

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

115950

Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 23.06.77 (P. 199081)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 15.01.79

Opis patentowy opublikowano: 16.08.1982



Int. Cl.³ G01N 25/18
G01K 17/20

Twórcy wynalazku: Kazimierz Balcerek, Andrzej Grzegorzczuk, Ryszard Wawryk

Uprawniony z patentu: Polska Akademia Nauk Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych, Wrocław (Polska)

Urządzenie do pomiaru przewodnictwa cieplnego ciał

1

Przedmiotem wynalazku jest urządzenie do pomiaru własności cieplnych i elektrycznych ciał zwłaszcza w zakresie niskich temperatur.

Znane urządzenia do pomiaru przewodnictwa cieplnego w zakresie niskich temperatur składają się z kriostatu chłodzonego cieczą kriogeniczną, w którym znajduje się badane ciało, oraz układów kontrolnych i pomiarowych.

Kriostat składa się ze zbiornika z cieczą kriogeniczną, do którego, w jego dolnej części jest umocowana komora pomiarowa z chłodzonym blokiem. Zbiornik z cieczą kriogeniczną oraz komora pomiarowa stanowią część wewnętrzną kriostatu, która to część znajduje się w tej samej osłonie próżniowej. Próbkę ciała, na której dokonuje się pomiaru jest osadzona w komorze pomiarowej i połączona z blokiem chłodzonym w postaci płyty.

Blok chłodzony oraz próbka są oziębiane poprzez kontakt z cieczą kriogeniczną znajdującą się w zbiorniku umieszczonym nad komorą pomiarową. Kriostat zawiera klucz cieplny stanowiący naczynko Dewara pracujące w pozycji odwróconej nasuwane z góry na pręt miedziany zwarty cieplnie z blokiem chłodzonym.

W celu wymiany próbki badanego ciała jest niezbędne usunięcie cieczy kriogenicznej z kriostatu, ogrzanie kriostatu do temperatury pokojowej oraz zdemontowanie zewnętrznej osłony próż-

2

niowej. Następnie zostaje wymieniona próbka badanego ciała, po czym następuje montaż kriostatu, odpompowywanie przestrzeni między osłoną i zbiornikiem na ciecz oraz ponowne napełnienie zbiornika cieczą kriogeniczną. Czynności te są pracochłonne i kosztowne co powoduje zmniejszenie zakresu wykorzystania urządzeń o znanej konstrukcji.

Do pompowania komory próżniowej wymagane jest stosowanie oddzielnych wysokopróżniowych stanowisk pompujących co zwiększa znacznie koszt wykonania operacji.

Konstrukcje takich urządzeń uniemożliwiają szybkie pomiary wielkości fizycznych, z których można bezpośrednio wyznaczyć wartości współczynników charakteryzujących własności badanych ciał.

Znana jest także konstrukcja kriostatów tak zwanych przepływowych, w których chłodzenie komory pomiarowej zapewnia się przez ciągły przepływ cieczy i/lub par cieczy kriogenicznej znajdującej się w oddzielnym zbiorniku. W rozwiązaniu tym jest jednak konieczna ciągła praca pompy rotacyjnej wymuszającej przepływ cieczy i/lub jej par, co jest nieekonomiczne i niedogodne w użytkowaniu w czasie długotrwałych pomiarów.

Celem wynalazku było opracowanie takiej konstrukcji urządzenia, które umożliwi szybki po-

miar własności cieplnych i elektrycznych badanych ciał z bezpośrednim odczytem i zapisem wyznaczonych współczynników. Zostało to osiągnięte, według wynalazku, w ten sposób, że wyposażono urządzenie w kriostat posiadający dwie niezależnie rozbiieralne komory próżniowe połączone ze sobą króćcem poprzez zawór próżniowy.

Komory próżniowe oddzielone są od siebie płytą, do której od dołu przymocowany jest zbiornik na ciecz kriogeniczną. W zbiorniku tym znajduje się wewnętrzna kriopompa sorpcyjna pozwalająca na utrzymanie obu komór próżniowych w warunkach wysokiej próżni. Wewnątrz zbiornika na ciecz kriogeniczną znajduje się wysokoefektywny klucz cieplny pozwalający na utrzymanie cieczy w zbiorniku podczas wymiany próbki badanego ciała w komorze pomiarowej. Zbiornik na ciecz kriogeniczną znajduje się w dolnej osłonie próżniowej.

Nad płytą w pozycji odwróconej do dolnej osłony próżniowej umieszczona jest górna osłona próżniowa, wewnątrz której znajduje się osłonięta dwoma ekranami komora pomiarowa wraz z chłodzonym blokiem. Blok ten jest połączony cieplnie ze zbiornikiem na ciecz kriogeniczną poprzez pręt metalowy.

Korzystnym jest jeżeli wysokoefektywny klucz cieplny, w którym naczynko Dewara ma wewnętrzną ekran miedziany zwarty cieplnie z zewnętrzną ścianką tego naczynka oraz superizolację, jest umieszczone w kriostacie w pozycji nieodwróconej i jest nasuwane na metalowy pręt, którego jeden koniec umieszczony jest w zbiorniku z cieczą kriogeniczną. Zwarcie cieplne drugiego końca tego pręta z blokiem znajdującym się w komorze pomiarowej zapewnia chłodzenie tego bloku.

W wyniku zastosowania dwóch niezależnie rozbiieralnych komór próżniowych rozwiązanie to cechuje znaczne uproszczenie obsługi urządzenia, zwłaszcza czynności związanych z wymianą próbki badanego ciała. Komora pomiarowa została umieszczona na zewnątrz i powyżej zbiornika z cieczą kriogeniczną, co zapewnia szybki i bezpośredni dostęp do badanej próbki.

W zbiorniku na ciecz kriogeniczną umieszczony jest także wymiennik cieplny zwarty cieplnie z prętem metalowym, przy czym wlot wymiennika korzystnie znajduje się nad lustrem cieczy kriogenicznej, a jego wylot usytuowany jest na zewnątrz kriostatu. Tak rozwiązany wymiennik umożliwia szybkie schłodzenie komory pomiarowej do niskiej temperatury przy zminimalizowanym zużyciu cieczy kriogenicznej.

Przedmiot wynalazku jest uwidoczniony w przykładzie wykonania na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia schematycznie urządzenie w przekroju wzdłużnym, fig. 2 pokazuje schematycznie naczynko Dewara w przekroju wzdłużnym.

W przykładowym wykonaniu urządzenie jest wyposażone w komorę pomiarową dla określenia wartości współczynnika przewodnictwa cieplnego próbki badanego ciała.

W dolnej cylindrycznej osłonie próżniowej 7 znajduje się cylindryczny zbiornik 6 z ciekłym azotem. Zbiornik 6 jest podwieszony do płyty 18 kriostatu na dwóch prowadnicach 19 i 20. Próz-nioszczelne złącze między płytą 18 i kołnierzem 21 dolnej osłony próżniowej jest zapewnione za pomocą specjalnej uszczelki. Zbiornik 6 zawiera wewnętrzną kriopompę sorpcyjną 16 do odpompowywania komór próżniowych. Dolna i górna komora próżniowa połączone są ze sobą króćcem 24 poprzez zawór 15.

Na płycie 18 znajduje się górna osłona próżniowa 8, pod którą znajduje się komora pomiarowa. W dolnej części komory pomiarowej znajduje się chłodzony blok 2, do którego jest zamontowana próbka 10. Kontakt cieplny między chłodzonym blokiem 2 i ciekłym azotem w zbiorniku 6 jest realizowany poprzez pręt miedziany 3. W komorze pomiarowej jest umieszczony ekran cieplny 9 zwarty z chłodzonym blokiem 2 oraz dodatkowy ekran 11 osłaniający bezpośrednio badaną próbkę 10. Korzystne jest zastosowanie ekranu cieplnego 11 z materiału o przewodnictwie cieplnym możliwie zbliżonym do przewodnictwa cieplnego ciała badanej próbki 10. W górnej części próbki 10 znajduje się grzejnik 23, podobny grzejnik 22 jest umieszczony w górnej części ekranu 11.

Klucz cieplny o wysokiej efektywności stanowi miniaturowe naczynko Dewara 5, które może być nasuwane na miedziany pręt 3. Naczynko Dewara 5 jest połączone z dźwignią 12, której podniesienie przerywa kontakt cieplny między prętem 3 wraz z blokiem 2 a cieczą kriogeniczną. Opuszczenie dźwigni 12 powoduje natomiast opuszczenie naczynka Dewara na dno zbiornika co zapewnia bezpośrednie wychłodzenie pręta miedzianego 3 wraz z blokiem 2.

Dzięki umieszczeniu w części próżniowej naczynka Dewara 5 ekranu 29 zwanego z zewnętrzną ścianką 28 oraz superizolacji 30 nawiniętej na wewnętrzną ściankę 27 cieplna izolacja pręta miedzianego 3 jest na tyle efektywna, że przy zamkniętym kluczu cieplnym (podniesiona dźwignia 12) pozwala w czasie wymiany próbek na utrzymanie komory pomiarowej w temperaturze pokojowej mimo obecności cieczy kriogenicznej w urządzeniu. W przypadku konieczności szybkiego schłodzenia bloku 2 do temperatury cieczy kriogenicznej przy zminimalizowanej ilości niezbędnej cieczy chłodzącej jest wymagane zamknięcie zaworu 13 oraz otwarcie zaworu 25. W ten sposób zimne pary cieczy kriogenicznej odprowadzanej ze zbiornika 6 przepływając przez wymiennik ciepła 26 wychładzają pręt 3 i blok 2.

Urządzenie przed rozpoczęciem pracy jest w ciągu kilkunastu minut odpompowywane pompą rotacyjną poprzez złącze 4. Osiągnięcie wymaganej próżni 10^{-4} Pa jest możliwe dzięki wewnętrznej pompie sorpcyjnej 16 wychładzanej cieczą znajdującą się w zbiorniku 6. W celu regeneracji pompy należy podgrzać sorbent w pompie grzejnikiem 17. Montaż grzejnika 17 oraz doprowadzenie do niego przewodów elektrycznych realizuje się poprzez przepust 14.

Kontrola próżni w komorze pomiarowej jest prowadzona za pomocą próżniowej głowicy 1.

Urządzenie jest włączone do układu pomiarowo-kontrolnego, nie pokazanego na rysunku, składającego się z układu regulacji i stabilizacji temperatury, z odczytników temperatury, układu przetwarzania sygnałów elektrycznych na wartości napięcia co do wartości bezwzględnej równej współczynnikowi przewodnictwa cieplnego badanego ciała.

W celu prostoty konstrukcji tych układów górny koniec próbki 10 jest utrzymywany w czasie pomiaru w stałej temperaturze przy pomocy regulatora temperatury. W ten sposób różnica temperatury na próbce 10 ma zawsze tę samą niezależną od rodzaju materiału zadaną wartość, a wartość współczynnika przewodnictwa cieplnego jest wprost proporcjonalna do mocy grzejnej wydzielonej na końcu próbki.

Zastrzeżenia patentowe

1. Urządzenie do pomiaru przewodnictwa cieplnego ciał, zwłaszcza w zakresie niskich tempera-

tur wyposażone w zespół kriostatu oraz w układy kontrolne i pomiarowe, **znamiennie tym**, że posiada dwie komory próżniowe połączone króćcem (24) poprzez zawór próżniowy (15) i oddzielone płytą (18), do której zamocowana jest dolna osłona próżniowa (7) oraz górna osłona próżniowa (8), przy czym w dolnej osłonie próżniowej (7) umieszczony jest zbiornik (6) na ciecz kriogeniczną, zamocowany do płyty (18), w którym to zbiorniku (6) znajduje się kripompa sorpcyjna (16) i wysokoelektrywny klucz cieplny, zawierający naczynko Dewera (5) nakładane na metalowy pręt (3), natomiast w górnej osłonie próżniowej (8) utworzona jest, osłonięta dwoma ekranami (9 i 11) komora pomiarowa wraz z chłodzonym blokiem (2) połączonym cieplnie za pomocą metalowego pręta (3) ze zbiornikiem (6).

2. Urządzenie według zastrz. 1, **znamiennie tym**, że naczynko Dewera (5) ma wewnętrzny ekran (29) zwarty cieplnie z zewnętrzną ścianką (28), a między ekranem (29) a wewnętrzną ścianką (27) jest umieszczona superizolacja (30).

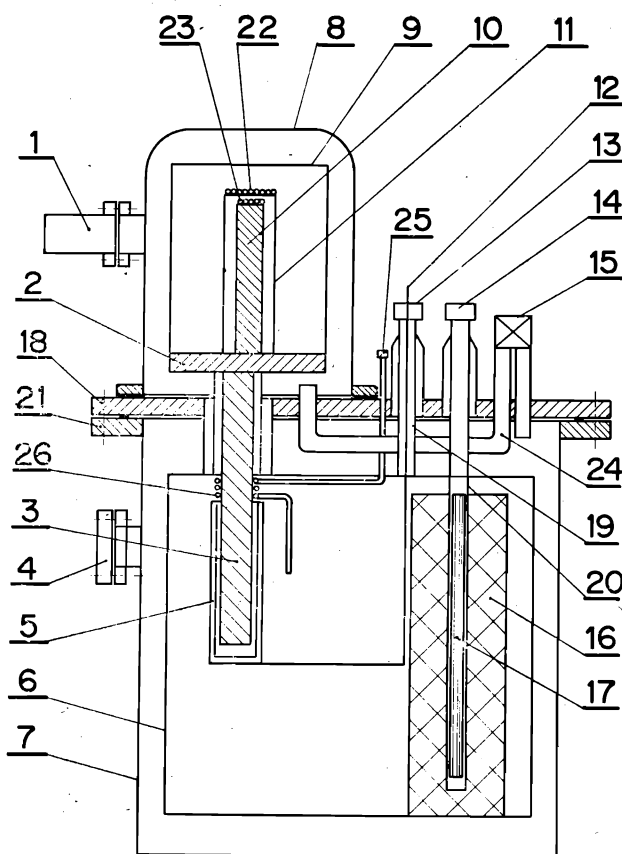


Fig. 1

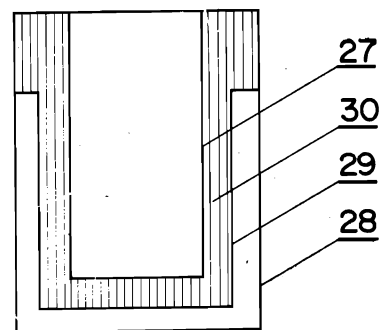


Fig. 2