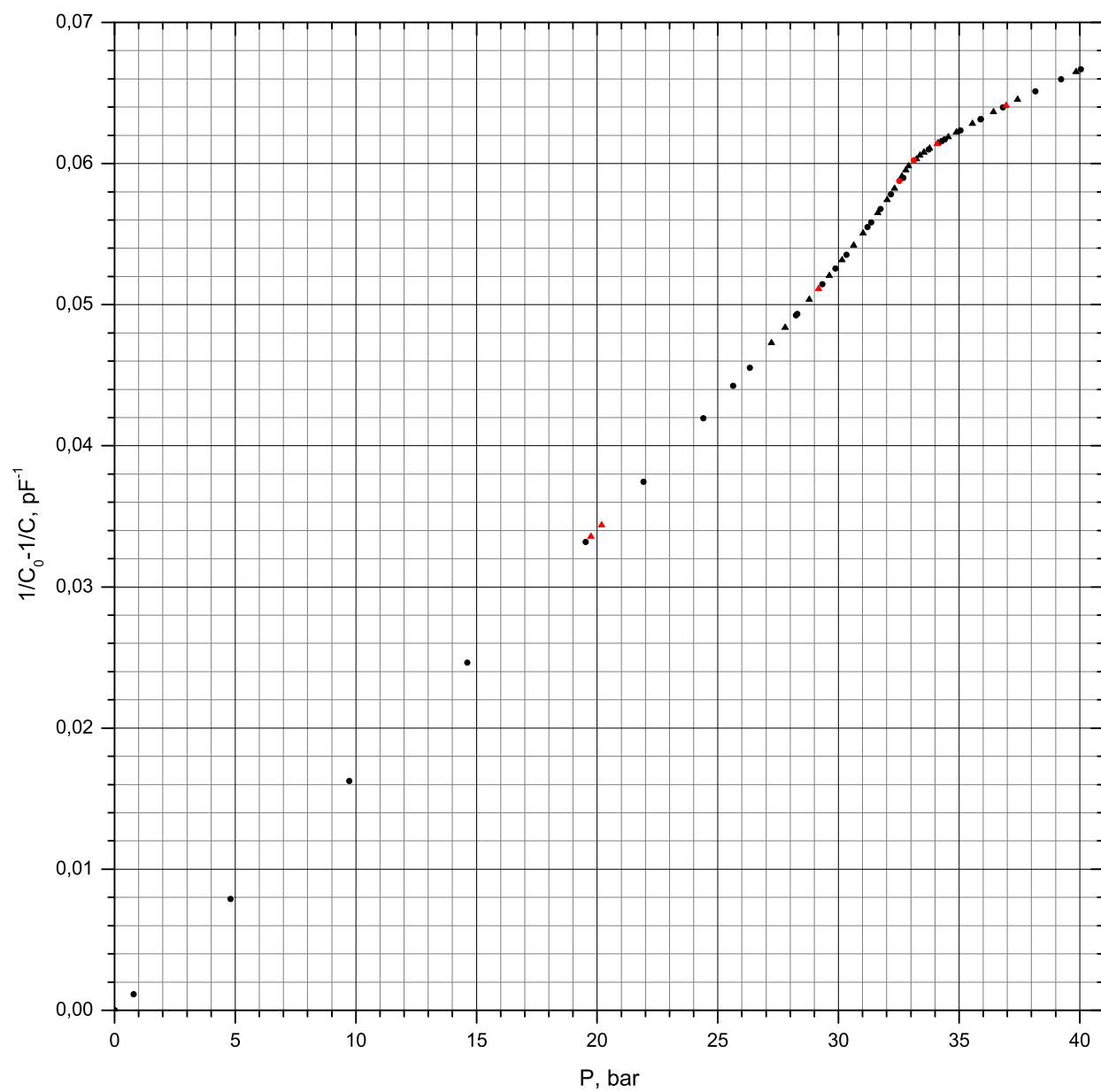


Рис. 5. Калибровка ёмкостного датчика при температурах от 0,7 К до 1,5 К.
 Различные цвета и типы символов соответствуют различным сериям измерений.

Как известно, примеси ^4He существенно влияют на кривую плавления ^3He . В нашем эксперименте использовался промышленный ^3He с паспортной концентрацией ^4He от 0,1% до 0,6%. Однако согласно измерениям, проведённым после эксперимента при помощи гелиевого течеискателя ПТИ-10, модернизированного для работы как с ^3He , так и с ^4He , концентрация примеси ^4He оказалась равной $1 \div 1,5\%$. Вопрос о кривой плавления смеси изотопов гелия рассмотрен подробно только для больших концентраций ^4He в области высоких температур. В интересующем нас диапазоне харьковская группа сравнивала кривую плавления чистого ^3He с кривой плавления смеси с концентрацией ^4He 2,1% [8]. Результаты их эксперимента также приведены на рисунке 8. Здесь сплошные круги обозначают точки, снятые при отопреве, а пустые - при охлаждении. Видно, что кривая, полученная при охлаждении, сместилась в минимуме примерно на 0,2 бар вниз, а при отопреве — на 0,1 бар. Таким образом, наличием примесей можно объяснить расхождение между кривыми в области минимума и выше по температуре. Для дальнейшей работы с датчиком необходимо очистить используемый ^3He от примесей.

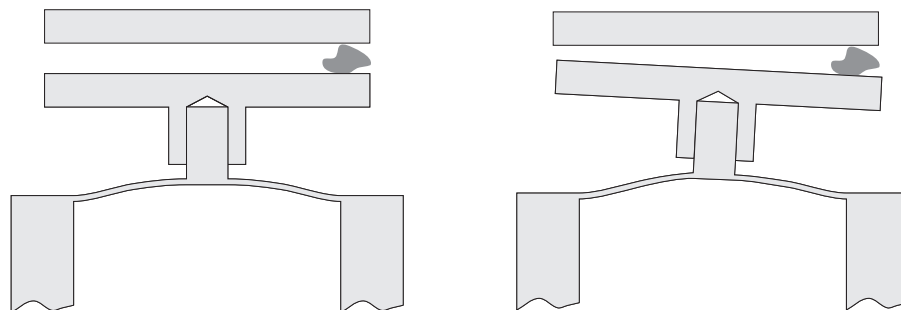


Рис. 6. Возможный перекося пластин из-за попадания микрочастицы между ними.

При более низких температурах могло сыграть роль различие времён релаксации термометра сопротивления и кристаллизационного термометра. А именно, время охлаждения гелия в ячейке может быть достаточно велико, так что при охлаждении его показания соответствуют более высоким температурам. Например, при 100 мК показания датчика «отстают» от показаний термометра сопротивления на 1 минуту (при скорости охлаждения около 10 мК/мин), а при 30 мК — на 2,5 минуты (скорость охлаждения — 2 мК/мин). Для устранения этой проблемы необходимо поддерживать в ка-

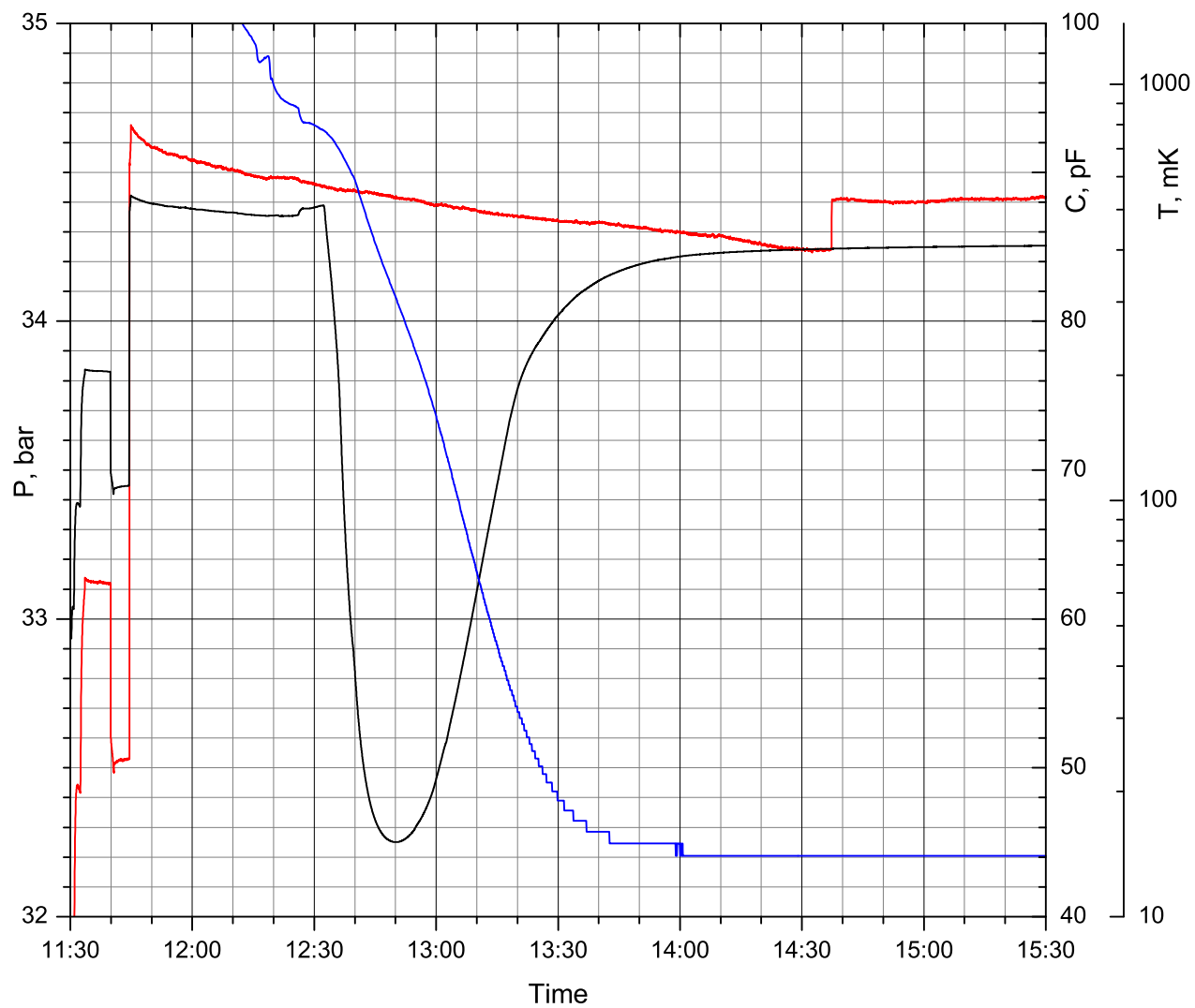


Рис. 7. Временные зависимости давления в датчике МИДА (красная кривая), ёмкости кристаллизационного термометра (чёрная кривая), показания термометра сопротивления на камере растворения (синяя кривая).

мере растворения постоянную температуру и дожидаться установления равновесия в датчике.

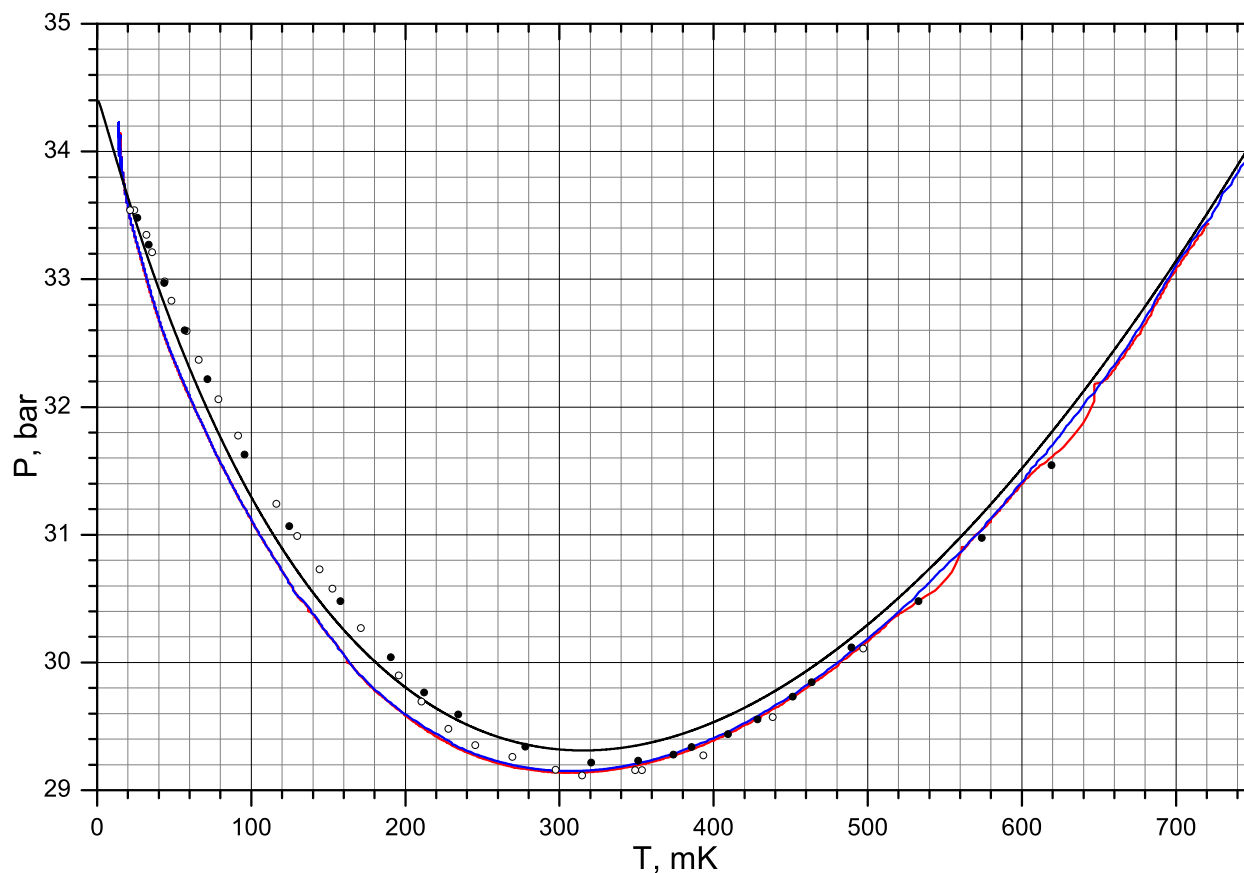


Рис. 8. Кривые плавления ^3He : чёрная — табличные данные, красная — первая экспериментальная кривая, синяя — вторая, пустые круги — экспериментальные точки из работы [8], полученные при охлаждении, сплошные — при нагреве.

При самых низких достигнутых температурах наблюдается ещё одна особенность: в то время, как показания термометра сопротивления при охлаждении останавливаются на 14 мК, ёмкость датчика продолжает расти. Это видно по экспериментальной кривой на рисунке 8: при температурах ниже примерно 20 мК она резко загибается вверх. Объяснить это можно тем, что термометр сопротивления RuO_2 перегрет радиочастотными наводками.

Существенную ошибку в измерения могла внести калибровка ёмкостного датчика по прецизионному манометру. В нашей работе для этих целей

использовался деформационный датчик с погрешностью $\pm 0,25\%$, что составляет ± 100 мбар. Для кристаллизационного термометра такой точности, очевидно, недостаточно.

В заключение хочу выразить благодарность моему научному руководителю К. О. Кешишеву за огромный вклад в данную дипломную работу, В. Е. Трофимову за качество и прецизионную точность при изготовлении деталей датчика, В. В. Дмитриеву и А. А. Сенину за измерение концентрации примеси ^4He в ^3He , а также В. И. Марченко, Д. Б. Шемятихину и Е. Р. Подоляку за полезные советы и обсуждения.

Список литературы

- [1] R. A. Scribner, M. F. Panczyk, E. D. Adams; J. Low Temp. Phys. 1, 313 (1969).
- [2] W. P. Halperin, F. B. Rasmussen, C. N. Archie, and R. C. Richardson; J. Low Temp. Phys. 31, 617 (1978).
- [3] D. S. Greywall, Paul A. Busch; J. Low Temp. Phys. 46, 451 (1982).
- [4] D. S. Greywall; Phys. Rev. B 27, 2747 (1983).
- [5] D. S. Greywall; Phys. Rev. B 33, 7520 (1986).
- [6] R. L. Rusby, M. Durieux, A. L. Reesink, R. P. Hudson, G. Schuster, M. Kuhne, W. E. Fogle, R. J. Soulen and E. D. Adams; J. Low Temp. Phys. 126, 633 (2002).
- [7] G. C. Straty, E. D. Adams; Rev. Sci. Instr. 40, 1393 (1969).
- [8] А. Н. Ганьшин, В. Н. Григорьев, В. А. Майданов, А. А. Пензев, Э. Я. Рудаковский, А. С. Рыбалко, Е. В. Сырников; ФНТ 27, 690 (2001).