ОПТИМІЗАЦІЯ РЕГУЛЮВАННЯ ТЕМПЕРАТУРИ У РІДИННО-ПРОТОЧНИХ КРІОСТАТАХ

І.П. ЖАРКОВ, О.М. ІВАЩЕНКО, С.В. ПОГРЕБНЯК, В.В. САФРОНОВ

УДК 53.082.1; 531.76+53.08:621.38 ©2010 Інститут фізики НАН України (Просп. Науки, 46, Київ 03650; e-mail: zharkov@iop.kiev.ua)

З метою оптимізації регулювання температури у кріосистемах на основі рідинно-проточних кріостатів враховано теплофізичні властивості матеріалу, із якого виготовлено елементи конструкції робочої камери кріостата. На прикладі результатів експериментального використання розробленого пристрою для управління кріостатом в температурному діапазоні 4,2–350 К показано, що застосування цього методу підвищує точність та економічність кріосистем.

1. Вступ

У сучасних кріосистемах регулювання температури зразка, що досліджується і який розташований у робочій камері кріостата разом із датчиком температури, здійснюється за рахунок забезпечення балансу "холод-тепло" на ньому [1]. Оскільки існує декілька методів термостатування (за рахунок променистого теплообміну з навколишнім середовищем, теплопровідності з охолоджуваною поверхнею через механічний контакт, теплообмінного газу, передачі тепла безпосередньо кріоагента), то існують кілька методів регулювання температури і її стабілізації у кріостатах (і, отже, їх конструкції), а саме:

1. Метод Свенсона [2], в якому варіація температури в широкому діапазоні проводиться шляхом зміни масової витрати кріоагента, що подається в робочу камеру. Для більш точного керування температурою об'єкта дослідження використовується електричний нагрівач, розташований на зовнішній стінці камери або безпосередньо в потоці парів кріоагента.

2. Метод примусового обдуву об'єкта потоком газу із заданою температурою, розроблений Ноксом і Катбертом [3] і розвинутий авторами [4], в якому температура захолоджуваного об'єкта змінюється не масовою витратою кріоагента, а варіацією його температури.

Існують також кріостати інших типів, в яких досліджуваний об'єкт розташовується безпосередньо в кріоагенті або у вакуумі на холодопроводі, що безпосередньо контактує з кріоагентом. Оскільки регулювання температури в широкому діапазоні у таких кріостатах не є ефективним, то вони далі не розглядаються. Варто зазначити, що при розробці конструкції кріостатів враховують теплофізичні характеристики матеріалів, з яких має бути виготовлений кріостат. Так, наприклад, найбільш поширеним матеріалом для виготовлення робочої камери кріостата є мідь, оскільки вона характеризується найвищою теплопровідністю порівняно з іншими металами. У проточних системах із регулюванням температури за методом Нокса і Катберта, на виробництво яких орієнтовані провідні західні фірми, внаслідок турбулентності потоку газу і наявності градієнта температури при нагріванні досягнута стабільність температури становить $\pm 0,1$ K. У таких кріосистемах спостерігаються великі витрати кріоагента і перерегулювання температури при досягненні заданої, що також є суттєвим недоліком у випадку необхідності прецизійного кріостатування, зокрема, під час вивчення фазових переходів у матеріалах. Кріостатні системи УТРЕКС (абревіатура від слів уніфікована терморегульована кріостатна система), що ґрунтуються на розвинутому методі Свенсона, завдяки авторським ідеям розробників [5-8] мають у своєму складі кріостати рідинно-проточного типу, конструкція яких дозволяє отримувати ламінарний потік кріоагента через терморегульовану камеру. На зовнішньому боці камери розташовані те-



Рис. 1. Залежність теплоємності міді від температури

плообмінник і нагрівач, що забезпечує вирівнювання температур парів кріоагента та камери. У камері розміщено спеціальну вставку зі зразком та датчиком температури. При цьому потік кріоагента крізь робочу камеру кріостата здійснюється за рахунок надлишкового тиску, що створюється над дзеркалом рідини у баці з рідким кріоагентом. Необхідний для підтримки заданої температури баланс "холод-тепло" забезпечується регулятором температури шляхом зведення до нуля величини неузгодження між сигналом датчика температури, що відповідає фактичній температурі досліджуваного зразка, та заданою температурою.

Однак через температурну залежність теплофізичних властивостей матеріалів, з яких виготовлено робочу камеру кріостата, при регулюванні температури в широкому діапазоні спостерігаються перерегулювання та температурні коливання. Регулювання повинно бути більш ефективним при узгодженні кількості тепла, що підводиться до камери термостатування із температурною залежністю теплоємності матеріалу, з якого виготовлено робочу камеру. Для низки матеріалів, зокрема міді, що широко застосовується при виготовленні теплоємності [9–12]. На момент опублікування даної роботи авторам не відомі конструкції кріосистем, в яких враховується така залежність.

Завданням даної роботи є розробка нового підходу у кріостатуванні, який враховує температурну залежність теплоємності матеріалу, з якого виготовлено робочу камеру кріостата, з метою підвищення точності установки температури і виключення перерегулювання, а також підвищення економічності.

2. Теоретичний аналіз

Елементи конструкції робочої камери кріостатної системи УТРЕКС виконано з міді, температурну залежність теплоємності якої $C_{\rm Cu}$ наведено на рис. 1 [6].

Як відомо [6], за низьких температур (20–70 К) $C_{\rm Cu}$ пропорційна до квадрата температури, а при високих (вище 200 К) має слабку залежність від температури. Температурна точка $T_{\rm lim} = 200$ К може бути вибрана як порогова, що розмежовує області температур із різко відмінними тепловими властивостями міді.

При ламінарному потоці кріоагента у стаціонарному режимі в камері термостатування кріостата встановлюється динамічна рівновага, при якій кількість теплоти, що підводиться до камери Q_c , дорівнює різниці кількостей теплоти, яка надходить за рахунок нагрівання Q_h і відбирається при охолодженні Q_{fr} :

$$Q_c = Q_h - Q_{fr}.\tag{1}$$

Виконання рівняння (1) забезпечується керуванням параметрами виконавчих пристроїв, до яких відносяться напруга на нагрівачі U_h і величина потоку парів кріоагента, яка визначається напругою управління охолодженням U_{fr} .

Під час зміни температури камери T_c на dT_c за проміжок часу dt рівняння теплового балансу (1) можна записати так:

$$C_{\rm Cu}m_c\frac{dT_c}{dt} = P_h - P_{fr},\tag{2}$$

де m_c – маса робочої камери; P_h , P_{fr} – потужності нагріву і охолодження відповідно.

3. Методика

Оскільки потужність, що подається в камеру, пропорційна квадрату напруги нагріву U_h , для відповідності квадратичній залежності теплоємності від температури необхідно реалізувати такий механізм роботи виконавчих пристроїв, при якому керуюча напруга нагріву лінійно залежить від температури камери. Введемо параметр регулювання λ , який приблизно відображає температурну залежність теплоємності матеріала камери: $\lambda = \frac{T_c}{T_{\rm lim}}$ при $T_c \leq 200$ K і $\lambda = 1$ при $T_c > 200$ K.



Рис. 2. Структурна схема пристрою регулювання

Тоді максимальна напруга на нагрівачі $U_{h \max} = \lambda U_{\text{ref}}$, де U_{ref} – значення опорної напруги на нагрівачі, а максимальну потужність на нагрівачі представляємо у вигляді

$$P_{h\max} = \frac{U_{h\max}^2}{R_h} = \lambda^2 \frac{U_{\text{ref}}^2}{R_h},\tag{3}$$

де R_h – опір нагрівача.

Для забезпечення максимального теплообміну між парами кріоагента та робочою камерою пари кріоагента проходять через систему капіляр– теплообмінник, яка є складовою частиною камери. Як наслідок – газ набуває практично температури камери, і потужність охолодження можна виразити через кількість теплоти, яка відбирається газом, що продувається через камеру за одиницю часу. Враховуючи рівняння Клапейрона–Мєндєлєєва при $T_c > T_0$ (T_0 – початкова температура газу рівна 4,2 К для гелію), маємо

$$P_{fr} = \frac{C_{\rm He}\mu p}{R} \, \frac{dV}{dt},\tag{4}$$

де p, C_{He}, μ – тиск, теплоємність, молярна маса кріоагента відповідно; $\frac{dV}{dt}$ – швидкість продувки шахти парами кріоагента; R – газова стала.

Для забезпечення $P_{fr} \sim T_c^2$ необхідно реалізувати $\frac{dV}{dt} \sim T_c^2$. Квадратичність залежності швидкості продувки шахти забезпечується квадратичною залежністю скважності імпульсів, що регулюють газовий потік за допомогою електродинамічного клапана, від напруги U_{fr} , яка керує широтно-імпульсним модулятором. Якщо максимальна напруга охолодження

ISSN 2071-0194. Укр. фіз. журн. 2010. Т. 55, №3

 $U_{fr\,\text{max}} = \lambda U_{\text{ref}}$, то максимальна скважність імпульсів охолодження визначається із виразу

$$\frac{\tau}{\tau_0} = \frac{U_{fr}^2}{U_{\text{ref}}^2} = \lambda^2,\tag{5}$$

де τ і τ_0 – тривалість та період слідування імпульсів охолодження відповідно.

При скважності (5) швидкість продувки шахти парами кріоагента становить:

$$\frac{dV}{dt} = \frac{dV_0}{dt}\frac{\tau}{\tau_0} = \frac{dV_0}{dt}\lambda^2,\tag{6}$$

де $\frac{dV_0}{dt}$ – максимальна швидкість продувки шахти при повністю відкритому клапані.

4. Експериментальна частина

Для реалізації термостатування за допомогою описаного вище способу розроблено пристрій регулювання температури, структурну схему якого показано на рис. 2.

Задавання необхідної температури $T_{\rm set}$ проводиться за допомогою клавіатури або від зовнішньої ЕОМ. Мікропроцесор забезпечує керування процесом встановлення температури в камері T_c на рівні $T_{\rm set}$. У кожному програмному циклі тривалістю $\Delta t = 100$ мс послідовно виконуються такі операції:

– за допомогою аналого-цифрового перетворювача проводяться вимірювання напруги на датчику температури $U(T_{c_i})$ (індекс *i* відповідає моменту часу вимірювання t_i);



Рис. 3. Відносні потужності нагрівання і охолодження та їх сума

– перерахунок виміряної напруги $U(T_{c_i})$ у код фактичної температури T_{c_i} (відповідно до даних калібрування датчика температури, що зберігаються в енергонезалежній пам'яті процесора);

– обчислення різниці між кодами заданої $T_{\rm set}$ і фактичної T_{c_i} температур $\Delta T_i = T_{\rm set} - T_{c_i};$

– обчислення швидкості зміни фактичної температури $\frac{dT_i}{dt} \approx \frac{\Delta T_{i-1} - \Delta T_i}{\Delta t}$, де i - 1 – індекс, що відповідає попередньому вимірюванню;

– за отриманими значеннями ΔT_i та $\frac{dT_i}{dt}$ проводиться розрахунок керуючого кода n_i , який використовується для формування сигналів U_h та U_{fr} .

Керуючий код розраховується із виразу:

$$n_i = n_{i-1} + K_1 \Delta T_i + K_2 \frac{dT_i}{dt},\tag{7}$$

де K_1 і K_2 – коефіцієнти включення пропорційної і диференціальної компоненти; n_{i-1} – попереднє значення керуючого коду в момент часу t_{i-1} ;

Для формування сигналу U_h в регістри цифроаналогового перетворювача (ЦАП) записують код λn_i . При цьому напруга нагрівання становить:

$$U_h = U_{\rm ref} \lambda \frac{n_i}{n_0},\tag{8}$$

де n_0 – максимальне значення керуючого коду, визначається розрядністю ЦАП.

Тоді потужність нагрівання є такою:

$$P_h = \frac{\lambda^2 \left(U_{\text{ref}} \frac{n_i}{n_0} \right)^2}{R_h}.$$
(9)

Для формування U_{fr} в регістри ЦАП записують код $\lambda (n_0 - n_i)$. Тоді маємо

$$U_{fr} = U_{\rm ref} \lambda \frac{n_0 - n_i}{n_0}.$$
(10)

Після піднесення до квадрата за допомогою підсилювача-перемножувача U_{fr} подають на пиротно-імпульсний модулятор, в результаті чого потужність охолодження становить:

$$P_{fr} = \frac{C_{\rm He}\mu p}{R\Delta t} \lambda^2 \left(U_{\rm ref} \frac{n_0 - n_i}{n_0} \right)^2.$$
(11)

5. Результати та їх обговорення

Представлений підхід до термостатування покладено в основу розробленого нового пристрою регулювання температури в діапазоні від 4,2 до 350 К. На рис. 3 наведено графіки залежності відносних потужностей нагріву й охолодження від відносного значення керуючого коду та їх сума.

Як бачимо з рис. 3, при квадратичному характері керуючих впливів сума відносних потужностей нагрівання і охолодження має лінійну залежність від відносного значення керуючого коду.

На рис. 4 показано експериментально отримані типові діаграми виходу на задану температуру за допомогою пристрою регулювання температури, який не враховує теплофізичні властивості матеріалу, з якого виготовлено камеру, а також з використанням нового підходу.

Із рис. 4 видно, що новий пристрій регулювання здійснює вихід на задане значення температури без перерегулювання і швидше, порівняно зі старим.

Для експериментальної перевірки ефективності запропонованих удосконалень кріостатної системи проведено порівняння метрологічних (рівень перерегулювання, стабільність) та економічних (витрати кріоагента) показників нової та старої кріостатних систем. При цьому рівень перерегулювання визначався як максимальне відхилення температури T_c від T_{set} після моменту їх рівності t_{eq} ; стабільність – як максимальне відхилення T_c від T_{set} за 30 хв після часу $t_{eq}+2$ хв. Температурні залежності перерегулювання, стабільності встановленої температури, витрат кріоагента (гелію) подано на рис. 5–7 відповідно.

ISSN 2071-0194. Укр. фіз. журн. 2010. Т. 55, №3



Рис. 4. Часова діаграма кінцевого етапу виходу на задану температуру (початкова температура камери становить 300 K, кінцева – 5 K) старої (крива 1) та нової (крива 2) кріостатних систем



Рис. 5. Температурна залежність перерегулювання для старої (1) та нової (2) кріостатних систем

З рис. 5 випливає, що обмеження максимальної потужності нагрівача та рівня охолодження приводить до суттєвого зменшення перерегулювання у всьому розглянутому температурному діапазоні. Мінімальний рівень перерегулювання 0,02 К спостерігається

ISSN 2071-0194. Укр. фіз. журн. 2010. Т. 55, №3



Рис. 6. Температурна залежність стабільності для старої (1) та нової (2) кріостатних систем



Рис. 7. Температурна залежність витрат кріоагента для старої (1) та нової (2) кріостатних систем

в діапазоні 20–200 К, який характеризується швидкою зміною температурної залежності теплоємності міді (див. рис. 1).

Як видно з рис. 6, врахування теплоємності матеріалу камери термостатування дозволило підвищити стабільність встановлення температури в 1,5–2 рази. У розглянутому температурному діапазоні найбільша нестабільність спостерігається при температурі 10 К і не перевищує 0,04 К.

З рис. 7 видно, що витрати кріоагента в новій кріосистемі зменшились в середньому на 15% порівняно зі старою.

6. Висновки

Таким чином, врахування теплофізичних властивостей матеріалу робочої камери систем кріостатування дозволило суттєво підвищити точністні характеристики і уникнути перерегулювання при одночасному зменшенні витрат кріоагента, що відкриває нові можливості у проведенні прецизійного фізичного експерименту. У результаті практичного використання розробленого нами пристрою спростилася настройка і підвищилась надійність кріосистеми.

- А.И. Беляева, В.И. Силаев, Ю.Е. Стеценко, Проточные криостаты для лабораторных исследований (Наукова думка, Киев, 1987).
- C.A. Swenson and R.H. Staht, Rev. Sci. Instrum. 25, 608 (1954).
- W.P. Knox and J.D. Cathbert, Rev. Sci. Instrum. 39, 1181 (1968).
- A.I. Belyaeva, V.I. Silaev, Yu.N. Stelmakhov, and Yu.E. Stetsenko, Cryogenics 23, 303 (1983).
- В.С. Медведев, В.М. Ермаков, П.В. Водолазский и др., а.с. СССР №436334, МКИ G05d 23/30, G05d 16/06, Бюлл. изобретений СССР, (15.07.74), №26, с.126-129.
- Zharkov I.P., V.M. Ermakov, V.V. Safronov, A.G. Tchmul, Вісник ХГУ, сер. "Біофіз. вісник" вип. 3, 125 (1999).
- И.П. Жарков, В.М. Ермаков, В.В. Сафронов, А.Г. Чмуль, Материалы I Украинской научной конференции по физике полупроводников УНКН-1 (Астропринт, Одесса, 2002), т. 2, с. 279.
- І.П. Жарков, В.В. Сафронов, А.Г. Чмуль, Патент України №18778, МПК (2006) G05D23/30., Бюл. №11, 1 (15.11.2006).
- 9. H. Jones, Proc. Roy. Soc. A 240, 321 (1957).
- 10. D.L. Martin, Can. J. Phys. 38, 17 (1960).

11. K.K. Kelley, J. Chem. Phys. 11, 16 (1943).

 W.S. Corak, M.P. Garfunkel, C.B. Satterthwaite, and A. Wexler, Phys. Rev. 98, 1699 (1955).

Одержано 14.04.09

ОПТИМИЗАЦИЯ РЕГУЛИРОВАНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ В ЖИДКОСТНО-ПРОТОЧНЫХ КРИОСТАТАХ

И.П. Жарков, А.Н. Иващенко, С.В. Погребняк, В.В. Сафронов

Резюме

В целях оптимизации регулирования температуры в криосистемах на основе жидкостно-проточных криостатов, учтены теплофизические свойства материала, из которого изготовлены элементы конструкции рабочей камеры криостата. На примере результатов экспериментального использования разработанного устройства для управления криостатом в температурном диапазоне 4,2–350 К показано, что применение этого метода позволяет повысить точность и экономичность криосистем.

OPTIMIZATION OF TEMPERATURE CONTROL IN LIQUID FLOW CRYOSTATS

I.P. Zharkov, O.M. Ivashchenko, S.V. Pogrebnjak, V.V. Safronov

Institute of Physics, Nat. Acad. of Sci. of Ukraine (46, Nauka Ave., Kyiv 03680, Ukraine; e-mail: zharkov@iop.kiev.ua)

Summary

In order to optimize the temperature control in cryosystems based on liquid flow cryostats, the thermal properties of the substance, of which the structural elements of the work chamber of cryostat are made, have been taken into account. The results of the experimental cryostat control in the temperature range 4.2–350 K are used to demonstrate that the developed device enhances the accuracy and the efficiency of cryosystems.

ISSN 2071-0194. Укр. фіз. журн. 2010. Т. 55, №3