

Отчет по проекту
"Разработка ДТМ - системы окружения образца для дифрактометра
ДН-12 на ИЯУ ИБР-2"

Тема: Развитие экспериментальной базы для проведения исследований конденсированных сред на пучках ИЯУ ИБР-2 (04-4-1122-2015/2020).

Руководитель проекта:

Черников А.Н.

Участники проекта:

Черников А.Н.

Куликов С.А.

Куликов О.

Проект выполнен совместно с Национальным институтом исследований и электротехники, ICPE-SA, Бухарест, Румыния.

Руководитель от ICPE-SA: **Добрин И.**

2020 г.

Содержание

Аннотация	3
Введение	4
1. Описание криомагнитной системы.	6
2. Результаты испытаний.	12
3. Этапы работ и затраты на реализацию проекта.	15
Выводы	16
Список литературы	17
Приложение	18

Аннотация

Разработана и создана криомагнитная система окружения образца для дифрактометра ДН-12 ИЯУ ИБР-2 со сверхпроводящим магнитом в криостате и криостатом-вставкой с камерой высокого давления с образцом.

Магнит выполнен в конфигурации Гельмгольца пара с максимальной величиной магнитного поля 5 Тл. В качестве сверхпроводника использована лента с высокотемпературной сверхпроводимостью (ВТСП) шириной 12 мм и толщиной 0.1 мм с компенсационным слоем меди. Магнит имеет проходное отверстие диаметром 80мм и располагается в вакуумируемом криостате. Охлаждение магнита производится при помощи криокулера замкнутого цикла (сухой криостат, без заливки жидкого гелия), вторая ступень криокулера соединяется с корпусом магнита при помощи алюминиевых гибких тепловых мостов. Электрический ток величиной до 300 А подводится к обмоткам магнита в низкотемпературной части по ВТСП токопроводам, а в части между комнатной и азотной температурой - по медным шинам. В отверстие магнита заведена герметичная шахта, в которую вводится криостат-вставка с камерой высокого давления и исследуемым образцом. Камера с образцом охлаждается вторым криокулером замкнутого цикла. Температура обмоток магнита устанавливается в диапазоне (40 - 20) К и зависит от температуры камеры высокого давления с исследуемым образцом – (270 – 4.5) К. Криомагнитная система может располагаться как в вертикальном, так и в горизонтальном положении. Этот криостат предназначен для работы на дифрактометре ДН-12 ИЯУ ИБР-2, где будет размещаться в горизонтальном положении внутри детекторного кольца.

Работа выполнена в Лаборатории нейтронной физики ОИЯИ совместно с Национальным институтом исследований и электротехники ICPE-SA, Бухарест, Румыния.

Введение

Важной задачей физики конденсированного состояния является исследование структурных механизмов формирования магнитных состояний в различных типах сложных магнетиков. Информация для их установления может быть получена в результате одновременного исследования кристаллической и магнитной структуры при вариации температуры, давления и магнитного поля.

Спектрометры реактора ИБР-2 в достаточной мере оснащены криостатами на основе криокулеров замкнутого цикла. Они позволяют варьировать температуру на образцах в диапазоне (300-4 К). На этих криостатах отработана методика работы с камерами высокого давления до 10 ГПа [1]. Однако до настоящего времени на спектрометрах не было устройств окружения образца с камерами высокого давления с возможностью вариации температуры и магнитного поля, создание которых является актуальной задачей.

Магнитные исследования при помощи рассеяния нейтронов накладывают ограничения на конструкцию магнита. Он должен состоять из пары одинаковых цилиндрических катушек, расположенных на одной оси (магнитная система типа «Сплит», или конфигурация «Гельмгольца пара»). Такая геометрия, во-первых, позволяет осуществить ввод образца в зону магнитного поля без разгерметизации криостата и его частичной разборки и, во-вторых, при направлении вектора магнитного поля по направлению пучка обеспечивает рассеяние в перпендикулярном направлении; в этой геометрии обеспечивается также рассеяние вперед под углом 45° по направлению пучка.

Габариты спектрометра, очевидно, ограничивают размеры магнита и его максимально возможное поле. Но, как показали расчеты, габариты ДН-12 позволяют установить криостат со сверхпроводящим магнитом, дающим поле до 5 Тл с отверстием диаметром 80 мм, в которое можно ввести камеру высокого давления, теплоизолированную от катушек магнита.

Также принципиальным моментом конструкции криостата с охлаждением криокулером замкнутого цикла является возможность его размещения в горизонтальном положении, которое обусловлено геометрией расположения детекторов, регистрирующих рассеянные нейтроны в направлении перпендикулярном оси падающего на образец пучка. Такой геометрией в настоящее время на ИБР-2 обладают дифрактометры ДН-12 и ДН-6 [2], [3].

На спектрометрах ИБР-2 для охлаждения образцов до температуры порядка 4 К, используются криокулеры замкнутого цикла в вакуумных криостатах. Использование

криокулеров является более эффективным и экономичным способом по сравнению с использованием гелиевых криостатов. Именно по этой причине, было принято решение о проектировании сверхпроводящего магнита на основе ВТСП ленты из YBCO, с охлаждением криокулером замкнутого цикла. Выбранная конструкция криостата, температура магнита в котором может быть (40 - 20) К, существенно проще по сравнению с конструкцией гелиевого криостата, необходимого для работы сверхпроводящего магнита, выполненного из сверхпроводящего кабеля Nb-Ti.

Таким образом, целью данного проекта является разработка и создание устройства окружения образца с камерой высокого давления с изменяемыми температурой и магнитным полем (криомагнитная система) для дифрактометра ДН-12. Помимо исследований образцов, находящихся под высоким внешним давлением, станет возможным задание на образце температурных и магнитных условий в широких диапазонах, что существенно расширит исследовательские возможности данной установки.

1. Описание криомагнитной системы.

На **Рис.1** представлен схематический чертеж кольца детекторов дифрактометра ДН-12, на **Рис. 2** представлена схема криостата, расположенного горизонтально, на дифрактометре ДН-12, на **Рис. 3** - его 3D модель, а на **Рис. 4** - схематический чертеж криостата.

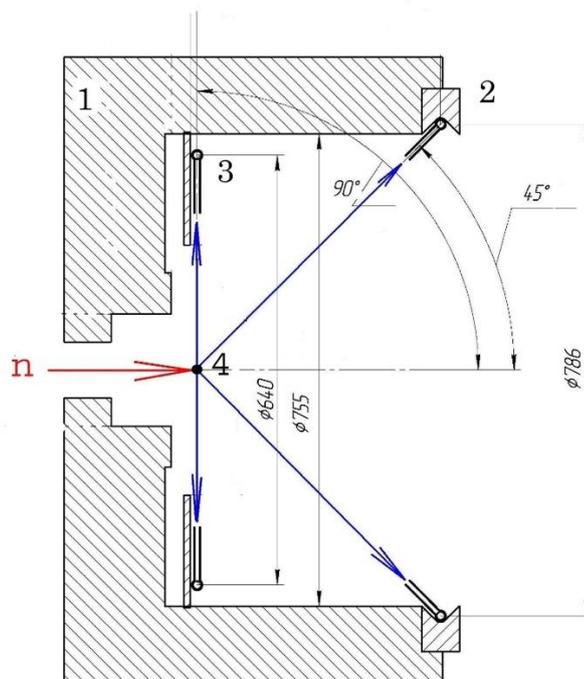


Рис. 1 Схематический чертеж расположения колец детекторов дифрактометра ДН-12.

1 – биологическая и фоновая защита; 2 – детекторы в направлении рассеяния на угол 45° ; 3 – детекторы в направлении рассеяния на угол 90° ; 4 – образец.

Зона, где расположены кольца детекторов дифрактометра, ограничена со всех сторон бетонной защитой, которая не позволяет использовать вертикальный криостат, а, следовательно, практически исключает использование гелиевых криостатов. Дополнительную сложность добавляет то обстоятельство, что кольца детекторов находятся в зоне специального доступа. Всё это предопределило применение криокулеров замкнутого цикла для решения поставленной задачи.

Принципиальным моментом является то, что катушки магнита охлаждаются одним криокулером (RDK408S), а камера высокого давления охлаждается другим криокулером (RDK101D). Второй криокулер является образующим элементом криостата-вставки в шахту магнитного криостата, которая введена в осевое отверстие магнита.

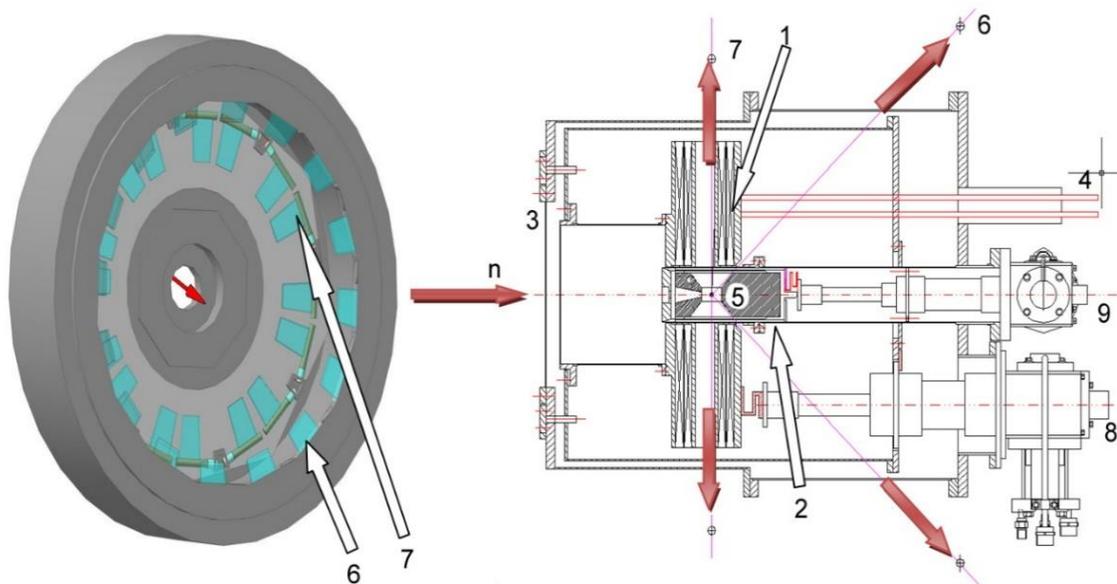


Рис. 2. Схема криомагнитной системы со сверхпроводящим магнитом в криостате и дополнительным криостатом-вставкой, и кольца детекторов дифрактометра ДН-12.

1 – сверхпроводящий магнит; 2 – криостат-вставка; 3 – входное окно для нейтронов; 4 – токовводы для тока до 300 А; 5 – камера высокого давления; 6 и 7 – кольца детекторов рассеянных нейтронов; 8 – криокулер RDK408S; 9 – криокулер RDK101D.

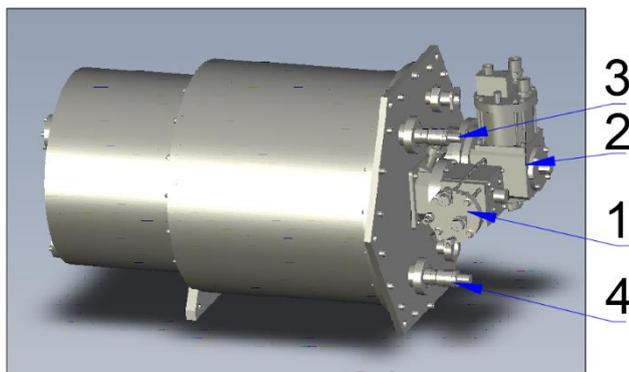


Рис. 3. 3D модель криомагнитной системы.

Основные элементы: 1 – криокулер RDK101D; 2 – криокулер RDK408S; 3 и 4 – токовводы.

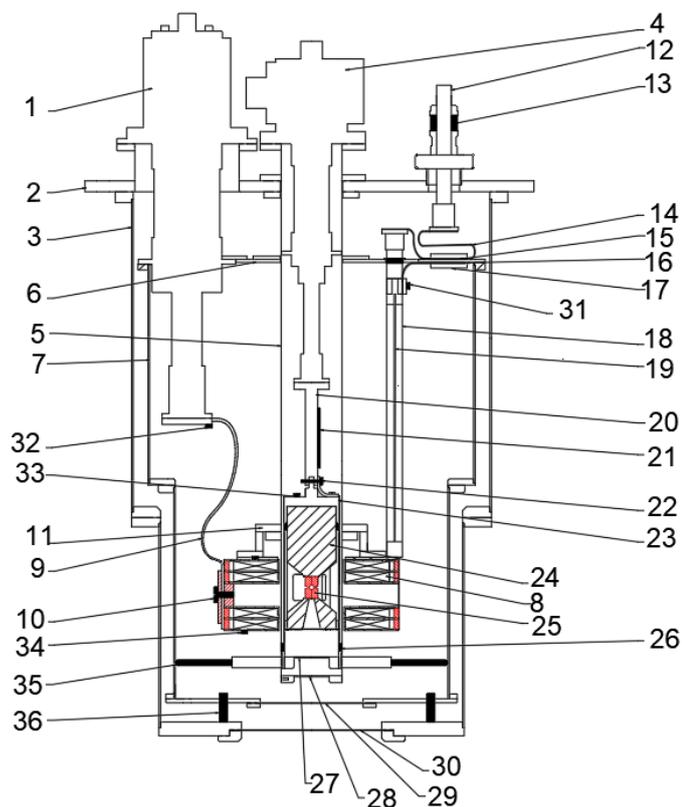


Рис. 4. Схематический чертеж криомагнитной системы.

1 – холодная головка SRDK408S; 2 - фланец криостата магнита; 3 – вакуумный алюминиевый корпус криостата; 4 - холодная головка криокулера SRDK101D; 5 - шахта диаметром 80 мм из нержавеющей стали; 6 – медный фланец, находящийся в тепловом контакте с первой ступенью холодной головки криокулера SRDK408S; 7 – алюминиевый тепловой экран; 8 – катушки магнита; 9 – гибкий алюминиевый теплопровод; 10 – тепловой контакт на болтовом соединении; 11 – держатель магнита; 12 – токоввод в криостат; 13 – изолятор; 14 – медный токопровод; 15 и 16 – изоляторы; 17 – тепловой контакт; 18 – ВТСП токопровод; 19 – две ВТСП ленты шириной 12 мм, 20 – медный теплопровод; 21 – нагреватель; 22 – шарнир; 23 - камера образца; 24 – пресс; 25 – наковальни; 26 – дистанционирующие изоляторы; 27 , 28, 29,30 – тонкостенные окна для входящих нейтронов; 31, 32, 33, 34 – термометры; 35, 36 – ограничители из текстолита.

Криостат содержит криокулер SRDK408S, холодная головка которого расположена на фланце криостата магнита. Вакуумный корпус криостата имеет размеры, адаптированные как к самому магниту, так и к кольцу детекторов дифрактометра. Холодная головка SRDK101D, располагается в герметичной шахте – тонкостенной трубе диаметром 80 мм. Катушки магнита защищены тепловым экраном, который находится в

тепловом контакте с первой ступенью холодной головки SRDK408S. Катушки магнита охлаждаются второй ступенью этого криокулера через алюминиевые теплопроводы, которые соединяются с корпусом катушек магнита при помощи болтовых соединений. Катушки магнита выполнены из ВТСП ленты с медным компенсационным слоем; ширина ленты 12 мм, толщина 0.1 мм. Сам магнит устанавливается на шахте при помощи держателей. Шахта в нижней своей части выполнена из алюминия. Ток величиной до 300 А вводится в криостат через токовводы с изолятором, далее идет по медному токопроводу – шине длиной 400 мм, шириной 30 мм и толщиной 1 мм. Эта шина имеет прижимной тепловой контакт через изоляторы, которые установлены на медном фланце, который находится в тепловом контакте с первой ступенью холодной головки криокулера SRDK408S. Далее ток поступает в катушки магнита по ВТСП токопроводам, которые содержат две ВТСП ленты того же типа, из которой выполнены катушки магнита. Герметичная камера образца охлаждается криокулером SRDK101D, ко второй ступени холодной головки которой прикреплен медный теплопровод с нагревателем. Камера высокого давления с образцом, в свою очередь, прикреплена к этому теплопроводу посредством шарнирного соединения и гибкого теплового моста. Образец находится между наковален камеры, которые предварительно сдавливаются прессом. В нашем случае пресс и наковальни изготавливаются из немагнитных материалов. Нейтроны достигают образца через тонкостенные окна. Температура в нескольких точках контролируется посредством термометров CERNOX, которые нечувствительны к магнитному полю. Для эксплуатации криомагнитной системы в горизонтальной позиции конструкция предусматривает ограничители из текстолита, которые не позволяют шахте криостата и теплового экрану наклониться относительно оси магнита и криостата.

На **Рис. 5** представлена фотография внутренней части криостата, а именно ВТСП магнит.

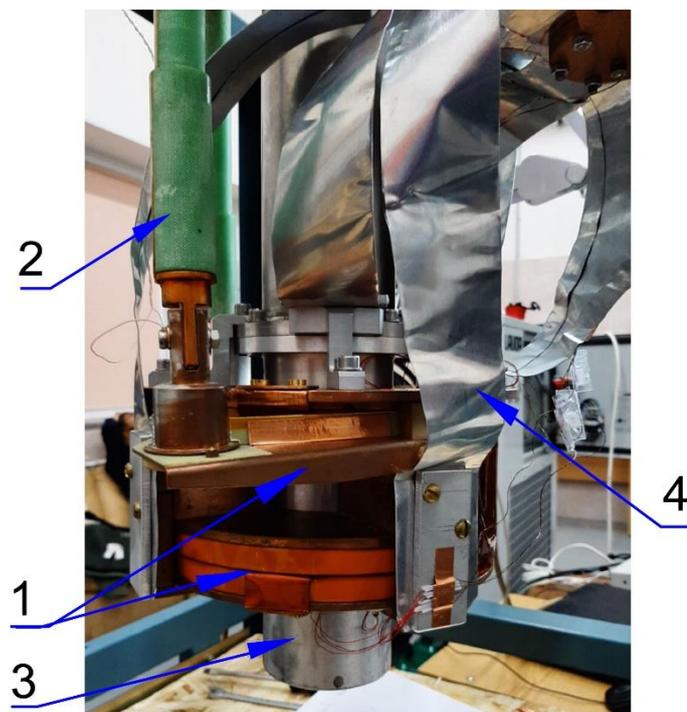


Рис. 5. - Внутренняя часть криостата.

1 – сплит-система из двух катушек магнита, выполненного на основе ВТСП ленты; 2 – ВТСП токопроводы для ввода тока величиной до 300А; 3 – шахта диаметром 80 мм для размещения в ней камеры высокого давления; 4 – ленты из чистого алюминия, являющиеся тепловыми мостами между катушкой и второй ступенью криокулера SRDK408S.

На **Рис. 6** представлена фотография криостата, размещенного на горизонтальной стойке во время испытаний в отделе НЭОКС ИБР-2. Следует отметить, что разработанный криостат является автономной системой, зависящей только от источника электрического питания. Система охлаждения компрессоров криокулеров и источника питания сверхпроводящего магнита обеспечивается водяным чиллером замкнутого цикла «Lauda».

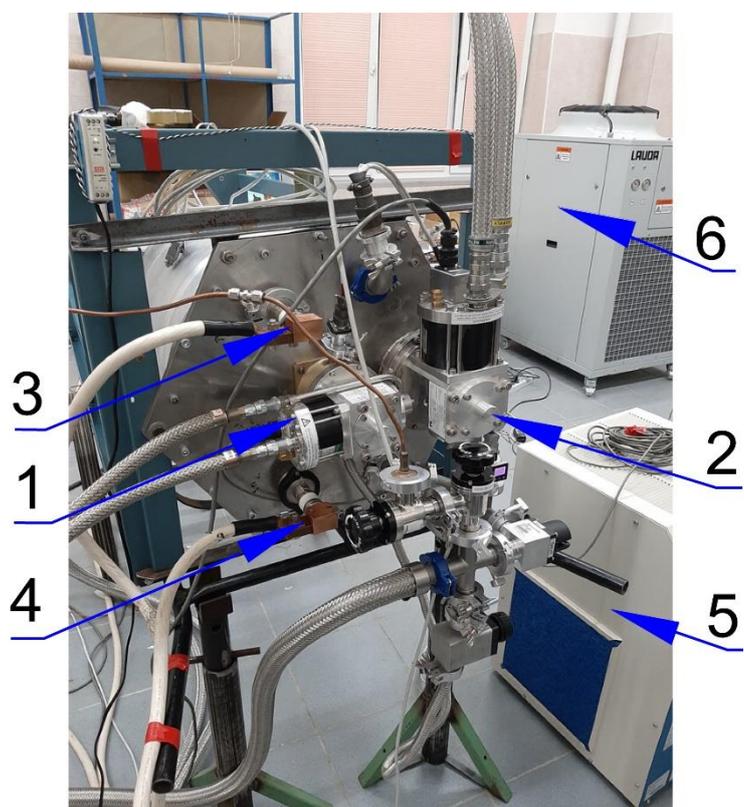


Рис. 6. – Общий вид криомагнитной системы в горизонтальном положении.

1– холодная головка криокулера SRDK101D – криостата-вставки; 2 – холодная головка криокулера SRDK408S, который охлаждает магнит; 3 и 4 – токовводы питания магнита; 5 – один из компрессоров криокулера; 6 – чиллер «Lauda», который охлаждает компрессоры криокулеров и источник питания магнита.

2. Результаты испытаний

Проведены испытания магнита, в которых измерялись величины магнитного поля в центре катушек в осевом направлении в зависимости от величины электрического тока. В результате была получена характеристика магнита, представленная на **Рис. 7**.

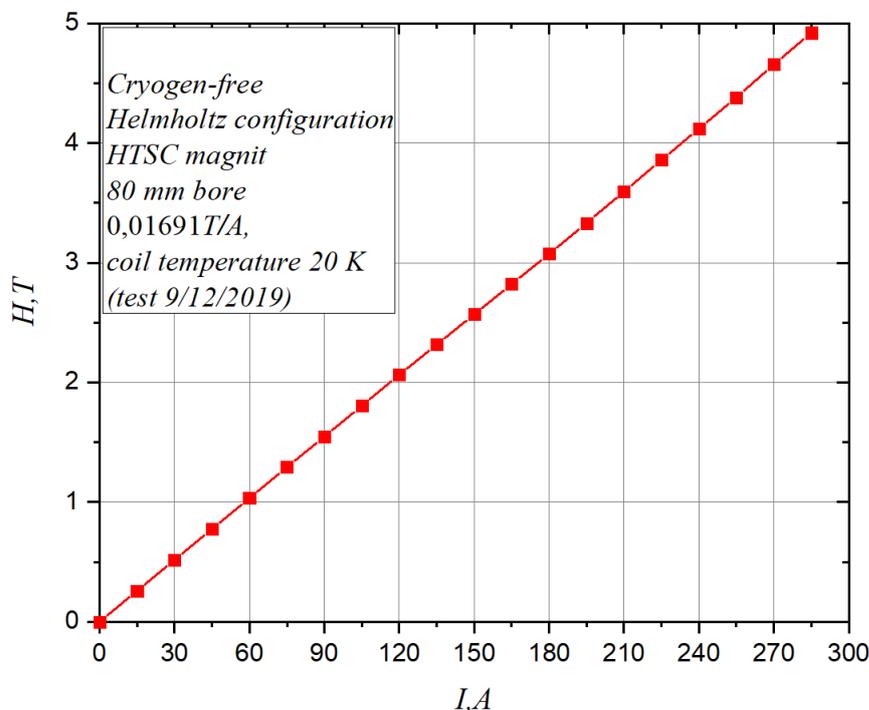


Рис. 7. Величина магнитного поля в зависимости от величины введенного в катушки магнита электрического тока. На вставке приведены основные параметры магнита: безжидкостное охлаждение; конфигурация катушек - пара Гельмгольца; отверстие магнита диаметром 80 мм; постоянная магнита 0.01691Тл/А в центре; минимальная достигнутая температура катушек 20 К.

Важной характеристикой криостата является температурная взаимозависимость криостата-вставки и катушек магнита, которая определяет верхнюю температуру камеры высокого давления при номинальной величине магнитного поля.

На **Рис. 8** представлена зависимость температуры катушек магнита от температуры камеры образца.

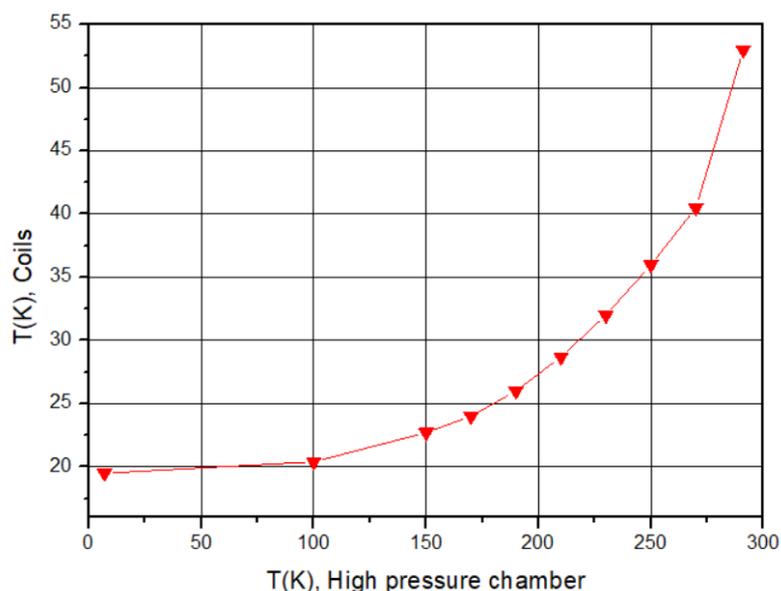


Рис. 8. Температура катушек магнита в зависимости от температуры камеры образца.

Из зависимости по измерению лифт-фактора – отношения величины критического поля при низкой температуре к величине критического поля при температуре 77 К в направлении перпендикулярном плоскости ленты (См. Приложение, **Рис.11**) следует, что поле величиной 5 Тл достигается уже при температуре 50 К (согласно техническому заданию на изготовление магнита требуемая максимальная величина поля составляет 4Тл). Сравнивая график на **Рис.8** и график, представленный в **Приложении**, можно утверждать, что при величине магнитного поля 4 Тл температура камеры образца будет не ниже 275 К, при этом температура катушек магнита не превышает 45К. Также из **Рис.8** следует, что минимальная температура камеры образца составляет 4.5 К и ограничивается остаточной тепловой связью катушек магнита и камеры образца.

Важной характеристикой магнита, предназначенного для структурных исследований твердого тела, является однородность величины магнитного поля, которую нужно иметь не хуже 1 % в области, в которой располагается образец. На **Рис. 9** представлена величина магнитного поля, измеренная вдоль оси магнита (или направления вектора поля) при 3 Тл. Изменение величины магнитного поля между пиками составляет не более 0.32%, а область этой однородности вдоль оси - 30 мм. На **Рис.9** - по оси Y отмечено положение чувствительного элемента датчика Холла. Координата $Y = 0$ соответствует положению датчика Холла в верхней части магнита (см. Рис. 4). Координата $Y = 80$ мм соответствует центру магнита.

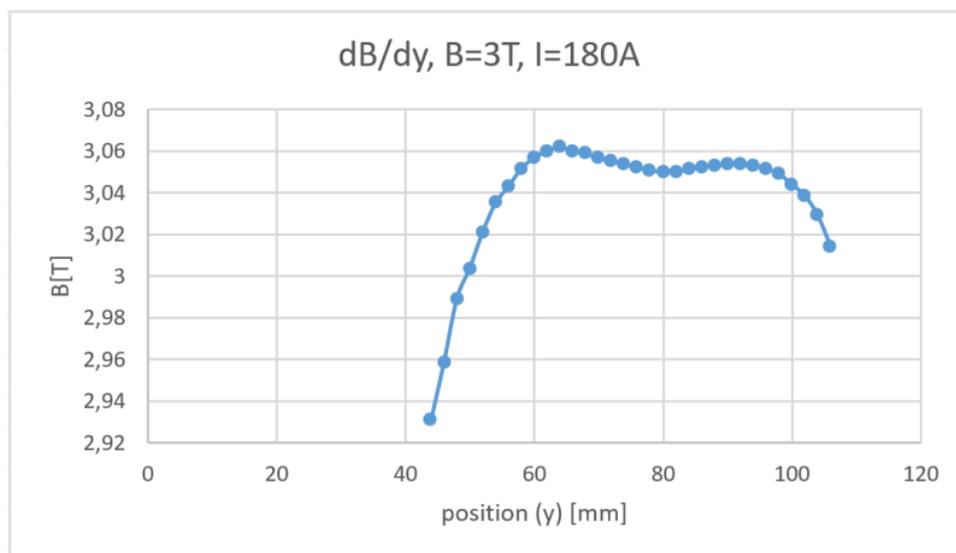


Рис. 9. Распределение величины магнитного поля вдоль оси магнита.

Заметим, что образец в камере высокого давления имеет характерные размеры $1 \times 1 \times 1$ мм³. Однако в случае изучения образцов большего размера необходимо знать также размеры однородности поля в сечении, перпендикулярном оси магнита. На **Рис. 10** приведена расчетная величина магнитного поля вдоль радиальной координаты в плоскости, перпендикулярной оси магнита на равном удалении от полюсов. Как видно из приведенного графика, однородность поля в 1% сохраняется в пределах окружности диаметром 20 мм. Таким образом, предельные размеры образцов могут достигать 20 мм в направлении, перпендикулярном оси пучка и 30 мм вдоль оси пучка.

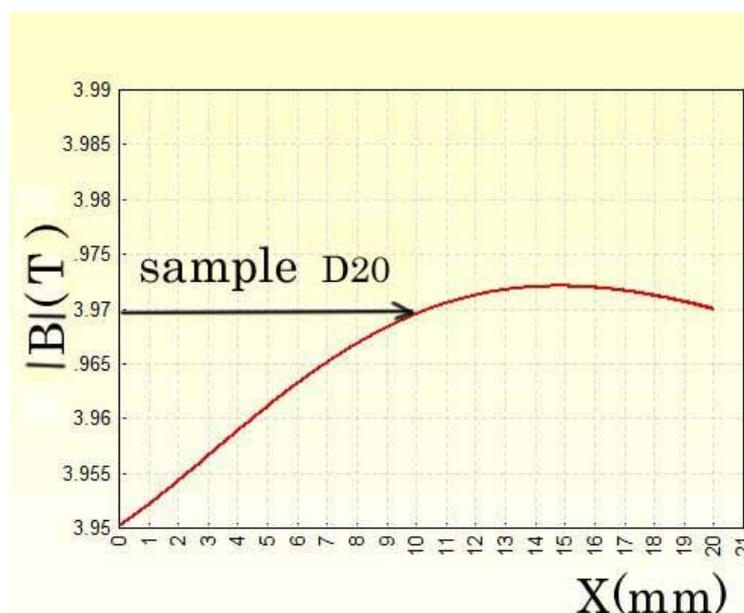


Рис. 10. Расчетная величина магнитного поля в направлении, перпендикулярном оси магнита в плоскости, равноудаленной от полюсов.

3. Этапы работ и затраты на реализацию проекта.

Работа по проекту выполнялась в несколько обобщенных этапов:

- проектирования криомагнитной системы;
- расчета магнита и криостатов;
- закупка оборудования;
- изготовления криостата и магнита;
- сборка и наладка;
- проведения тестовых измерений.

Работы были выполнены в полном объеме в период 2015-2017 гг. Однако во время испытаний обнаружилось, что изготовленный нами магнит переходит в нормальное состояние - подвергается так называемому квэнчу - при токе 110 А, что существенно ниже расчетного – 280 А. В дальнейшем обнаружилось уменьшение тока, при котором происходил квэнч, до 35 А и выяснилось, что у ленты, поставленной фирмой SUPEROX, отслаивался компенсационный медный слой со стороны, где нет ВТСП слоя. Также обнаружилась слабая адгезия компенсационного слоя со стороны сверхпроводящего слоя ленты. Претензии к поставщику предъявить было сложно, поскольку в технологии намотки катушек магнита для электрической изоляции использовалась эпоксидная смола и каптоновая лента. Это традиционная технология, которая обычно применяется при намотке сверхпроводящих магнитов из Nb-Ti для работы при гелиевых температурах. Также остатки ленты при тестировании на прогонной тестовой машине поставщика, которая дает результата на длине до 1 метра, не дали возможности увидеть деградацию ВТСП слоя ленты.

После продления проекта было решено заменить поставщика SUPEROX на SUPERPOWER.

Следует отметить, что ВТСП лента поставляется в виде отрезков длиной 200-250 метров, смотанных в катушку. Проверка ленты на предмет соответствия критического тока заявленному производилась следующим образом. Смотанная в катушку лента без использования изоляционного слоя между витками с припаянными к ее концам токопроводами охлаждалась в вакууме до 20 К при помощи криокулера. Далее в катушку подавался ток 300 А и измерялось падение напряжения на концах катушки, а также величина поля при помощи датчика Холла в центре катушки. Тестирование показало возможность изготовления катушек магнита, укладывая слои обмотки, без использования изоляционного слоя.

Этот способ намотки является технологическим достижением проекта, так как позволило изготавливать катушки без использования электрической изоляции, что в свою очередь обеспечило для таких катушек следующие преимущества:

- максимально возможная плотность тока;
- компактность и меньший вес по сравнению с катушкой, выполненной по технологии с применением изоляции;
- меньшее время охлаждения (для катушки с использованием изоляции получение рабочей температурной точки 20 К требуется охлаждение в течение трех суток, а для катушки построенной без изоляции для достижения такой рабочей точки нужно только 2 суток охлаждения).

Расходы по теме за 2015-2020 гг. на выполнение проекта по статьям НИР, материалы и оборудование составили 730 kUSD.

Выводы

1. В результате выполнения проекта разработана, изготовлена и испытана криомагнитная система со сверхпроводящим магнитом, изготовленным с применением ВТСП технологии, адаптированная к условиям расположения размещения на 12-м пучке реактора ИБР-2. Применение данной криомагнитной системы окружения образца с камерой высокого давления позволит в значительной мере расширить возможности по исследованию конденсированных сред на спектрометрической базе реактора ИБР-2. Она дает возможность независимой вариации параметров на исследуемом образце: величины магнитного поля, температуры, давления. Таким образом, цель проекта успешно достигнута.
2. В течении III-IV квартала 2020 года во время технологического перерыва в работе реактора, а также в осенний период планируется установка криомагнитной системы на дифрактометре ДН-12.
3. Результаты выполнения работ по проекту доложены на международных и российских конференциях и совещаниях. Опубликованы статьи [5, 6] и готовятся к публикации еще две работы.

Список литературы

1. A.N. Chernikov, A.P.Buzdavin, V.V. Zhuravlev, Ryom Gwang Chol, and V.P. Glazkov, "Shaft cryostat on the basis of a pulse tube closed loop cryocooler for cooling high pressure chambers with diamond and sapphire anvils," *J. Surf. Invest.: X-ray, Synchrotr. Neutron Tech.* 4, 898-902 (2010).
2. D. P. Kozlenko, S.E. Kichanov, E. Lukin, and B. N. Savenko, "The DN-6 Neutron Diffractometer for High-Pressure Research at Half a Megabar Scale," *Crystals* 8(8):331 (2018).
3. V.L. Aksenov., A.M.Balagurov, V.P.Glazkov, D.P.Kozlenko, I.V.Naumov, B.N.Savenko, D.V.Sheptyakov, V.A.Somenkov, A.P.Bulkin, V.A.Kudryashev, and V.A.Trounov, "DN-12 time-of-flight high-pressure neutron spectrometer for investigation of microsamples," *Physica B*, **265**, (1999).
4. http://superpower-inc.com/system/files/SP_2G+Wire+Spec+Sheet_2014_web_v1_0.pdf

Работы, опубликованные в рамках проекта

5. I. Dobrin, A. Chernikov, S. Kulikov, A. Buzdavin, O. Culicov, A.M. Morega, A. Nedelcu, M. Morega, I. Popovici and A. Dobrin, "A 4T HTS Magnetic Field Generator, Conduction Cooled, for Condensed Matter Studies by Neutron Scattering," *IEEE Trans. App. Supercond*, **26**, 4500404 (2016)
6. A. Chernikov, I. Dobrin, N. Kovalenko, S. Kulikov, O. Culicov, I. Popovici, D. Enache and A. Dobrin, "Development of the sample environment system for the DN-12 diffractometer on the IBR-2M pulsed reactor (pressure – temperature – magnetic field). Project status," *J.Phys. Conf. Ser.* **1021**, 012048 (2018).

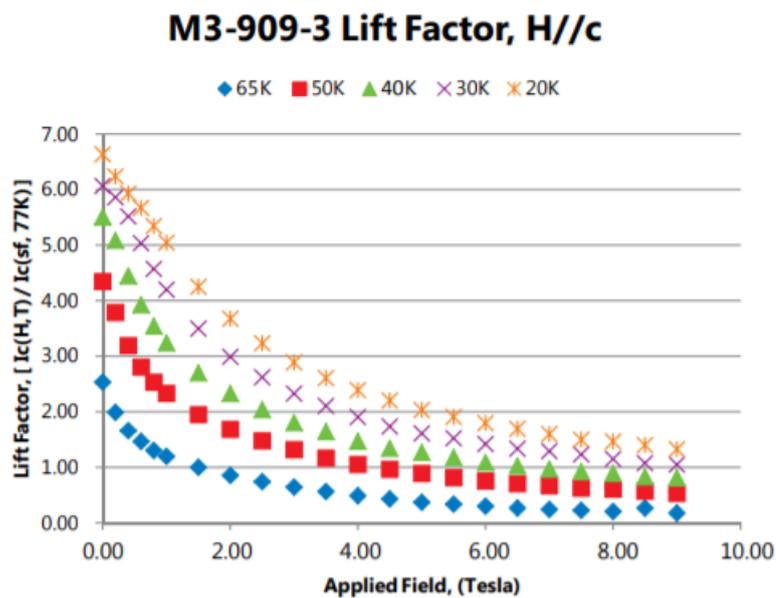


Рис.11. Лифт-фактор – отношение величины магнитного поля при низкой температуре к величине магнитного поля при 77 К в зависимости от полученной величины поля в направлении перпендикулярном плоскости ленты, представленной в спецификации производителя ВТСП ленты, которая использовалась для изготовления магнита [4].