

Kryostaty

Autor: Bc. Tomáš Zelenka

Obor: Fyzikální chemie povrchů

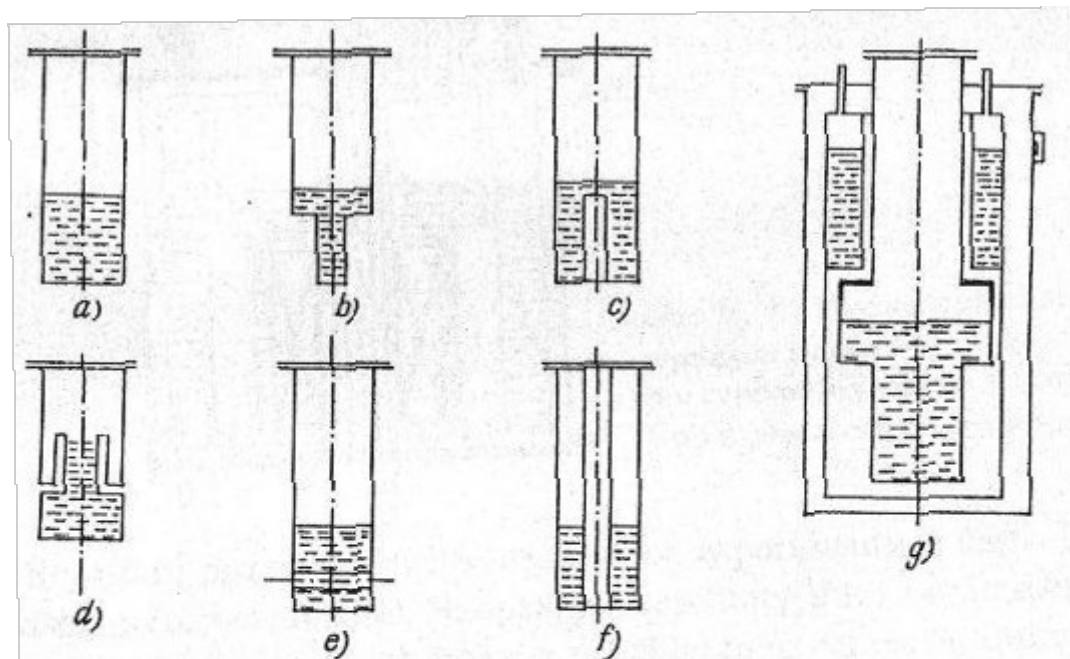
Kryostaty obecně

- ▶ Modifikované verze Dewarových nádob
- ▶ Konstrukce řešena pro vložení exp. aparatury (nebo její části) – ta pracuje za nízkých teplot
- ▶ Kryostaty – různé rozměry
 - Miniaturní – zlomky litrů kryokapaliny
 - Obrovské – tisíce litrů → pro obří bublinkové komory, supravodivé magnety, točivé el. stroje)

Lázňové kryostaty

- ▶ Pracovní teplota lázňových kryostatů:
 - STÁLÁ – teplota je určena normálním bodem varu kryokapaliny (LN₂, LNe, LH₂, LHe)
 - NESTÁLÁ – teplota se může měnit v určitém intervalu (od teploty trojného bodu po teplotu kritickou) změnou tlaku par nad hladinou kapaliny
- ▶ Kryostaty podle konstrukce a použití:
 - *s válcovou vanou* (obr. 76a) s neměnným průměrem pro teploty blízké normálnímu bodu varu dané kapaliny
 - *s tzv. studeným palcem* (obr. 76b) se zúženou spodní částí pro zasunutí např. do prostoru vnějšího magnetu, nebo do dutiny solenoidu Bitterova typu – vytváří mag. pole nad 10T
 - Kryostaty pro supravodivé magnety se vstupem do mag. pole, s teplým pracovním prostorem:
 - Přístupným ode dna kryostatu (obr. 76c)
 - Průchozím (obr. 76f)
 - Příčným (obr. 76e)
 - Kryostat s omezenou výškou (0,5m), aby tepelný tok příliš nevzrostl

Typy lázněových kryostatů



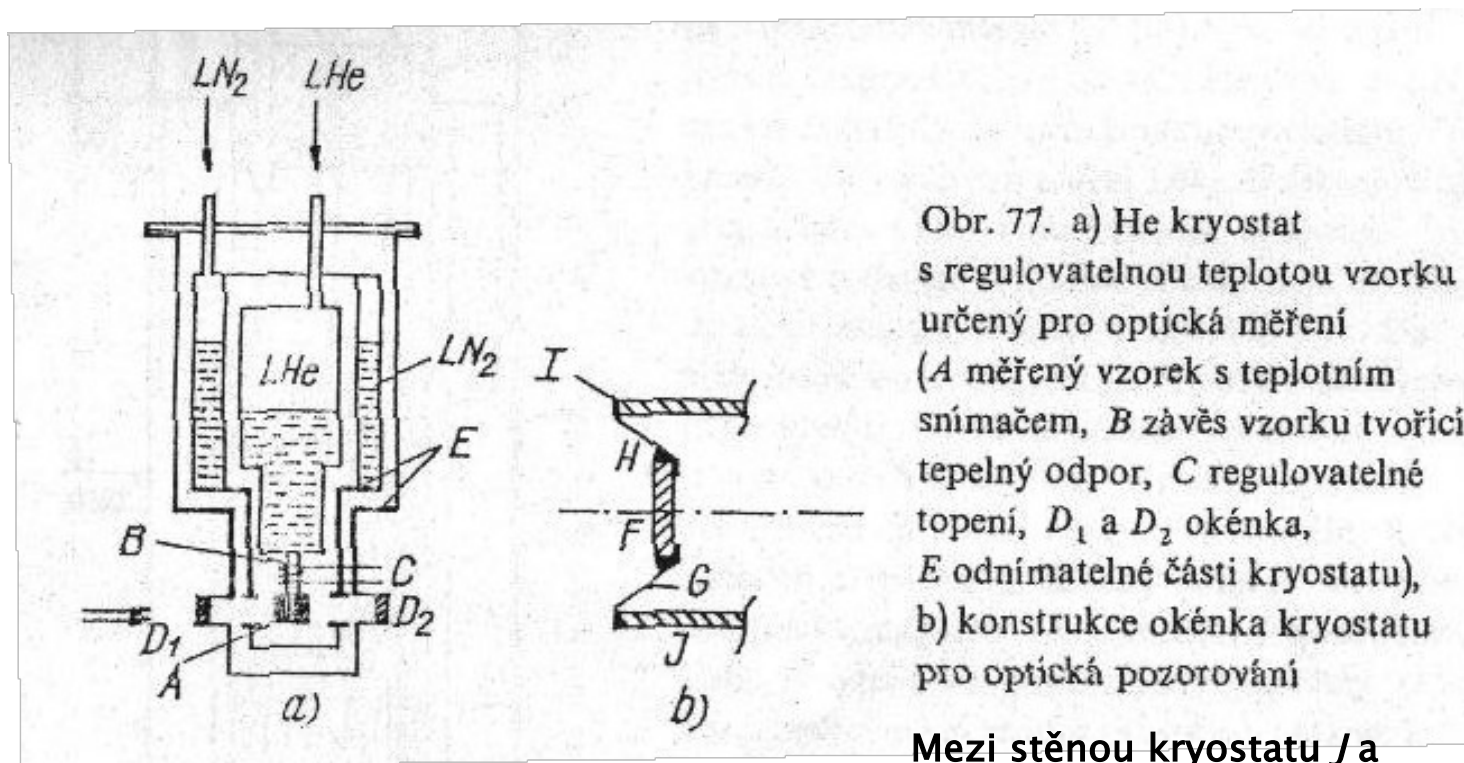
Obr. 76. Schéma vnitřních prostorů různých typů lázněových kryostatů:

- a) Základní typ,
- b) kryostat se zúženou dolní částí,
- c) kryostat s teplým vertikálním pracovním prostorem přístupným ze spodní části,
- d) kryostat se zkrácenou výškou,
- e) kryostat s horizontálním průchozím pracovním prostorem,
- f) kryostat s vertikálním průchozím teplým pracovním prostorem,
- g) kryostat s rozšířeným zásobníkem LHe nad pracovním prostorem

Speciální konstrukce lázňových kryostatů

- ▶ Kryostaty mohou obsahovat *průzory* nebo *okénka* (obr. 77a) z křemene, skla, safíru, mylaru, Al, Be, AgCl, pro studium preparátů za pomoci záření:
 - Radioaktivního
 - Tepelného
 - Vysokofrekvenčního
 - Infračerveného
 - Ultrafialového
 - Viditelného
- ▶ Problém je těsnění okének pláště, který je na nízké teplotě. Spojení musí zaručovat vakuovou těsnost i pro velké rozdíly v teplotních dilatacích materiálů během prochlazování (obr. 77b)).
K lepení okének se používají epoxidové pryskyřice.
- ▶ K některým kryostatům lze navíc připojit díly pro spec. použití, např.:
 - *Optické průzory* s různým průměrem dolních částí

PŘ. – Kryostat pro optické měření

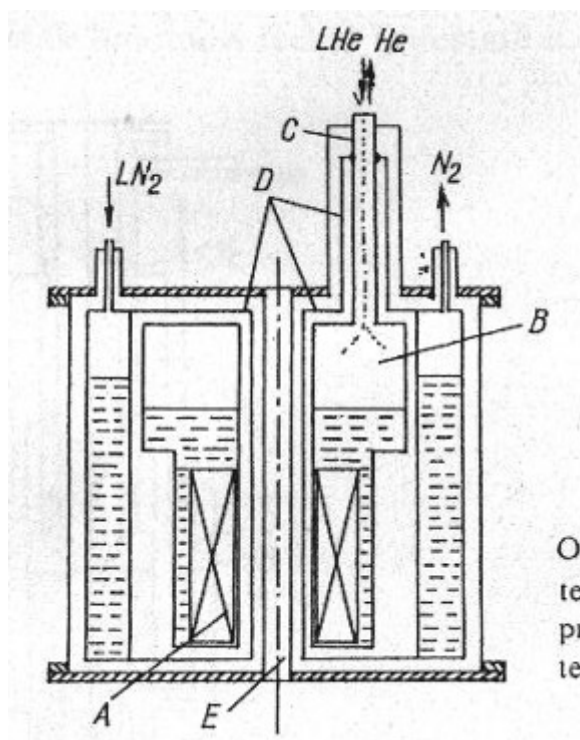


Obr. 77. a) He kryostat s regulovatelnou teplotou vzorku určený pro optická měření (A měřený vzorek s teplotním snímačem, B závěs vzorku tvořící tepelný odpor, C regulovatelné topení, D_1 a D_2 okénka, E odnímatelné části kryostatu), b) konstrukce okénka kryostatu pro optická pozorování

Mezi stěnou kryostatu J a destičkou okénka F musí být pružný kompenzační člen G , na který je skleněné okénko H nalepeno

He kryostat se supravodivým magnetem, základní konstrukční prvky a řešení He kryostatů

Rozměrný pracovní prostor *B*, v němž je supravodivý magnet *A*, je zavěšen na několika tenkostěnných trubicích *C*. Odpařovaný chladný plyn proudící zúženým průřezem těchto závěsných trubic je účinně ochlazuje. He vana i závěsový systém jsou stíněny dusíkem chlazeným radiačním pláštěm *D*. Kryostat má v ose vertikální průchozí teplý pracovní prostor *E* rovněž stíněný radiačním štítem *D*.



Obr. 78. He kryostat s nízkými tepelnými ztrátami pro supravodivý magnet s osovým teplým pracovním prostorem

Komerčně dostupné kryostaty a kryozariadení

Např.

SHI Cryogenics Group

<http://www.shicryogenics.com/>

JANIS

<http://www.janis.com/>

CRYOMECH

<http://www.cryomech.com/>

JULABO

<http://www.julabo.de/>



Materiál na výrobu kryostatů

- ▶ Kryostaty dle konstrukčního materiálu:
 - SKLENĚNÉ
 - Tvrdá skla* Sial, Simax – pro výrobu Dewarových nádob
 - Po vyrobení nutná temperace – pro odstranění vnitř. pnutí
 - KOVOVÉ
 - Radiační stínění z Al, Cu
 - Stěny z Al, Cu, slitin Ni, korozivzorné oceli
 - Materiál závěsných hrdel – mechanicky pevný s nízkou tepelnou vodivostí – austenitická korozivzdorná ocel, slitiny Ni
 - PLASTOVÉ
 - nejnovější směr vývoje

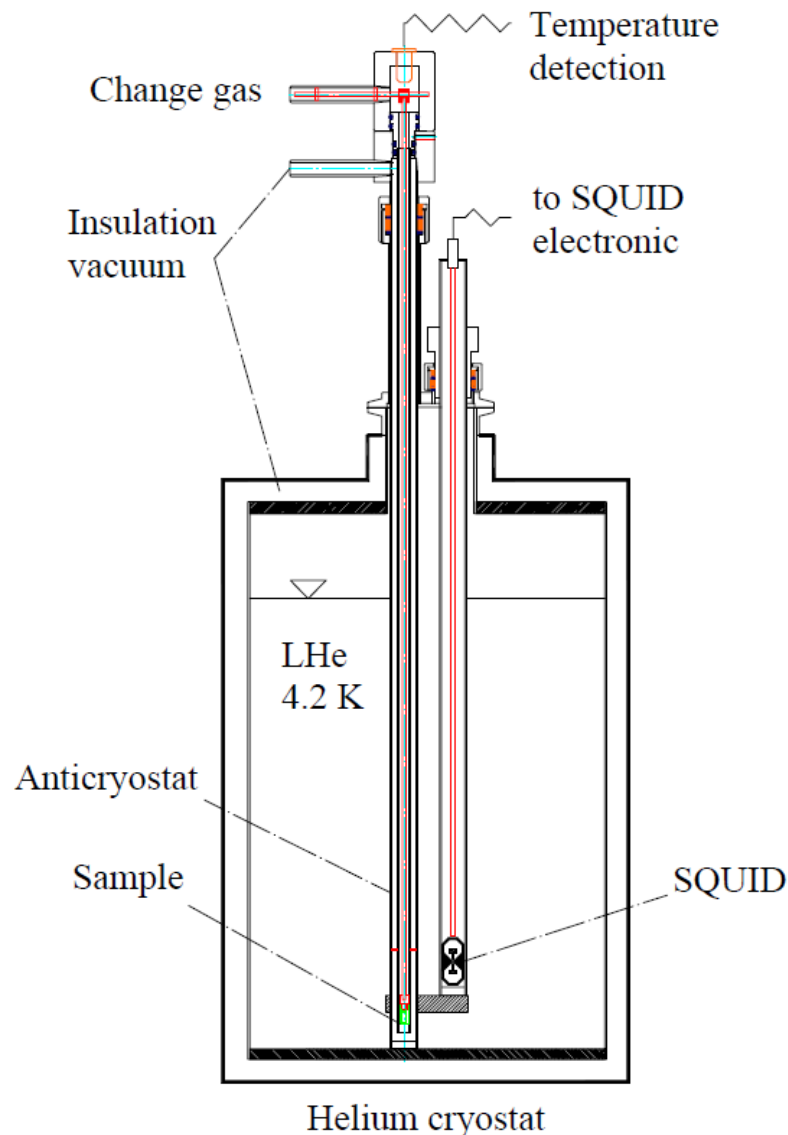
*Tepelná roztažnost: $3 \cdot 10^{-6}$, bod měknutí: ~ 600 °C

Možnost regulace teploty lázněových kryostatů

- Posunem vzorku do různé výšky nad hladinou kapaliny
- V závislosti na lokální teplotě par a tepelné vodivosti závěsu vzorku se teplota objektu ustálí mezi teplotou kapaliny a teplotou pokojovou
- Výhodné je opatřit měřící komůrku nástavcem s vhodným tepelným odporem
 - *horní část* nástavce z méně tepelně vodivého materiálu (mosaz, litina...)
 - *dolní část* – z dobře tepelně vodivého materiálu (Cu) – zasahuje pod hladinu kryokapaliny
- Nastavení teploty značně vyšší než normální bod varu kryokapaliny vede ke značnému zvýšení odparu

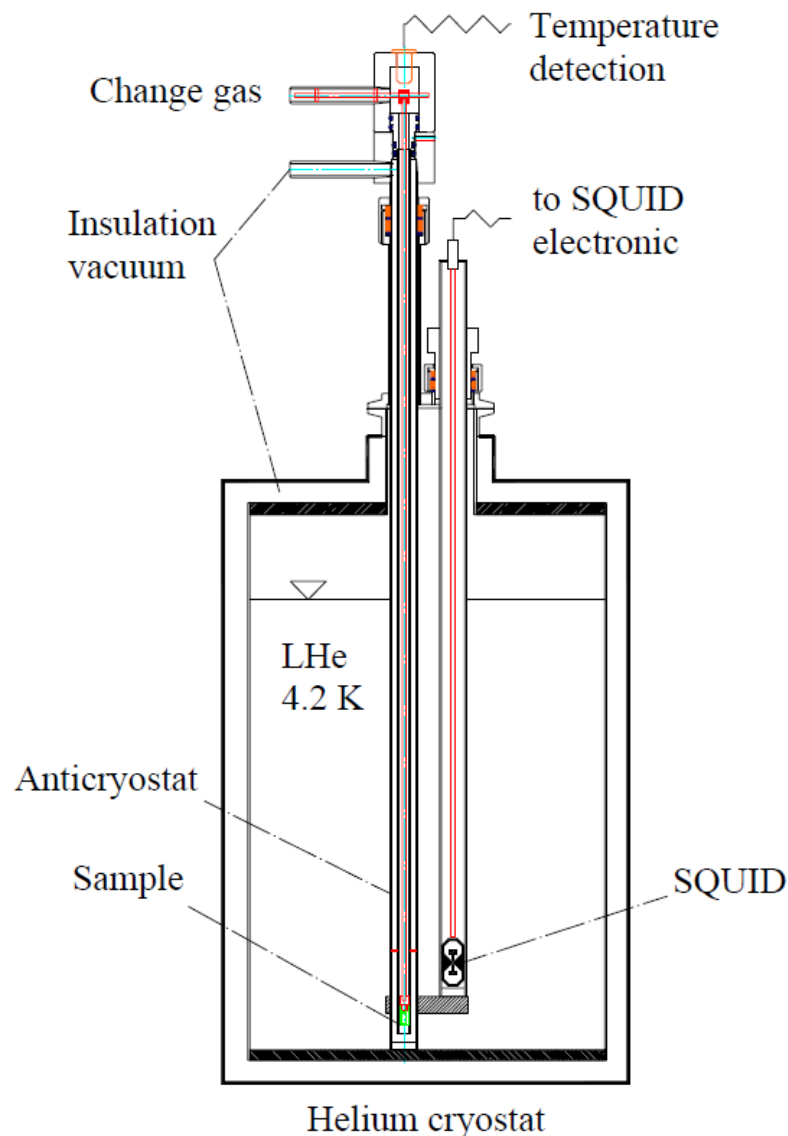
„Antikryostat“

- ▶ **Kryostat** slouží k udržení teploty nižší než je okolní (obvykle pokojová).
- ▶ **Antikryostat** naopak umožňuje dosáhnout teploty nad teplotou okolní lázně kapalného plynu (LN₂, LHe ...).
- ▶ Antikryostat má podobně jako Dewarova nádoba dva pláště vymezující **izolační meziprostor**, který odděluje vnější lázeň od **vnitřního prostoru**.
- ▶ **Vnitřní prostor** je obvykle určen pro provádění experimentů za nízkých teplot a napuštěn plynem za normálního tlaku.



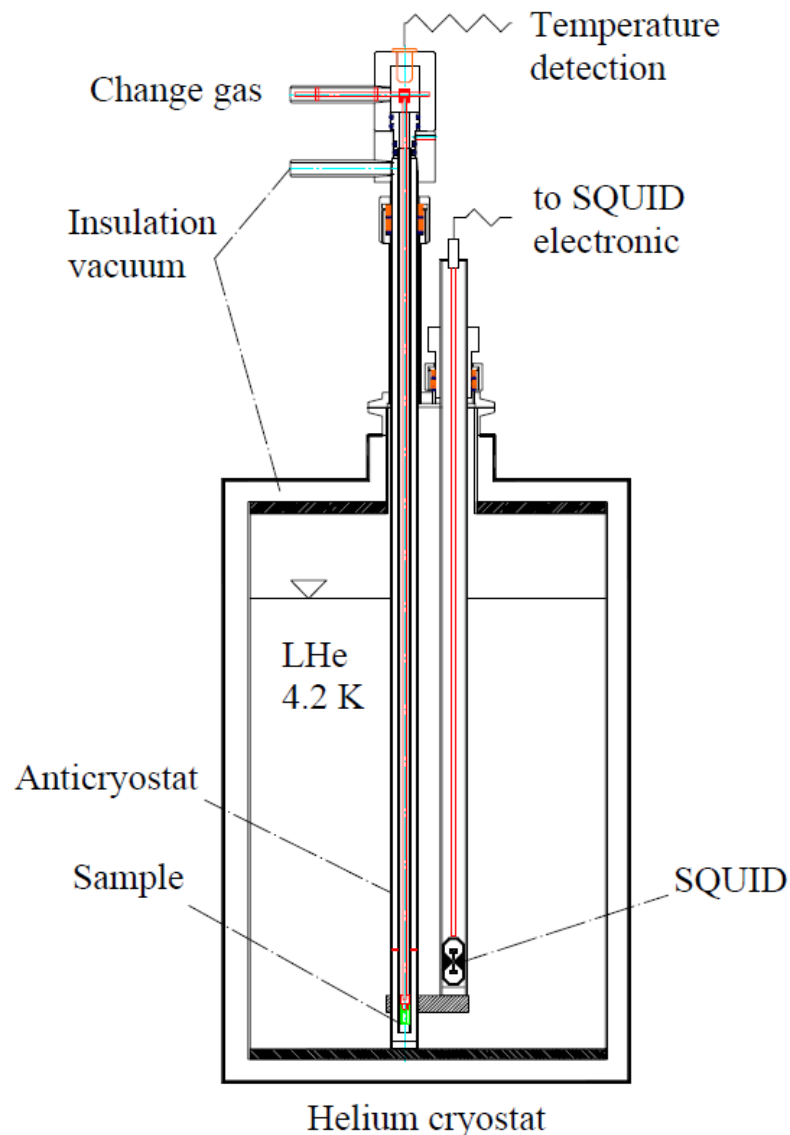
„Antikryostat“

- ▶ **Meziprostor** není zcela vyčerpán, ale je napuštěn tzv. **výměnným plynem**, který zajistí dostatečný přenos tepla nutný k chlazení.
- ▶ Změnnou tlaku výměnného plynu regulujeme účinnost chlazení, tj. tepelný tok z vnitřního prostoru.
- ▶ Vyšší tlak = vyšší přenos tepla = účinnější chlazení – teplota klesá.



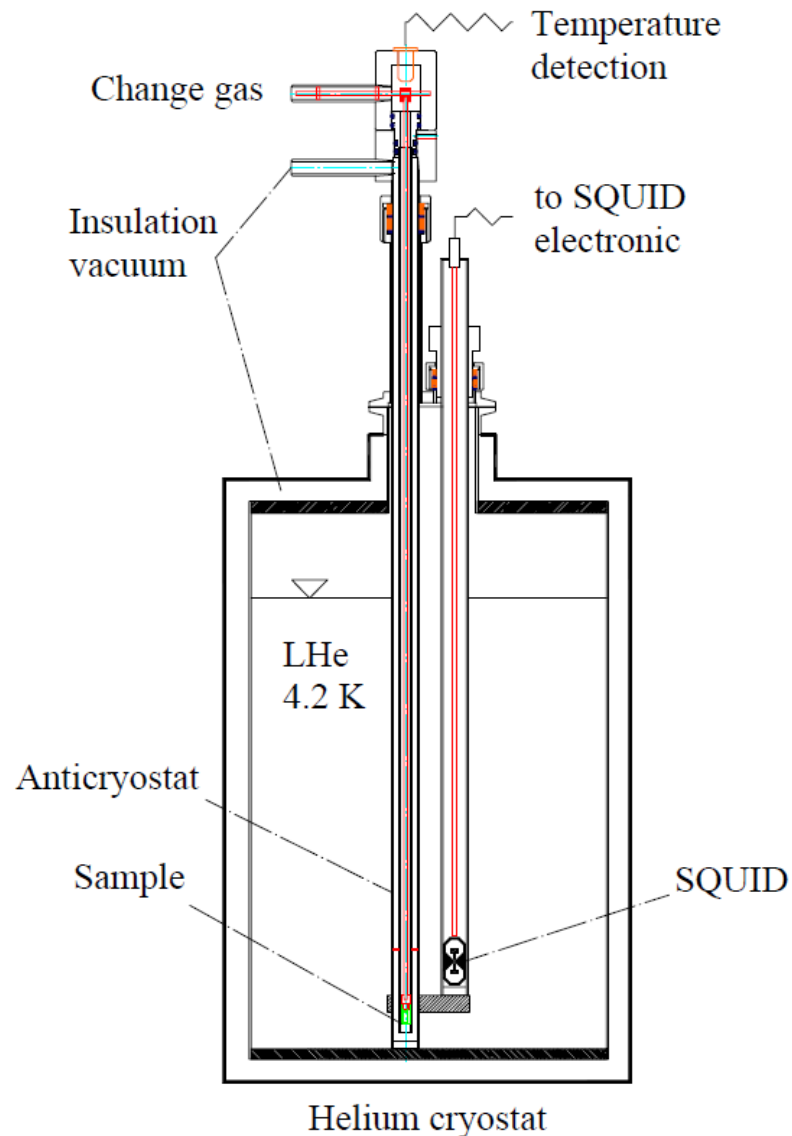
„Antikryostat“

- ▶ Regulace tlaku výměnného plynu (nejlépe helium) je možná buď čerpáním a připouštěním jemným regulačním ventilem.
- ▶ Zejména v případě héliové lázně je praktičtější a bezpečnější použití tzv. **kryopumpy**.
- ▶ **Kryopumpa** je absorbátor (obvykle aktivní uhlí), který s klesající teplotou zvyšuje své absorpční schopnosti – zachycuje plyn a v uzavřeném prostoru tak snižuje tlak.
- ▶ Do meziprostoru připustíme vhodné množství plynu, který je pohlcen absorbátorem.
- ▶ Po vyhřátí kryopumpy odporovým topením se plyn opět uvolňuje do meziprostoru.

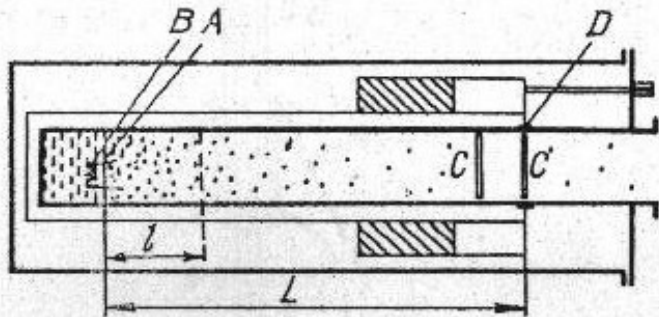


„Antikryostat“

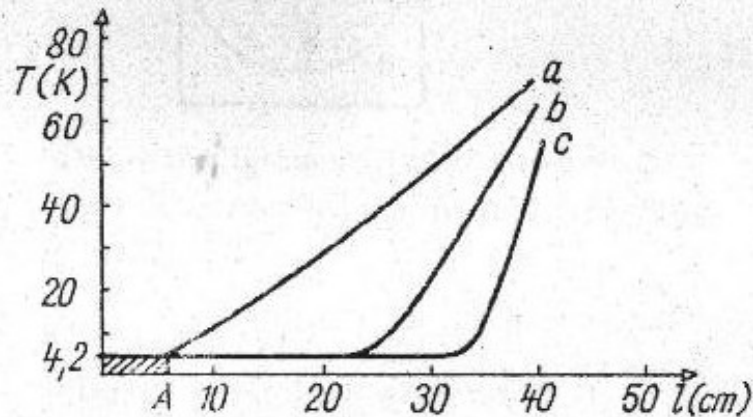
- ▶ Snížení tlaku výměnného plynu samo o sobě neznamená zvýšení teploty vnitřního prostoru, je třeba zajistit dodání tepla.
- ▶ Parazitní tepelné příkony (např. vedením směrem od víka na pokojové teplotě) obvykle nestačí.
- ▶ Používá se proto odporové topení (ve vnitřním prostoru).
- ▶ Teplota vnitřního prostoru je určena rovnováhou mezi tepelným dodaným tokem (příkon topení) a odvedeným tokem (chlazení skrz výměnný plyn).



Vertikální rozložení teploty v He lázňovém kryostatu



L je vzdálenost mezi hladinou A LHe a místem D tepelného kotvení N_2 vany na He vanu; Topným odporem B je možno zvyšovat odpar He.



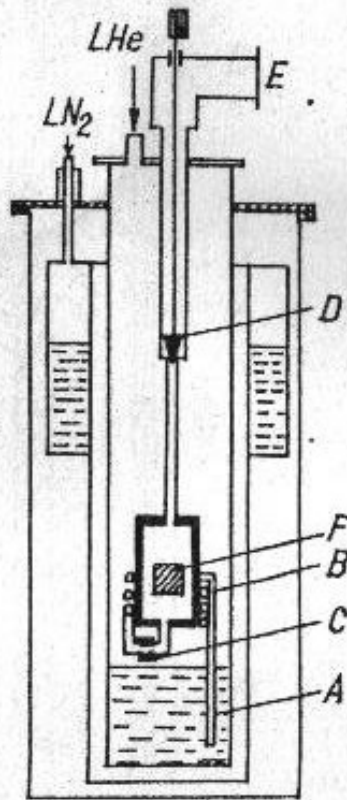
Křivka a odpovídá přirozenému odparu, křivky b a c topnému příkonu 50 a 105mV

Obr. 82. Vertikální rozložení teploty v He lázněovém kryostatu (na obrázku kryostat otočen o 90°) [218] v závislosti na vzdálenosti od hladiny

Průtokové kryostaty

- ▶ Oproti lázňovým k. úspornější a rychlejší
- ▶ S regulovanou teplotou
- ▶ Využívají rozdíl entalpie chladných par kryokapaliny (popř. i jejího výparného tepla)
- ▶ Pracují s vlastní zásobou kapaliny nebo kryokapaliny, mohou také její chladné páry kontinuálně odebírat z vnějšího zásobníku přepouštěčem

Swensonův průtokový kryostat

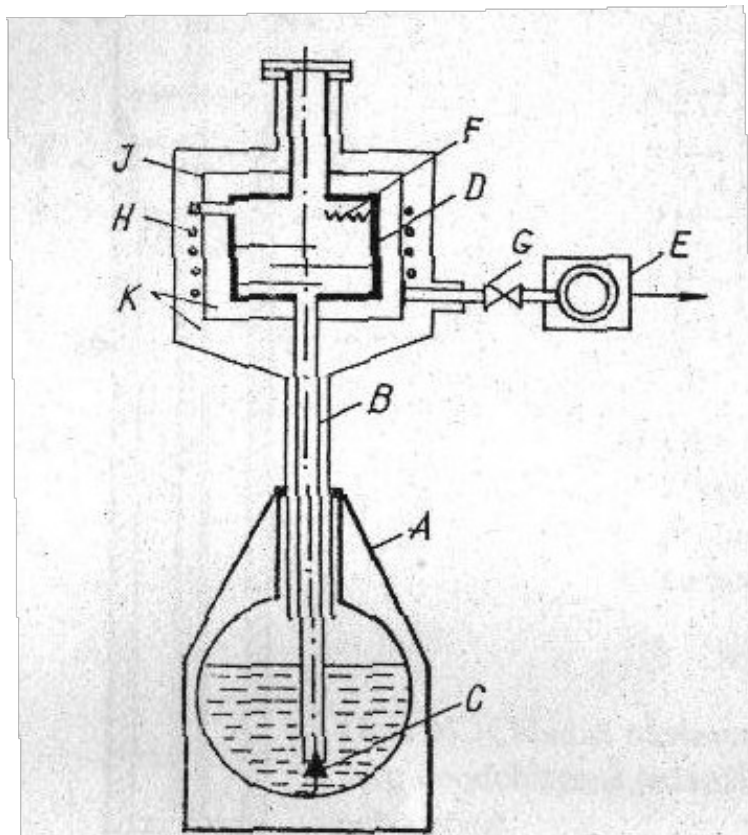


Obr. 83. Swensonův průtokový kryostat s vlastní zásobou kryokapaliny regulovaný teplotou procházejícího plynu [208]

Kryostat pracuje s vlastní zásobou LHe. Kryokapalina se ze základní lázně nasává trubičkou *A* do výměníku *B*, v němž se vypařuje. Topením *C* se přehřívá na potřebnou teplotu a vstupuje do experimentální komůrky se vzorkem *F*.

Stabilita teploty v tomto typu kryostatu není postačující pro přesná měření, ale pracuje hospodárněji při teplotách vzdálenějších bodu varu kryokapaliny než typické lážňové kryostaty.

Klippingův průtokový kryostat



Obr. 84. Klippingův průtokový kryostat
s plynulou regulací teploty od 2,5 do 300 K
[209, 210]

Kryostat s vnější zásobou kryokapaliny. LHe proudí z He zásobníku *A* vakuově izolovanou trubicí *B* do vnějšího kryostatu *D*. Proudění kryokapaliny je vyvoláno podtlakem vytvořeným rotační vývěvou *E*. Kryokapalina vstupuje do výparníku tvořeného řadou žebér tepelně spojených s experimentální komůrkou *D*.

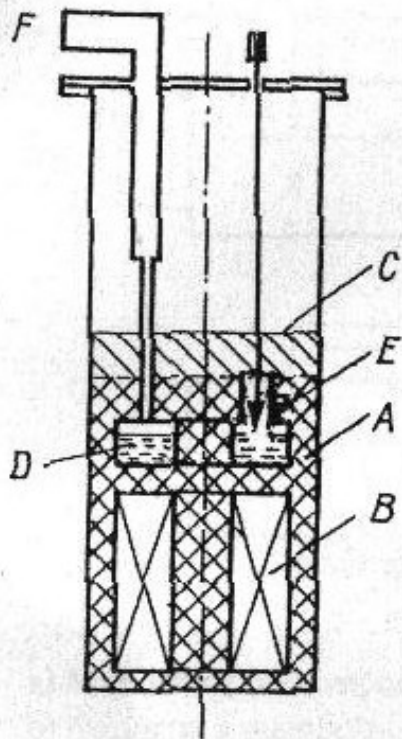
Její teplota je udržována topným obvodem *F*. K hrubému nastavení zvolené teploty slouží jehlový ventil přepouštěcí trubice *C* a škrtkový ventil *G*. Po opuštění komůrky plyn proudí výměníkem *H*, který je spojen s radiačním stíněním *J* umístěným ve společném vakuovém prostoru *K*.

Relativní stabilita pro teploty pod 4,2K a nad 15K je velmi dobrá.

Kryostat pro dlouhodobý provoz

- ▶ Použijeme v případech, kdy je třeba dlouhodobě udržovat v kryostatu teplotu nižší, než je teplota λ -bodu
- ▶ λ -bod – teplota fázového přechodu ^4He , za normálního tlaku rovna 2,17 K, při níž přechází "obyčejné" kapalné hélium na supratekutou kapalinu.

Kryostat pro dlouhodobý provoz



Je potřeba, aby He II *A*, ve kterém je vnořen magnet *B*, nebylo chlazeno přímým odčerpáváním par nad hladinou *C*, nýbrž ochlazováno zvláštní chladicí komůrkou *D*. Ta je spojena s hlavní lázní malým otvorem, který se uzavírá jehlovým ventilem *E*. Ke komůrce je připojeno čerpací potrubí *F* s výkonnou rotační vývěvou. Komůrkou chlazené He II v hlavní lázni má větší hustotu a shromažďuje se v dolní části kryostatu. Výška horní hladiny *C* normálního LHe je úměrná tepelnému toku, který do lázně vstupuje. Tzn., že při zapojení topení vodivého klíče magnetu se výška této vrstvy zvětší.

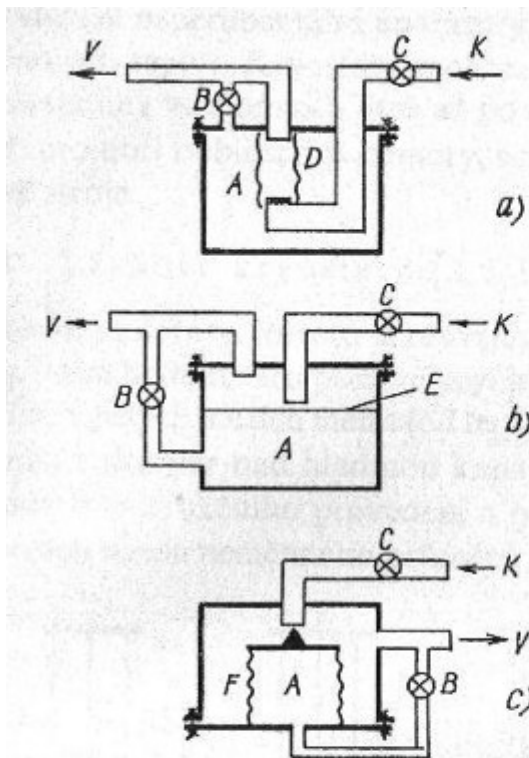
Obr. 90. Kryostat pro dlouhodobý provoz supravodivého magnetu pod teplotou λ -bodu LHe

Stabilizace teploty pomocí manostatů

- ▶ *Manostat* – udržení konstantní tenze par v odčerpávaném prostoru → udržení teploty
- ▶ Nejjednodušším manostatem – ruční regulace tlaku (srovnání tlaku v termostatovaném prostoru kryostatu s konstantním tlakem v pomocném objemu)
- ▶ Automatické manostaty (obr. 91):

Přehled manostatů

Ad B)
Regulačním
elementem
pryžová membrána
E - ta podle rozdílu
tlaků v obou
polovinách
komůrky uzavírá
nebo otevírá
odčerpávací
potrubí.

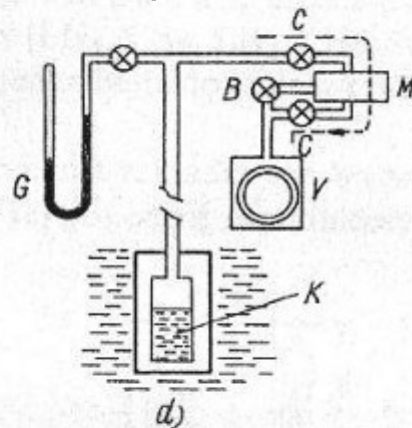


Obr. 91. Manostaty:

- Manostat s tenkostěnnou pryžovou spojkou *D*,
- manostat s membránou *E* uzavírající vstup do čerpacího potrubí,
- manostat s vlnovcem *F* uzavírajícím kuželkou vstup do čerpacího potrubí,
- zapojení manostatu do obvodu pro udržování konstantního tlaku v kryostatu *K* (*G* měřidlo tlaku)

ad A)

V komůrce manostatu *A* se vytvoří odčerpáním vývěvou *V* přes ventil *B* požadovaný tlak. Při uzavřeném ventilu *B* a otevřeném ventilu *C* se odčerpává experiment. prostor *K*. Potrubí je v manostatu přerušeno měkkou tenkostěnnou spojkou *D* - ta uzavírá (otevírá) podle rozdílu tlaku v kryostatu a komůrce čerpací trasy. Konce trubiček opatřeny síťkou, aby nedošlo k nasátí spojky.



Ad D)

Místo přímého uzavírání čerpací cesty lze použít mikrospínač ovládající elmag. ventil v čerpacím potrubí. Manostat *M* v obvodu pro udržení konst. tlaku v kryostatu *K*. Tlak, resp. teplota se měří manometrem *G*.

Regulace pomocí PID regulátorů

Přečerpávání kryokapalin

Přímé přelévání

- ▶ používá se zejména u LN_2 v případě menších transportních nádob – je při něm ale příčně mechanicky namáháno vnitřní hrdlo tvořené trubicí (ta při přelévání není ve svislém směru – visí na ní vnitřní plášť nádoby).
- ▶ U větších nádob – zásobníků se využívá spíše vypouštění přes ventil u dna nádoby.
- ▶ Nelze použít pro LHe (malé výparné teplo znamená okamžité zplynění kapaliny v kontaktu s okolím na pokojové teplotě)

Přečerpávání kryokapalin

Čerpaní pomocí sifonu

- ▶ Trubice vedoucí na dno utěsněné nádoby kapalina se přetlačuje zvýšením tlaku v nádobě.
- ▶ Prakticky se realizuje pomocí **demontovatelného přepouštěče** (jedna trubice je v 1. nádobě – např. transportní nádoba, v níž je přetlak, druhá na nižším tlaku ve 2. nádobě např. kryostat).
- ▶ Nebezpečí přetlakování nádoby.
- ▶ Ve spojení s hladinoměrem lze vytvořit zařízení pro automatické doplňování kryokapaliny.

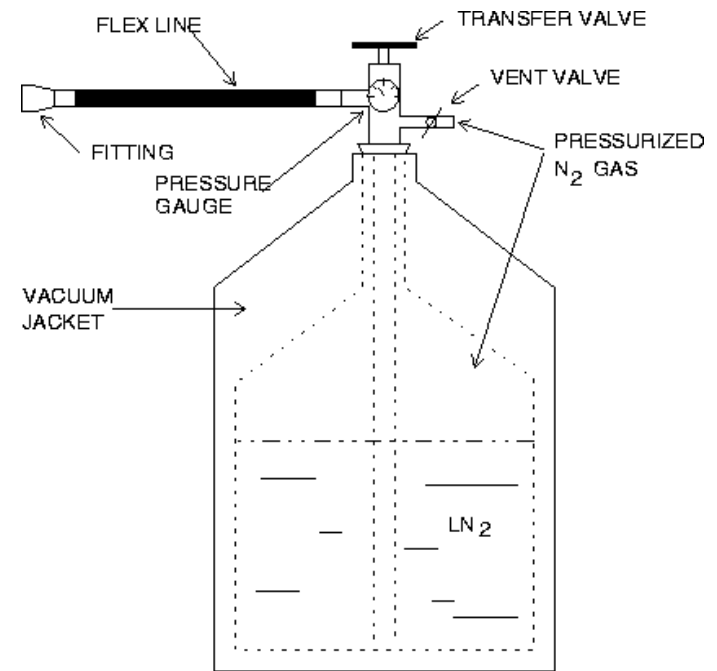
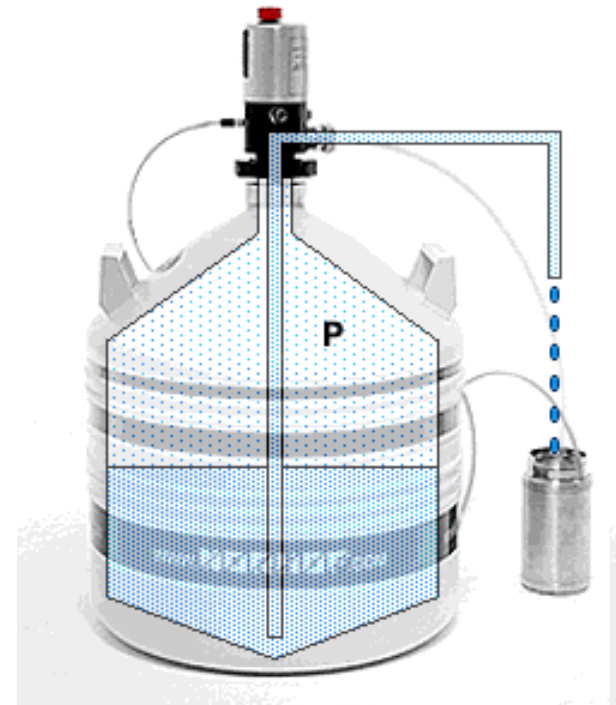


Figure 1

Přečerpávání kryokapalin

Přepouštění LN₂

- ▶ Často se používá tlakování stlačeným vzduchem.
- ▶ Lépe je místo vzduchu, z důvodu obsahu vody (mrznutí) a kyslíku (kapalnění) použít tlakovou nádobu s čistým dusíkem, která je připojena na nádobu s LN₂ přes redukční ventil (omezuje tlak na výstupu nádoby)
- ▶ Přepouštěč není nutné tepelně izolovat od okolí (pozor ale na nebezpečí doteku),
- ▶ Lze jej tedy realizovat např. pomocí kovových trubíc spojených hadicí (např. polyethylen – pozor při průtoku LN₂ křehne – hrozí nebezpečí prasknutí při mechanické manipulaci s nádobami během přepouštění, prasklinou může dusík pod tlakem prýštit do prostoru)



Přečerpávání kryokapalin

Přepouštění LHe

- ▶ Vzhledem k malému výparnému teplu LHe je nutné použít **přepouštěč s vakuovou izolací** na způsob Dewarovy nádoby.
- ▶ Vakuový prostor je vhodné přes vakuový ventil opětovně vyčerpat.
- ▶ Případné **He netěsnosti** (He má oproti kyslíku nebo dusíku menší molekuly) se hledají pomocí speciální **heliové hledačky**.
- ▶ Malé výparné teplo LHe představuje určitou výhodu při tlakování nádob postačí mírný ohřev LHe po uzavření ventilu tlakované nádoby.
- ▶ Ohřev musí být mírný (nebezpečí rychlého odparu a mohutného natlakování nádoby) a provádí se buď manuálně přifouknutím plynného helia z balónu na pokojové teplotě nebo vhodně umístěným topením.