

Московский Государственный Технический Университет
им. Н. Э. Баумана

На правах рукописи

Кошелев Сергей Сергеевич

**Исследование теплофизических свойств ниобия,
применяемого в СВЧ резонаторах ускорителей
элементарных частиц, при температурах
1,6–10 К**

05.04.03 – Машины и аппараты, процессы холодильной и криогенной
техники, систем кондиционирования и жизнеобеспечения

Научный руководитель
д. т. н., профессор
Архаров Иван Алексеевич

Москва – 2013

Содержание

	Стр.
Введение	5
Глава 1. Выбор метода исследования. Постановка задач и цели исследования	11
1.1. Сверхпроводящие резонаторы	13
1.2. Анализ причин снижения добротности резонатора	15
1.2.1. Примеси и химическая чистота ниобия	15
1.3. Снижение добротности резонатора в среднем диапазоне магнитных полей	21
1.4. Тепловая обратная связь и теплопроводность ниобия	24
1.5. Теплопроводность	28
1.5.1. Теплопроводность сверхпроводников при низких температурах	28
1.5.2. Электронная составляющая теплопроводности	29
1.5.3. Фононная составляющая теплопроводности	32
1.6. Теплопроводность ниобия	34
1.6.1. Теплопроводность монокристаллического ниобия	34
1.6.2. Теплопроводность ниобия СВЧ резонаторов	39
1.7. Выбор метода для определения теплопроводности ниобия в сверхпроводящем состоянии	45
1.8. Теплоемкость ниобия	50
1.9. Выбор метода для определения теплоемкости ниобия в сверхпроводящем состоянии	52
1.10. Выводы к первой главе	56

	Стр.
Глава 2. Описание экспериментальной установки	59
2.1. Экспериментальный стенд	59
2.1.1. Вакуумная камера	60
2.1.2. Источник холода	64
2.1.3. Подготовка экспериментального стенда к работе . .	68
2.2. Измерительный комплекс	69
2.2.1. Выбор типа термометра	69
2.2.2. Аппаратная часть измерительного комплекса	72
2.2.3. Программное обеспечение измерительного комплек- са	78
2.3. Расчет погрешности определения теплопроводности	84
2.3.1. Случайная составляющая погрешности	84
2.3.2. Систематическая составляющая погрешности	96
2.4. Расчет погрешности определения теплоемкости	104
2.4.1. Калибровка термометров	106
2.4.2. Калибровка нагревателя	109
2.4.3. Методическая погрешность	111
2.5. Выводы ко второй главе	114
 Глава 3. Физическое и аналитическое исследование теплопровод-	
ности и теплоемкости ниобия	116
3.1. Теплопроводность	116
3.1.1. Подготовка образцов к эксперименту	116
3.1.2. Тестовый эксперимент	118
3.1.3. Результаты определения теплопроводности ниобия	126
3.1.4. Модифицированная расчетная модель теплопровод-	
ности	133

	Стр.
3.2. Теплоемкость	144
3.2.1. Подготовка образцов к эксперименту	144
3.2.2. Тестовый эксперимент	148
3.2.3. Результаты определения теплоемкости ниобия	152
Общие выводы и заключение	156
Список используемых обозначений и сокращений	159
Список литературы	162
Приложение. Табличные данные для метода Монте Карло	175

Введение

Актуальность работы

Основным элементом современного линейного ускорителя является сверхпроводящий СВЧ резонатор. Для криостатирования ниобиевых резонаторов ускорителя используется большая криогенная система с затратами электрической мощности ≈ 15 МВт. Исследования поверхностного слоя, технологии обработки и контроля качества внутренней поверхности ниобиевых резонаторов позволили обеспечить добротность, характеризующую величину потерь, на уровне $\approx 10^{10}$. Однако для снижения затрат электрической мощности криогенной системы ускорителя необходимо глубокое научное изучение физических процессов, связанных не только с диссипацией энергии в поверхностном слое резонатора, но и с обеспечением требуемого температурного поля в его стенках, поскольку увеличение градиента температуры на стенке резонатора повышает испарение гелия в системе. Среди ряда сложностей, возникающих на пути решения этой задачи, выделяется отсутствие точных и достоверных данных по теплопроводности и теплоемкости сверхпроводящего ниобия.

Исследования теплофизических свойств сверхпроводящего ниобия были начаты более 40 лет назад. Объектами для исследования были высокочистые монокристаллы с различным содержанием примесей. Материал современных резонаторов существенно отличается от ранее изученных образцов содержанием и составом примесей, кристаллической структурой, оказывающих сильное влияние на теплофизические свойства, особенно при температурах ниже 2 К.

Существующие данные теплопроводности и теплоемкости не отражают влияние указанных факторов и по этой причине являются неполными и недостаточными, что и определяет необходимость настоящей рабо-

ты. Обеспечение надежности и повышение ресурса систем криостатирования требует экспериментального исследования влияния кристаллической структуры на теплофизические свойства ниобия с целью создания надежных алгоритмов прогноза распространения нормальной зоны.

Используемая в настоящее время математическая модель теплопроводности сверхпроводящего ниобия плохо описывает температурную зависимость теплопроводности при температурах ниже 3 К, поэтому для поиска оптимального решения по снижению затрат электрической мощности криогенных систем линейных ускорителей необходимо совершенствование методов вычислительного моделирования теплопроводности сверхпроводящего ниобия.

Цель диссертационной работы

Целью настоящей научной работы является экспериментальное исследование влияния фонон-дислокационного рассеивания на межзеренных границах на теплопроводность и теплоемкость сверхпроводящего ниобия с целью повышения стабильности работы и снижения потребления электрической мощности криогенными системами линейных ускорителей.

Задачи работы:

1. Исследовать влияние кристаллической структуры на теплопроводность сверхпроводящего ниобия.
2. Определить коэффициент фонон-дислокационного взаимодействия на основании результатов измерений.
3. Создать экспериментальный стенд для определения теплопроводности и теплоемкости в диапазоне 1,6–10 К с погрешностью термостатирования не более 5 мК на нижней границе.
4. Модифицировать существующую модель теплопроводности сверх-

проводящего ниобия на основе полученных экспериментальных данных.

5. Сделать анализ корреляции зависимостей теплопроводности и теплоемкости крупнокристаллического ниобия от температуры в диапазоне 1,6–2 К.
6. Создать автоматизированный программно-инструментальный измерительный комплекс для регистрации и обработки экспериментальной информации, обеспечивающий погрешность определения теплопроводности менее 2 % и теплоемкости менее 3 %.

Научная новизна

Новизна исследований, выполненных при решении этих задач, заключается в следующем:

1. Получена новая научная информация о зависимости теплопроводности ниобия от его кристаллической структуры.
2. Определены значения коэффициента фонон-дислокационного взаимодействия для крупно- и мелкокристаллического ниобия СВЧ резонаторов.
3. Создана модифицированная модель, позволяющая рассчитывать теплопроводность сверхпроводящего ниобия в диапазоне 1,6–9,2 К.
4. Экспериментально доказано отсутствие корреляции в зависимостях теплопроводности и теплоемкости от температуры для сверхпроводящего ниобия при температурах 1,6–2 К.

Практическая значимость

1. Полученная экспериментальная и аналитическая информация позволяет провести отбор ниобия для изготовления СВЧ резонаторов.
2. Разработанный и сконструированный в рамках настоящей научно-исследовательской работы экспериментальный стенд позволяет производить поверку листового ниобия непосредственно в технологической цепочке резонаторов.
3. Модифицированная математическая модель позволяет рассчитать теплопроводность сверхпроводящего ниобия на основе результатов определения относительного остаточного сопротивления и размера зерна, существенно снижая затраты времени и ресурсов.
4. Даны практические рекомендации по отбору и термообработке листового ниобия для изготовления СВЧ резонаторов.

На защиту выносятся следующие основные результаты и положения:

- Найденная экспериментально зависимость теплопроводности сверхпроводящего ниобия от кристаллической структуры в температурном диапазоне 1,6–9,2 К
- Полученные экспериментальные данные теплоемкости крупнокристаллического ниобия в сверхпроводящем состоянии в диапазоне температур 1,6–9,2 К
- Модифицированная математическая модель, позволяющая определить теплопроводность ниобия в сверхпроводящем состоянии

- Разработанная конструкция экспериментального стенда для исследования теплофизических свойств в диапазоне 1,6–10 К с погрешностью термостатирования < 5 мК
- Экспериментальное доказательство отсутствия корреляции в зависимостях теплопроводности и теплоемкости от температуры для сверхпроводящего ниобия при температурах 1,6–2 К.
- Созданный программно-аппаратный измерительный комплекс, производящий измерение и обработку экспериментальных данных в автоматическом режиме и обеспечивающий относительную погрешность определения теплопроводности менее 1,5 % и теплоемкости менее 2,5 %

Апробация работы

Основные результаты положения диссертации были представлены:

- Доклады-выступления на кафедре Холодильная, криогенная техника, системы кондиционирования и жизнеобеспечения МГТУ им. Н. Э. Баумана (Москва) в 2010–2012 гг.
- Международная конференция с элементами научной школы для молодежи «Инновационные разработки в области техники и физики низких температур», МГУИЭ, Москва, 8-10 декабря 2010 года
- Доклад-выступление, Семинар им. Г. И. Будкера, Фермилаб, Батавия (США), 12 декабря, 2011 года

Публикации

Материалы диссертации опубликованы в 4 научных работах в рецензируемых журналах.

Достоверность полученных экспериментальных данных подтверждается использованием аттестованных измерительных средств и апробированных методик, а также хорошей воспроизводимостью результатов. Основные уравнения представленных автором математических моделей и соотношений величин базируются на фундаментальных законах и уравнениях термодинамики.

Личный вклад автора

Автором диссертации разработана конструкция экспериментального стенда, проведен поисково-сравнительный обзор литературы, выбраны методы исследования теплофизических свойств сверхпроводящего ниобия, разработан инструментальный измерительный комплекс, создан программный комплекс в средах разработки LabView и Octave для обеспечения автоматической работы измерительного комплекса, обработки экспериментальных данных теплопроводности, теплоемкости и относительного остаточного сопротивления (ООС), а также анализа погрешностей. Калибровка термометров, подготовка вторичных измерительных преобразователей, подготовка и установка образцов, изготовление нагревателей и приспособлений для работы с экспериментальной установкой также полностью выполнены автором. Подготовка к публикации полученных результатов проводилась совместно с соавторами, причем вклад диссертанта был определяющим. Все представленные в диссертации результаты получены лично автором.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, 3 глав, общих выводов, списка обозначений и сокращений, списка литературы и приложения. Общий объем диссертации 176 страниц, включая 79 рисунков и 7 таблиц. Список литературы включает 103 наименования.

Глава 1.

Выбор метода исследования. Постановка задач и цели исследования

Существует два типа ускорителей: циклически и линейные. Циклические ускорители являются на сегодняшний день наиболее распространенными. К таким ускорителям относятся Большой Адронный Коллайдер (ЦЕРН), Теватрон (до сентября 2011 года, Фермилаб), RHIC (Брукхэвен), ОИЯИ (Дубна), HERA (Гамбург). Ускорение заряженных частиц, от электронов и позитронов до ионов тяжелых металлов, обеспечивается за счет прохождения пучка через электромагнитный резонатор. Огромная магнитная система обеспечивает фокусировку и возврат пучка на вход резонатора по круговой траектории. В процессе ускорения пучок заряженных частиц проходит большое количество оборотов вокруг синхротрона. Одновременно в синхротроне может ускоряться только один пучок (два для ускорителей на встречных пучках — коллайдерах). При увеличении момента пучка p заряженных частиц с электрическим зарядом e необходимо адекватное увеличение либо магнитного поля диполя B , осуществляющего разворот пучка, либо радиуса ускорителя ρ :

$$B\rho = \frac{p}{e}.$$

Затраты на создание магнитного поля увеличиваются в геометрической прогрессии, поэтому при увеличении энергии ускорителя его капитальная стоимость значительно увеличивается. Другим недостатком циклических резонаторов является высокий уровень потерь энергии на синхротронное излучение, пропорциональное четвертой степени энергии частиц. В большинстве новых, в том числе и международных, проектах все большее внимание

уделяется второму типу ускорителей.

Линейные ускорители использованы в таких проектах, как Project X (Fermilab, Батавия), ILC, SLAC (SLAC, Стэнфорд), EuropeanXFEL (DESY, Гамбург). Ускорение в линейном ускорителе достигается использованием множества резонаторов, установленных друг за другом. Поскольку каждый элемент ускорителя взаимодействует с пучком только один раз, резонансные эффекты, которые являются серьезной проблемой циклических ускорителей [1], не возникают. Кроме того, линейные ускорители способны работать в постоянном режиме, ускоряя непрерывный поток заряженных частиц, в отличие от синхротрона, что позволяет обеспечить большую светимость — количество столкновений в единицу времени. Линейный ускоритель состоит из множества резонаторов нескольких унифицированных типов, поэтому большое влияние на капитальную стоимость оказывает технология изготовления резонатора. Это, в свою очередь, накладывает требования на технологию изготовления и энергопотребление резонаторов. Большая часть новых ускорительных проектов использует линейные ускорители.

Основным рабочим элементом любого ускорителя является резонатор (Рис. 1.1). Резонатор представляет собой колебательный контур (см. Рис. 1.2),



Рис. 1.1. Внешний вид сверхпроводящего ниобиевого резонатора с 9-ю ячейками, DESY, Гамбург

в котором при помощи антенны возбуждается стоящая электромагнитная

волна. Величина потерь определяется свойствами материала резонатора. В прошлом для изготовления резонаторов наиболее широко использовалась медь, однако в настоящее время наиболее широко используются сверхпроводящие резонаторы. Основным недостатком медных резонаторов является большое остаточное сопротивление ≈ 20 мкОм при температуре 4,2 К и частоте 2,2 МГц [2]. Для сравнения, сопротивление ниобия составляет ≈ 9 нОм [3]. Большое остаточное сопротивление меди приводит к большим потерям энергии в виде джоулева теплоты и соответствующему снижению добротности колебательного контура. Использование сверхпроводников позволяет значительно снизить величину этих потерь. Однако, даже в сверхпроводниках часть энергии тратится на потери, вызванные инерцией электронов, не образовавших куперовские пары [4].

1.1. Сверхпроводящие резонаторы

Сверхпроводящие сверхвысокочастотные резонаторы широко используются в современных ускорителях, работающих в постоянном или в импульсном режиме, обеспечивая ускоряющее напряжение в несколько мегавольт на метр. Как было показано выше, поверхностное сопротивление сверхпроводящего резонатора в несколько порядков меньше, чем сопротивление меди. Таким образом, основной параметр, характеризующий совершенство резонатора (добротность — Q) обычно находится в пределах в $10^9..10^{10}$. Учитывая затраты энергии на производство жидкого гелия необходимого для криостатирования, суммарный выигрыш от использования сверхпроводящих резонаторов относительно медных составляет два порядка. Помимо этого выигрыша сверхпроводящие резонаторы имеют и другие преимущества [5].

Каждый элемент ускорителя, взаимодействующий с пучком заряжен-

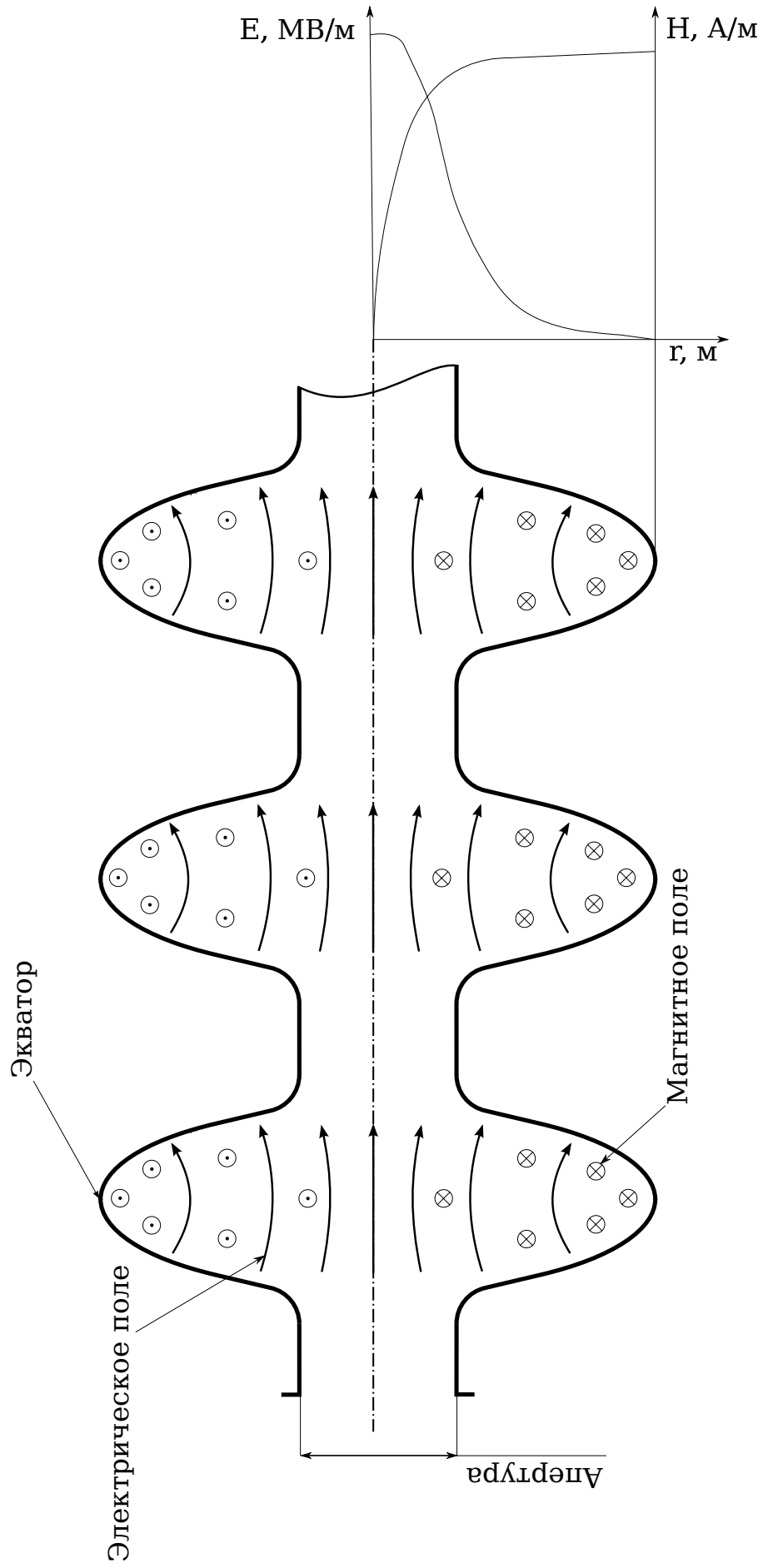


Рис. 1.2. Схема СВЧ резонатора

ных частиц, ухудшает его параметры, такие как распределение энергий, ореол пучка и даже максимальный ток. Благодаря тому, что сверхпроводящие резонаторы обеспечивают большее ускоряющее напряжение, сверхпроводящие системы могут быть короче, и, таким образом, вносить меньше помех в пучок. Вследствие высокого сопротивления меди, потери в медных резонаторах велики, поэтому их форма должна быть подобрана таким образом, чтобы обеспечивать высокое электрическое поле на оси резонатора (см. Рис. 1.2) при заданных омических потерях. Это требование приводит к тому, что апертура резонатора становится маленькой, что также отрицательно сказывается на качестве пучка. Из-за того, что сверхпроводящие резонаторы обладают низким сопротивлением возможно сконструировать резонатор с большей апертурой и обеспечить более высокое качество пучка для физических исследований.

1.2. Анализ причин снижения добротности резонатора

1.2.1. Примеси и химическая чистота ниобия

Качество изготовленного резонатора определяется зависимостью добротности колебательного контура от ускоряющего напряжения (см. Рис. 1.3). Основными требованиями к резонатору являются рабочее ускоряющее напряжение и необходимая добротность. Максимальное ускоряющее напряжение ограничено предельно допустимым магнитным полем в сверхпроводнике. Поскольку предельно допустимое магнитное поле сверхпроводника зависит от температуры, разрушение сверхпроводимости происходит при локальном перегреве участка сверхпроводника, сопровождающемся распространением нормальной зоны на весь резонатор. Это явление часто называют квенчем. Добротность резонатора определяется величиной по-

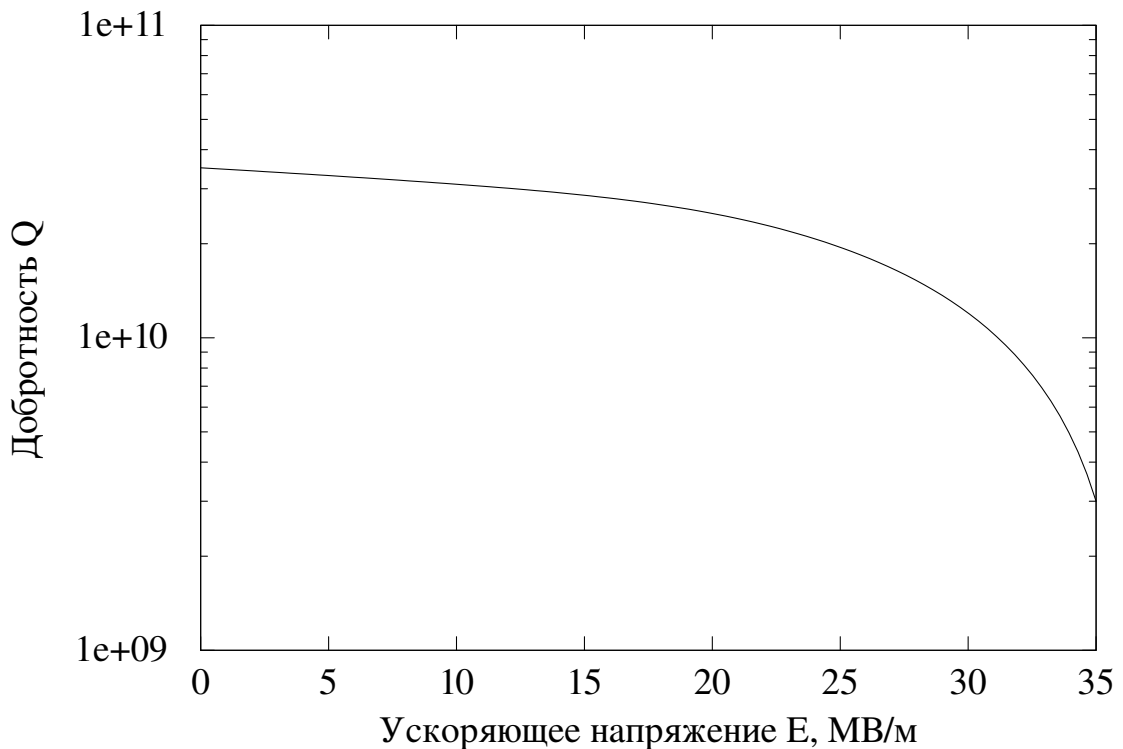


Рис. 1.3. Пример кривой добротности СВЧ резонатора

ть ВЧ энергии в резонаторе.

Электромагнитные свойства сверхпроводника в значительной мере зависят от температуры, поэтому тепловые эффекты в стенке резонатора оказывают большое влияние на его характеристики. Распределение температур в стенке в общем случае неравномерно и связано с концентрацией и локализацией примесных атомов в веществе. Требования к чистоте ниобия, используемого для изготовления СВЧ резонаторов разнятся в зависимости от конкретного типа резонатора, однако характер требований остается общим (см. таблицу 1). Самое высокое содержание из всех примесей имеет тантал. Ниобий трудно поддается очистке от примеси тантала, так как они имеют сходную природу и близкие химические свойства. Исследования [6], проведенные в 2005 г. показали, что относительное остаточное сопротивление не коррелирует с содержанием тантала в ниобиевых образцах. Также не было обнаружено никаких систематических данных о зависимости

величины напряженности магнитного поля теплового пробоя и добротности резонатора от концентрации тантала в диапазоне 160–1300 ppm, как до, так и после низкотемпературного отжига. Существуют также данные [7] об отсутствии влияния содержания тантала в пределах 523–1322 ppm на теплопроводность ниобия.

Таблица 1.

Допустимое содержание примесей в листовом ниобии [8]

Примесь	Допустимая концентрация, ppm
Ta	≤ 500
W	≤ 70
Ti	≤ 70
Mo	≤ 50
Fe	≤ 30
Ni	≤ 30
N	≤ 10
O	≤ 10
C	≤ 10
H	≤ 2
Другие металлы	≤ 30

Исследования [9] показали, что при охлаждении ниобиевых СВЧ резонаторов в присутствии магнитного поля, например магнитного поля земли, магнитные вихри захватываются при переходе в сверхпроводящее состояние. По одной из существующих теорий [5] захваченные вихри Абрикосова могут быть вызваны скоплениями магнитных примесей в материале [10]. Второй механизм захвата магнитных вихрей основан на локальном переходе сверхпроводника в нормальное состояние. На небольшом нормаль-

ном участке резонатора, образованном резким возрастанием температуры, возникает эффект Зеебека. Вызванный этим эффектом магнитный вихрь захватывается при последующем охлаждении участка. Захваченные таким образом вихри представляют собой нормальные участки ниобия. Это приводит к возникновению локального нагрева и искаженному распределению температур в резонаторе.

При контакте с атмосферой поверхность ниобиевого резонатора покрывается оксидной пленкой, которая препятствует диффузии газов. Поэтому для очистки ниобия от газовых примесей необходимо производить отжиг, разрушающий оксидную пленку. В результате термической обработки резонатора, освобожденный кислород, который диффундирует в толщу материала, образует скопления (Рис. 1.4). Повышенная концентрация кислорода в поверхностном слое ниобия до низкотемпературного отжига снижает критическую температуру и критическую напряженность магнитного поля (см. таблицу 2). Оксиды ниобия в поверхностном слое увеличивают поверхностное сопротивление сверхпроводника, вызывая локальное повышение температуры в местах концентрации оксидов. Столь нежелательное влияние кислорода на распределение температур и качество резонатора выражается в требованиях к низкому содержанию этой примеси в ниобии (не более 40 ppm).

Из всех примесей самое значительное влияние на качество резонатора оказывает водород. Согласно существующей спецификации, содержание водорода в листовом ниобии, используемом для изготовления резонатора, не должно превышать 3 ppm массовой концентрации. Качество резонатора очень сильно зависит от чистоты поверхности, поэтому каждый резонатор проходит химическую или электрохимическую полировку [12, 13]. В процессе химической обработки ниобий подвергается воздействию смеси кислот, которые разрушают защитную оксидную пленку, позволяя во-

Зависимость критических параметров ниобия от концентрации кислорода [11]

Концентрация кислорода	T_c , К	$H_C(0)$, Э
0,024	9,23	1910
0,139	9,03	1854
0,555	8,50	1717
0,922	8,10	1613
1,32	...	1528
2,00	7,33	1399
3,50	6,13	1102

дороду, концентрация которого в растворе велика, диффундировать в толщину стенки ниобиевого резонатора. Для снижения скорости диффузии водорода в ниобий, полировка осуществляется при низких температурах ≈ 20 °С. Однако, даже при такой температуре содержание водорода в ниобии может возрасти до 100–200 ppm. При комнатной температуре водород находится в свободном состоянии и его содержание может быть легко определено по изменению проводимости материала [14, 15], а также методами спектроскопии. В процессе охлаждения водород из свободной альфа-фазы переходит в бета и эpsilon фазы ниобий-водородного раствора. Наибольшая подвижность гидрида ниобия проявляется при температуре 100–150 К [16, 17]. При этих температурах водород-ниобиевые соединения скапливаются вокруг дислокаций, границ зерен или примесных атомов и молекул, таких, как субоксиды ниобия [18]. Скопления гидрида водорода повышают поверхностное сопротивление сверхпроводящего ниобия, вызывая точечную диссипацию энергии и резко снижая добротность резонатора с 10^{10} до 10^8 . Этот эффект носит название «водородной бо-

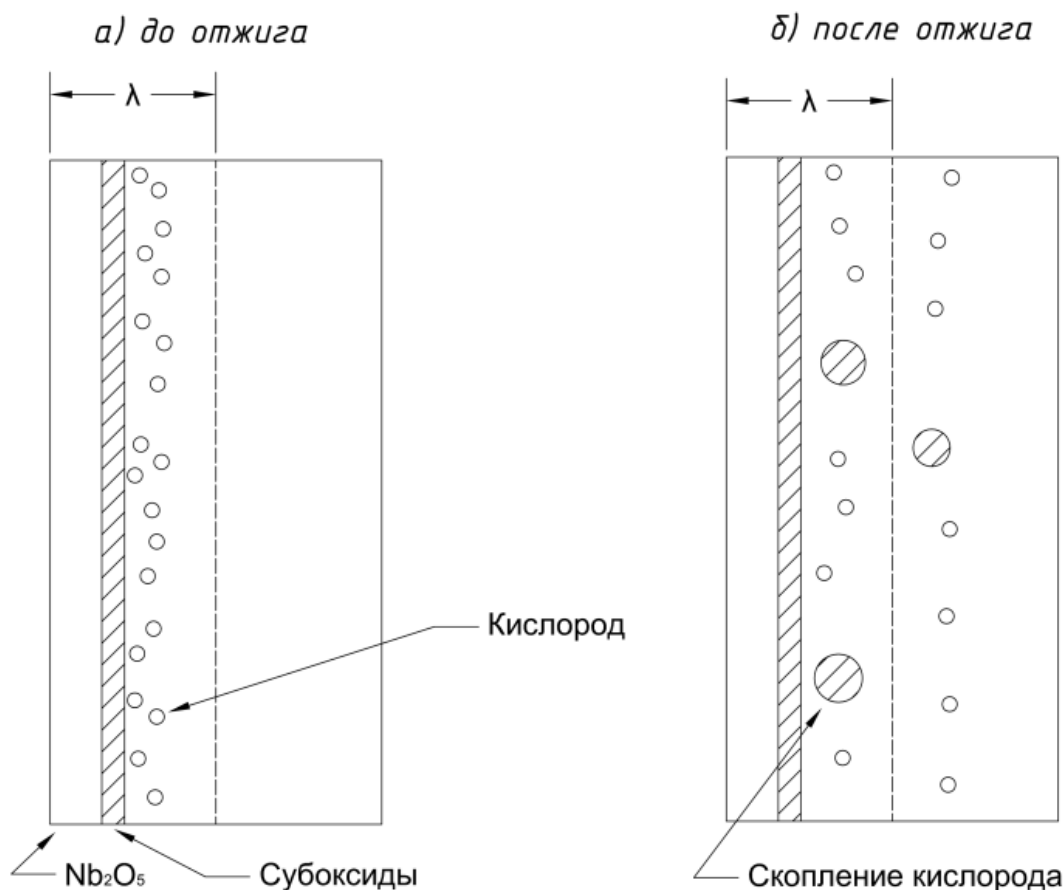


Рис. 1.4. Влияние термообработки на оксидную пленку ниобия

лезни». Недавние исследования [18] показали, что при увеличении концентрации кислорода в ниобии, распределение бета и эpsilon фазы раствора водорода в ниобии становится более равномерным, снижая, таким образом, локальный перегрев. Для удаления водорода, растворенного в ниобии в процессе электрохимической или химической полировки, проводится дегазация путем нагрева резонатора и выдержки в течение 12 часов при температуре 600 °С или 1–2 часа при температуре 800 °С. Отжиг приводит к частичной рекристаллизации материала, изменяя физические свойства резонатора. Снижение теплопроводности и увеличение теплоёмкости, вызванное наличием гидридов ниобия, может исказить равномерное распределение температуры и уменьшать тепловую устойчивость резонатора.

Таким образом, примеси, содержащиеся в ниобии или вызванные тех-

нологической обработкой, оказывают влияние в первую очередь на возникновение областей повышенной температуры. При небольших концентрациях примесей, эти области вызывает небольшое снижение добротности, однако при более высоких ускоряющих напряжениях и сильных магнитных полях, в них могут происходить переход в нормальное состояние. Вследствие высокой подвижности примесных атомов при комнатной температуре вокруг дефектов кристаллической решетки образуются скопления примесей. Кластеры примесных атомов вызывают значительно большее снижение теплопроводности ниобия, поэтому теплопроводность резонатора будет зависеть как от концентрации примесей, так и от его кристаллической структуры.

1.3. Снижение добротности резонатора в среднем диапазоне магнитных полей

Согласно существующей теории [5] рабочие характеристики резонатора определяются различными эффектами в зависимости от ускоряющего напряжения. Снижение добротности в среднем диапазоне магнитных полей оказывает значительное влияние на итоговые характеристики резонатора. Именно в этом диапазоне ускоряющих напряжений тепловые эффекты играют главную роль. При увеличении ускоряющего напряжения с 3 до 40 МВ/м добротность резонатора может уменьшиться в 4-6 раз [5]. Снижение добротности приводит к увеличенному выделению теплоты на уровне 1,8 К, соответственно увеличивая затраты на охлаждение резонатора. Анализ температурных карт работающих резонаторов [19] показывает, что в среднем диапазоне магнитных полей снижение добротности равномерно по всей поверхности, в отличие от сильных полей, в которых добротность

различных точек не одинакова. Это значит, что локальные эффекты, такие как газовые примеси или каверны на поверхности резонатора не являются причиной этого снижения добротности. Подобное снижение добротности может быть вызвано эффектом тепловой обратной связи поверхностного сопротивления: повышение температуры приводит к экспоненциальному росту поверхностного сопротивления, что, в свою очередь, приводит к нагреву поверхностного слоя. Это явление называется глобальной тепловой неустойчивостью (далее ГТН). В случае, когда отвод теплоты недостаточен для того, что компенсировать теплоприток за счет тепловой обратной связи, резонатор переходит в нормальное состояние. В отличие от квенча, данный процесс происходит по всей поверхности резонатора, а не в определенной точке, поэтому в меньшей мере зависит от качества внутренней поверхности резонатора. В такой ситуации практически достижимые в сверхпроводящем резонаторе ускоряющие напряжения ограничены такими потерями, как поверхностное сопротивление БКШ (Бардина-Купера-Шриффера), экспоненциально зависящее от температуры и нагрев поверхности за счет автоэлектронной эмиссии. Теплопроводность ниобия и сопротивление Капицы на границе контакта металл-сверхтекучий гелий играют ключевую роль в возникновении ГТН. Опубликованные результаты [20] термомагнитных симуляций, проведенных для бездефектных резонаторов показали, что при увеличении рабочей температуры резонатора на несколько десятых градуса, переход в нормальное состояние по причине ГТН может происходить при значительно меньших полях. Поскольку эффект ГТН определяется температурой поверхностного слоя, плохое охлаждение, вызванное низкой теплопроводностью может способствовать переходу резонатора в нормальное состояние.

Модель тепловой обратной связи была впервые применена [21] для анализа значительного снижения добротности в среднем диапазоне элек-

ромагнитных полей для 3 ГГц резонаторов, равно как и для предсказания тепловой неустойчивости при более высоких электромагнитных полях. Показания термометров, измеряющих температуру на поверхности резонатора, доказали, что эффект, который имеет место обладает глобальной природой. Явление глобальной тепловой неустойчивости также было обнаружено на нескольких сверхпроводящих резонаторах, работающих при частотах 2,8 ГГц [22] и 3,9 ГГц [23].

Модель тепловой обратной связи [24] с достаточной точностью подтверждается данными [3, 25], полученными при испытании высокочастотных ($>2,5$ ГГц) резонаторов, в остальных же случаях реальная кривая добротности проходит круче, чем теоретическая. Учет нелинейной зависимости поверхностного сопротивления БКШ от температуры, включающий эффект разрушения куперовских пар, дает более быстрое падение добротности, которое зачастую не совпадает с наблюдаемым. Такие трудности возникают из-за того, что модели, описывающие уменьшение добротности резонатора в среднем диапазоне магнитных полей и тепловую обратную связь, основываются на данных, зависящих от большого числа физических параметров, некоторые из которых неизвестны для каждого отдельного резонатора или даже для каждого теста: частота переменного магнитного поля, температура жидкого гелия в охлаждающей ванне, теплопроводность, и, в особенности, величина фононного пика, сопротивление Капицы, толщина стенки, средняя длина свободного пробега электронов, которая изменяется при низкотемпературном отжиге, и остаточное сопротивление [5]. Поэтому важно изучить влияние каждого из этих параметров на добротность сверхпроводящего резонатора.

1.4. Тепловая обратная связь и теплопроводность ниобия

Поверхностное сопротивление R_S , Ом, для слабых электромагнитных полей, после разложения в ряд Тейлора, может быть представлено в следующем виде [5]:

$$R_S = R_{S0} \left(1 + \gamma \frac{H_P^2}{H_C^2} \right),$$

$$\gamma = H_C^2 R_{BCS} \frac{\Delta}{2k_b T^2} \left(\frac{d}{\kappa} + R_K \right),$$

где R_{S0} — поверхностное сопротивление при 15 мТл, Ом; H_P — напряженность действующего магнитного поля, А/м; H_C — критическое поле для ниобия, А/м; R_{BCS} — сопротивление БКШ, Ом; 2Δ — энергетическая щель сверхпроводника, Дж; k_b — постоянная Больцмана, Дж/К; T — температура ванны с жидким гелием, К. Таким образом, наклон кривой добротности в среднем диапазоне электромагнитных полей характеризуется величиной γ . Приближенное значение γ подсчитывается, исходя из предположений о постоянстве толщины стенки d , м, теплопроводности κ , Вт/(м·К), и сопротивлении Капицы R_K , Вт/(м²·К).

Для того, чтобы определить наклон кривой добротности резонатора при сильных электромагнитных полях, необходимо учитывать все зависящие от температуры функции, такие как поверхностное сопротивление БКШ, теплопроводность и сопротивление Капицы. Варьируя различные параметры, возможно оценить их влияние на изменение добротности в среднем диапазоне электромагнитных полей.

В настоящее время для оценки теплопроводности [26] всего два параметра — ООС, характеризующее чистоту ниобия, и средняя длина свободного пробега фононов (см. разд. 1.5.3). Ниобий, использующийся для изготовления сверхпроводящих резонаторов, характеризуется $ООС \approx 300$ [8] и размером зерна порядка 50 мкм. Такое значение ООС [27] является оп-

тимальным исходя из соотношения затрат на очистку ниобия для обеспечения требуемой добротности и ускоряющего напряжения резонатора. Результаты численного моделирования теплопроводности [24], подтверждаемые экспериментальными данными [26, 28, 29], показывают, что ООС влияет в первую очередь на теплопроводность выше 2 К (см. Рис. 1.5 и разд. 1.5.2).

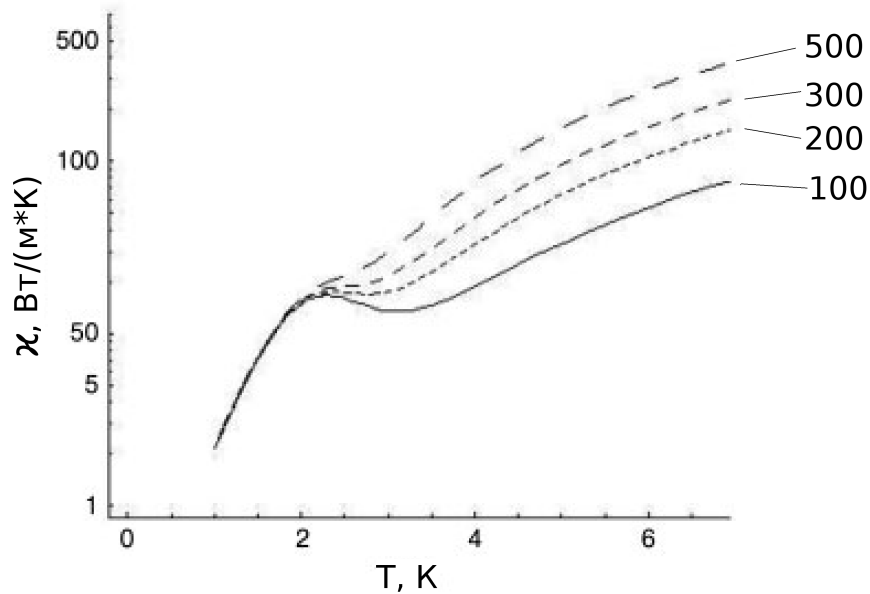


Рис. 1.5. Численное моделирование теплопроводности ниобия для разного ООС [24]

Наиболее сильно коэффициент γ зависит от средней длины свободного пробега фононов. На Рис. 1.6 показаны значения коэффициента γ в зависимости от средней длины свободного пробега фононов. Значение коэффициента γ уменьшается с 1,35 до 0,2 при появлении и возрастании фононного пика и увеличении теплопроводности ниобия. В настоящее время для изготовления резонаторов широко используются мелкокристаллические резонаторы, поскольку такая кристаллическая структура гарантирует одинаковые механические свойства у всех листов, что позволяет производителю уменьшить затраты на проверку и испытания материала. Однако, исследо-

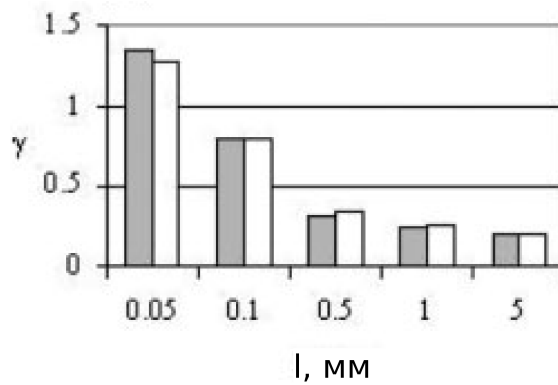


Рис. 1.6. Зависимость коэффициента γ от средней длины свободного пробега фононов полученные численно и аналитически [24]

вания [24, 27] показывают, что использование крупнокристаллического ниобия позволит обеспечить более высокую теплопроводность в требуемом диапазоне температур (см. Рис. 1.7), а также необходимые механические свойства, снизить процент брака и уменьшить удельную стоимость одного резонатора. Стоит отметить, что остальные параметры, а именно: толщина стенки, остаточное сопротивление и относительное остаточное сопротивление, не оказывают такого значительного влияния на наклон кривой добротности, как длина свободного пробега фононов для полей вплоть до 100 мТл [5]. Поэтому, необходимо дополнительное изучение реальной средней длины свободного пробега и влияния кристаллической структуры на теплопроводность для обеспечения соответствия аналитических моделей реальным процессам.

Основное, что можно заметить, сравнивая результаты аналитических тепловых моделей [24] с экспериментальными данными [25, 30], это заниженные результаты для кривой добротности моделей включающих стандартное сопротивление БКШ для частот меньше 2,5 ГГц. Экспериментальные значения [25, 30] коэффициента γ колеблются от 2 до 4, в то время, как результаты для тепловых моделей меньше 1. Существует несколько

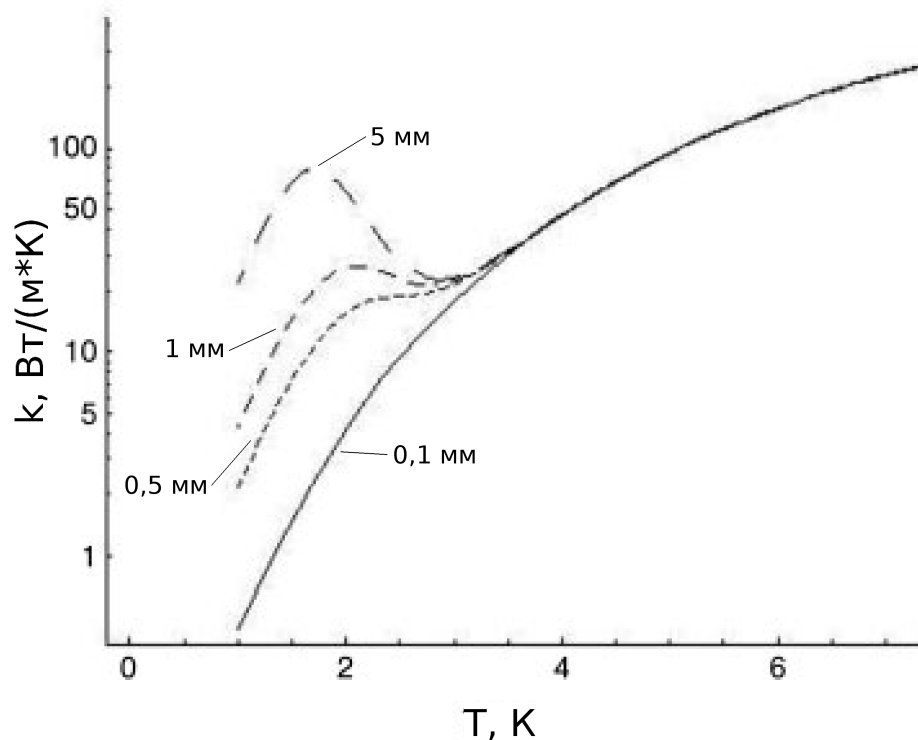


Рис. 1.7. Численное моделирование теплопроводности Nb $OOC=300$ для различной средней длины свободного пробега фононов [24]

возможных причин такому несовпадению. Первая проблема состоит в том, что сопротивление Капицы обычно неизвестно с достаточной точностью. Другая сложность вытекает из неопределенности величины фононного пика теплопроводности, величину которого в настоящее время невозможно определить на основании данных термомеханической обработки материала.

Для модели [31], учитывающей нелинейный характер поверхностного сопротивления БКШ заметны существенные изменения в значении коэффициента γ . Для значения средней длины свободного пробега фононов 0,1 мм и частоты электромагнитного поля 1,3 ГГц коэффициента γ равен 2, вместо предыдущих 0,7, что лучше согласуется с экспериментальными данными. Сравнение расчета по модели [31] с нелинейным характером зависимости поверхностного сопротивления БКШ от электромагнитного

поля, с экспериментом [24] дает смешанные результаты. Попытки подогнать результаты расчета под экспериментальные данные учитывая только квадратичную зависимость сопротивления БКШ, но не полный нелинейный эффект, показывают лучшее соответствие экспериментальным кривым [22]. Стоит учесть, что в проведенном анализе для моделирования теплопроводности также используются лишь два параметра. Упрощенное аналитическое соотношение, используемое для оценки коэффициента теплопроводности в проведенном анализе может приводить к большим погрешностям и являться причиной отличия полученных результатов от экспериментальных данных.

На основе проведенного анализа основных источников снижения добротности ниобиевых СВЧ резонаторов, можно сделать вывод о ключевой роли тепловых эффектов. Распределение температур в стенке резонатора определяет не только потери мощности в резонаторе, но и максимально достижимые ускоряющие напряжения. Для улучшения качества современных резонаторов необходимо тщательное исследование теплофизических свойств ниобия в сверхпроводящем состоянии.

1.5. Теплопроводность

1.5.1. Теплопроводность сверхпроводников при низких температурах

Передача теплоты в металлах при низких температурах обеспечивается двумя независимыми механизмами. Первый — электронная теплопроводность, передача тепловой энергии за счет движения проводящих электронов. Второй механизм — решеточная теплопроводность, передача теплоты фононами — направленными совместными квантованными вибрациями термически возбужденных ионов кристаллической решетки. Фононы

также отвечают за теплоемкость и тепловое расширение металлов. Для чистых металлов и низколегированных сплавов фононная составляющая теплопроводности значительно меньше, чем электронная составляющая. Однако, для сверхпроводящего материала соотношение фононной и электронной составляющих теплопроводности иное. Согласно теории БКШ, электроны, образующие куперовские пары не участвуют во взаимодействиях и, соответственно, не переносят тепловую энергию. Хотя спаренное состояние энергетически более выгодно при температурах меньше критической, не все электроны находятся в основном бозонном состоянии при $0 < T < T_c$, так как есть конечная вероятность того, что некоторые пары распадутся из-за теплового возбуждения. Вероятность определяется фактором Больцмана $-\frac{\Delta(T)}{k_b T}$. Ниже температуры $T = T_c/2$ плотность куперовских пар $n_s(T)$ близка к $n_s(T = 0)$, а количество неспаренных электронов n_e определяется по формуле [32]

$$n_e \approx 2n_s(T = 0) \cdot \exp(-y), \left(T < \frac{T_c}{2} \right), \quad (1.1)$$

$$y = \frac{\Delta(T)}{k_b T}.$$

Поскольку магнитное поле присутствует только в поверхностном слое сверхпроводника за счет эффекта Мейснера, теплопроводность сверхпроводящего материала не зависит от внешних электромагнитных полей. Таким образом, совокупная теплопроводность κ представляет собой сумму двух взаимозависимых компонент: электронной составляющей теплопроводности, κ_e , и решеточной составляющей теплопроводности, κ_g :

$$\kappa = \kappa_e + \kappa_g.$$

1.5.2. Электронная составляющая теплопроводности

Существуют два основных механизма, влияющих на электронную составляющую теплопроводности. Первый — рассеивание электронов тепловыми колебаниями решетки — фононами, так называемое электрон-фононное сопротивление, W_L , наиболее характерное для металлов. Вторым механизмом — это рассеивание электронов дефектами (как примесями, так и дислокациями кристаллической решетки), называемое электрон-дефектным сопротивлением, W_0 . Суммарная электронная составляющая теплопроводности κ_e , Вт/(м·К) обратно пропорциональна сумме двух сопротивлений:

$$\frac{1}{\kappa_e} \equiv W_e = W_L + W_0 + W_{L0} ,$$

где W_{L0} , м·К/Вт, — малая величина, имеющая только теоретический смысл и на практике играющая незначительную роль. Поэтому применение правила Матиссена, $W_e = W_L + W_0$, м·К/Вт, будет с определенной точностью верно. Электрон-фононное сопротивление имеет W_L , м·К/Вт, степенную зависимость от температуры:

$$W_L = aT^n (n \approx \text{от } 2 \text{ до } 3, T < 40 \text{ К}) ,$$

а электрон-дефектное — $W_0 = M/T$, м·К/Вт, для любой температуры. Константа a , характеризующая электрон-фононное сопротивление, является неотъемлемым характерным свойством (как, например, характеристическая температура Дебая, θ_D) для данного металла и не меняется при наличии незначительных количеств примесей или физических дефектов. Постоянная M , м·К²/Вт, в формуле электрон-дефектного сопротивления зависит от количества дефектов и кристаллической структуры каждого отдельного образца.

Удельное электрическое сопротивление ρ , Ом·м, имеет непосредствен-

ную связь с электронной составляющей по средством закона Видемана-Франца:

$$\rho = L_0 W_e T ,$$

где L_0 — число Лоренца, фундаментальная константа, значение которой было получено Зоммерфельдом, Вт·Ом/К²:

$$L_0 = \frac{\pi^2}{3} \left(\frac{k_b}{e} \right)^2 = 2.44 \times 10^{-8} ,$$

где e — электрический заряд. Анализ данных [26, 33] показывает, что теоретическое значение числа Лоренца отличается от полученных экспериментально величин.

Суммарное электрическое сопротивление приблизительно равно сумме двух составляющих сопротивлений — электрон-фононного ρ_L , Ом·м, и остаточного или электрон-дефектного сопротивления ρ_0 , Ом·м. Относительное остаточное сопротивление, используемое в качестве характеристики чистоты материала характеризует лишь электрон-дефектное сопротивление. Поскольку с понижением температуры для чистого металла электрон-дефектное рассеивание доминирует, относительное остаточное сопротивление часто используется для оценки теплопроводности чистых металлов, например меди. В сверхпроводящем состоянии, вследствие уменьшения числа неспаренных электронов, роль фононов и электрон-фононного рассеивания возрастает. Таким образом, относительного остаточного сопротивления недостаточно для оценки теплопроводности сверхпроводника.

Теплопроводность сильно зависит от концентрации примесных веществ, физических дефектов или кристаллической структурой, что может проявляться в виде пиков кривой теплопроводности, в отличие от удельной теплоемкости или коэффициента теплового расширения чистых металлов,

которые такой зависимости не обнаруживают. Успешное предсказание теплопроводности с относительной погрешностью до 10–20 % зависит от точного анализа возможных механизмов рассеивания и наличия экспериментальных данных для данного металла [33].

1.5.3. Фононная составляющая теплопроводности

Как уже было сказано ранее, большая часть электронов в сверхпроводнике образуют куперовские пары, поэтому с точки зрения теплопроводности, сверхпроводник ведет себя подобно диэлектрику. Существуют три основных процесса, определяющие фононную теплопроводность. Первый процесс — рассеивание фононов электронами или фонон-электронное сопротивление W_E , м·К/Вт. Это противоположность электрон-фононному сопротивлению. Вторым процессом — рассеивание фононов на дислокациях, фонон-дислокационное сопротивление W_D , м·К/Вт. Третьим процессом — рассеивание фононов на точечных примесях — фонон-примесное сопротивление W_P , м·К/Вт. Первые два процесса ограничивают решеточную составляющую теплопроводности при низких температурах, третья составляющая оказывает доминирующее влияние при высоких температурах. Кроме того, существует также фонон-фононное сопротивление, называемое процессом переброса, которое встречается чаще в диэлектриках, чем в металлах, и наблюдается при высоких температурах.

Фонон-электронное и фонон-дислокационное сопротивления имеют одинаковую зависимость от температуры. Таким образом, для отдельно взятого образца практически невозможно выделить эти составляющие теплопроводности. Для отожженных образцов эти сопротивления будут иметь значения одного порядка величины, для не отожженных — фонон-дислокационное сопротивление будет значительно больше, чем фонон-электрон-

ное сопротивление. При температурах ниже 40 К решеточная теплопроводность чистого металла может быть представлена в виде суммы [33]:

$$\frac{1}{\kappa_g} \equiv W_g = W_E + W_D + W_P = (E + F)T^{-2} + PT ,$$

где E, F, P — коэффициенты, характеризующие взаимодействие фононов с электронами, дислокациями и примесями соответственно для данного материала. Таким образом, фонон-примесное рассеивание оказывает незначительное влияние при низких температурах. В сверхпроводниках под влиянием конденсации нормальных электронов в куперовские пары, фонон-электронное сопротивление резко снижается [4]:

$$W_E = \frac{\exp(-y)}{DT^2} ,$$

где $\exp(-y)$ определена ранее (см. (1.1)), а коэффициент D , Вт·К³/м, определяется как [26]:

$$D = \frac{27I_3(\infty)\kappa_{295}}{4(\pi N_a \theta_D)^2} ,$$

где $I_3(\infty) = 7,2$ — интеграл Грюнрайза третьего порядка; κ_{295} — теплопроводность металла при комнатной температуре, Вт/(м·К); N_a — эффективное число проводящих электронов; θ_D — температура Дебая, К. Температурная зависимость фонон-дислокационного сопротивления для чистых монокристаллов определено в [34]:

$$W_D = \frac{1}{BlT^3} , \quad (1.2)$$

где l — средняя длина свободного пробега фононов, а B , Вт/(м²К⁴), определяется через шаг кристаллической решетки a_0 , Å:

$$B = \frac{3,53 \cdot 10^9}{(a_0 \theta_D)^2} .$$

Данная модель позволяет оценить значение теплопроводности с относительной погрешностью $\approx 35\%$ [26], однако требует точного знания констант B и D , значения которых отличаются от теоретических, и средней

длины свободного пробега фононов l . Точное значение средней длины свободного пробега установить тяжело, кроме того эта величина в определенной степени зависит от температуры. Таким образом, с понижением температуры определяющим становится фонон-дислокационное сопротивление, зависящее от количества дислокаций и размера зерен. При достаточно слабом фонон-дислокационном сопротивлении и большой средней длине свободного пробега фононов теплопроводность возрастает с понижением температуры, образуя фононный пик в ограниченном диапазоне температур. В ряде других работ [7, 28, 35] данная модель анализируется с точки зрения комплексов параметров. Однако, стоит отметить, что выбор комплексов параметров необоснован с теоретической точки зрения, поэтому результаты носят строго прикладной характер и не позволяют оценить влияние отдельных процессов рассеивания в сверхпроводящем ниобии на его теплопроводность.

Теплопроводность сверхпроводящего материала наиболее сильно зависит от величины фонон-дислокационного сопротивления, которое определяется наличием дислокаций в материале и его кристаллической структурой. Для решения задачи повышения теплопроводности, необходимо определить влияние параметров материала, зависящие от его термомеханической обработки, на возникновение фононного пика.

1.6. Теплопроводность ниобия

1.6.1. Теплопроводность монокристаллического ниобия

Теплопроводность сверхпроводящего ниобия была объектом научного интереса в течение двух периодов по независимым причинам. Значительная часть экспериментов была проведена с 1969 по 1987 год. Основной за-

дачей этих исследований явилось определение электронной и фононной составляющих теплопроводности в рамках теорий БКШ и БРТ [4].

Во всех рассмотренных работах [36–45] для определения теплопроводности использовался метод стационарного теплового потока с образцом в форме стержня. Наиболее широко представлены сверхчистые монокристаллические образцы с большим относительным остаточным сопротивлением от 2000 [36–41] до 20000-30000 [42, 43]. Монокристаллы такой чистоты характеризуются малым количеством дефектов и дислокаций, а также низким содержанием примесей (предельная концентрация тантала <100 ppm). Для таких образцов значительное влияние на теплопроводность оказывает рассеивание фононов на границах образца [34]. Размеры образцов в данных работах находятся в следующих пределах: длина — 85–140 мм, диаметр — 3–4 мм [36–39, 42, 43]. Особым случаем являются результаты работы [40, 41], в которой диаметры образцов составляют 0,31 мм и 0,69 мм, что вызвано, вероятно, выбранным методом получения сверхчистых монокристаллов. Очистка образцов от примесей и кристаллическая структура обеспечивалась при помощи зонной плавки, с последующим отжигом, за исключением образцов в работах [36–39], которые не были отожжены. Для сравнения авторами приведены данные теплопроводности образцов с низким относительным остаточным сопротивлением: 195 [40, 41], 196, 135, 26 [36–39]. Важно отметить, что кривые (см. Рис. 1.8) грязных образцов с низким относительным остаточным сопротивлением имеют отчетливо различимый фононный пик, который наблюдается в диапазоне температур 1,6–2,5 К. Низкое значение относительного остаточного сопротивления вызвано высоким содержанием примесей. Кроме того, отчетливо проявляется эффект рассеивания на границах образца для тонких образцов в работах [40, 41], в которых фононный пик в сверхчистых образцах с относительным остаточным сопротивлением > 5000 не наблюдается.

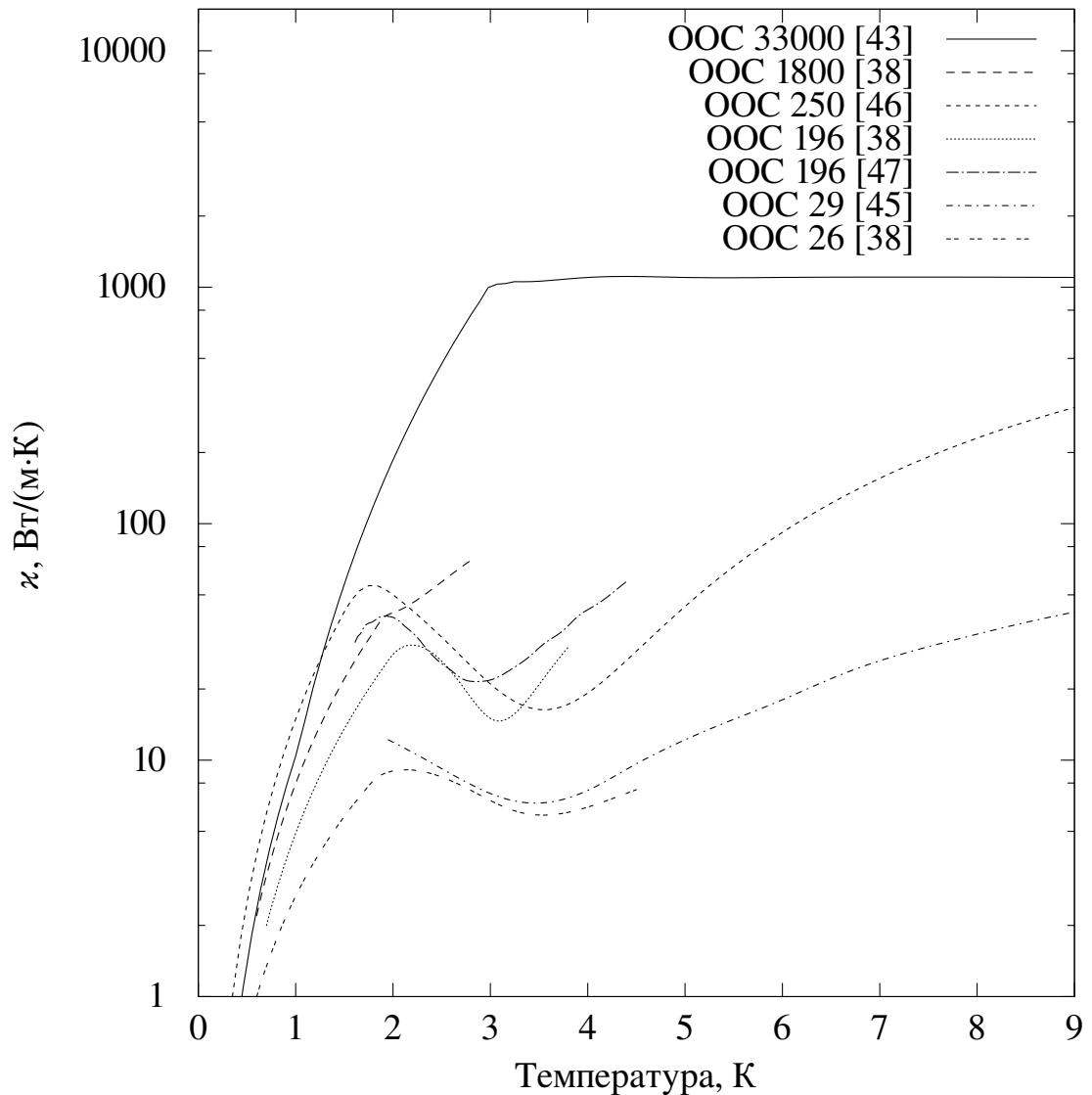


Рис. 1.8. Теплопроводность монокристаллических образцов ниобия с различным ООС по данным [38, 43, 45–47]

Аналогичную предварительную обработку проходили образцы в работе [44], описывающей исследование сопротивления Капицы. По этой причине образцы имели нестандартное отношение диаметра и длины, близкое к 1. В представленных результатах фонный пик не наблюдается. Использование относительно короткого образца привело к высокой порешности измерения ($\approx 20\%$ [44]), поэтому фонный пик может быть неразличим на представленной в работе кривой. Среди рассмотренных работ так-

же выделяется исследование [45], которое было одним из первых в данном направлении. Изучаемый образец имел низкое содержание примесей, на уровне рассмотренных выше сверхчистых образцов, и низкое относительное остаточное сопротивление $\text{ООС} = 29$, вызванное, по словам авторов, наличием большого числа дефектов и дислокаций. Представленная кривая теплопроводности (Рис. 1.8) имеет небольшой пик теплопроводности, что требует дополнительных пояснений. Наличие фононного пика говорит о том, что средняя длина свободного пробега фононов достаточно велика, чтобы обеспечить рост теплопроводности ниобия ниже 2 К. Это означает, что влияние даже большого числа дефектов и дислокаций может слабо сказываться на средней длине свободного пробега в данном диапазоне температур.

Отдельно следует рассмотреть серию работ [46, 48–52], посвященных исследованию влияния пластических деформаций на отдельные составляющие теплопроводности сверхпроводящего ниобия. Также, как и в описанных выше работах, для определения теплопроводности используется метод стационарного теплового потока в образцах в форме стержня [48] с диаметром 3,3–4 мм. Относительное остаточное сопротивление образцов находилось в пределах 185–2500 и изменялось при помощи легирования очищенного ниобия углеродом или азотом [46, 49, 50]. Все полученные кривые теплопроводности недеформированных образцов имели фононный пик вне зависимости от относительного остаточного сопротивления (см. Рис. 1.8). Это подтверждает ранее сделанный вывод о низкой чувствительности фононного пика к содержанию примесей. Влияние пластической деформации на фононный пик теплопроводности зависит от степени и температуры деформации. При небольших пластических деформациях фононный пик сохранялся. Поскольку определение относительного остаточного сопротивления деформированных образцов не производилось невозможно обнару-

жить влияние зависимость сопротивления от степени деформации. Стоит отметить, что в данной серии работ использовались только монокристаллические образцы. Исследования мелкокристаллических образцов не проводилось.

Погрешность определения теплопроводности рассмотренных работ варьируются в пределах от $\approx 20\%$ [44] до 4% [45, 48]. В качестве термометров во всех работах использовались угольные резисторы (термисторы), поэтому в каждой установке использовался дополнительный калиброванный термометр, для калибровки термисторов по месту. Точность измерения во многом зависит от используемой функции приближения калибровочных данных, особенно это важно в случае угольных термометров. Только в одной работе [48] учтена эта погрешность. Наименьшая относительная погрешность, заявленная в работах [36–38], составляет 2% . Стоит отметить, что в описании процедуры измерения не были учтены термоэлектрические эффекты. Кроме того, определение теплопроводности проводилось двумя независимыми измерениями с различным положением термометров. Это означает, что между экспериментами установка отогревалась и термометры менялись местами. Также отсутствует информация об используемой функции приближения калибровочных данных. Учитывая эти замечания, можно предположить, что значение погрешности в этих экспериментах сильно занижено, что не является редкостью в подобных исследованиях [33].

В рассматриваемых работах исследовались монокристаллические сверхчистые или очень грязные образцы, а также влияние пластических деформаций на теплопроводность сверхпроводящего ниобия. Как было показано ранее, теплопроводность сверхпроводящего ниобия значительно зависит от содержания примесей в металле. Ниобий СВЧ резонаторов характеризуется содержанием примесей [8], отличным от изученных в рассмотрен-

ных выше работах образцов. Кроме того, высокая подвижность примесных атомов при комнатной температуре способствует образованию скоплений вокруг дефектов кристаллической решетки. Подобные скопления увеличивают рассеивание электронов и фононов, снижая теплопроводность. Таким образом, на основании результатов рассмотренных работ невозможно сделать выводы о зависимости теплопроводности ниобия СВЧ резонаторов от степени очистки, технологии обработки, содержания примесей и кристаллической структуры.

1.6.2. Теплопроводность ниобия СВЧ резонаторов

Микро- и макроструктура, размер зерен в поликристалле, степень упорядоченности кристалла, могут оказывать значительное влияние на теплопроводность ниобия. В процессе изготовления резонатора материал претерпевает изменения кристаллической структуры, содержания примесей, накапливаются остаточные напряжения, осуществляется перераспределение примесных атомов. Таким образом, термическое сопротивление резонатора непосредственно зависит от технологии изготовления резонатора.

Наиболее распространенным способом изготовления сверхпроводящих ниобиевых резонаторов является сварка электронным лучом из двух половинок, полученных листовой штамповкой. Ниобиевые листы получают многократной прокаткой ниобиевого слитка, очищенного зонной плавкой. Заключительной операцией технологического цикла является отжиг готового резонатора. В настоящее время отжиг используется для удаления водорода как основной примеси, влияющей на добротность резонатора (см. Стр. 20). Такой отжиг незначительно влияет на кристаллическую структуру, и содержание остальных примесей. Отжиг при температурах 1000–1100 °С вызывает увеличение размера зерна и изменение механических свойств, а так-

же снижает содержание кислорода, азота и углерода в материале и используется только в лабораторных тестах [53]. Влияние кристаллической структуры ниобия на параметры и характеристики резонатора остается невыясненным до сих пор. Размеры зерен в листах сверхпроводящего ниобия, из которых изготавливается резонатор, варьируется в значительных пределах: от < 65 мкм для мелкокристаллического ниобия до нескольких десятков сантиметров в крупнокристаллического. Существуют резонаторы, половинки которых изготовлены из единого кристалла. Стоит отметить, что многократная прокатка при изготовлении ниобиевого листа используется для получения мелкокристаллической структуры [5]. Границы зерен, являющиеся дефектами кристаллической структуры, представляют из себя скопление дислокаций и примесных атомов. Благодаря повышенной скорости диффузии примесей вдоль границ зерен, рассеивающие эффекты этих границ усиливаются при снижении чистоты ниобия. Температурные карты, полученные методом температурного сканирования наружной поверхности сверхпроводящего резонатора, показывают, что для крупнокристаллических резонаторов повышение температуры не сконцентрировано на границах зерен (Рис. 1.9). Несмотря на различие кристаллической структуры различных типов резонаторов, их добротности и ускорительные градиенты отличаются незначительно, что показывает вторичную роль влияния межзеренных границ на электромагнитные характеристики резонатора. Несколько различных факторов оказывают противоположное влияние на электромагнитные характеристики резонатора.

Влияние межзеренных границ в настоящее время изучается в Мичиганском Государственном университете. В работах [7, 28, 35, 47] рассматривались бикристаллические образцы плоской формы с межзеренной границей, перпендикулярной градиенту температур. Наиболее широко исследовано влияние пластических деформаций на теплопроводность межзеренной гра-

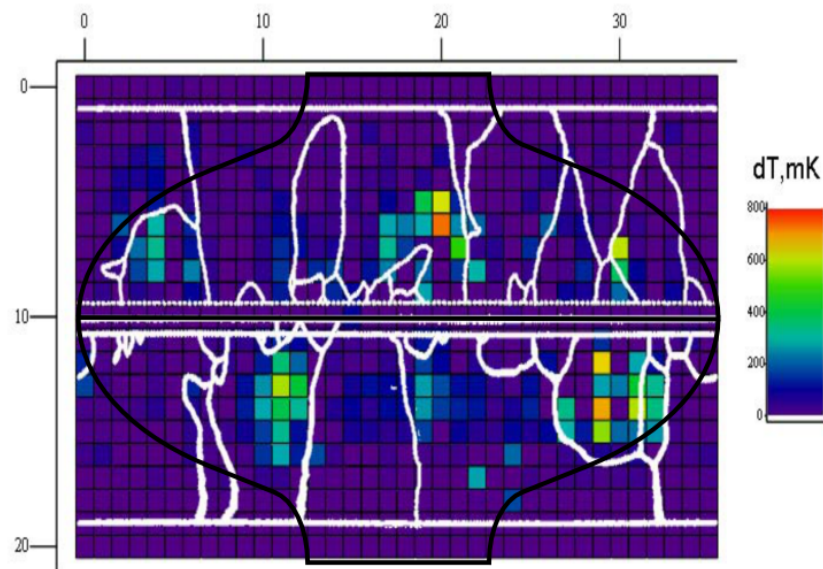


Рис. 1.9. Температурная карта крупнокристаллического резонатора [54]

ности. Рассмотренные пластические деформации в различной степени снизили теплопроводность образца (Рис. 1.10). Последующий отжиг восста-

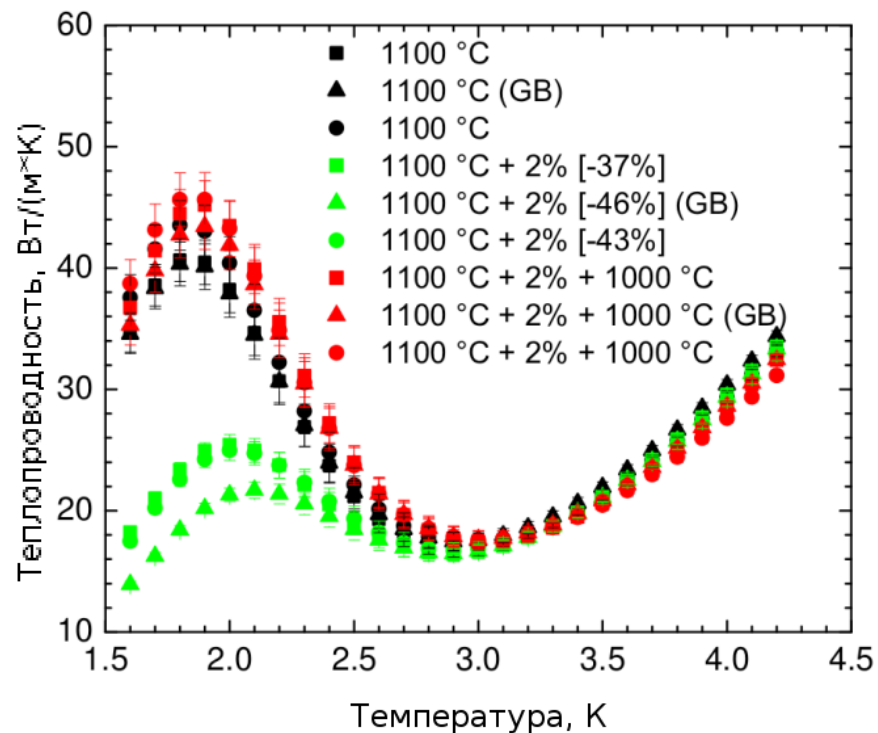


Рис. 1.10. Влияние деформаций и последующей термообработки на теплопроводность

навливал теплопроводность ниобия частично или полностью по сравнению со значениями до деформации. Сравнение с теплопроводностью монокристаллического образца той же формы для оценки влияния рассеивания фононов на межзеренной границе не приведено. Это может быть вызвано тем, что при заявленной относительной погрешности в 7 % [55] снижение теплопроводности за счет одной межзеренной границы будет неразличимо. Результаты [56], полученные на установке [55] несколькими годами раньше подтверждают сильное снижение теплопроводности сверхпроводящего ниобия после значительной пластической деформации образца. Данное исследование направлено в первую очередь для определения эмпирических рекомендаций для технологической обработки без выяснения фактических причин, вызывающих изменения теплопроводности. Стоит отметить, что все исследования проводились только для бикристаллических образцов — образцов с одной межзеренной границей перпендикулярно потоку теплоты (см. Рис. 1.11). Такой образец был использован для иссле-

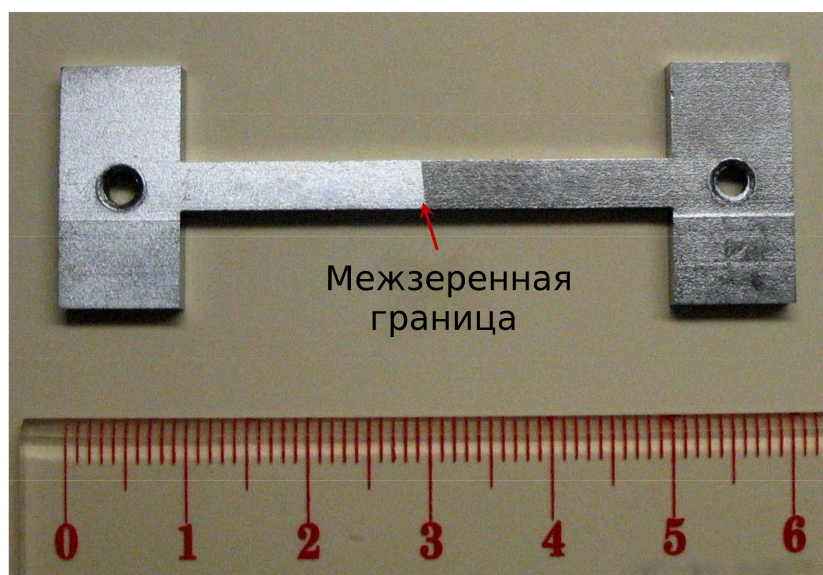


Рис. 1.11. Бикристаллический образец [47]

дования влияния рассеивания фононов на межзеренной границе на теплопроводность ниобия в условиях различных степеней деформации. Отдача

теплоты в резонаторе идет по направлению от внутренней поверхности к внешней, поэтому, в случае крупнокристаллического резонатора тепловой поток идет параллельно межзеренной границе. Эксперимент [57], проведенный на базе Института Ядерных Исследований в Орсе, также демонстрирует влияние межзеренных границ на теплопроводность отожженного крупнокристаллического образца. Вследствие особенности измерительного стенда [58], относительная погрешность определения теплопроводности составляет 20 % [57], поэтому полученные результаты требуют подтверждения и уточнения.

Другим фактором, оказывающим влияние на распределение температур в стенке резонатора является сварная операция. Нагрев и плавление материала в зоне сварного шва вызывает плавление и рекристаллизацию зоны сварного шва (см. Рис. 1.12). Так как сварка осуществляется под ваку-

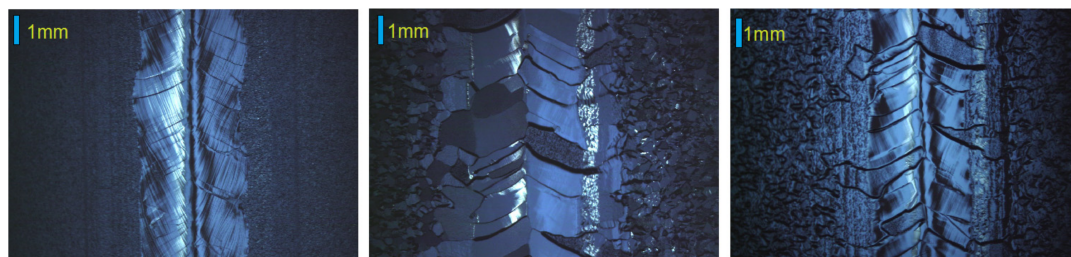


Рис. 1.12. Кристаллическая структура экватора до (слева) и после снятия поверхностного слоя [59]

умом ($\approx 2 \cdot 10^{-5}$ мбар), при плавлении материала происходит дегазация, которая приводит к образованию каверн и нарушению сплошности материала в области сварного шва. Для очистки внутренней поверхности применяется электрохимическая или химическая полировка. После травливания грязного поверхностного слоя, полости в зоне сварки превращаются в каверны на поверхности резонатора. Характерный размер таких каверн составляет 10–50 мкм, что сопоставимо с размером кристаллического зерна. Они яв-

ляются концентраторами электромагнитного поля, а также обладают меньшими значениями теплопроводности, поэтому часто приводят к тепловому пробую даже при низких значениях ускоряющего напряжения. Это связано также и с тем, что в областях наиболее удалённых от оси резонатора величина напряженности магнитного поля достигает максимального значения. Статистические данные исследования ниобиевых резонаторов [59–63] показывают, что в большинстве случаев квенч возникает на экваторе, по которому идет сварка двух половинок резонатора (Рис. 1.13). Оптическая

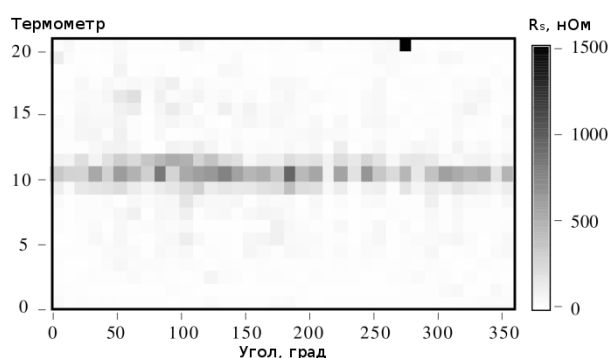


Рис. 1.13. Температурная карта резонатора [5]

инспекция областей, служивших началом теплового пробоя сверхпроводящего резонатора в большинстве случаев обнаруживает небольшие каверны (Рис. 1.14) размером ≈ 10 мкм.

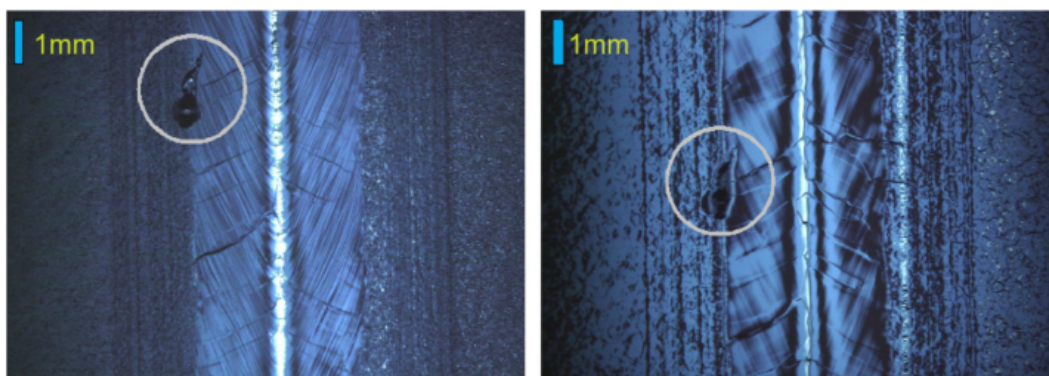


Рис. 1.14. Каверны вблизи экватора резонатора [59]

Проведенный литературный обзор показывает, что основные качественные характеристики резонатор — добротность и максимальное ускоряющее напряжение, в значительной мере зависят от теплопроводности ниобия. При изготовлении сверхпроводящих СВЧ резонаторов прежде всего из экономических соображений предпочтительно использование технологического ниобия, свойства которого существенно отличаются от спектрально-чистых эталонных образцов монокристалла, исследованных ранее. Поэтому необходимо продолжить работу, начатую в последние десятилетия по изучению влияния на теплопроводность сверхпроводящего ниобия таких свойств материала, как состав и содержание примесей, и кристаллическая структура.

1.7. Выбор метода для определения теплопроводности ниобия в сверхпроводящем состоянии

Для экспериментального определения теплопроводности твердого тела существует ряд методов в зависимости от требуемого диапазона температур и типа материала. Все методы исследования теплопроводности можно разделить на две группы: стационарные и нестационарные. Стационарные методы характеризуются независимостью распределения температуры от времени, теплопроводность определяется из результатов измерения теплового потока и температурного градиента через образец после достижения теплового равновесия. При нестационарном методе распределение температуры в образце меняется со временем, и измерение скорости изменения температуры, определяющее температуропроводность, заменяет измерение теплового потока. Теплопроводность затем вычисляется из температуропроводности, используя имеющиеся данные о плотности и удельной

теплоёмкости испытуемого материала.

Нестационарный метод характеризуется изменением температурного распределения в образце во времени. Скорость изменения температуры в определенных местах образца измеряется в течение эксперимента и используется для определения теплопроводности без измерения теплового потока. В общем случае эти методы определяют температуропроводность материала, из которой в дальнейшем может быть получено значение теплопроводности, для известных плотности и удельной теплоемкости испытуемого материала. Поскольку одной из задач настоящего исследования является изучение корреляции теплопроводности и теплоемкости крупнокристаллического ниобия, желательно использовать независимые методы определения обеих физических величин. Существует квазистационарный 3ω метод определения теплопроводности и теплоемкости [64], в котором используется переменный ток для нагрева образца. 3ω метод позволяет одновременно и независимо определить теплопроводность и теплоемкость образца. Данный метод широко использовался в последние 10 лет для определения теплопроводности новых материалов при низкой температуре [65, 66]. Переменный ток, пропускаемый через образец с частотой ω создает колебания температуры образца с частотой 2ω . Сопротивление образца, зависящее от температуры, также изменяется с частотой 2ω . Значения теплопроводности и теплоемкости определяются аппроксимацией кривой экспериментальных данных. Недавние исследования [67] показали, что информацию о теплопроводности можно получить проводя измерения также на частотах 2ω и ω . Поскольку исследуемые образцы находятся в сверхпроводящем состоянии, переменная разность напряжения будет вызывать поверхностные токи в сверхпроводнике, не соответствующее допущениям, принятым в этом методе [64]. Поэтому для нагрева возможно использование металлической проволоки, прикрепленной вдоль образца, которая слу-

жит одновременно нагревателем и термометром. Для получения точных результатов при использовании этого метода необходимо, чтобы соотношение длины и диаметра проволоки составляло $L/d \geq 500$. Наиболее часто используемым материалом для изготовления термометра-нагревателя является платина. Однако, использование платиновой проволоки в диапазоне 1,6–10 К нежелательно, вследствие низкой чувствительности такого термометра [68].

Для решения поставленной задачи нестационарные методы неприменимы, так как не позволяют обнаружить корреляцию между фононным пиком теплопроводности и изменением теплоемкости, поскольку для определения теплопроводности необходимо. Наиболее подходящим методом определения теплопроводности для решения поставленной задачи является метод стационарного осевого потока. Образец должен иметь вытянутую форму для снижения погрешности эксперимента.

Одна из первых задач, встающих при изучении теплопроводности материала — обеспечение контролируемого теплового потока в заданном направлении через образец, для того, чтобы граничные условия, принятые в теории совпадали с реальными. Самым простым методом получения контролируемого теплового потока является использование образца в виде полый сферы с нагревателем, расположенным в центре. Таким образом, теплота от нагревателя, расположенного внутри сферы, распространяется равномерно в радиальном направлении без потерь. С теоретической точки зрения этот метод позволяет достичь максимальной точности. Однако, данный метод не подходит для данного исследования, так как образцы должны быть изготовлены из листового ниобия, являющегося заготовкой для ниобиевых резонаторов. Следовательно, для решения поставленной задачи могут использоваться образцы в форме диска или стержня, с толщиной не более 3 мм, являющейся стандартной толщиной ниобиевого листа. При

использовании образцов в форме диска источник теплоты плоской формы создает разность температур на поверхностях образца. Теплопроводность определяется из известного теплового потока при помощи закона Фурье (см. формулу 1.3). Потери теплоты через боковую поверхность могут быть уменьшены теплоизоляцией боковой поверхности или при помощи использования большого образца, лишь малая часть которого используется в эксперименте. Существует два вида компоновки для этого метода — с одним или двумя образцами, имеющими нагревательный диск между ними. В исследовании [57] анизотропных свойств крупнокристаллического ниобия была использована эта методика для определения термического сопротивления в направлении от внутренней к внешней стенки резонатора.

Ряд методов исследования теплопроводности [69] основан на использовании самонагрева образца или термоэлектрическом эффекте. В сверхпроводящем состоянии термоэлектрические эффекты Джоуля, Пельтье и Томсона не проявляются.

Одними из самых распространенных являются методы с осевым направлением теплового потока. Схема измерения устроена таким образом, чтобы тепловой поток шел вдоль оси образца-стержня. Потеря или приток теплоты за счет излучения подавляется при помощи экранов [70], либо анализируется после измерения. Для определения теплопроводности используется закон Фурье в интегральной форме:

$$\frac{\partial Q_t}{\partial t} = -\kappa \oint_S \nabla T \cdot \mathbf{dA} , \quad (1.3)$$

где Q_t — теплота, Дж; t — время, с; κ — теплопроводность, Вт/(м·К); ∇T — градиент температур, К; \mathbf{dA} — элемент площади, м². Принимая допущения о стационарности процесса, отсутствию теплопритоков и теплопотерь, а также линейном распределении температуры можно свести приведенное

уравнение к упрощенной конечно-разностной форме уравнения:

$$\dot{Q}_t = -\kappa A \frac{\Delta T}{L}, \quad (1.4)$$

где κ — средняя теплопроводность, соответствующая температуре $1/2 \cdot (T_1 + T_2)$, Вт/(м·К); $\Delta T = T_1 - T_2$, К; \dot{Q}_t — тепловой поток, Вт; A — площадь поперечного сечения образца, м²; L — расстояние между точками с температурами T_1 и T_2 , м.

Наиболее простым вариантом этого метода является измерение температурного градиента в вытянутом образце с одномерным потоком тепла. Этот метод применяется для исследования теплопроводности хороших проводников теплоты для всех температур ниже комнатной. Теплота подается к образцу при постоянной температуре на одном конце, в то время как другой конец прикреплен к стоку теплоты при более низкой постоянной температуре. Теплотери и теплопритоки в радиальном направлении должны быть незначительны. Для определения теплопроводности из закона Фурье (см. формулу `refeq:Fourier`), необходимо измерить величину теплового потока через образец, площадь поперечного сечения образца, температуры как минимум двух точек стержня и расстояние между этими точками.

Для измерений при криогенных температурах, потери теплоты в радиальном направлении не играют серьезной роли, поэтому теплоизоляция для таких измерений не является необходимой. Измерения проводятся под высоким вакуумом для уменьшения теплопритока за счет конвекции и теплопроводности. В отдельных случаях может быть использован экран для снижения теплопритоков за счет излучения. В качестве нагревателя чаще всего используются катушки из тонкой проволоки, намотанной на образец для уменьшения термического сопротивления контакта, или угольные резисторы [48].

Величина теплового потока может быть определена из измерения мощ-

ности, подаваемой на нагреватель или теплового потока на холодном конце образца при помощи калориметра или датчика теплового потока. Для уменьшения потока теплоты через провода, питающие нагреватель и термометры, необходимо делать их из материала с низкой теплопроводностью.

Этот метод является самым распространенным в низкотемпературной технике [7, 33, 48, 58, 71]. Как уже было сказано, практически все эксперименты по определению теплопроводности сверхпроводящего ниобия использовали этот метод. Отличие современных исследований [7, 56] от описанной схемы состоит в том, что изученные образцы имели низкое соотношение $l/d = 4$. Использование коротких образцов может приводить к двумерному распространению теплоты в образце и, соответственно, дополнительной методической погрешности. Дополнительный термометр, расположенный в середине образца, позволяет в последующем анализе исключить влияние поперечного температурного градиента.

1.8. Теплоемкость ниобия

Теплоемкость ниобия оказывает непосредственное влияние на все динамические тепловые процессы в сверхпроводящем ниобии, наибольшее значение из которых играет квенч. Одной из наиболее важных задач в настоящее время является оптимизация толщины стенки ниобиевого резонатора. В процессе своей работы ниобиевый резонатор подвергается воздействию множества сил, вызванных термическим сжатием, механизмом подстройки собственной частоты, силами Лоренца и внешним давлением [5]. Толщина стенки резонатора должна обеспечивать необходимую жесткость для того, чтобы обеспечить высокий уровень добротности и стабильности собственной частоты в процессе эксплуатации. С другой стороны, толщина

стенки значительно влияет на отвод теплоты от внутренней поверхности и, соответственно, на характер кривой добротности [5], а также увеличивает вероятность возникновения квенча. Одним из определяющих параметров для оптимизации толщины является теплоемкость ниобия [72]. Поскольку теплофизические свойства технического ниобия, используемого для изготовления СВЧ резонаторов, слабо изучены, необходимо исследование теплоемкости такого ниобия в сверхпроводящем состоянии.

Исследование теплоемкости сверхпроводящего ниобия представлено в ряде работ [73–77], проведенных в рамках практического подтверждения теории БКШ. В качестве образцов использовались отожженные монокристаллические образцы цилиндрической формы. Во всех экспериментах использовался адиабатический метод определения теплоемкости. Погрешность определения теплоемкости в рассматриваемых работах составила 10 %, за исключением работ [75] и [76], в которых относительная погрешность равнялась 5,4 % и 2 % соответственно. Наибольшее внимание в работах было уделено обсуждению эффекта изменения температуры Дебая вследствие высокой загрязненности одного из образцов. Высокая концентрация азота в образце вызвала значительное снижение теплоемкости. Существенное влияние на теплоемкость сверхпроводящего ниобия также оказывает водород [78]. Исследование гидридов ниобия [79] показывает, что наличие примесей может изменять теплоемкость материала в широких пределах. Листовой технический ниобий содержит ≈ 3 ppm водорода, что может оказывать влияние на теплоемкость ниобия, однако в рассмотренных работах исследовались концентрации > 50 ppm. Следовательно представляется целесообразным исследовать теплоемкость технического ниобия СВЧ резонаторов с соответствующим содержанием примесей (см. таблицу 1).

Согласно кинетической теории, теплопроводность и теплоемкость вза-

имосвязаны. Несмотря на то, что кристаллическая структура в первую очередь оказывает влияние на длину свободного пробега l , а изменения плотности и структуры материала в процессе термомеханической обработки — на скорость звука v , вследствие сложного характера взаимодействия фононов и дефектов кристаллической решетки ожидается корреляция фонового пика теплопроводности и температурной зависимости теплоемкости. Подобная корреляция не была ранее исследована. Термомеханическая обработка, которую проходит ниобий оказывает влияние на множество параметров, вследствие чего теплоемкость и характеристическая температура Дебая могут изменять свои значения. Для решения проблем моделирования динамических тепловых процессов в резонаторе и оптимизации его геометрических размеров необходимо исследовать зависимость теплоемкости ниобия СВЧ резонаторов от его кристаллической структуры.

1.9. Выбор метода для определения теплоемкости ниобия в сверхпроводящем состоянии

Существует большое количество вариаций методов для определения теплоемкости, однако лишь несколько из них используются при низких температурах. Различные методы для определения теплоемкости, основанные на использовании калориметра Нернста, многократно применялись в прошлом [80] для получения данных о теплоемкости при температурах ниже комнатной. Одной из основных проблем при использовании калориметра Нернста является относительно высокая погрешность [81] измерения малого изменения температуры при подводе тепла, а также необходимость производить калибровку калориметра [82]. Это значительно ограничивает использование этого метода в исследовании. Для изоляции подложки с об-

разцом чаще всего используются тепловые ключи: газовые, сверхпроводящие и, реже, механические. Необходимо обеспечить малое выделение теплоты при переключении теплового ключа, после достижения нужной температуры. Важно учитывать теплоты адсорбции-десорбции остаточного газа, при его использовании в качестве теплового ключа, а также временные константы теплообменных процессов внутри калориметра. При определении теплоемкости небольших образцов при низких температурах тяжело обеспечить полную тепловую изоляцию образца и, при этом, достичь необходимой температуры для начала измерения. Поэтому при низкотемпературных исследованиях отдают предпочтение неадиабатическим методам.

Для упрощения конструкции возможно отказаться от использования теплового ключа. В таком случае образец имеет тепловой контакт со стоком теплоты с термическим сопротивлением. В таком случае образец нагревается импульсом за время много меньше времени релаксации образца, поэтому систему можно считать квазиадиабатной [81]. Этот метод, называемый методом теплового импульса, чаще всего используется при температурах 0,005—4 К, но есть и исключения [74]. Наибольшая сложность в этом методе, так же как и для калориметра Нернста, заключается в измерении малой величины ΔT , на которую нагревается образец.

Ряд методов, таких, как релаксационный метод [83] или метод двойной кривой [81], основываются на измерении изменения температуры образца во времени и определении постоянной времени образца. Эти методы позволяют исключить погрешность, связанную с паразитными теплопритоками и неадиабатностью калориметра. Недостатком этих методов является необходимость в больших постоянных времени для точного измерения, а также возможность измерения только в отдельных точках, что увеличивает суммарные затраты времени на определение теплоемкости в заданном диапазоне. Эти недостатки не позволяют использовать эти методы для ре-

шения поставленных задач.

Одним из наиболее совершенных методов для определения теплоемкости является метод переменного тока, подобный рассмотренному ранее 3ω [64] методу. При использовании переменного тока для нагрева можно

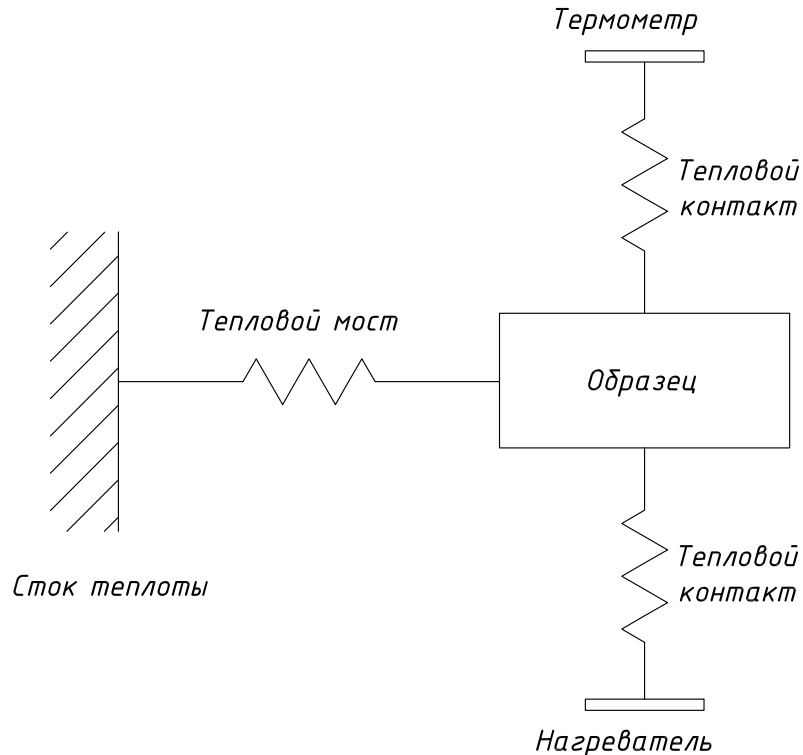


Рис. 1.15. Принципиальная схема определения теплоемкости методом переменного тока

избежать затраты времени на долгую тепловую релаксацию образца. Кроме того такой метод позволяет определять теплоемкость в реальном времени. На нагреватель, прикрепленный к образцу (Рис. 1.15), подается переменный ток с частотой $\frac{\omega}{2}$. Это вызывает изменение температуры измеряющего термометра по синусоидальному закону с частотой ω [84]:

$$T_{\theta} = T_b + \frac{1}{2} \dot{Q}_0 \left(R_{tb} + \frac{1 - \delta}{\omega C} \cos(\omega t - \alpha) \right),$$

$$1 - \delta = \left[1 + \frac{1}{\omega^2 \tau_s^2} + \omega^2 (\tau_h^2 + \tau_{\theta}^2) \right]^{-\frac{1}{2}},$$

где C — суммарная теплоемкость образца, термометра и нагревателя, Дж/К; T_b — температура стока теплоты, К; T_θ — температура термометра, К; \dot{Q}_0 — мощность нагревателя, Вт; $\frac{\omega}{2}$ — частота переменного тока, Гц; R_{tb} — термическое сопротивление теплового моста между образцом и приемником теплоты, К/Вт; τ_h — постоянная времени нагревателя, с; τ_θ — постоянная времени термометра, с; τ_s — постоянная времени образца, с. Для использования этого метода, необходимо, чтобы теплоемкости нагревателя и термометра были значительно меньше теплоемкости измеряемого образца. Частота колебаний температуры образца должна удовлетворять одновременно двум требованиям: $\omega^2(\tau_h^2 + \tau_\theta^2) \ll 1$ для обеспечения установления теплового равновесия между образцом, термометром и нагревателем, и $\omega\tau_s \gg 1$ для исключения приемника теплоты из колебательного контура.

Для того, чтобы учесть влияние конечной теплопроводности образца, необходимо ввести дополнительную поправку. Таким образом для определения теплоемкости может быть использовано соотношение [84]:

$$T_{AC} = \frac{\dot{Q}_0}{2\omega C}(1 - \delta), \quad (1.5)$$

$$1 - \delta = \left[1 + \frac{1}{\omega^2\tau_s^2} + \omega^2\tau_2^2 + \frac{2R_{ts}}{3R_{tb}} \right]^{-\frac{1}{2}}, \quad (1.6)$$

$$\tau_2^2 = \tau_h^2 + \tau_\theta^2 + \tau_{int}^2,$$

$$\tau_{int}^2 = L^2/(90)^{1/2}n,$$

где T_{AC} — амплитуда колебаний температуры образца, К; L — характерный размер образца, расстояние между нагревателем и термометром, м; n — температуропроводность образца м²/с; R_{ts} — термическое сопротивление образца, К/Вт.

Для проведения исследования теплоемкости сверхпроводящего ниобия и ее зависимости от кристаллической структуры материала был вы-

бран метод переменного тока. Он обеспечивает высокую точность измерения при использовании синхронного усилителя. Возможность определения теплоемкости в реальном времени позволяет оперативно проводить анализ качества поступающих образцов и значительно снизить случайную погрешность. Метод переменного тока является наиболее подходящим для исследования зависимости теплоемкости сверхпроводящего ниобия от содержания различных примесей, характерных для технологического процесса изготовления резонатора. Основным его преимуществом является возможность продолжительного измерения, что позволяет использовать статистические методы анализа погрешностей, а также определение небольших изменений теплоемкости.

1.10. Выводы к первой главе

На основе проведенного анализа научной литературы можно сделать вывод о необходимости дополнительных исследований теплопроводности и теплоемкости сверхпроводящего ниобия. Достаточно хорошо изучены теплопроводность и теплоемкость сверхчистых монокристаллов ниобия (ООС > 1000). Однако, вследствие высокой подвижности примесных атомов при комнатной температуре, теплопроводность пластически деформированного при комнатной температуре ниобия будет зависеть от примесного состава и концентраций примесей. Таким образом, существующие данные сверхчистых образцов мало пригодны для улучшения качества ниобиевых резонаторов. Исследования, проведенные в последние десятилетия не позволяют оценить влияние кристаллической структуры на теплофизические свойства ниобия. Изучение фонон-дислокационного рассеивания для различных типов кристаллической структуры материала необходимо для улучшения существующей модели теплопроводности. Ранее не была исследова-

на корреляция температурных зависимостей теплопроводности и теплоемкости крупнокристаллического ниобия в области температур фононного пика, а также не изучено влияние кристаллической структуры на теплопроводность ниобия.

По итогам сравнительно-поискового исследования методов определения теплопроводности и теплоемкости сверхпроводящего ниобия при низких температурах были определены следующие требования к конструкции экспериментального стенда:

1. Диапазон температур образца 1,6–10 К
2. Термостатирование с погрешностью ≈ 5 мК на нижнем конце температурного диапазоне
3. Возможность автоматической работы под управлением компьютера
4. Возможность одновременного исследования теплопроводности и теплоемкости нескольких образцов

В связи с этим целью настоящей научной работы является экспериментальное исследование влияния фонон-дислокационного рассеивания на межзеренных границах на теплопроводность и теплоемкость сверхпроводящего ниобия с целью повышения стабильности работы и снижения потребления электрической мощности криогенными системами линейных ускорителей.

Для этого необходимо решить следующие задачи:

1. Исследовать влияние кристаллической структуры на теплопроводности сверхпроводящего ниобия.
2. Определить коэффициент фонон-дислокационного взаимодействия на основании результатов измерений.

3. Создать экспериментальный стенд для определения теплопроводности и теплоемкости в диапазоне 1,6–10 К с погрешностью термостабилизации не более 5 мК на нижней границе.
4. Модифицировать существующую модель теплопроводности сверхпроводящего ниобия на основе полученных экспериментальных данных.
5. Сделать анализ корреляции зависимостей теплопроводности и теплоемкости крупнокристаллического ниобия от температуры в диапазоне 1,6-2 К.
6. Создать автоматизированный программно-инструментальный измерительный комплекс для регистрации и обработки экспериментальной информации, обеспечивающий погрешность определения теплопроводности <2 % и теплоемкости <3 %.

Глава 2.

Описание экспериментальной установки

2.1. Экспериментальный стенд

В рамках проводимого исследования была разработана конструкция термостата для криостатирования образцов в температурном диапазоне 1,4–10 К. Криостат выполнен в виде погружной вставки, использующейся вместе с существующим криостатом (см. Рис. 2.1). Принципиальная пнев-



Рис. 2.1. Внешний вид экспериментального стенда

могидравлическая схема экспериментального стенда представлена на Рис. 2.2. Температурный диапазон исследования определяется минимальной температурой фоновго пика — 1,7 К и температурой перехода ниобия в нормальное состояние. Криостат интегрирован в существующую криогенную

систему цеха испытания сверхпроводящих магнитов и резонаторов. Интеграция позволяет производить дозаправку криостата жидким гелием по требованию, а также возвращать испарившийся гелий в газгольдеры постоянного объема, уменьшая потери гелия при проведении измерений. Колебания уровня гелия при дозаправке сосуда Дьюара приводят к повышению уровня шума в снимаемом сигнале. Поэтому, в целях повышения точности измерения, в процессе эксперимента криостат изолируется от криогенной системы. Конструкция вставки позволяет также работать независимо от криогенной системы, используя жидкий гелий из транспортировочного сосуда Дьюара.

Внешний вид вставки представлен на Рис. 2.1. Основной частью вставки является вакуумная камера (1), которая откачивается вакуумным насосом через трубу откачки (2). Вставка соединяется с криостатом при помощи соединительного фланца (3). Для заправки криостата используется трехпозиционный клапан (4) с возможностью верхней и нижней подачи жидкости. Экраны (5) из полированной меди использованы для снижения радиационного теплопритока к гелиевой ванне. Откачка градусной камеры (6) (см. Рис. 2.4, *a*) осуществляется через откачную линию (7). Сильфон (8) используется для компенсации смещения при сборке, а также напряжений при охлаждении вставки. Контроль давления в вакуумной и градусной камерах осуществляется при помощи манометров (9). Криостат, вакуумная и градусная камера укомплектованы предохранительными клапанами (10), настроенными на соответствующее давление [85] (см. Рис. 2.2).

2.1.1. Вакуумная камера

Внутри вакуумной камеры располагается градусная камера (6) (Рис. 2.4, *a*), обеспечивающая охлаждение образца (11). Согласно нормам безопасности [85],

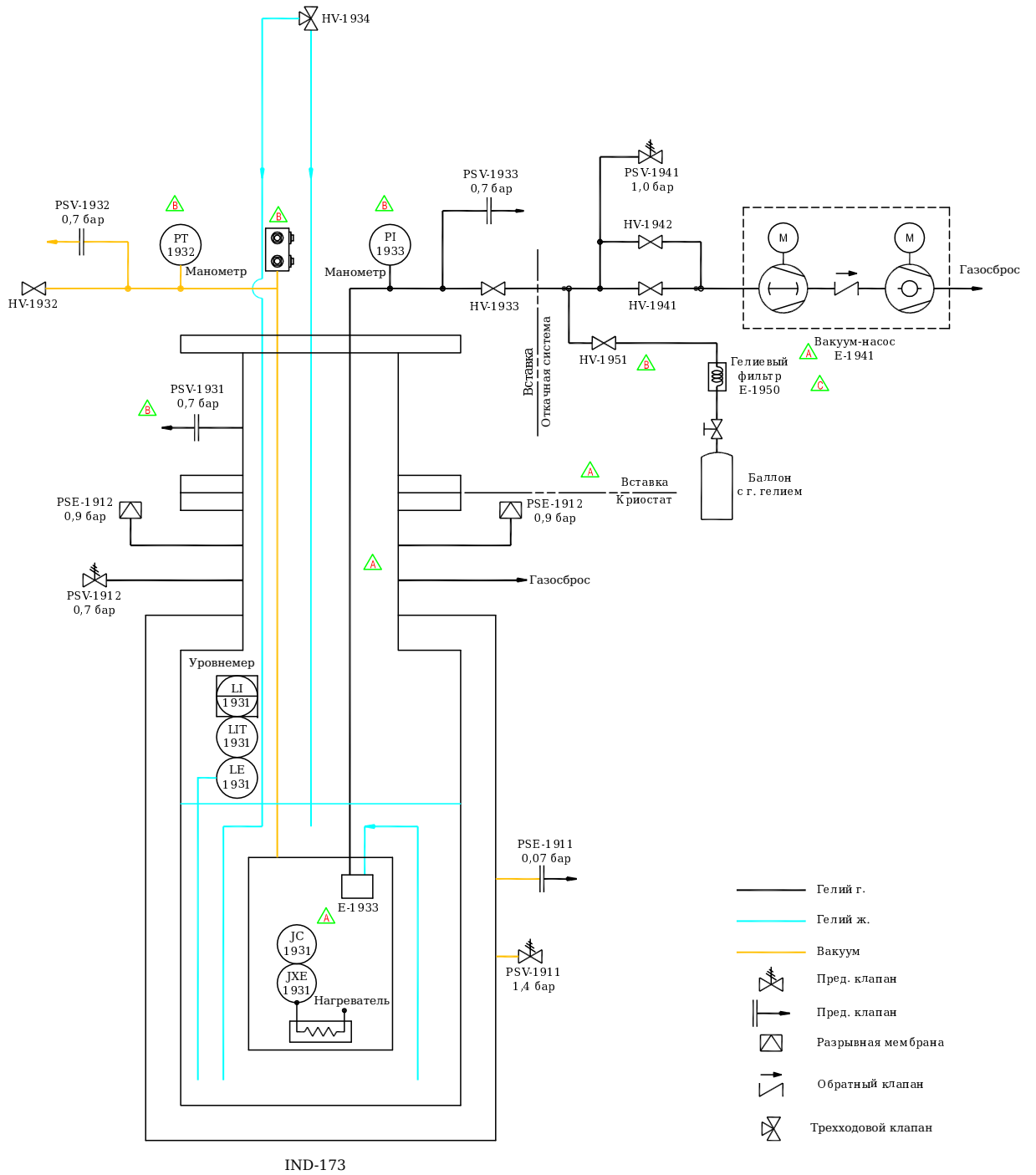


Рис. 2.2. Принципиальная пневмо-гидравлическая схема экспериментального стенда

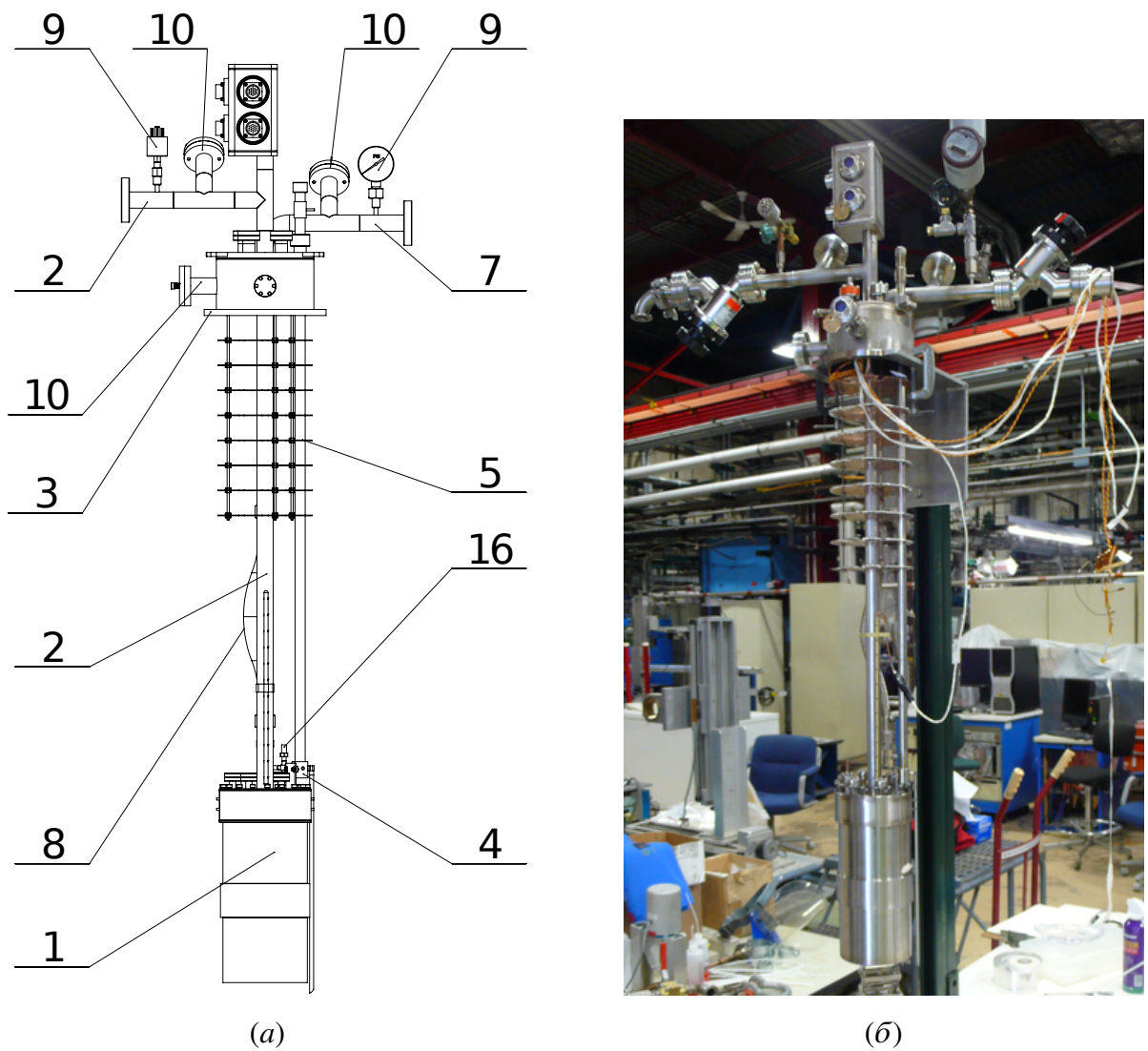


Рис. 2.3. Вакуумная камера

диаметр вакуумной камеры не должен превышать 6 дюймов. Максимальная длина образца составляет 150 мм. Крепление образца осуществляется при помощи медного держателя (12). Данная вставка позволяет исследовать до трех образцов одновременно. Образец крепится к платформе (13) из бескислородной меди, температура которой поддерживается постоянной при помощи ПИ-регулятора, подающего питание на нагреватель, установленный на платформе. Использование ПИ-регулятора необходимо для стабилизации температуры платформы с погрешностью до 5 мК. Такая стабильность температуры приемника теплоты позволяет уменьшить темпе-

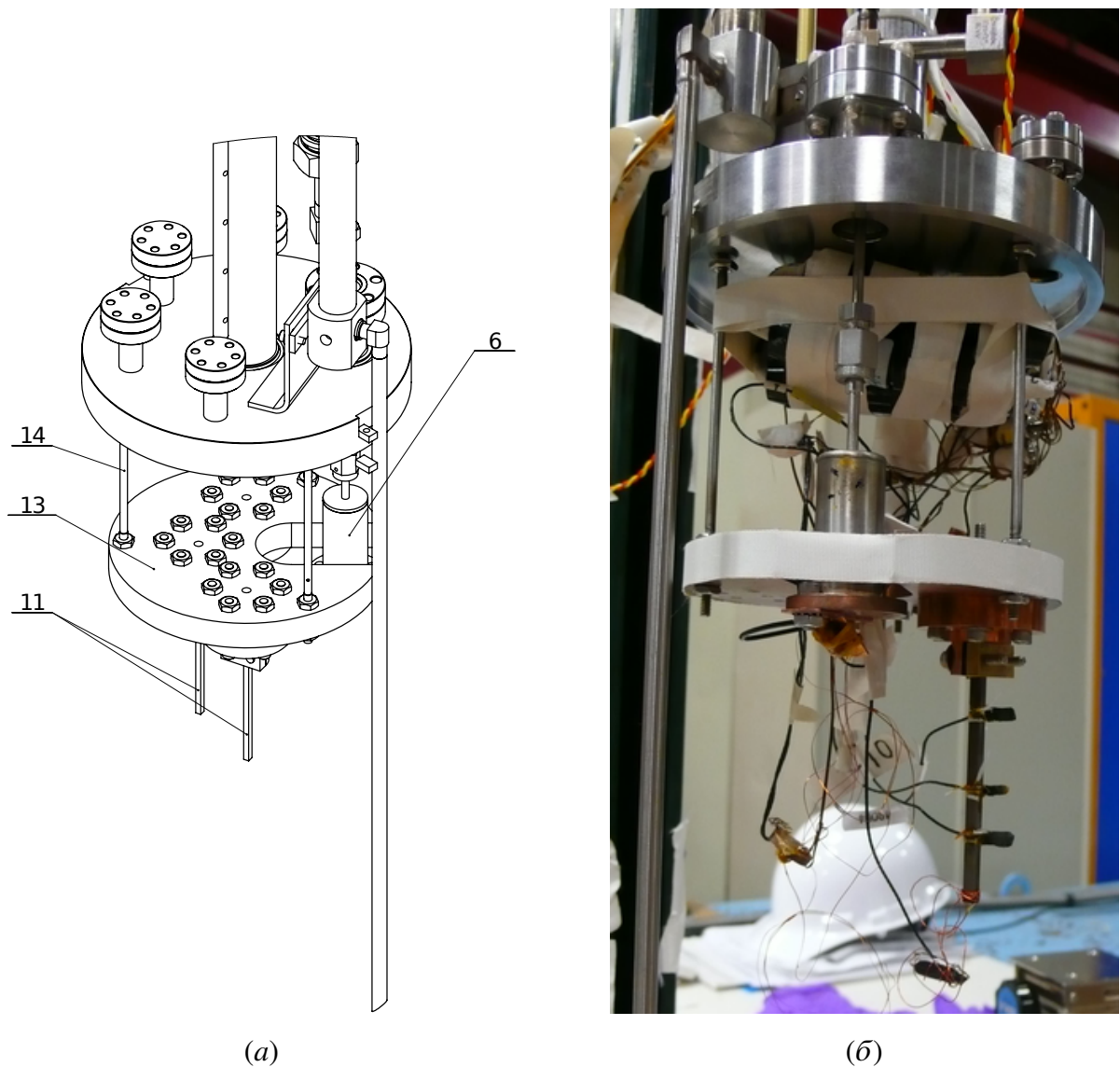


Рис. 2.4. Вакуумная камера

ратурный дрейф в процессе измерения и увеличить точность. Платформа прикреплена к фланцу вакуумной камеры тонкостенными стальными трубками (14), обеспечивающими низкий теплоприток к низкотемпературной части установки. Для этого на градусной камере предусмотрен медный фланец с шестью отверстиями. Снижение теплопритока излучением через трубу откачки вакуумной камеры от теплого верхнего фланца достигается использованием многоэкранного отражателя (15) (см. Рис. 2.5). Так как ввод проводов термометров осуществляется через эту трубу, в

конструкции отражателя предусмотрены соответствующие отверстия. Для уменьшения потока тепла по проводам предусмотрен узел сброса теплоты на уровне 4,5 К. Для уменьшения наводок и теплотерь медные провода нагревателя вставки и сверхпроводящего уровнемера выведены отдельно через гелиевое пространство.

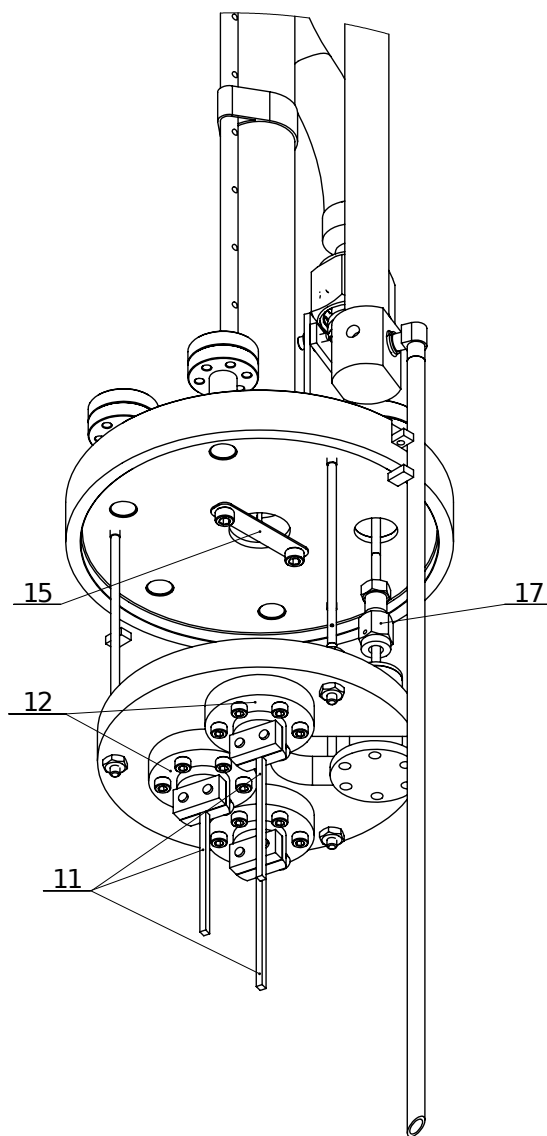


Рис. 2.5. Вакуумная камера

2.1.2. Источник холода

Для исследования теплопроводности ниобия наиболее широко применяются установки с откачкой паров ^4He над зеркалом жидкости [44, 56,

58]. В данной конструкции для охлаждения образца используется градусная камера. Жидкий гелий поступает в градусную камеру по капиллярному устройству из внутренней полости сосуда Дьюара. Пары гелия непрерывно откачиваются из градусной камеры при помощи двухступенчатого вакуумного насоса, создающего в камере давление, необходимое для заданной температуры. Капиллярное устройство выполнено в виде тонкостенной трубки с внутренним диаметром 0,005 дюйма, в которую помещена проволока с наружным диаметром 0,004 дюйма. Зазор между трубкой и проволокой создает достаточное гидравлическое сопротивление для достижения необходимой температуры. Такая конструкция позволяет сократить длину капилляра (от ≈ 1 м до 17 см), а также избежать резкого изменения гидравлического сопротивления при возможных перегибах. Такое устройство дешевле и надежнее игольчатых дроссельных вентилях, кроме того, гидравлическое сопротивление устройства плавно регулируется изменением длины проволоки, помещенной в трубку. Минусом конструкции данного капилляра является необходимость ручной подгонки гидравлического сопротивления. Съёмный фильтр (16) на капиллярном устройстве изготовлен на основе стандартного фильтрующего элемента из спеченного порошка с размером пор 0,5 мкм. Расчетный расход жидкого гелия через капиллярное устройство составляет 30 г/час. Для облегчения диагностики неисправностей градусной камеры и устранения неполадок, откачная трубка градусной камеры имеет вакуумный разъем (17) (см. Рис. 2.3, а) с медной прокладкой.

Градусная камера имеет простую конструкцию, малые размеры, и способна автоматически поддерживать постоянную температуру своей поверхности. Постоянство температуры достигается за счет того, что при уменьшении тепловой нагрузки на градусную камеру уровень сверхтекучего гелия повышается, что, в свою очередь, приводит к увеличению теплово-

го потока к гелию по откачной трубке [86]. Таким образом, рост уровня сверхтекучего гелия в градусной камере будет замедляться до тех пор, пока не остановится в новом положении, соответствующем изменившейся тепловой нагрузке. При увеличении тепловой нагрузки на градусную камеру происходит обратный процесс, который будет продолжаться, пока тепловой поток по трубке откачки не уменьшится достаточно, чтобы компенсировать изменения тепловой нагрузки, или пока весь сверхтекучий гелий не испарится. В последнем случае температура градусной камеры начнет расти, чего не случается при наличии в ней гелия. Избыточная холодопроизводительность приводит к накоплению жидкого гелия в градусной камере, что повышает стабильность работы устройства. Неоспоримым достоинством подобной градусной камеры является её способность выдерживать кратковременные скачкообразные увеличения теплового потока за счет накопленного в камере жидкого гелия [86]. Рабочий объем градусной камеры составляет $\approx 9 \text{ см}^3$, что обеспечивает запас холода в 30 Дж. Теоретическая расчетная холодопроизводительность градусной камеры составляет $\approx 80 \text{ мВт}$ при необходимой мощности охлаждения образца и медной платформы $\approx 10 \text{ мВт}$. Избыток холодопроизводительности будет компенсироваться теплопритоком по откачной трубке градусной камеры [87]. Контроль температуры градусной камеры позволяет экспериментально определить полезную холодопроизводительность термостата.

Несомненно, колебания уровня гелия в градусной камере будут приводить к неизбежным небольшим изменениям температуры, поэтому градусная камера должна иметь большую тепловую инерцию. В конструкции используется тепловой мост между градусной камерой и медной платформой для уменьшения амплитуды температурных колебаний. Температура гелия в градусной камере поддерживается ниже λ -точки ($\approx 2 \text{ К}$) для исключения температурных градиентов в жидкости. Часть измерений про-

водится при температуре выше 2 К, поэтому термическое сопротивление теплового моста должно быть достаточно высоким, чтобы избежать перегрева камеры. Для того, чтобы обеспечить достаточное охлаждение медной платформы использован тепловой мост в виде медной проволоки диаметром 1,024 мм (AWG 18) длиной ≈ 10 см. На Рис. 2.6 представлены результаты экспериментальной проверки термического сопротивления R и паразитного теплопритока к медной платформе \dot{Q}_{hl} . Вследствие относительно

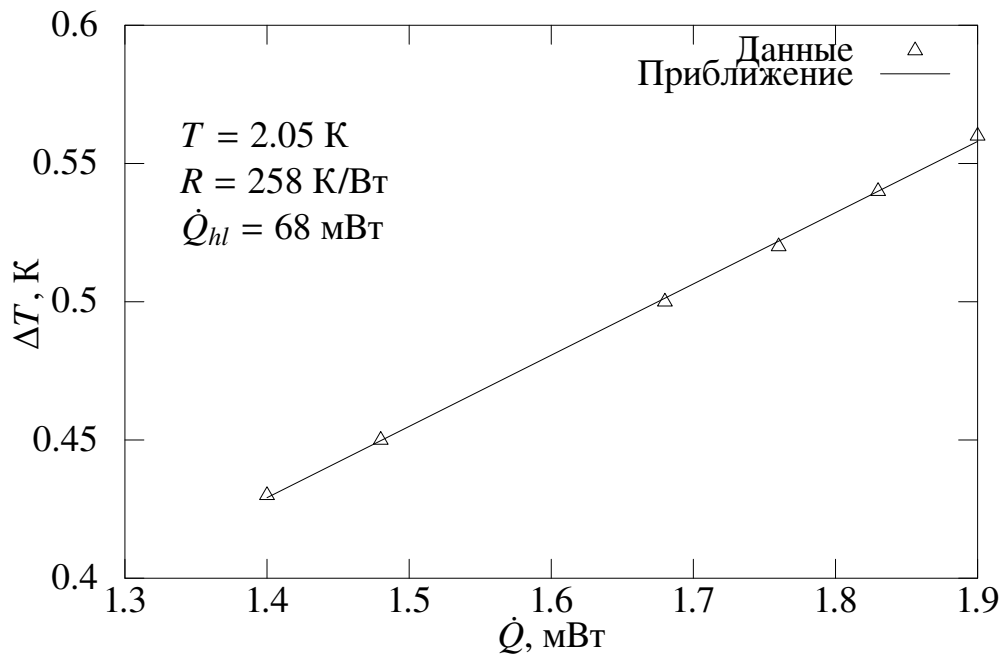


Рис. 2.6. Тест термического сопротивления теплового моста

низкого термического сопротивления теплового моста, при температурах $> \approx 5$ К градусная камера высыхает, что повышает колебания температуры медной платформы, однако не сказывается на точности измерений. Для повышения стабильности работы необходимо увеличить гидравлическое сопротивление капиллярного устройства и повысить термическое сопротивление теплового моста.

2.1.3. Подготовка экспериментального стенда к работе

Охлаждение экспериментального стенда осуществляется в несколько этапов. На первом этапе, после полоскания криостата гелия и откачки вакуумной камеры, вакуумная камера заполняется теплообменным газом — азотом до давления 10..100 торр. Это позволяет сократить время охлаждения стенда в ≈ 4 раза. После этого в полость криостата подается жидкий гелий с малым расходом, для того, чтобы защитить азот внутри вакуумной камеры от десублимации. При достижении температуры ≈ 70 К медной платформой, являющейся наиболее теплоемкой частью вакуумной камеры, включается турбомолекулярный насос, понижающий давление до 10^{-5} торр. Затем, полость криостата заполняется жидким гелием. При появлении жидкости в сосуде Дьюара, оставшийся азот десублимируется на стенках вакуумной камеры, обеспечивая достаточный вакуум для проведения эксперимента. Несмотря на то, что водород или неон являются более подходящими в данной ситуации, их использование затруднено по нескольким причинам. Водород требует дополнительного регламента по безопасности, так как он взрывоопасен, а использование неона нежелательно, по причине затрудненного контроля концентрации неона в возвращаемом в криогенную систему гелиевом потоке, что может привести к остановке всей системы в случае утечки. В случае утечки гелия в вакуумную камеру существует вероятность проникновения азота в криогенную систему. Поэтому необходимо следить за давлением в вакуумной камере, как в процессе испытания, так и во время отогрева криостата.

Во избежание забивания капиллярного устройства в процессе охлаждения криостата, необходимо обеспечить поток газообразного гелия через систему откачки градусной камеры во внутреннюю полость сосуда Дьюара. Газообразный гелий, поступающий в капиллярное устройство подвер-

гается дополнительной фильтрации комбинированным фильтром, позволяющим повысить чистоту гелия до 99,999 %. Таким образом, все примеси скапливаются в фильтре капиллярного устройства, не препятствуя нормальной работе. При охлаждении до температуры <30 К, которая соответствует максимуму теплоемкости меди, подача гелия в капиллярное устройство прекращается и включается вакуум-насос, обеспечивающий откачку паров из градусной камеры. Дальнейшее охлаждение обеспечивается работой градусной камеры и за счет теплопроводности через подвесы.

Поскольку экспериментальный стенд оснащен автоматическим измерительным комплексом, дозаправка криостата жидким гелием может осуществляться в процессе работы, поскольку ошибки, связанные с повышенным уровнем шума во время заправки будут отфильтрованы в процессе последующего анализа. Для отогрева экспериментального стенда используются два нагревателя, установленных на наружной поверхности вакуумной камеры. При достижении температуры ≈ 70 К, вакуумная камера заполняется газообразным азотом при пониженном давлении, что позволяет ускорить процесс отогрева установки.

2.2. Измерительный комплекс

2.2.1. Выбор типа термометра

Выбор первичного преобразователя измерительной цепи определяет практически достижимый уровень погрешности измерения. В криогенной технике наиболее часто используются газовые термометры, термопарные датчики и термометры сопротивления. Малые размеры образца и испытательной вакуумной камеры ограничивают возможность использования газовых термометров. Кроме того, в газовых термометрах тяжело достичь

погрешности < 10 мК [88] по причине адсорбции газа на измерительной гильзе. Парожидкостные термометры в исследуемом температурном диапазоне будут иметь погрешность 10–15 мК [88], обусловленную движением сверхтекучей компоненты жидкого гелия вверх по трубке термометра и термическим сопротивлением Капицы. Использование ^3He в качестве наполнителя термометра значительно увеличивает стоимость конструкции. Кроме того газовые и парожидкостные термометры имеют относительно большую постоянную времени.

При температурах ниже 10 К у термопарных датчиков резко снижается чувствительность [68, 81, 89]. Наиболее часто используемая термопара для таких температур - Au-Fe/хромель с безразмерной чувствительностью $\xi \approx 1$ [68]. Безразмерная чувствительность определяется как:

$$\xi = \frac{dO/O}{dT/T},$$

где O — величина выходного сигнала, а T — температура К. Для обеспечения желаемой точности измерения второй конец термопары должен быть охлажден до температуры $\approx 4,2$ К [81]. Для вывода второго конца термопары необходимо иметь в испытательной вакуумной камере герметичный разъем, а также систему контроля давления в ванне, чтобы избежать дрейфа температуры жидкого гелия.

С понижением температуры сопротивление металлов падает, стандартные платиновые термометры становятся нечувствительными ниже 10 К. Их использование будет приводить к большим погрешностям. Родий-железные сплавы сохраняют безразмерную чувствительность $\xi \approx 0,2$ [68] и имеют самую низкий дрейф калибровки при повторных измерениях.

Среди неметаллических термисторов широко распространены германиевые, угольные, из оксида рутения и оксинитрида циркония. Сопротивление германиевых резисторов резко возрастает при температуре ниже 10 К,

что обеспечивает их безразмерную чувствительность $\xi \approx 3$ [68] в требуемом диапазоне температур. Температурный дрейф при повторяющихся измерениях $\approx 0,5$ мК. Так как германиевые резисторы чувствительны к механическим нагрузкам, их помещают в защитные капсулы. Такие капсулы имеют относительно высокую постоянную времени $\approx 0,5$ сек. Германиевые термометры обеспечивают стабильность 1 мК [90]. Угольные резисторы не производятся целенаправленно в качестве термометров и их доступность на рынке ограничена. Угольные термометры обладают достаточно высокими временным дрейфом температуры, поэтому требуют калибровки перед каждым измерением [91]. Их безразмерная чувствительность меняется в диапазоне $\xi \approx 3-8$ [68] при снижении температуры от 10 до 1,5 К. Низкая доступность и чувствительность к механическим повреждениям [83] ограничивает возможность их использования для предложенного исследования.

Термометры на основе толстых пленок оксида рутения RuO_2 имеют все преимущества угольных и германиевых термометров, однако их чувствительность [68, 83] уступает как германиевым термометрам, так и термометрам из оксинитрида циркония в исследуемом температурном диапазоне. Эти термометры чаще сего используются в диапазоне температур до 1 К. Термометры из оксинитрида циркония имеют безразмерную чувствительность $\xi \approx 2$ [68] при температуре 4,2 К и низкую величину времени охлаждения — 1 мсек при температуре 1,7 К. В варианте баз защитного корпуса термометр представляет собой сапфировую подложку с напыленной пленкой оксинитрида. Их малая масса позволяет использовать их и при определении теплоемкости.

Нагреватели для экспериментальной установки изготовлены вручную. Резисторы на основе таких металлических сплавов, как, манганин, константан и нихром имеют приблизительно постоянное сопротивление во всем

диапазоне от 1,5 до 300 К, поэтому в качестве нагревателей выбраны резисторы на основе никель-хромовой пленки или проволоки. В установке использованы пленочные резисторы только малого размера, поскольку при термическом сжатии в больших металлическая пленка отходит от контактов, что приводит к размыканию цепи и отказу. В малых резисторах напряжение недостаточно велики, чтобы вызвать разрыв. Серия тестов нескольких цилиндрических пленочных резисторов показала, что их использование при температурах ниже азотной невозможно. Резисторы изготовленные из витой проволоки лучше выдерживают напряжения, вызванные охлаждением. Для обеспечения теплового контакта нагревателя с образцом, на резистор наматывается медная проволока, служащая тепловым мостом. Затем резистор вместе с проволокой покрывается теплопроводящей эпоксидной смолой Stycast 2850 FT, которая широко используется в низкотемпературной технике. Второй вариант нагревателя представляет из себя резистор обернутый тонкой медной пластиной, также залитый эпоксидной смолой. Для эксперимента определения теплоемкости применяются пленочные NiCr резисторы поверхностного монтажа. Эти резисторы имеют меньшие размеры и, соответственно, меньшую теплоемкость, что позволяет снизить погрешности при измерении.

2.2.2. Аппаратная часть измерительного комплекса

Аппаратная часть измерительного комплекса (см. Рис. 2.8) представляет собой два универсальных блока компании Stanford Research Systems, синхронный усилитель и цифровой мультиметр, подключенные к National Instruments PXI шасси (см. Рис. 2.7). Поток данных из измерительного оборудования передается через шину GPIB в PXI шасси. Для снижения уровня шума и возможности удаленной работы с экспериментальным стендом,

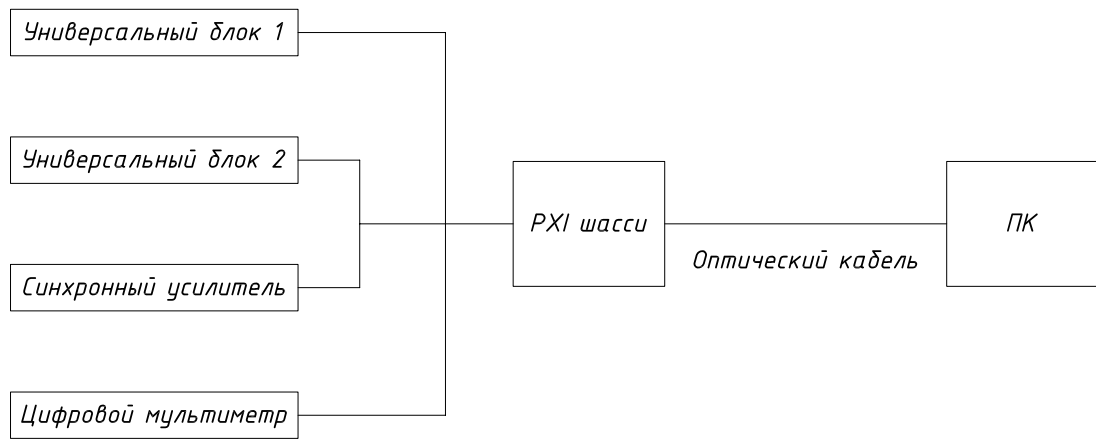


Рис. 2.7. Общая схема измерительного комплекса



Рис. 2.8. Внешний вид измерительного комплекса

управляющий компьютер соединяется с PXI шасси по оптическому кабелю.

Каждый универсальный блок (Рис. 2.9) включает в себя несколько съемных модульных промежуточных измерительных преобразователей. Модульная

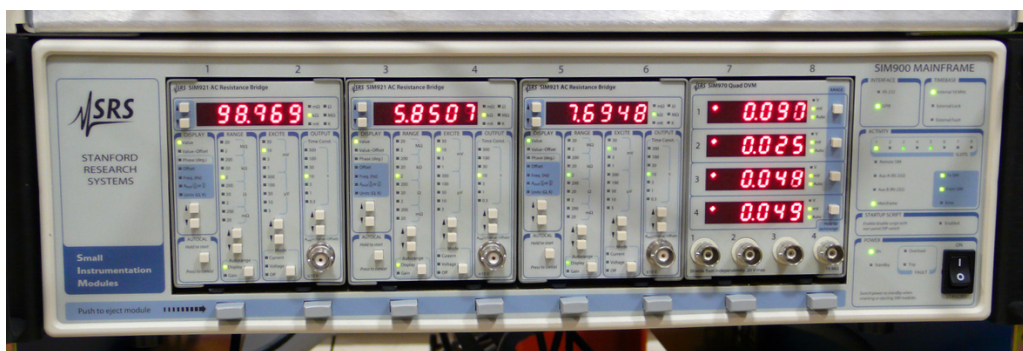


Рис. 2.9. Внешний вид универсального блока

конструкция этих приборов обеспечивает их взаимозаменяемость и расширяемость. Использование унифицированного ряда модулей позволило сократить время на разработку компьютерных драйверов для работы с устройствами. Принцип действия универсального блока не позволяет работать с несколькими модульными преобразователями параллельно. Таким образом задача термостатирования медной платформы и наблюдения за температурами градусной камеры и ванне с жидким гелием выполняется одним универсальным блоком, в то время как другой блок производит измерение градиента температур в образце.

В состав первого универсального блока входят два промежуточных измерительных преобразователя постоянного тока — температурных монитора, а также ПИ регулятор и мультиплексор. Мультиплексор использован для измерения температуры про помощи нескольких менее ответственных термометров при помощи одного модуля — температурного монитора. Мультиплексор позволяет подключать до 8 четырехпроводных каналов измерения. По такой схеме подключены термометры, расположенные на градусной камере и снаружи вакуумной камеры, которые используются для определения температуры газообразного гелия в процессе охлаждения, чтобы избежать преждевременной десублимации теплообменного газа. Поскольку на измерение температуры одного термометра требуется не

менее одной секунды, использование этой связки вместе с модулями измерения температурного градиента в образце нежелательно. Для возбуждения термисторов используется минимальный для данного преобразователя ток 10 мкА. Однако даже при таком значении тока происходит перегрев термометров, расположенных внутри вакуумной камеры. Алгоритм компенсации, описанный далее, позволяет исключить влияние этого эффекта на результаты измерения.

Для стабилизации температуры медной платформы, на которую устанавливается образец, используется ПИ регулятор. Регулятор получает сигнал с температурного монитора, подавая соответствующее напряжение на нагреватель. Температурный монитор измеряет сопротивление термометра возбуждая его постоянным током. Исключение термоэлектрических эффектов достигается сменой полярности постоянного тока меняется с частотой 1 Гц. Выходной сигнал температурного монитора подается на ПИ регулятор.

Особенностью выбранного ПИ регулятора является ограничение в 0,1 В на входной сигнал, поэтому необходима обработка подаваемого в регулятор сигнала. Сигнал, подаваемый на вход регулятора обрабатывается температурным монитором. Выходное напряжение температурного монитора может быть настроено как:

$$U_{out} = (T - T_{set})V_{kel} ,$$

где U_{out} — выходное напряжение, В; T — текущая температура, К; T_{set} — заданная температура, К; V_{kel} — коэффициент масштабирования выходного напряжения, В/К. Коэффициент масштабирования и другие параметры работа ПИ регулятора передаются модулю из компьютера при помощи разработанной программы.

Второй универсальный блок содержит три одинаковых модульных про-

межуточных преобразователя для измерения сопротивления термометров, расположенных на образце. Все термометры подключаются по четырехпроводной схеме для исключения сопротивления проводов из измерения. С целью снижения теплопритоков по проводам было решено использовать AWG 36 манганиновые провода, имеющие относительно низкую теплопроводность. Высокая чувствительность измерения обеспечивается мостовой схемой определения сопротивления термометра, реализованной в измерительном модуле. Для исключения возникновения термоэлектрических эффектов используется переменный ток для возбуждения термометра. Напряжение возбуждения после ряда тестов установлено на значения 3 мВ, что позволяет производить измерение с низким уровнем шума и избежать перегрева термометра. Это позволяет увеличить отношение уровня полезного сигнала к уровню шума, а также исключить термоэлектрические эффекты в проводах. Чтобы уменьшить влияние емкостных эффектов на измерение, частота переменного тока не должна превышать 40 Гц. Нежелательно использование значений делителей частоты в рабочей сети — 60 Гц. На основе предыдущего опыта выбраны частоты 13,73 Гц, 16,31 Гц и 18,17 Гц для возбуждения термометров измеряющих температурный градиент. Использование переменного тока может приводить к возникновению перекрестных помех в проводах, для снижения которых применена витая пара. Для оценки уровня погрешности за счет этого эффекта производится измерение реактивной составляющей сопротивления. Мостовые измерительные модули установлены в режим поддержки напряжения, что позволяет уменьшать выделение тепла с понижением температуры ценой увеличенной случайной погрешности.

Питание нагревателя для определения теплопроводности обеспечивается Keithley Sourcemeter 2400 (Рис. 2.10), сочетающим в себе функции источника тока и напряжения, а также мультиметра. Для снижения погреш-



Рис. 2.10. Внешний вид цифрового мультиметра

ности, связанной с падением напряжения в проводах, прибор работает в режиме источника тока. Одновременное измерение напряжения на резисторе по четырехпроводной схеме позволяет точно определять мощность, подаваемую на образец. Подпрограмма для работы с источником тока была написана на основе имеющегося драйвера производителя и обеспечивает заданное значение тока на выходе источника и измерение сопротивления и мощности нагревателя.

Определение теплоемкости осуществляется при помощи измерения амплитуды температурных колебаний синхронным усилителем Signal Recovery 7265 (Рис. 2.11). Переменный ток заданной частоты подается точным гене-



Рис. 2.11. Внешний вид синхронного усилителя

ратором, встроенным в усилитель, на нагреватель, прикрепленный к образцу. Колебания температуры образца считываются мостовым модулем,

работающем на частоте значительно больше частоты тока нагревателя. Выходной сигнал мостового модуля фильтруется синхронным услителем по второй гармонике опорной частоты. Использование синхронного усилителя в связке с мостовым модулем позволяет определять амплитуду колебаний температуры образца с погрешностью менее 1 %.

2.2.3. Программное обеспечение измерительного комплекса

Программа управления измерительным комплексом написана на графическом языке программирования G, с использованием среды разработки LabVIEW. Программа состоит из трех частей: инициализация измерительного оборудования (см. Рис. 2.12), происходящая однократно, и 2 параллельных цикла, работающих с измерительным оборудованием. Каждый

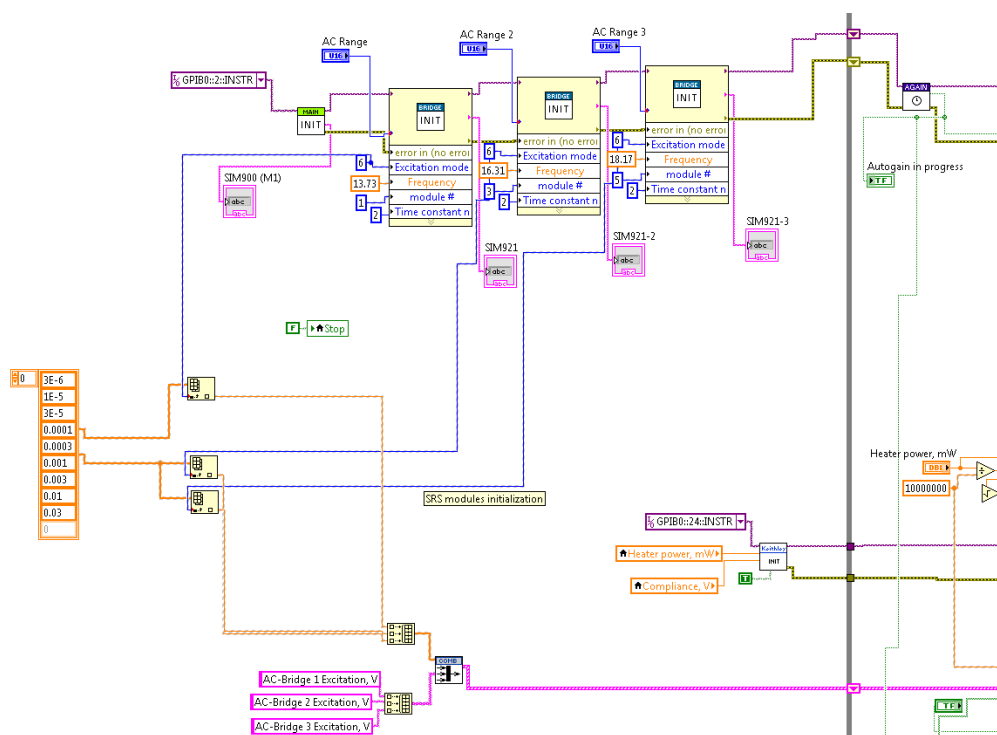


Рис. 2.12. Инициализация мостовых модулей в среде LabView

цикл обменивается данными только с одним универсальным блоком. Это позволяет обеспечить параллельную работу универсальных блоков, повы-

шая таким образом частоту измерений. В процессе инициализации каждому модулю передаются параметры не изменяющиеся в процессе эксперимента: частота и ток возбуждения термисторов, постоянная времени, предельные выходные напряжения регулятора и так далее. Значения коэффициентов усиления регулятора, определенные по методу Циглера-Николса, также используются в процессе инициализации, поскольку в исследуемом температурном диапазоне теплоемкость медной платформы изменяется в допустимых пределах.

Работа с измерительными модулями осуществляется посредством удаленного доступа к универсальному блоку, общему для нескольких модулей. Универсальный блок позволяет ретранслировать команду выбранному модулю или соединяться непосредственно. При использовании режима ретрансляции, перед тем, как запросить результат измерения у соответствующего инструмента, необходимо использовать задержку длительностью не менее 160 мс, для того, чтобы модуль успел обработать команду. Использование задержки замедляет работу основной программы и делает её нестабильной. Если задержка оказывается меньше времени обработки команды, то происходит сбой, ведущий к зависанию устройства. Такой режим работы, однако, позволяет отправлять команду на измерение сразу нескольким модулям. Этот механизм используется в данной программе для опроса мостовых модулей (см. Рис. 2.13). Разница во времени между отправкой команд на измерение для этих модулей составляет менее 5 мс, что позволяет снизить величину температурного дрейфа в процессе измерения температурного градиента. Запрошенный результат остается в оперативной памяти модуля и может быть считан позднее. При работе с остальными модулями, разница во времени между командами менее важна, поэтому для работы с ними применяется непосредственное подключение. В этом режиме, следующая команда отправляется в модуль, после получения ответа на предыду-

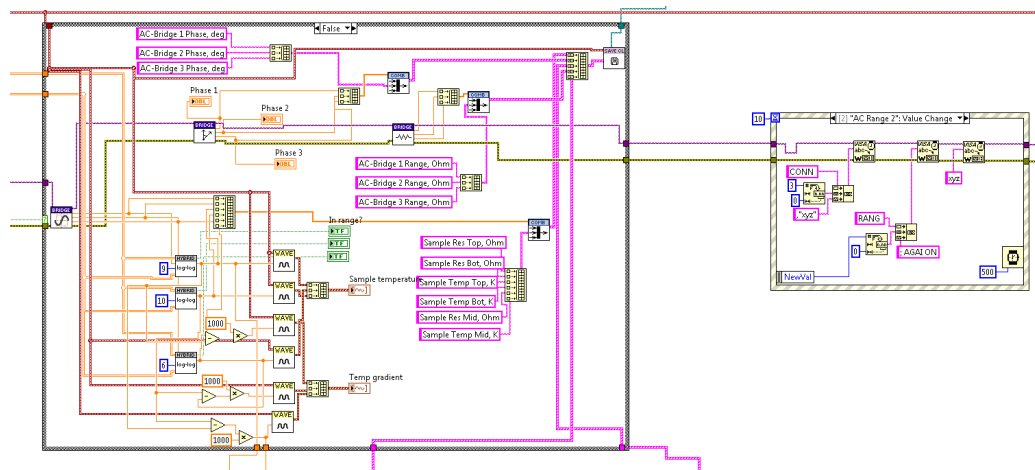


Рис. 2.13. Опрос мостовых модулей и определение температуры в среде LabView

ший запрос. Это позволяет запрашивать результаты измерения подряд без использования искусственной задержки. Однако, при записи одновременно нескольких параметров в память устройства, например ПИ коэффициентов усиления регулятора, возможно переполнение буфера и отказ модуля. Для обеспечения стабильности работы программы запись параметров осуществляется только при изменении их значения. При помощи дополнительной подпрограммы осуществляется автоматическая проверка статуса устройства для защиты от зависания.

Одной из особенностей используемых мостовых модулей, используемых для измерения температурного градиента в образце, является ограниченный диапазон работы встроенного усилителя. При значительном снижении сопротивления термистора в процессе измерения, мостовой преобразователь перестает производить измерение сопротивления. Поэтому на этапе инициализации производится подстройка модуля под текущее сопротивление. В процессе работы эта подстройка может осуществляться в ручном или автоматическом режиме. Измеренное значение сопротивления передается подпрограмме Мостовые модули расположены в отдельном блоке,

чтобы программно и физически не быть связанными с остальными модулями. Среднее время опроса мостовых модулей 250 мсек.

Работа связки мультиплексор-температурный монитор управляется подпрограммой, осуществляющей перебор заданного списка каналов и измерения сопротивления подключенных термисторов. Результат измерения сопротивления передается унифицированной подпрограмме, которая на основе заданных калибровочных данных автоматически определяет метод подсчета температуры и выдает искомое значение. Переключение каналов происходит с частотой 1 Гц. Опрос модулей этого универсального блока занимает в среднем 4 с. Так как непосредственное подключение к нескольким модулям одного универсального блока невозможно, опрос модулей происходит последовательно. Взаимодействие программы с другими измерительными устройствами осуществляется параллельно в многопоточном режиме.

Выходное напряжение температурного монитора определяется на основании значения температуры, определяемой модулем, поэтому использование компьютера для вычисления значения температуры на основе используемой функции приближения невозможно. Таким образом, необходимо загрузить калибровочные данные в промежуточный преобразователь. Температурный монитор определяет значение температуры при помощи линейной интерполяции в заданной системе координат (линейной, логарифмической или полу-логарифмической). Так как имеющиеся калибровочные данные содержат ≈ 30 пар значений на диапазоне 1,4–300 К, такая интерполяция приводит к большим погрешностям. Поэтому, имеющиеся точки аппроксимируются разработанным методом и на основе этой аппроксимации составляется новая таблица, которая загружается в память устройства. Проведенный в рамках настоящей работы анализ показывает, что лучшее соответствие калибровочным данным обеспечивает использо-

вание полиномов Чебышева в логарифмических координатах для заданного диапазона температур. Так как исследуемый диапазон ограничен температурой 10 К, аппроксимация полиномами осуществляется до 30 К. Экстраполяция и вычисление значений температуры за пределами рассматриваемого диапазона осуществляется при помощи кубического сплайна в логарифмических координатах, обеспечивающая приемлемую погрешность и расхождение приближения и калибровочных данных даже при малом количестве табличных данных. Этот алгоритм осуществлен в отдельной подпрограмме. Для загрузки калибровочных данных в температурный монитор используется специально разработанная в рамках этой работы программа, которая на основании заданного диапазона работы измерительного модуля вычисляет максимально допустимое (255) число значений температуры при помощи описанной подпрограммы.

Измеренные значения объединяются с названием канала (измеряемой величины) и отметкой времени в кластер данных при помощи дополнительно разработанной подпрограммы. Кластеры с информацией из каждого измерительного модуля передаются сортирующей подпрограмме, осуществляющей запись в файл. Использование специально подготовленной подпрограммы вместо стандартной позволяет гибко форматировать выходной файл, облегчая последующий анализ, а также поиск и устранение неисправностей. Созданная программа содержит минимальное количество стандартных подпрограмм, что ограничивает ее применимость, но обеспечивает высокое быстродействие и продолжительную безотказную работу измерительного комплекса. Все описанные подпрограммы были специально разработаны для данного проекта.

Главным преимуществом использования созданного измерительного комплекса является возможность автоматизации измерений. В автоматическом режиме в заданном температурном диапазоне происходит автома-

тическое изменение мощности и уставки ПИ регулятора при достижении предельно допустимого температурного градиента (см. Рис. 2.14). Данные

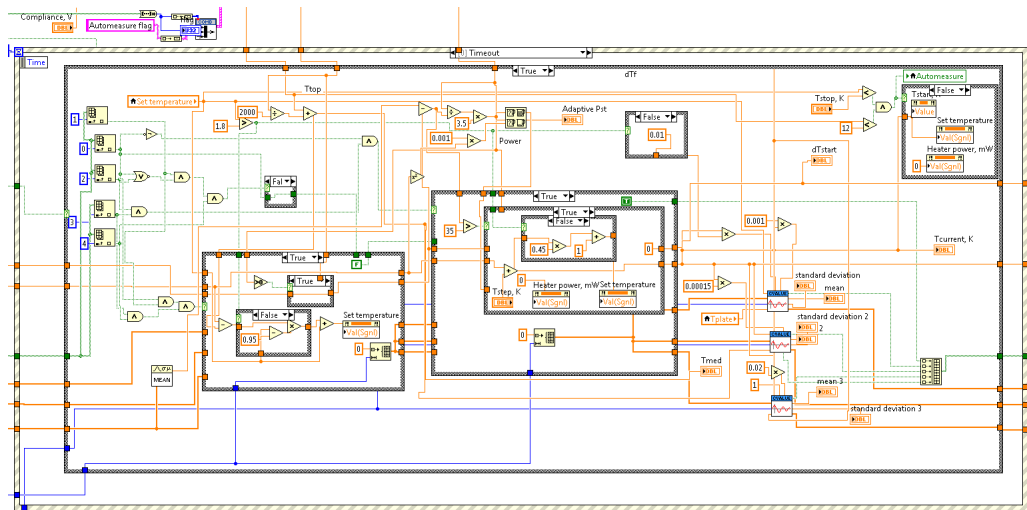


Рис. 2.14. Процедура автоматического определения теплопроводности в среде LabView

за предыдущую минуту измерений используются для оценки среднего значения температуры и стандартного отклонения. В процессе тестирования было обнаружено, что с изменением температуры разброс значений температуры, характеризующий равновесное состояние меняется с температурой, поэтому в автоматическом режиме используется адаптивный алгоритм определения допустимого стандартного отклонения. Второй особенностью явилась недостаточная чувствительность ПИ регулятора, которая приводила к небольшой разнице температур между действительным значением и уставкой. Поскольку даже небольшая разница температур может привести к значительному увеличению погрешности была использована линейная компенсация уставки. Тесты показали, что при таком подходе достигается разность < 1 мК между действительным и ожидаемым значениями температуры.

2.3. Расчет погрешности определения теплопроводности

2.3.1. Случайная составляющая погрешности

Применимость нормального распределения

Для статистической оценки погрешности необходима уверенность в правильности выбора распределения измеряемой величины. Поскольку нормальное распределение характеризует только случайные независимые величины, следует убедиться в том, что влияние физических процессов на форму распределения незначительно. При работе с любой динамической системой, необходимо исследовать фоновый шум на наличие доминирующих колебаний. Наиболее распространенный метод анализа основан на быстром преобразовании Фурье.

Для исследования теплового шума в частотном домене, программный комплекс автоматически отбирает массивы данных, характеризующиеся постоянными температурным градиентом и мощностью. Для снижения эффектов связанных с применением преобразования на конечном поле используется заполнение нулями.

Основной проблемой использования чистого преобразования Фурье является так называемое растекание спектра, которое искажает итоговую картину. Использование параболической оконной функции (окна Уэлча) с 50 % перекрытием позволяет значительно снизить этот эффект с наименьшей потерей данных (см. Рис. 2.15). Перекрытие окон обеспечивает уменьшение погрешности, вносимой этой операцией. Особенностью собираемых измерительным комплексом данных является непостоянная частота дискретизации. В большинстве случаев отклонения частоты дискретизации от определенного значения невелики, что позволяет использовать рассмотренные ранее методы для определения спектральной плотности мощности

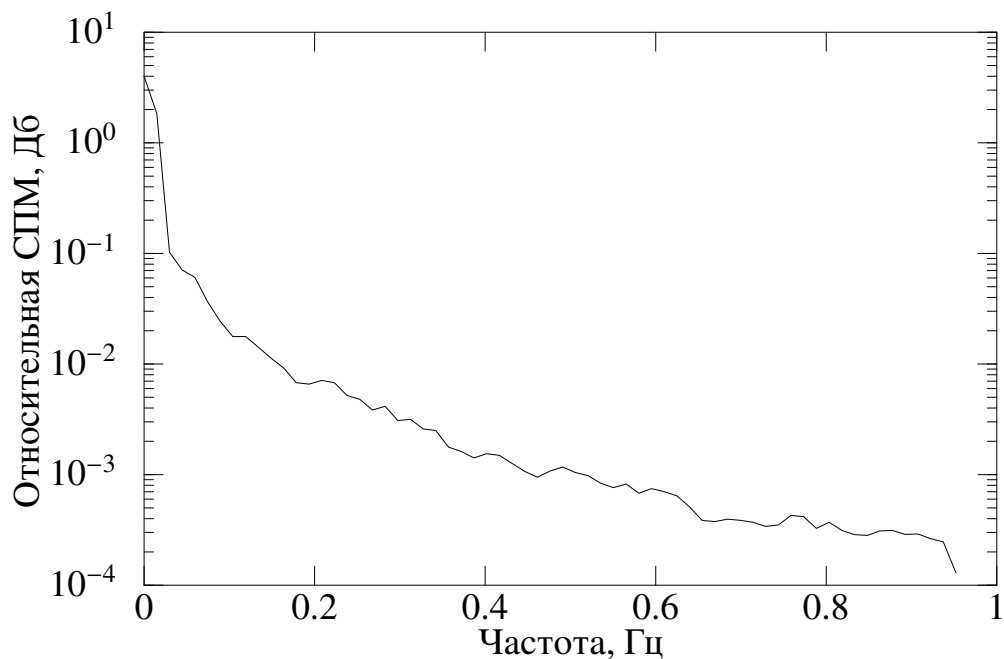


Рис. 2.15. Периодограмма методом Уэлча для стационарного участка

измеряемого сигнала. Однако в некоторых случаях возможны задержки в работе измерительного оборудования, что приводит к значительным изменениям частоты дискретизации. Использование интерполяции для определения значений измеряемого сигнала в узлах заданной сетки с определенной частотой дискретизации искажает распределение частот, вызывая пики в области низких частот. Кроме того, при таком подходе спектральная плотность мощности в области высоких частот будет являться экстраполяцией данных, соответственно теореме Котельникова. Приведенные графики спектральной плотности мощности (Рис. 2.16) получены методом интерполяции к среднему значению частоты Найквиста. Более надежным с точки зрения соответствия получаемой характеристики реальным данным является метод Ломба-Скаргла [92]. В отличие от классического быстрого преобразования Фурье (и методов, основанных на нем) данный метод использует по-точечный подход в противовес по-интервальному дискретному преобразованию Фурье. Вторым преимуществом данного метода яв-

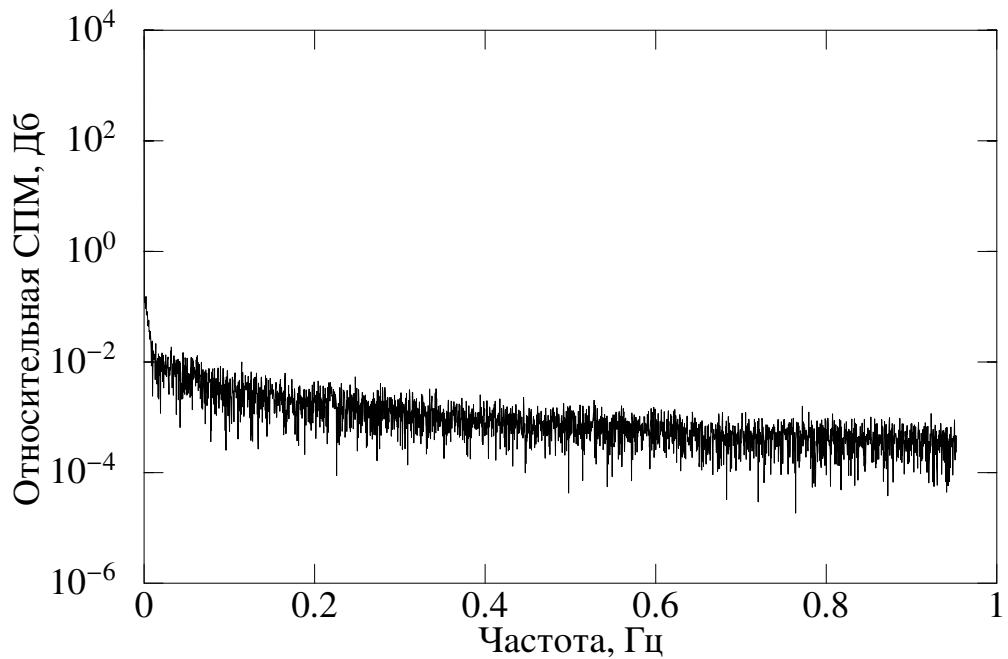


Рис. 2.16. Периодограмма Фурье для стационарного участка

ляется возможность надежной оценки значимости пиков на графике спектральной плотности мощности в сравнении с нулевой гипотезой, то есть нормальным распределением измеряемых величин. Вероятность ложного пика на графике спектральной плотности мощности для нулевой гипотезы после нормирования на величину дисперсии определяется соотношением

$$P(> z) \equiv 1 - (1 - e^{-z})^N, \quad (2.1)$$

где N — число независимых частот. Число независимых частот напрямую зависит от общего числа измеренных точек и от конкретных временных интервалов между всеми точками. Таким образом, точное определение числа независимых частот невозможно. Численные симуляции методом Монте-Карло [92] показали, что в первом приближении возможно использовать соотношение $N = 2n$, где n — число измерений, несмотря на то, что относительная погрешность при таком подходе составляет $\pm 50\%$. При повышении рассматриваемого уровня статистической значимости (вероятности ложного пика) до стандартной величины 0,001 влияние высокой по-

грешности становится незначительным. Несмотря на то, что метод Ломба-Скаргла в общем случае позволяет получить информацию о спектральной плотности мощности выше частоты Найквиста, для данной системы это невозможно, поскольку распределение временных промежутков между измеряемыми точками не является нормальным и ограничено временем ответа вторичного преобразователя. Таким образом, частота Найквиста для данного случая не может превышать половины максимальной частоты дискретизации (Рис. 2.17). На части графиков спектральной плотности мощ-

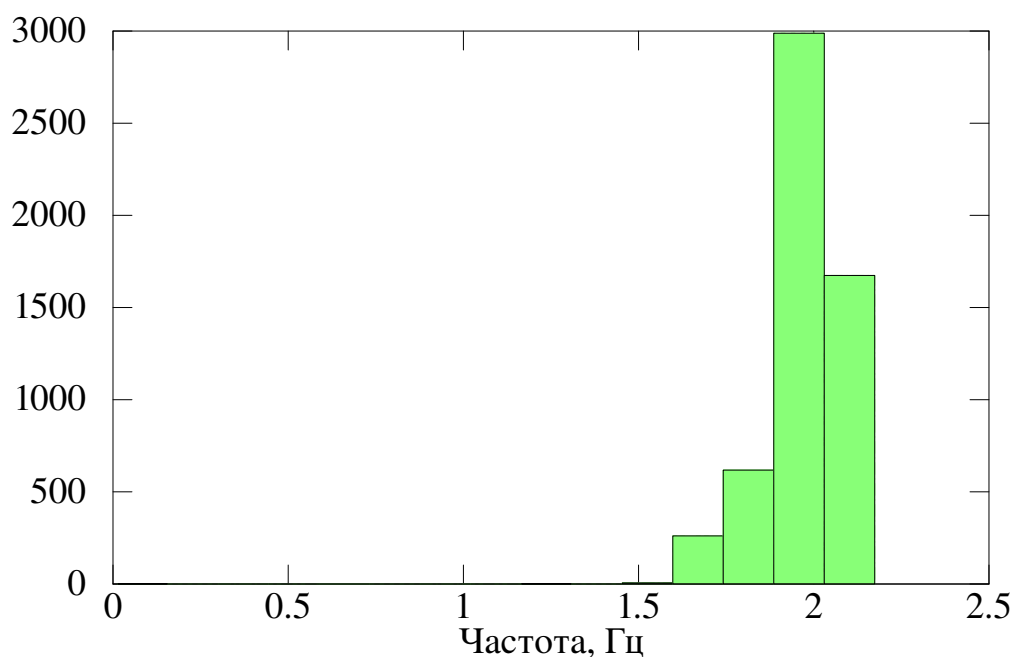


Рис. 2.17. Гистограмма частот дискретизации

ности заметен пик на частоте 0.84 Гц и пара меньших пиков на 0.28 Гц и 0.56 Гц (см. Рис. 2.18). Легко заметить, что эти пики имеют периодическую структуру и точное значение частоты слегка колеблется в зависимости от частоты Найквиста. Положение пиков соответствует приблизительно $1/4$, $1/2$, $3/4$ частоты Найквиста. Исходя из этого можно сделать вывод, что наблюдаемые пики являются результатом растекания спектра. Ни на одном из исследованных временных промежутков не обнаружены статистически

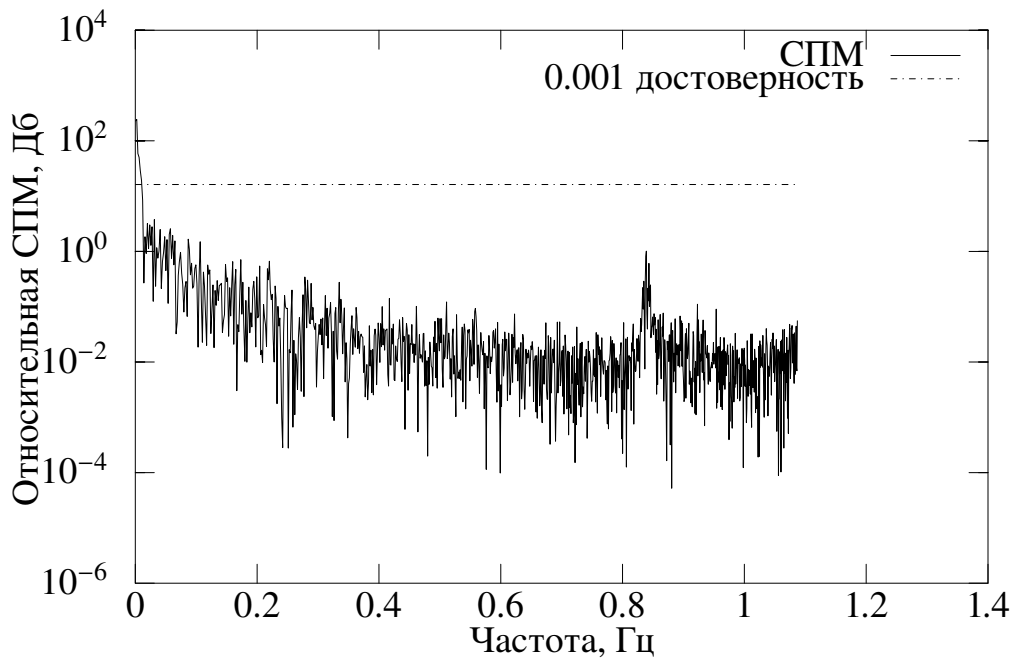


Рис. 2.18. Периодограмма методом Ломба-Скаргла

значимые пики (растекание спектра всегда меньше заданного уровня статистической значимости) в рассматриваемом диапазоне частот ни в одном из трех методов. На основании проведенного анализа можно сделать заключение, что исследуемые временные интервалы не содержат доминирующих колебаний.

Для оценки влияния работы оборудования в цехе было проведено исследование зависимости спектральной плотности мощности от времени. Пример спектрограммы представлен на Рис. 2.19. Проведенный анализ показывает, что спектральная плотность мощности не меняется в зависимости от времени суток, следовательно никакое периодически работающее внешнее оборудование не оказывает влияние на уровень шума измеряемого сигнала. Таким образом, невозможно локализовать и устранить источники случайного шума на основании анализа спектральной плотности мощности.

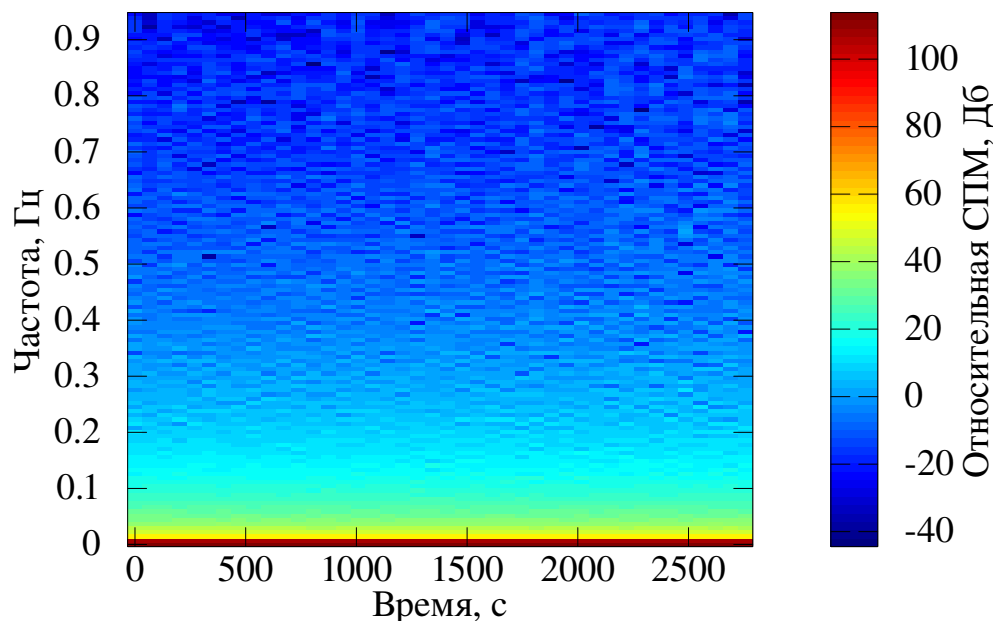


Рис. 2.19. Спектрограмма стационарного участка

Градиент температур

Определение теплопроводности осуществляется методом стационарного осевого теплового потока. На подготовительном этапе определяются геометрические размеры образца и расстояние между термометрами. Измерения мощности нагревателя и температур термометров осуществляются при помощи автоматического измерительного комплекса. Для определения теплопроводности используется закон Фурье в конечно-разностной форме (см. формулу 1.4. Для решения поставленной задачи [93] измерительный комплекс производит многократные измерения в полностью автоматическом режиме. Это позволяет использовать статистические методы обработки данных для снижения случайной составляющей погрешности. Однако вследствие автоматической работы программной части измерительного комплекса изменение температуры со временем носит ступенчатый характер. Благодаря специальной настройке программной части измерительного комплекса возможно отбросить значительную часть изме-

ренных данных, не соответствующих условиям стационарного состояния. Однако, вследствие ряда сложностей, часть данных, характеризующих переходный процесс при изменении мощности нагревателя или уставки ПИ регулятора, отфильтровать затруднительно. Характерный вид кривой зависимости температуры от времени для одного шага измерения представлен на Рис. 2.20.

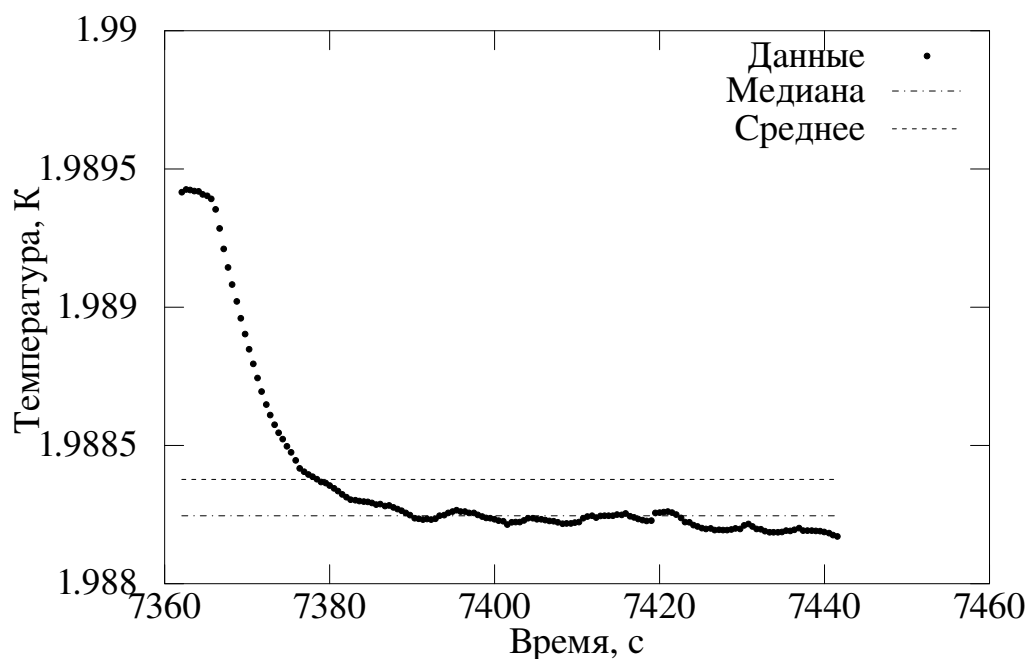


Рис. 2.20. Характерный график одной измеренной точки

Анализ гистограммы (Рис. 2.21) полученных данных также подтверждает, что результат измерения не соответствует нормальному распределению. Задача выбора данных, характеризующихся стационарным состоянием, затрудняется тем, что переходный процесс может происходить в течении значительного времени или даже быть много ступенчатым.

Таким образом, использование традиционных методов оценки центра и ширины распределения определения величины, таких как среднее арифметическое и среднеквадратическое отклонение может приводить к ошибкам. Как видно на примере графика 2.20, доля выбросов составляет поряд-

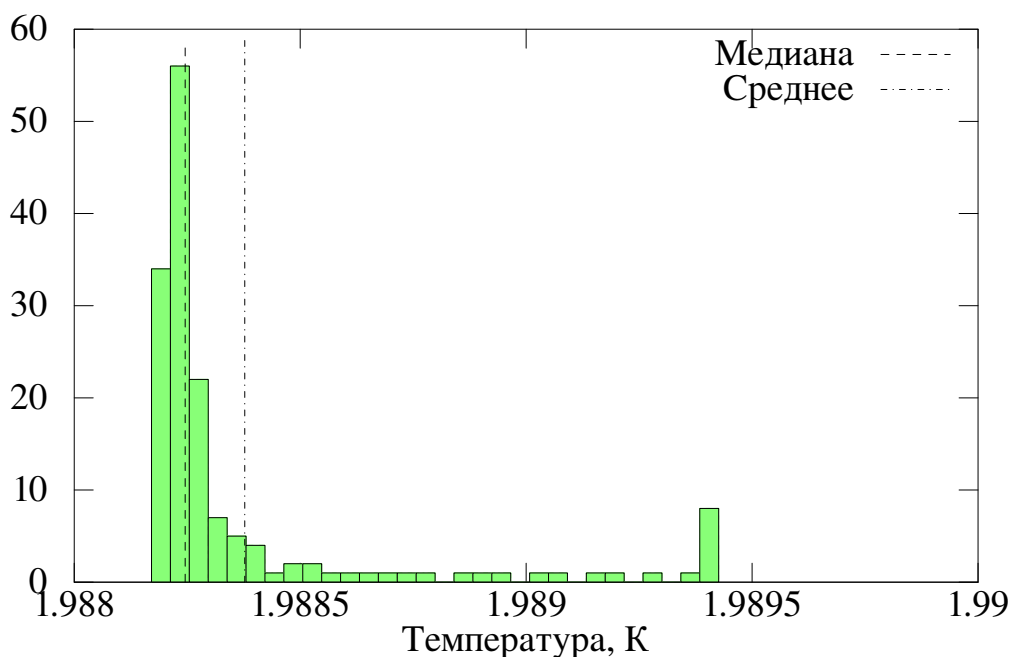


Рис. 2.21. Гистограмма одной измеренной точки

ка 50 %, поэтому необходимо использовать робастную характеристику как для оценки центральной тенденции, так и для рассеивания относительно центра. Наиболее простой и надежной характеристикой центра распределения является медиана, обеспечивающая 50 %-ую устойчивость к выбросам. Стоит отметить, что использование робастной характеристики позволяет в автоматическом режиме производить анализ полученных данных без необходимости контроля всех значений каждого измерения. Пример сравнения робастной и неустойчивой оценок центра распределения представлены на Рис. 2.20, 2.21.

По тем же причинам использование стандартного отклонения как несмещенной оценки среднеквадратического отклонения распределения невозможно. Наиболее подходящей характеристикой для оценки в такой ситуации является медианное отклонение (MAD)[94], также обеспечивающее 50 %-ую устойчивость. Для удобства анализа желательно привести значение медианного отклонения к среднеквадратическому. Для этого исполь-

зуется значение кумулятивной плотности нормального распределения — $\Phi^{-1}(3/4)$, где Φ — нормированная функция Лапласа. Значение $3/4$ объясняется тем, что медианное отклонение является 75 % перцентилем. Многократное продолжительное измерение позволяет, согласно закону больших чисел, снизить случайную составляющую погрешности.

Геометрические размеры, тепловой поток и теплопроводность

В данном анализе принимается, что поперечное сечение имеет прямоугольную форму и постоянные размеры на участке между двумя термометрами. На образце помимо двух основных термометров, определяющих температурный градиент, установлен также контрольный термометр посередине.

С уменьшением температуры геометрические размеры образца будут также уменьшаться. Несмотря на то, что величина термического сжатия составляет десятые доли процента, при измерениях заданной точности этот эффект будет играть значительную роль. В данном анализе коэффициент линейного теплового расширения принят постоянным на всем диапазоне температур.

Тепловой поток идущий через образец принимается равным мощности нагревателя. Это означает, что поток теплоты от нагревателя в окружающую среду пренебрежительно мал. Дальнейший анализ экспериментальных данных подтверждает, что данные допущения соответствуют требуемому уровню погрешности (см. Рис. 2.22). Мощность нагревателя определяется как произведение пропускаемого тока и падения напряжения на резисторе. Не смотря на то, что значения этих величин ближе к нормальному распределению, для анализа так же используются робастные методы во избежание ошибок, связанных с выбросами вследствие возможных ошибок обо-

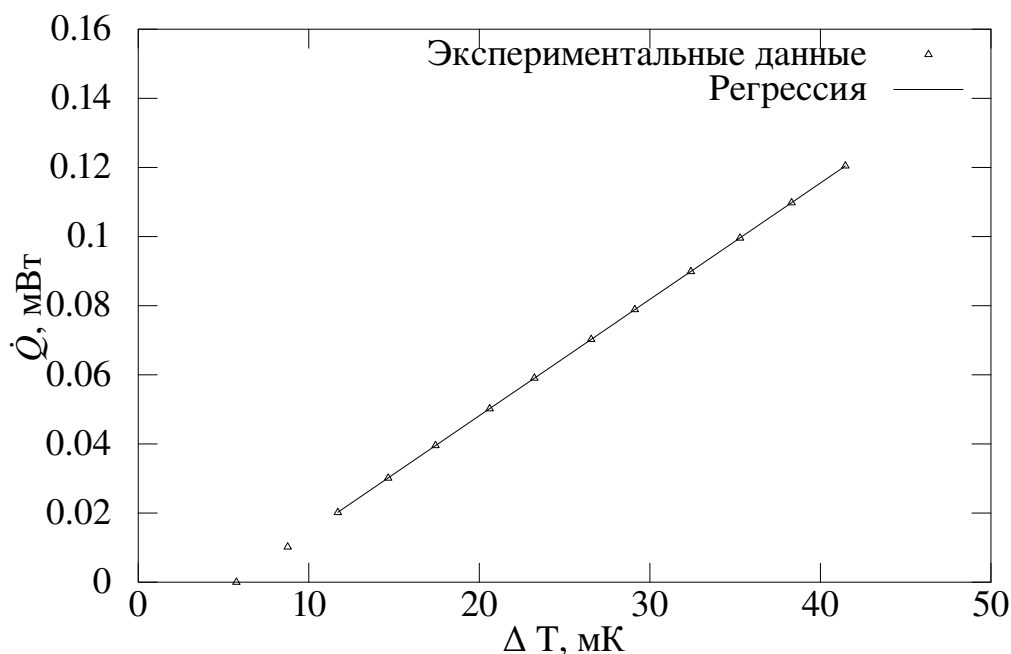


Рис. 2.22. Линейная регрессия экспериментальных данных

рудования. Важно отметить, что также, как и в случае с температурным градиентом, методы оценки необходимо применять к величинам, составляющим распределение (мощность), а не измеряемым величинам (напряжение и ток), так возможно значительная ошибка при определении погрешности. Для каждого отдельного значения теплопроводности производится измерение нескольких (5-10) значений температурного градиента для различных тепловых потоков в автоматическом режиме. Благодаря процедуре компенсации температуру образца можно считать постоянной. Таким образом, для массива точек, характеризующих одно значение теплопроводности, возможно произвести линейную регрессию. Величина тепловой проводимости будет равна углу наклона прямой. Для упрощения конструкции экспериментального стенда [95], образец не защищен экраном от теплопритока излучением. Вследствие этого при измерении всегда присутствует фоновый теплоприток, изменяющийся как по величине, так и по знаку в зависимости от температуры образца. Однако, применяемый метод опре-

деления тепловой проводимости образца позволяет полностью исключить не зависящую от температуры часть паразитного теплопритока и, таким образом, значительно уменьшить погрешность. Поскольку метод наименьших квадратов крайне неустойчив к выбросам (устойчивость оценки 0 %), его использование в автоматизированном измерительном комплексе нежелательно. В качестве более робастного метода линейной регрессии используется метод взвешенных урезанных наименьших квадратов [94], который позволяет исключить сильно выбивающиеся значения (часто вызванные высоким уровнем фонового шума) на основе критерия Шовене [96]. Метод наименьших усеченных квадратов является итерационным методом. Коэффициенты регрессии для k пар переменных определяются аналогично методу наименьших квадратов:

$$\hat{\beta} = (\mathbf{X}_{1:k}^T \mathbf{X}_{1:k})^{-1} \mathbf{X}_{1:k}^T \mathbf{y}_{1:k}, \quad (2.2)$$

где \mathbf{X} — вектор независимых переменных, \mathbf{y} — вектор зависимых переменных, а k выбирается итерационно для минимизации суммы квадратов отклонений s^2 :

$$s^2(\hat{\beta}) = \sum_{i=1}^k \|\mathbf{y} - \mathbf{X}\hat{\beta}\|_{1:n}^2,$$

где $\|\mathbf{y} - \mathbf{X}\hat{\beta}\|^2$ — квадраты отклонений отсортированные по возрастанию, а n — общее число наблюдений. Вектор коэффициентов регрессии позволяет определить величину паразитного теплопритока \dot{Q}_{hl} , Вт, и тепловую проводимость образца K , Вт/К:

$$\hat{\beta} \equiv \begin{pmatrix} K \\ \dot{Q}_{hl} \end{pmatrix}.$$

Применение этого метода для полученных экспериментальных данных показывает, что за исключением нескольких точек в области низких тепловых потоков, затмеваемых фоновым шумом, точки ровно ложатся на од-

ну прямую, что соответствует равенству мощности нагревателя тепловому потоку через образец. Таким образом, можно утверждать, что измеряемые параметры образуют нормальное распределение двух зависимых величин.

Поскольку метод взвешенных усеченных наименьших квадратов основан на классическом методе наименьших квадратов, погрешность определенного значения тепловой проводимости dK , Вт/К, выражается как

$$dK = t_{1-\frac{1-\alpha}{2}, \nu} \sqrt{s^2 \cdot \text{var}(\Delta T)_{1,1}},$$

где $t_{1-(1-\alpha)/2, \nu}$ — процентиль t-распределения для пределов вероятности α , принимаемого равным 1σ для всего расчета, ν — число степеней свободы, s — стандартное отклонение, Вт, а $\text{var}(\Delta T)_{1,1}$ — соответствующий элемент ковариационной матрицы, $1/\text{К}^2$:

$$\text{var}(\Delta T) = M[\Delta T \Delta T^T] - M[\Delta T] \cdot M[\Delta T^T].$$

Коэффициент Стьюдента характеризует влияние ограниченного количества наблюдений на точность оценки погрешности измерения.

Поскольку измеряемые параметры — градиент температур и тепловой поток — образуют нормальное распределение двух зависимых величин, дисперсия определяемой величины будет иметь распределение χ^2 , согласно теореме Кохрана. В соответствии с теоремой Фишера, доверительный интервал стандартного отклонения будет равен [97]:

$$s^2 \in \left[\frac{\nu s^2}{\chi^2_{\frac{1+\alpha}{2}, \nu}} \leq \sigma^2 \leq \frac{\nu s^2}{\chi^2_{\frac{1-\alpha}{2}, \nu}} \right],$$

с вероятностью α

Пределы доверительного интервала несимметричны, поскольку определяющее распределение χ^2 также несимметрично. Дисперсия доверительного интервала измеряемой величины зависит от эффективного числа степеней свободы, определяемой из формулы Уэлча-Саттертуэйта [98]:

$$\nu = \frac{(s^2 + \sum_{k=1}^M b_k^2)^2}{s^4/\nu_s + \sum_{k=1}^M b_k^4/\nu_k},$$

где s^2 — дисперсия измеряемой величины за счет случайной погрешности, ν_s — число степеней свободы для s^2 , b_k — систематическая погрешность измерения, ν_k — число степеней свободы для b_k .

Для обеспечения точности и достоверности оценки используется проверка методом Монте Карло. Анализ массивов данных непосредственно измеряемых величин позволяет оценить центр и дисперсию распределения. Такой анализ производится для всех геометрических размеров, значений градиента температуры, а также тока и падения напряжения на нагревателе. Далее, создается случайная выборка из распределения в размере 10^6 значений. Для каждого из 10^6 значений выборки по закону Фурье 1.4 вычисляется соответствующее значение теплопроводности. Медиана полученного распределения является оценкой значения теплопроводности, а среднее медианное отклонение — погрешности измерения. Результаты, полученные методом Монте Карло, согласуются с результатами метода рядов Тэйлора. Пример экспериментальных данных и полученных в результате численного моделирования представлен в (Приложении таблицы 6 и 7). Стоит отметить, что при моделировании дисперсия погрешности измеряемых величин не учитывается. Это сделано для упрощения поверочного расчета.

2.3.2. Систематическая составляющая погрешности

Криогенная система, в которую интегрирован испытательный стенд, имеет отдельный аппарат для калибровки циркониевых термометров. Калибровка осуществляется в процессе плавного контролируемого отогрева калибровочной камеры. За стандарт принимается значение температуры, измеряемое расположенным в калибровочной камере термометром Serpox

с заводской калибровкой. Регулирование температуры происходит при помощи периодического включения нагревателя малой мощности. Благодаря большому времени тепловой релаксации температурный дрейф в процессе опроса всех датчиков незначителен. Для снятия точек при температуре ниже 4,5 К используется регулировка давления при помощи игольчатого клапана на откачной линии. После стабилизации температуры производится измерение сопротивления всех термометров, полученные данные записываются в таблицу.

Стоит отдельно остановиться на выборе и анализе метода приближения калибровочных данных термометра функцией. Для выбранных термометров характерна обратная экспоненциальная зависимость сопротивления от температуры в области низких температур (Рис. 2.23). Поэтому для приближения этой зависимости функций чаще всего используют логарифмические координаты (Рис. 2.24).

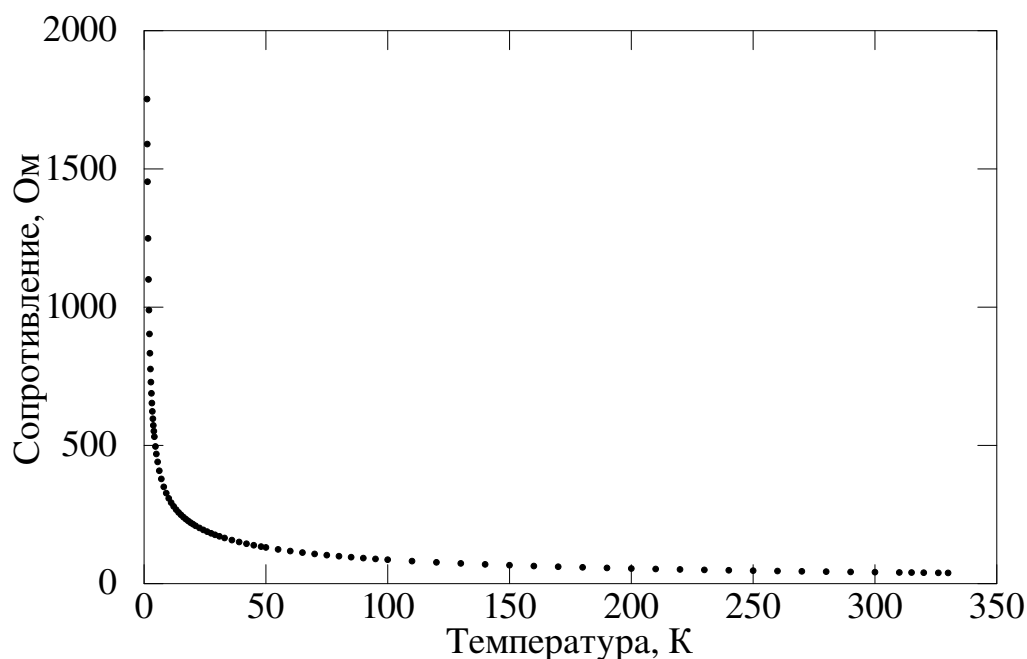


Рис. 2.23. Зависимость сопротивления калибровочного термометра CX-1030 от температуры

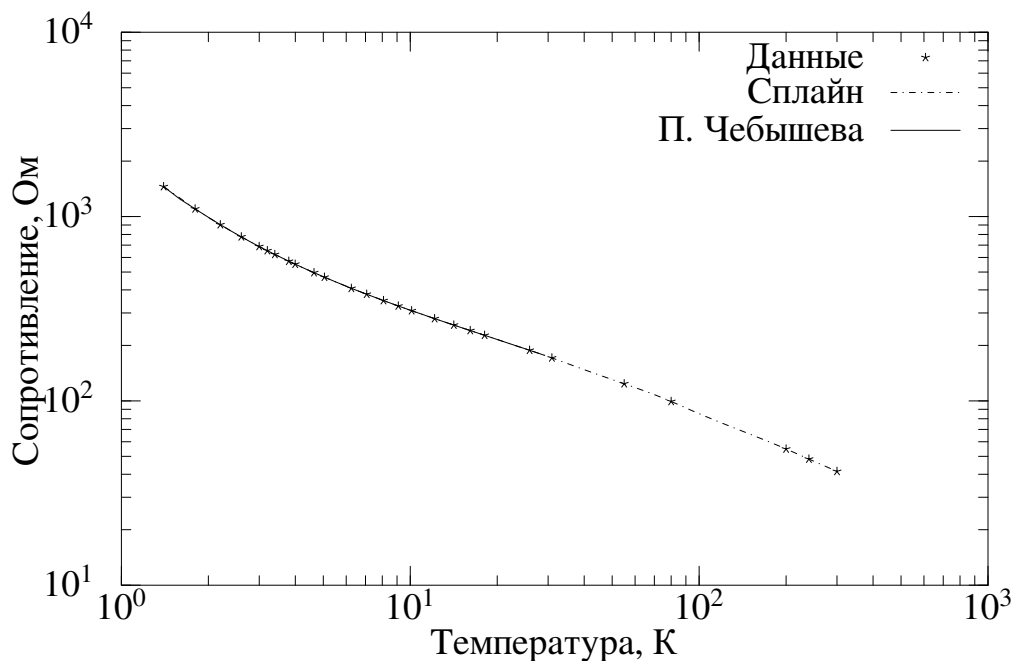


Рис. 2.24. Приближение калибровочных данных на примере CX-1030

Наиболее широко для приближения калибровочных данных используются кубический сплайн и полином. Основными преимуществами сплайна являются отсутствие феномена Рунге, а также нулевая погрешность во всех калибровочных точках. Несмотря на кажущееся преимущество, тот факт, что сплайн проходит через все калибровочные точки является скорее недостатком этого способа приближения. Поскольку сами калибровочные данные имеют определенный разброс, кривая приближения, которая проходит через все калибровочные точки увеличивает суммарную систематическую погрешность калибровки. Реальная зависимость сопротивления чувствительного элемента термометра от температуры имеет сложный характер [99] и зависит от температурного диапазона и остаточного сопротивления сенсора:

$$\begin{array}{ll}
 R \sim T & RR < 1 \\
 R \sim 1/\ln(T) & 1 < RR < 3 \\
 R \sim 1/(\ln(T) + \sqrt{T}) & 3 < RR < 10 \\
 R \sim 1/\sqrt{T} & 10 < RR < 50
 \end{array}$$

Для имеющихся термометров остаточное сопротивление (RR) равно 15, следовательно в низкотемпературной области зависимость $\ln(R)$ от $\ln(T)$ будет близка к прямо пропорциональной, что заметно на приведенном выше графике (см. Рис. 2.24). Таким образом, вид кривой приближения сплайном будет отличаться от реальной зависимости параметров. Вторым недостатком сплайна является наличие сильных изгибов функции приближения между калибровочными точками. Это также связано с разбросом калибровочных относительно их истинных значений. Несмотря на эти недостатки, сплайн рекомендуется компаний производителем термометров. Однако, стоит учесть, что эта рекомендация относится в первую очередь к термометрам, калиброванным компанией-производителем. Поскольку термометры, использованные в данном исследовании калиброваны в нашем цехе, подход к выбору калибровочных точек иной. Характер зависимости сопротивления термометра от температуры определяется несколькими различными физическими процессами, преобладающими в разных диапазонах температур, поэтому необходимо использовать разделение на зоны для приближения. Такой метод рекомендуется и используется компанией-производителем. К сожалению, этот метод накладывает определенные ограничения при использовании большого числа термисторов, поскольку температурные границы для зон приближения не могут быть определены унифицированным образом.

Также для приближения калибровочных данных используются полиномы. Степень полинома зависит от общего количество точек и редко пре-

вышает 14. При более высоких степенях полинома влияние феномена Рунге становится значительным и приводит к высокому значению погрешности. Поскольку задача поиска коэффициентов для полинома такой степени трудоемка, для приближения калибровочных данных используются полиномы Чебышева. Так как полиномы Чебышева ортогональны, поиск коэффициентов сводится к решению системы линейных уравнений. Степень полинома меньше, чем количество доступных точек, следовательно система уравнений переопределена. В таком случае находится приближительное решение, в соответствии с методом наименьших квадратов. Таким образом, функция приближения сглаживает нормально распределенные калибровочные точки в строгом соответствии с распределением Гаусса. Принимая во внимание реальную зависимость сопротивления от температуры для материала термометра, можно сделать вывод что для отдельных диапазонов температур приближение полиномами Чебышева обеспечивает максимальное приближение к реальной физической кривой.

В рамках данной диссертационной работы было проведено исследование двух рассмотренных вариантов функций приближения калибровочных точек. Для данного исследования были использованные предложенные производителем калибровочные данные термометра Cernox 1050. Из имеющихся данных была произведена выборка в соответствии с принятыми нормами и порядком калибровки термометров в наем испытательном цехе. На основе данной выборки было сделано приближение при помощи кубического сплайна и полиномов Чебышева в логарифмических координатах. Значения температуры, полученные функциями приближения сравниваются с исходными данными калибровочных точек. На Рис. 2.25 приведен пример сравнения приближения сплайном с приближением полиномами Чебышева 11-й степени на всем диапазоне температур. На данном примере можно заметить влияние низкой степени полинома на точность приближе-

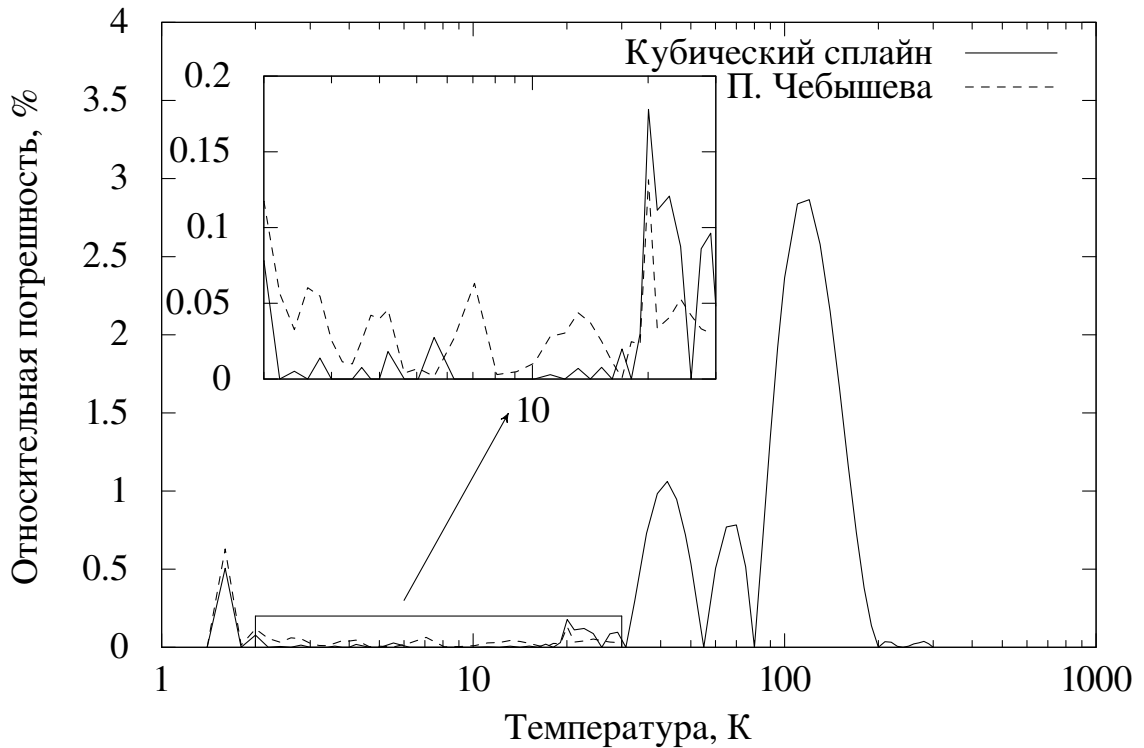


Рис. 2.25. Относительная погрешность приближения калибровочных данных

ния, а также характерную для приближения сплайном особенность — резкое возрастание погрешности при увеличении шага калибровочных данных. Поскольку реальные калибровочные данные содержат в себе определенную погрешность, распределенную нормально, погрешность приближения полиномами относительно реальной физической зависимости должна быть несколько меньше, чем на графике, в то время, как погрешность приближения сплайном будет больше.

Для данного исследования диапазон применения ограничивается сверху 30 К, поскольку в этом диапазоне происходят все точные измерения. Выше этой температуры используется кубический сплайн, имеющий более высокую скорость работы и позволяющий с относительно невысокой точностью оценить температуру установки в процессе охлаждения. Поскольку значение сопротивления при использовании полиномов Чебышева норми-

руется на максимальный разброс сопротивлений, с помощью этой функции невозможно получить никакой информации о значении температуры за пределами калибровочного диапазона. Поэтому для экстраполяции ниже калибровочного диапазона используется так же кубический сплайн.

В данном анализе также учтена систематическая погрешность калибровки термометров. Погрешность калибровки термометров влияет в первую очередь только на определение средней температуры образца, которой сопоставляется измеренное значение теплопроводности. Проведенный анализ показал, что данная погрешность влияет на итоговую статистическую значимость полученных результатов измерения. Зависимость погрешности калибровки от температуры определяется интерполяцией имеющихся данных (см. Рис. 2.26). Поскольку термометры, используемые для изме-

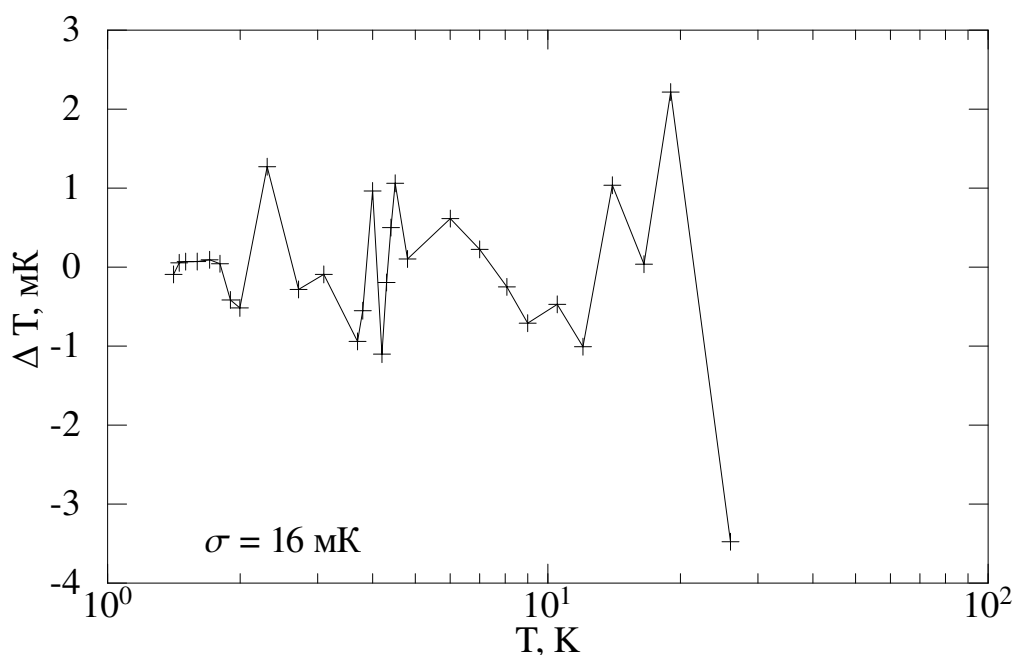


Рис. 2.26. Систематическая погрешность средней температуры

рения температурного градиента через образец, были калиброваны вместе, их систематическая погрешность близка (по данным производителя до 25 мК), что повышает точность измерения — среднеквадратическая по-

грешность уменьшилась до 16 мК при начальных значениях 19 мК и 23 мК. Наибольшее снижение погрешности заметно при температуре < 3 К.

Так как при определении тепловой проводимости строится зависимость \dot{Q} от ΔT , то систематическая погрешность калибровки будет определяться как $\frac{\delta \Delta T}{\Delta T} \ll \delta \Delta T$ и не будет оказывать значительного влияния на точность измерения.

Поскольку определение теплопроводности происходит в небольшом диапазоне температур, вызванном наличием теплового потока в образце, необходимо с особой осторожностью выбирать значение температуры, которому ставится в соответствие определенное значение теплопроводности. Наиболее простым вариантом является использование среднего значения температуры образца. Однако поскольку реальная зависимость теплопроводности от температуры нелинейна, такой подход приводит к определенной погрешности, величина которой зависит от разницы температур на концах образца. В рамках настоящей научно-исследовательской работы был проведен численный анализ зависимости величины данной методической погрешности от температурного градиента. Для анализа использовалась комбинированная функция теплопроводности, описанная в пункте 3.1.3. По результатам проведенного анализа (см. Рис. 2.27) было выбрано максимально допустимое значение температурного градиента 35 мК, обеспечивающее относительную погрешность не более 0,1 %. Данное значение задано в программной части измерительного комплекса для исключения проявления нелинейных эффектов теплопроводности.

Образец имеет форму параллелепипеда, погрешности формы принимаются менее 0,1 %, поскольку образец изготавливается при помощи электроэрозионной обработки на станке с ЧПУ, что позволяет выдерживать форму образца с заданной точностью. Для повышения точности измерения возможно использования специальных зажимов с малой площадью контак-

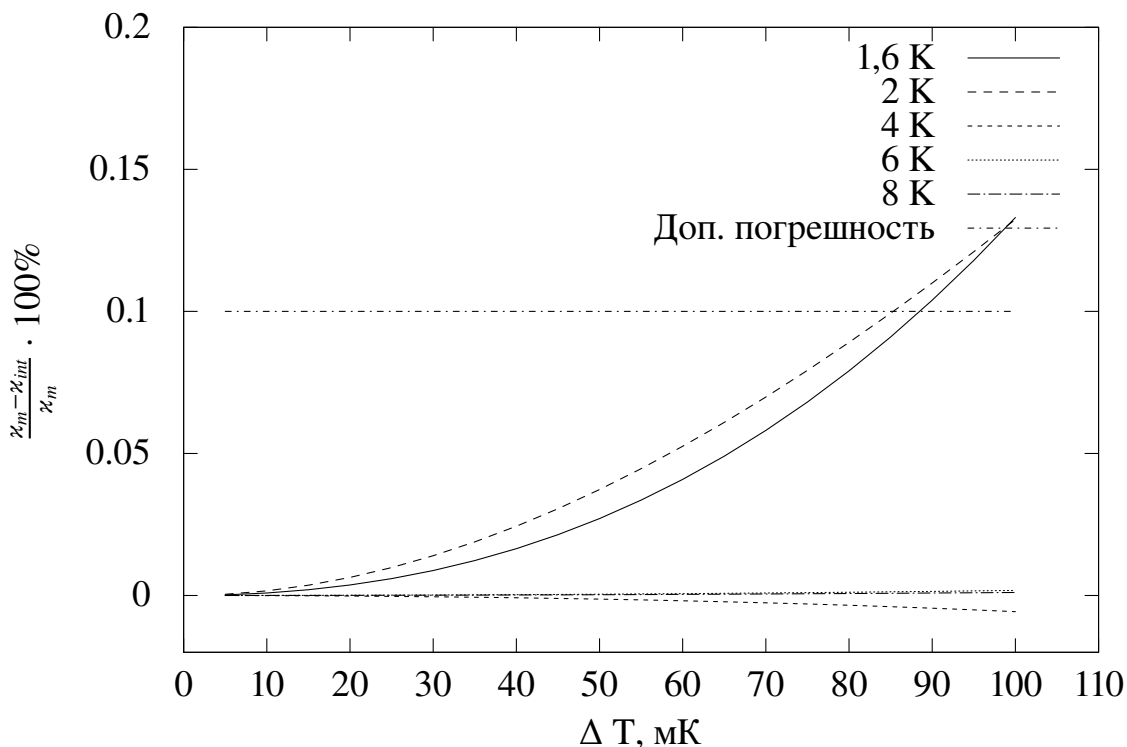


Рис. 2.27. Методическая погрешность линейзации температуры

та, позволяющих точнее определить положение точки на образце, которой соответствует измеряемая температура.

2.4. Расчет погрешности определения теплоемкости

Как уже было отмечено ранее для исследования корреляции теплоемкости с фоновым пиком теплопроводности сверхпроводящего ниобия, необходимо обеспечить высокую точность измерений. Использование созданного в рамках настоящей работы программно-аппаратного комплекса позволяет значительно снизить погрешности при помощи статистических методов обработки экспериментальных данных.

Согласно соотношению 1.5 погрешность определения теплоемкости будет зависеть от точности определения теплового потока, амплитуды температур и частоты. Заявленная производителем погрешность частоты встро-

енного в синхронный усилитель генератор, составляет $\delta\omega = 25\text{ppm} + 30\mu\text{ Hz}$

Выходной сигнал мостового модуля, передающийся синхронному усилителю, пропорционален измеряемому сопротивлению и может варьироваться в пределах $\pm 10\text{ В}$. При использовании встроенной в промежуточный преобразователь функции компенсации возможно снизить уровень фонового сигнала, соответствующего среднему значению сопротивления, что позволяет повысить коэффициент усиления и увеличить амплитуду выходных колебаний напряжения. Это позволяет значительно снизить уровень шума и повысить точность измерения амплитуды сигнала. Величина компенсации определяется при помощи программы усреднением измеряемых данных. Для того, чтобы избежать создания дополнительных низкочастотных колебаний необходимо синхронизировать процесс компенсации и получения данных из синхронного усилителя. Систематическая погрешность синхронного усилителя при определении амплитуды поступающих колебаний составляет не более 0,2 %. Случайная составляющая погрешности для заданного диапазона частот будет $< 15\text{ мВ}$. При уровне полезного сигнала в несколько вольт данная погрешность пренебрежимо мала. Проведенные тесты точности определения амплитуды сигнала синхронного усилителя при помощи сравнения с более совершенной моделью показали сходные результаты (см. Рис. 2.28).

В принципе работы синхронного усилителя лежит демодуляция поступающего сигнала на заданной частоте. Следовательно дополнительный шум, вызванный тепловыми процессами в вакуумной камере и преобразователями измерительного сигнала автоматически отфильтровываются в синхронном усилителе. Таким образом, можно утверждать, что итоговая относительная погрешность измерения амплитуды колебания сопротивления термометра составляет 0,2 %.

Поскольку зависимость температуры от сопротивления представляет

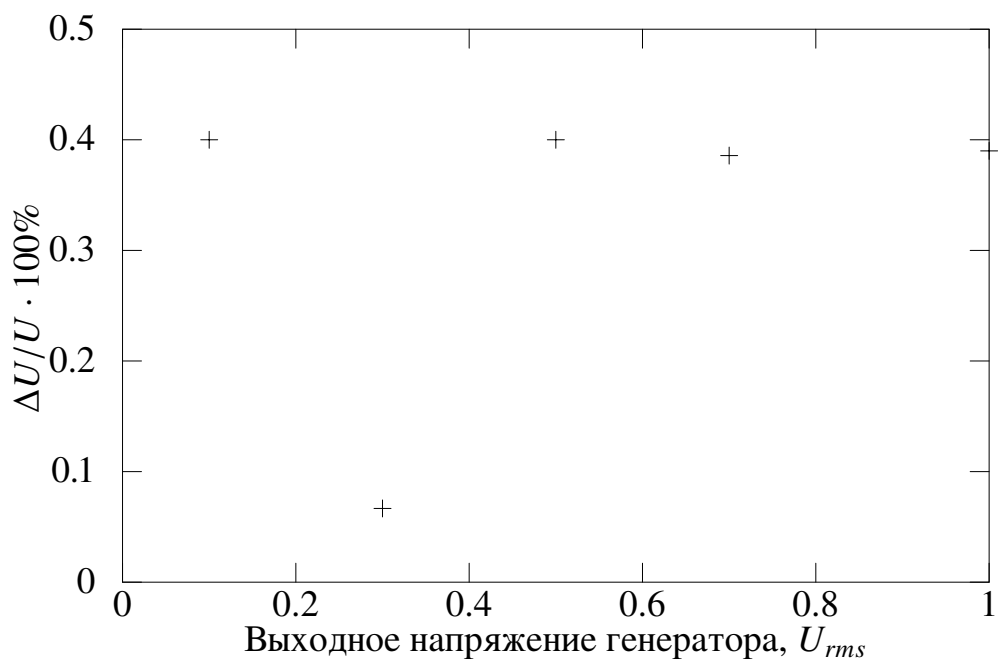


Рис. 2.28. Относительная погрешность синхронного усилителя

собой сложную степенную функцию, в виде полиномов Чебышева или кубического сплайна, определение погрешности амплитуды колебаний температуры образца методом Тэйлора затруднено. В программе обработке экспериментальных данных используется Метод Монте Карло, который по данным исходного распределения создает выборку значений сопротивления. После преобразования данной выборки в температуру для полученной выборки оценивается центральная тенденция и дисперсия распределения.

2.4.1. Калибровка термометров

Поскольку для определения теплоемкости используются специальные термометры без оболочки, процесс их калибровки не является стандартным и калибровочный стенд, использующийся в нашем цехе не позволяет производить калибровку таких термометров. В процессе работы с данными сенсорами выяснилось, что они крайне хрупкие и чувствительны к механическим повреждениям и нагрузкам. Поэтому для минимизации числа

физических контактов с термисторами, калибровка производилась прямо на медной подложке. Для калибровки на приготовленную медную подложку устанавливался калиброванный термометр аналогичной серии, что позволяло производить калибровку с достаточной чувствительностью. После охлаждения медная подложка стабилизировалась на выбранной температуре, после чего в течение ≈ 30 мин производились измерения сопротивления калиброванного и некалиброванных датчиков. Поскольку калибровка производилась в ручном режиме, особое внимание было уделено обработке экспериментальных результатов. При анализе весь массив данных разбивается на участки и каждый отдельный участок оценивается исходя из стандартного отклонения. Отобранные участки собираются вместе и разделяются по соответствию температуре. При таком подходе часть калибровочных данных неизбежно теряется, однако значительная продолжительность измерения при каждой фиксированной температуре позволяет это компенсировать. Для малых изменений температур, характерных для тепловых возмущений в низкотемпературной установке, сопротивления термометров прямо пропорциональны. Это позволяет при анализе каждой температурной точки исключить остатки переходных процессов и выбросы. Для линейной регрессии используется метод усеченных квадратов. Пример результатов анализа одной калибровочной точки представлен на Рис. 2.29. Пример полученных калибровочных данных представлен на Рис. 2.30, в целях упрощения показаны каждая сотая калибровочная точка. Выброс в области температуры 3 К обусловлен, скорее всего, ошибкой оборудования. Использование полиномов Чебышева позволяет уменьшить погрешность, поскольку для приближения используется метод наименьших квадратов. Систематическая погрешность калибровки представлена на Рис. 2.31.

Вследствие того, что синхронный усилитель автоматически определяет разность двух значений температуры для устоявшегося колебания,

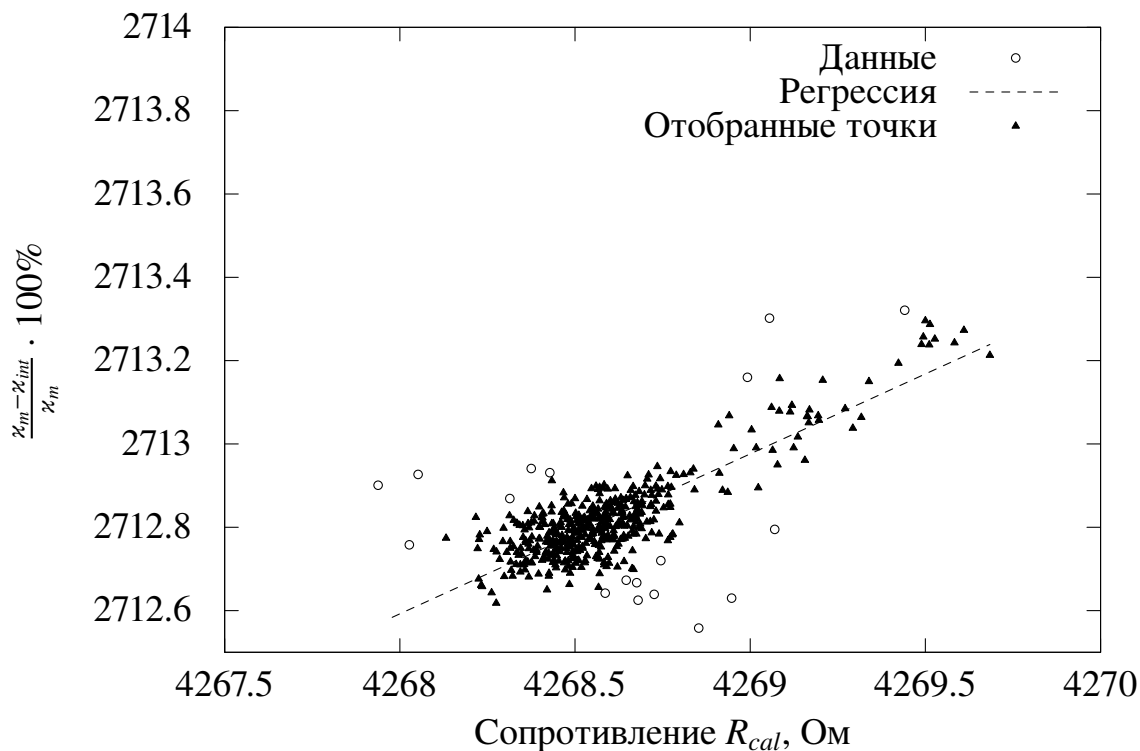


Рис. 2.29. Анализ калибровочных данных термометра СХ-1050-1

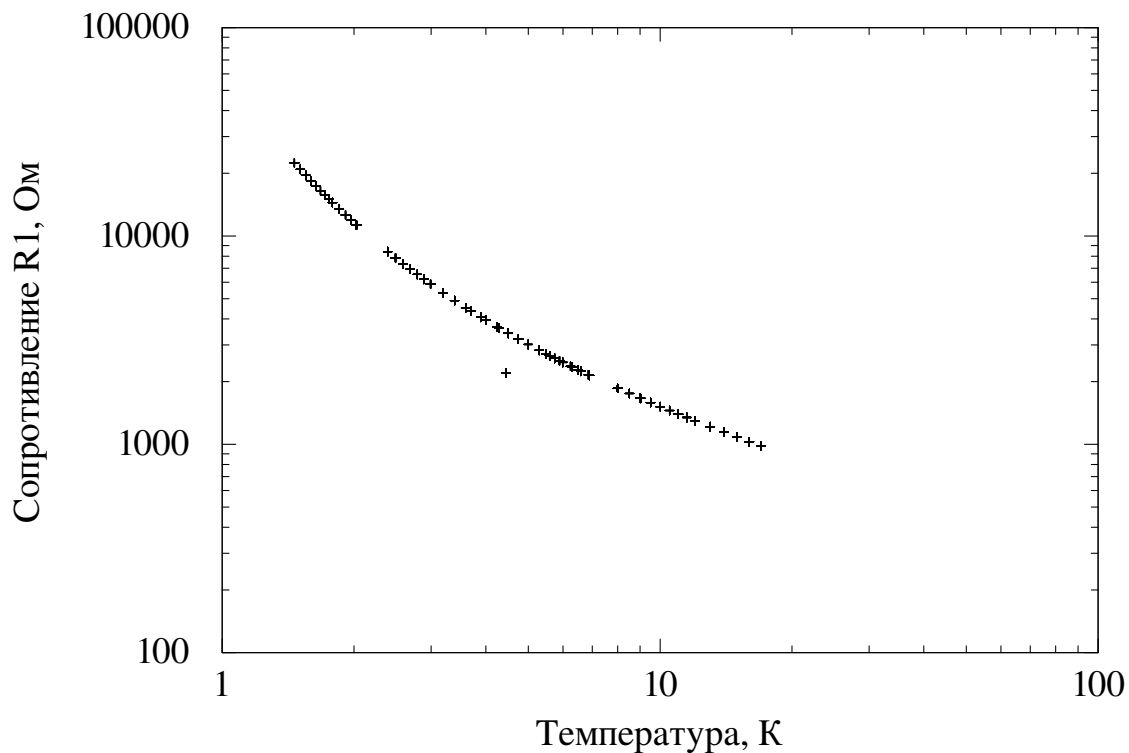


Рис. 2.30. Калибровочная кривая термометра СХ-1050-1

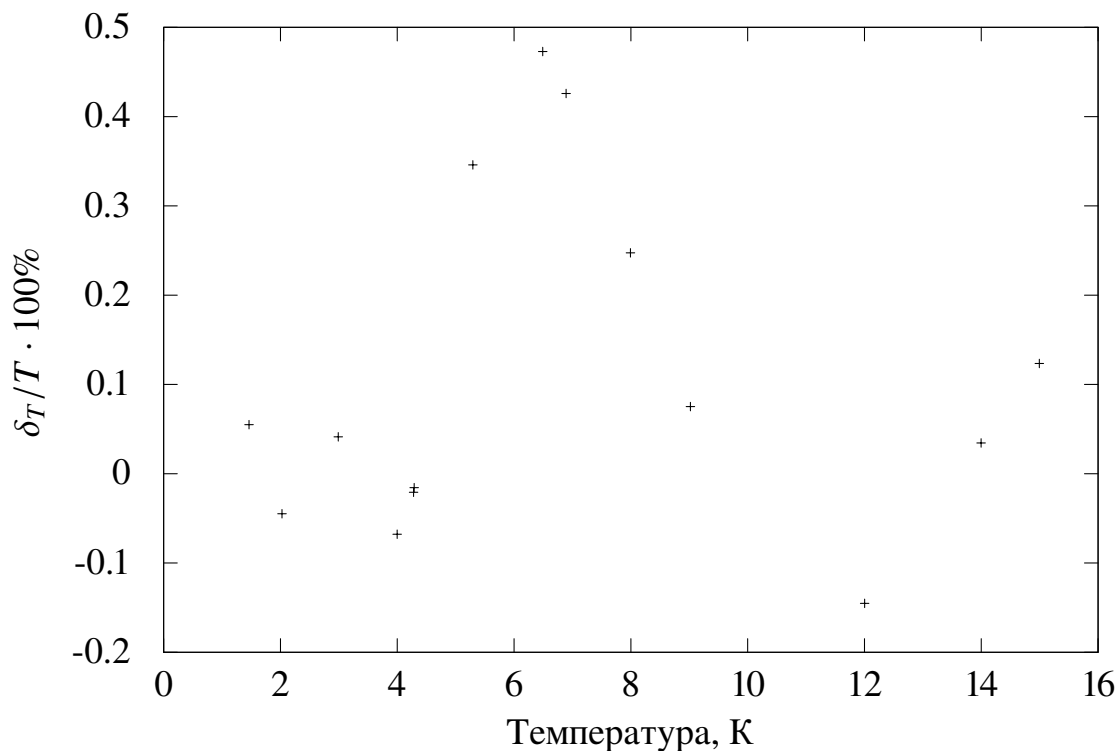


Рис. 2.31. Относительная систематическая погрешность калиброванного термометра СХ-1050-1

систематические погрешности промежуточного преобразователя уменьшаются до первого порядка малости - пропорционального δT .

2.4.2. Калибровка нагревателя

Отдельное внимание стоит уделить определению теплового мощности нагревателя. Поскольку при определении теплоемкости тепловой контакт между нагревателем и образцом, и, соответственно, термометром, лучше, чем в случае определения теплопроводности, допущение об отсутствии утечек тепла в окружающую среду. Измерение амплитуды колебаний мощности нагревателя возможно несколькими методами. При использовании синхронного усилителя возможно, как и в случае с амплитудой температурных колебаний, выделить искомое значение, однако для этого необходимо использовать дополнительный дорогостоящий синхронный усилитель

или производить измерения уже имеющимся синхронным усилителем в двойном режиме. В двойном режиме два различных сигнала смешиваются вместе, а разделение и демодуляция осуществляется самим усилителем. Это приводит к ряду проблем, связанных, в первую очередь, с различиями амплитуд поступающих сигналов, и приводит к снижению погрешности обоих измерений. Учитывая тот факт, что источником тока нагревателя является сам синхронный усилитель, мощность можно определить из амплитуды поступающего напряжения, заданного в усилителе и заранее определенной температурной зависимости сопротивления нагревателя. Результаты калибровки сопротивления представлены на Рис. 2.32.

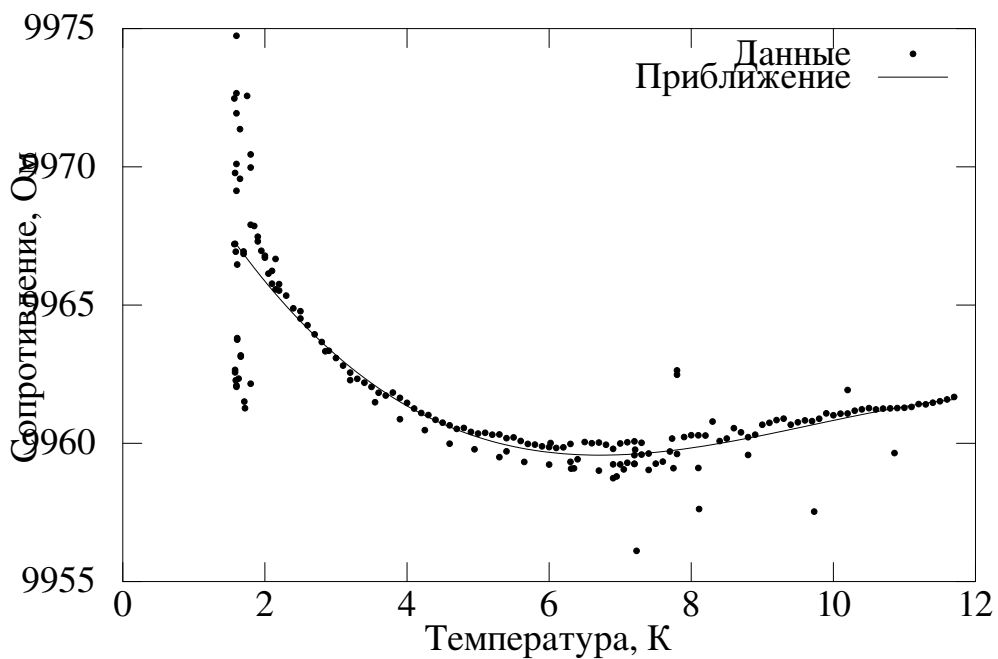


Рис. 2.32. Калибровка сопротивления нагревателя

Значения сопротивления нагревателя для разных температур имеет большой доверительный интервал относительно среднего значения, поэтому использования наиболее простой линейной интерполяции соседних точек для определения мощности нагревателя при определении теплоемкости нежелательно. Поскольку кривая не имеет ярко выраженного линейно-

го или экспоненциального характера, для аппроксимации калибровочных данных используется полином. Полином третьего порядка показал наилучшее соответствие кривой сопротивления в данном диапазоне температур. Величина относительной погрешности калибровки сопротивления представлена на рис 2.33. На точность измерения мощности нагревателя

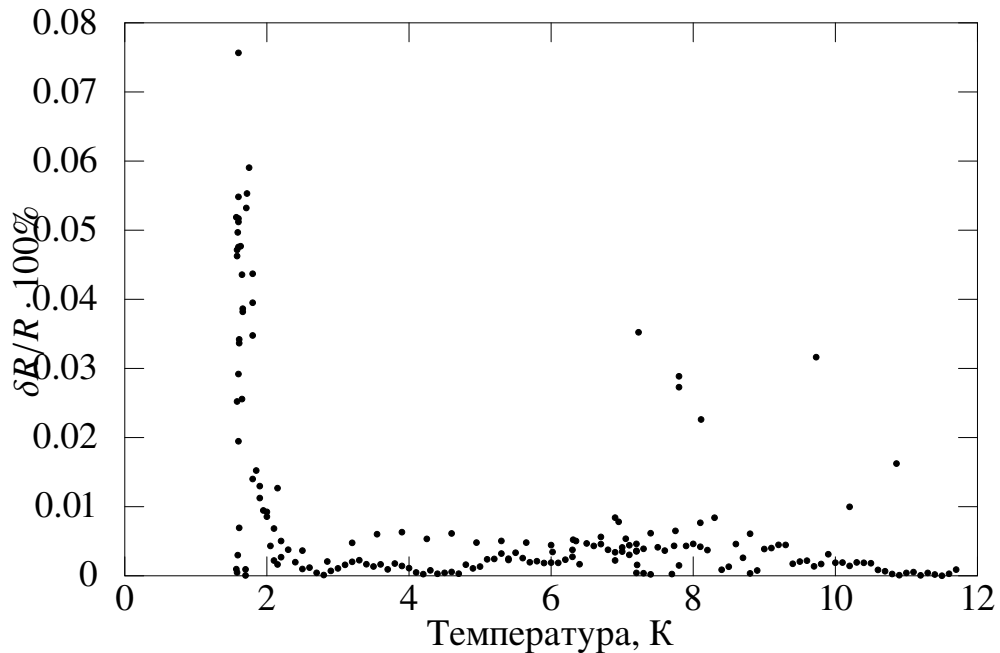


Рис. 2.33. Погрешность калибровки нагревателя

будет также влиять погрешность встроенного в синхронный усилитель генератора частоты. Согласно документации суммарная относительная погрешность амплитуды выходного сигнала составляет 0,3 %.

2.4.3. Методическая погрешность

Погрешность за счет паразитных теплопритоков при использовании синхронного усилителя значительно снижается. Теплоприток по тепловым мостам и за счет остаточного газа в вакуумной камере для изменяющейся температуры образца может быть выражен как:

$$\dot{Q}_{TC} = K_B(T_1 - T_2) + K_B T_{AC} \cdot \sin(\omega t), \quad (2.3)$$

где T_1 — температура источника теплоты, T_2 — средняя температура образца, K_B - тепловая проводимость теплового моста, T_{AC} — амплитуда температурных колебаний. Синхронный усилитель при помощи демодуляции входного сигнала на заданной частоте ω исключает первую часть выражения 2.3. Поскольку величина T_{AC} на несколько порядков меньше $T_1 - T_2$, погрешность значительно снижается. Для теплопритока излучением характерна зависимость от 4-й степени температуры, поэтому необходимо производить анализ для заданного диапазона температур. Численный анализ на основе быстрого дискретного преобразования Фурье позволил удостовериться, что снижение погрешности на несколько порядков обеспечивается на всем исследуемом диапазоне.

Оценка величины коэффициента $(1 - \delta)$ (см. формулу 1.6) является наиболее важной задачей при использовании метода переменного тока. В большинстве случаев невозможно с необходимой точностью определить значения теплоемкостей и тепловых сопротивлений для всех элементов системы. Поэтому необходимо подобрать частоту тока нагревателя при которой $(1 - \delta) \rightarrow 1$. Оптимальная частота будет характеризоваться значением производной функции $T_{AC} \cdot \omega$, равной 0. На основе имеющихся данных тепловых характеристик элементов системы был проведен анализ, позволяющий оценить оптимальную частоту измерений. Результаты анализа для крупнокристаллического образца (толщиной 4 мм) представлены на Рис. 2.34. Максимальная и минимальная частоты выбраны для обеспечения относительной погрешности $< 1 \%$ по рекомендациям [100]. Мелкокристаллические образцы (3 мм) имеют такую же зависимость, но большую оптимальную частоту вследствие меньшей массы образца. Поскольку тепловой мост между образцом и стоком теплоты имеет высокое тепловое сопротивление, подводимая мощность нагревателя должна быть относительно небольшой. В качестве амплитуды тепловых колебаний было выбрано

значение в 1 мК создаваемое действующим напряжением $\approx 0,4$ В генератора частоты. Таким образом, к образцу будет подводиться $\approx 0,01$ мВт тепла, вызывая перегрев образца на 0,17 К относительно приемника теплоты.

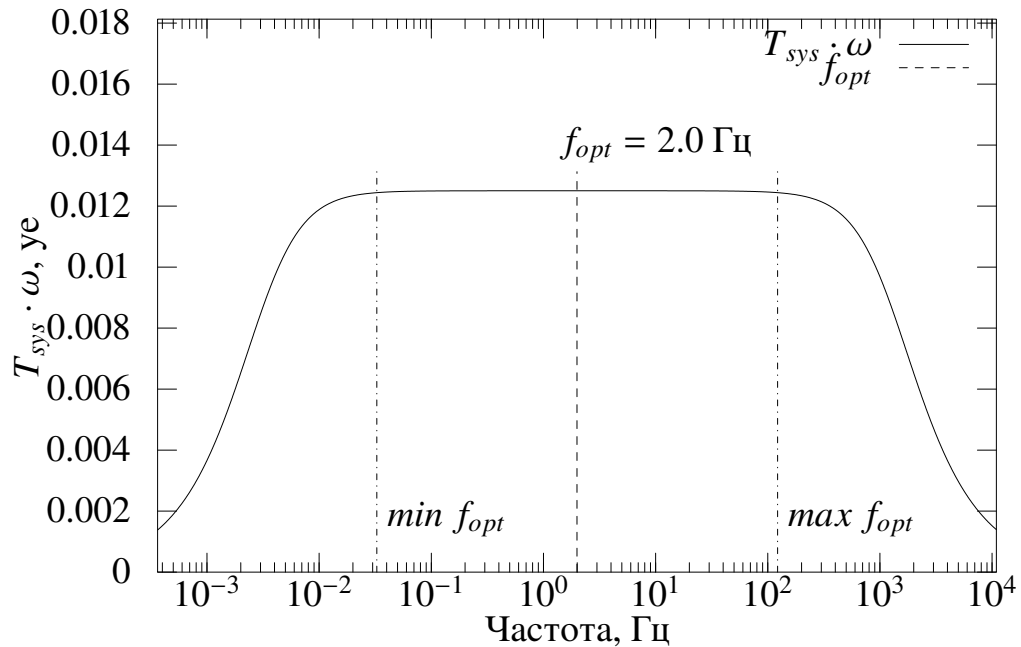


Рис. 2.34. Оптимальная частота колебаний температуры образца

Поскольку в процессе измерения температура изменяется, также изменяется и теплоемкость образца. Измеренное значение теплоемкости принимается соответствующим средней температуре колебаний. Такой подход будет справедлив только для малых амплитуд температурных колебаний, для которых зависимость теплоемкости от температуры будет близка к линейной. Проведенный анализ зависимости погрешности линеаризации теплоемкости от температуры (Рис. 2.35) с использованием данных теплоемкости сверхпроводящего ниобия [76] показывает, что для установленной предельной погрешности в 0,1 % амплитуда температурных колебаний образца не должна превышать 40 мК на все температурном диапазоне измерений.

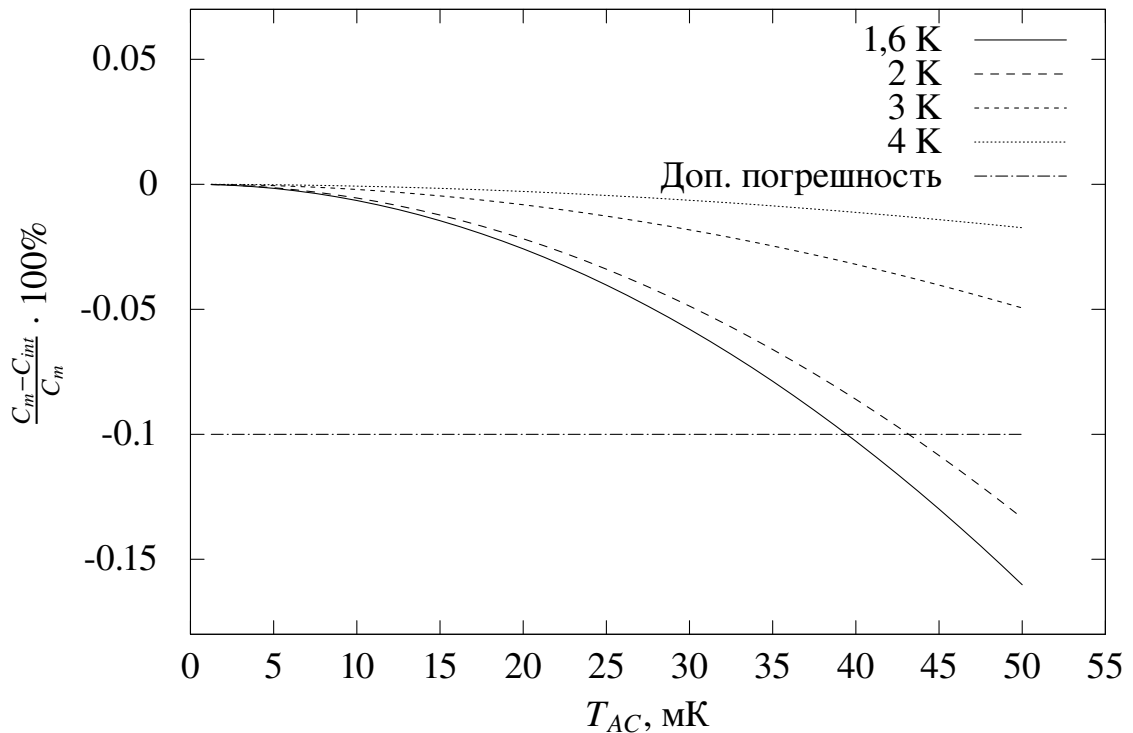


Рис. 2.35. Погрешность усреднения значения теплоемкости

2.5. Выводы ко второй главе

Разработанный в рамках настоящей научно-исследовательской работы экспериментальный стенд позволяет термостатировать образцы в диапазоне температур 1,6–12 К в пределах 5 мК от уставки. Конструкция вставки позволяет определять теплопроводности и теплоемкости до трех образцов различных форм и размеров одновременно. Основным назначением данной вставки является исследование теплопроводности и теплоемкости сверхпроводящего ниобия. Данный экспериментальный стенд полностью соответствует поставленным требованиям и позволяет производить поверочное определение теплопроводности образцов всех листов, использующихся для изготовления СВЧ резонаторов.

В рамках поставленной задачи был также подготовлен измерительный комплекс позволяющий полностью использовать возможности эксперимен-

тального стенда. Подключение аппаратного измерительного комплекса к компьютеру позволило использовать вычислительный функционал ПК для обеспечения высокой точности измерений и автоматической работы. Дополняемый набор модулей с возможностью расширения позволяет модифицировать комплекс для решения новых задач. Разработанный набор программ позволяет удаленно работать с измерительным оборудованием и обеспечивает относительную погрешность определения теплопроводности $\approx 1,5\%$ и теплоемкости менее $2,5\%$.

Возможность работы в автоматическом режиме позволяет снизить трудоемкость процесса измерения, а также унифицировать алгоритм обработки экспериментальных данных, так как их характер и критерии отбора остаются постоянными. Благодаря такому подходу стало возможным автоматизировать процесс обработки и анализа экспериментальных данных. Стоит отметить, что скрипты, осуществляющие анализ также является частью программно-аппаратного измерительного комплекса и всей установки в целом.

Глава 3.

Физическое и аналитическое исследование теплопроводности и теплоемкости ниобия

3.1. Теплопроводность

3.1.1. Подготовка образцов к эксперименту

Для изготовления мелкокристаллического образца используется ниобиевый лист компании Wah Chang с характеристиками, представленными в таб. 3 и 4. Крупнокристаллический листовой ниобий имеет сходное со-

Таблица 3.

Физические свойства мелкокристаллического ниобиевого листа

Процент рекристаллизации	100 %
Размер зерна	38,5 мкм
Твердость	46 HV
Предел текучести	97 МПа
Предел прочности	177 МПа
Относительное остаточное удлинение	55 %
Относительное остаточное сопротивление	297

держанию примесей, поскольку также соответствует действующей спецификации [8]. Образец вырезается из листового ниобия при помощи электроэрозионной обработки непрофилированным электродом. Это позволяет обеспечить точность и постоянность геометрических размеров образца, малые значения погрешностей формы и, соответственно, снизить систематическую погрешность определения теплопроводности. Толщина образца

Примесный состав мелкокристаллического ниобиевого листа

Элемент	Концентрация, ppm
C	< 20
Fe	< 25
H	< 3
Mo	< 30
N	< 20
Ni	< 20
O	< 40
Si	< 25
Ta	100
Ti	< 30
W	< 30

определяется толщиной листа и составляет 3 мм для мелкокристаллического ниобия и 4 мм для крупнокристаллического. Отличие размеров вызвано различными технологиями изготовления листового материала.

Размер зерна крупнокристаллического листового ниобия равен ≈ 15 см. В соответствии с теорией Казимира рассеивание фононов происходит не только на примесях и границах зерен, но и на границах самого образца. Для исследования влияния фонон-дислокационного рассеивания на теплопроводность ниобия необходимо исключить влияние отдельных межзеренных границ, исследованных ранее (см. разд. 1.6.2 на стр. 43). В условиях реального крупно- или монокристаллического резонатора наибольшее ограничение на среднюю длину свободного пробега фононов накладывает толщина стенки самого резонатора, приблизительно равная толщине листовой за-

готовки. Это позволяет использовать стержневые образцы с характерным размером поперечного сечения, соответствующим толщине стенки резонатора, без внесения дополнительных систематических погрешностей в измерение.

Для определения теплопроводности образец устанавливается в медный держатель (см. Рис. 2.5) разработанной экспериментальной установки [95]. Хороший тепловой контакт между образцом и держателем обеспечивается использованием индиевой фольги, поскольку давление в зоне контакта превышает предел текучести индия. Использование индия позволяет заполнить все пустоты между образцом и держателем. По сравнению с криогенными вакуумными смазками, индий обеспечивает большую теплопроводность: 8 Вт/(м·К) по сравнению с 0,5 Вт/(м·К) для вакуумной смазки [68]. Затем термометры крепятся на образец при помощи тонкой нейлоновой зубной нити. Тепловой контакт между образцом и термометром обеспечивается теплопроводящим лаком VGE-7031. Тепловой мост нагревателя, крепится на небольшом расстоянии от нижнего термометра и покрывается теплопроводящим лаком. Необходимо убедиться в отсутствии параллельного пути теплового потока через лак от нагревателя к термометрам. Такой параллельный путь может вызвать перегрев термометра. Принципиальная схема эксперимента по определению теплопроводности представлена на Рис. 3.1. Внешний вид закрепленного образца представлен на Рис. 3.2.

3.1.2. Тестовый эксперимент

Относительное остаточное сопротивление меди

Для проверки достоверности измерения был использован образец из бескислородной меди с квадратным поперечным сечением. Теплопровод-

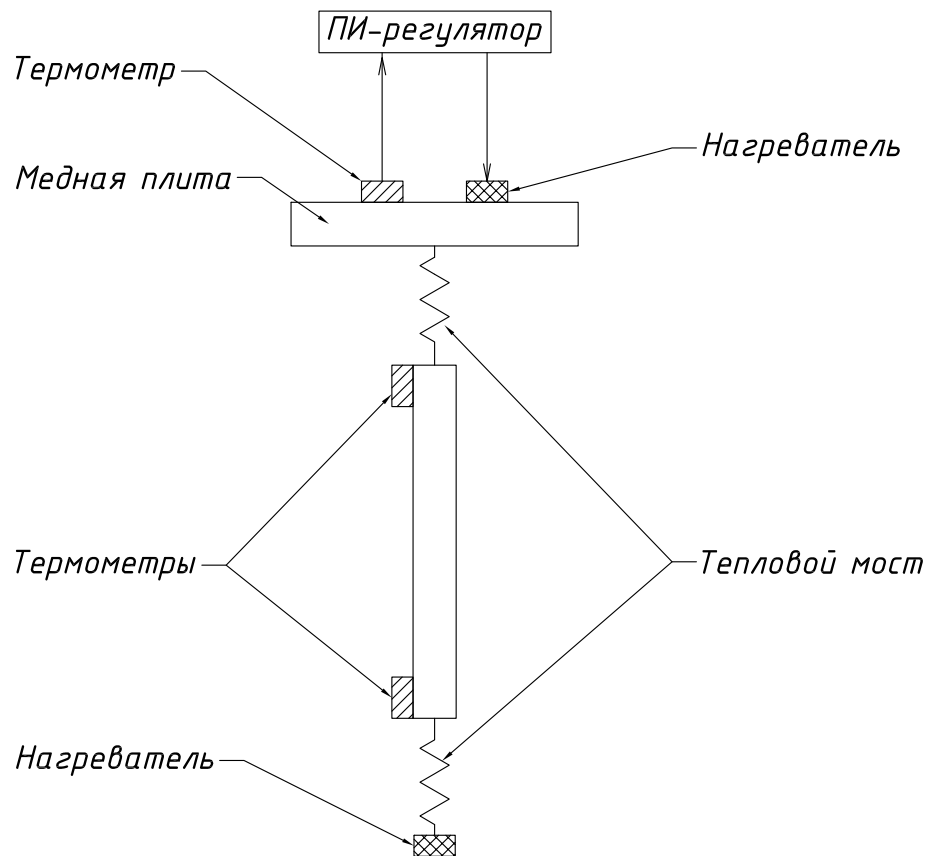


Рис. 3.1. Принципиальная схема эксперимента по определению теплопроводности

ность меди при низких температурах значительно зависит от количества дислокаций и примесей, которое можно оценить по относительному остаточному сопротивлению. Заказанный образец соответствует американскому стандарту С101/102 медных сплавов. Согласно данному стандарту относительное остаточное сопротивление ООС 300. По международной конвенции для большинства металлов относительное остаточное сопротивление определяется как отношение:

$$\text{ООС} = \frac{\rho_{273,15 \text{ К}}}{\rho_{4,2 \text{ К}}},$$

где $\rho_{273,15 \text{ К}}$ — удельное сопротивление при 273,15 К, Ом·м; $\rho_{4,2 \text{ К}}$ — удельное сопротивление при 4,2 К, Ом·м.

Для меди и других хороших проводников характерна сильная зави-

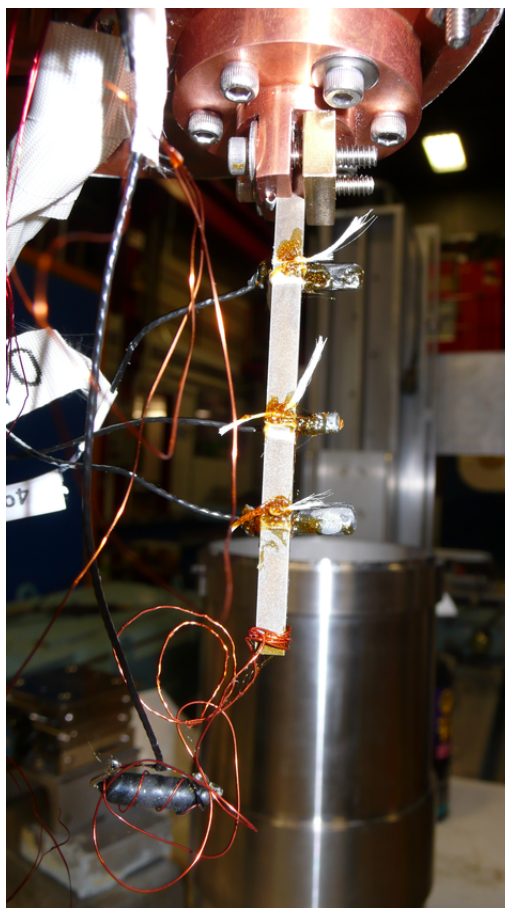


Рис. 3.2. Внешний вид закрепленного образца

симость между относительным остаточным сопротивлением и коэффициентом теплопроводности [101], поэтому для проверки работоспособности экспериментального стенда необходимо точное знание значения относительного остаточного сопротивления выбранного образца.

Для определения относительного остаточного сопротивления был произведен эксперимент на отдельном стенде [102], который состоит из погружной вставки и сосуда Дьюара, наполняемого жидким гелием. Погружная вставка выполнена в виде стальной трубки с закрепленным на конце медным держателем. Образец устанавливается в держатель, который позволяет проводить одновременное измерение температуры образца и его сопротивления по четырехпроводной схеме. Перед установкой необходимо удалить поверхностный слой материала образца и обезжирить поверх-

ность в областях контакта. Установленный в стальную трубку держатель медленно погружается в гелиевый криостат. Измерение напряжения осуществляется при помощи цифрового мультиметра в импульсном режиме, что позволяет защитить образец от перегрева. Специальная фильтрация используется для исключения переходных процессов. В процессе медленного погружения вставки в жидкий гелий измерения производятся автоматически через равные промежутки времени при помощи программы, разработанной сотрудниками лаборатории. Такой подход позволяет повысить точность определения относительного остаточного сопротивления. Для исключения термоэлектрических эффектов каждое измерение падения напряжения дублируется в обратной полярности. Значение относительного остаточного сопротивления определяется при помощи разработанной программы. Полученные данные разделяются на два участка: > 100 К и $< 4,5$ К, которые используются для интерполяции. Несмотря на фильтрацию и низкую скорость охлаждения и нагрева, не исключена возможность грубых ошибок и нестационарных состояний. Поэтому для анализа используется робастный метод взвешенных усеченных наименьших квадратов. При помощи полученных коэффициентов линейной регрессии (см. формулу 2.2) определяется значения падения напряжения на образце при температуре 273 К. При низких температурах, сопротивление меди определяется содержащимися примесями, поэтому сопротивление практически постоянно. Поэтому падение напряжения при 4.2 К принимается равным медиане низкотемпературного участка данных. Данные измерений медного образца представлены на Рис. 3.3.

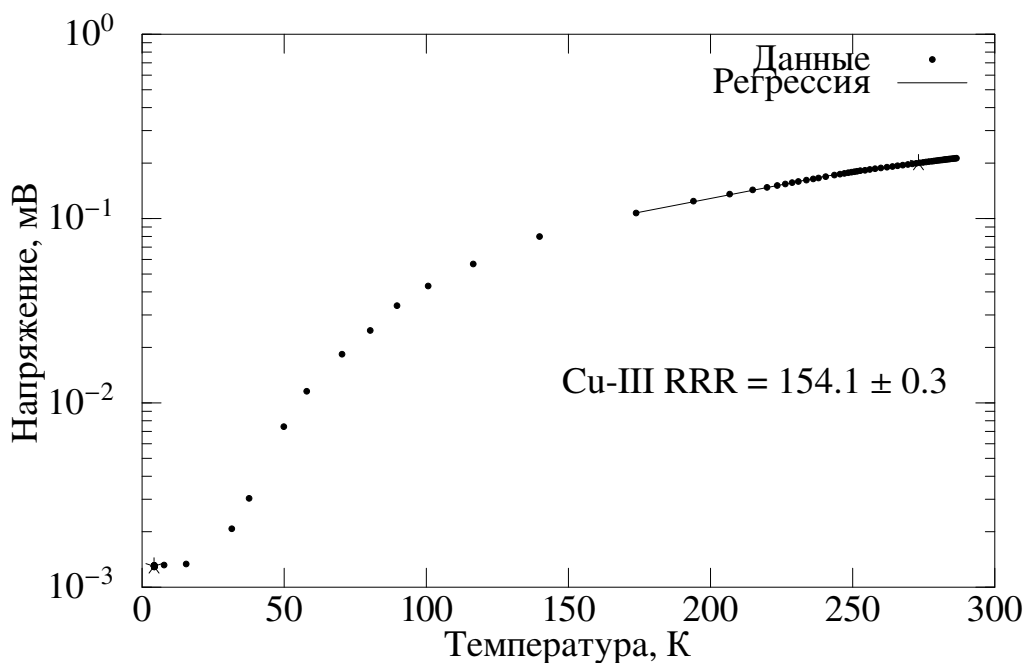


Рис. 3.3. Определение относительного остаточного сопротивления меди

Теплопроводность меди

Проверка точности и достоверности работы экспериментального стенда осуществлена при помощи сравнения экспериментально полученной кривой температурной зависимости теплопроводности меди (см. Рис. 3.4) и приближенной эмпирической зависимостью, разработанной Национальным Институтом Стандартов и Технологий США (NIST) [101]. Отличительной особенностью данной модели является её общая унифицированная форма для нескольких различных материалов. Такое ограничение модели неизбежно ведет к отклонением от экспериментальных результатов, поскольку характер функции приближения не соответствует реальным физическим процессам, влияющим на изменение теплопроводности. Данная модель рассчитана для значений относительного остаточного сопротивления 50, 100, 150, 300, 500. Поскольку значение относительного остаточного сопротивления испытуемого образца отлично от рассматриваемых в модели, необходимо интерполировать значение теплопроводности. В первом приближе-

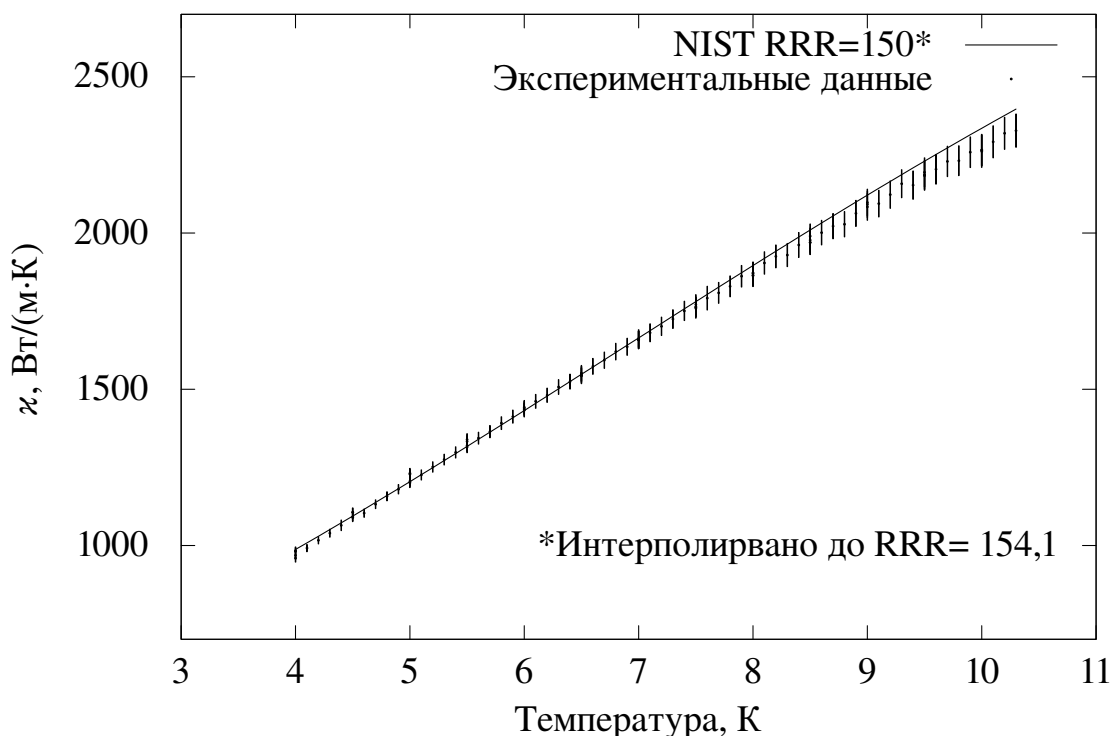


Рис. 3.4. Теплопроводность меди

нии принята линейная зависимость теплопроводности от относительного остаточного сопротивления. Как видно из графика 3.5 полученные данные хорошо согласуется с рассматриваемой моделью. Температурный диапазон выбран из соображений сравнения с имеющимися экспериментальными данными. На представленном графике относительной погрешности определения теплопроводности медного образца (см. Рис. 3.6) легко заметить, что, за малым исключением, относительная погрешность не превышает 1 %. Высокое значение относительной погрешности для нескольких измерений вызвано высоким уровнем шума в криогенной системе испытательного цеха за пределами установки. С увеличением температуры возрастает уровень теплового шума в системе, что приводит к увеличению погрешности и её разбросу. Стоит заметить, что при температуре выше 8 К увеличивается разброс измеренных значений теплопроводности. Это может быть связано с изменением условий калибровки термометров: шаг по

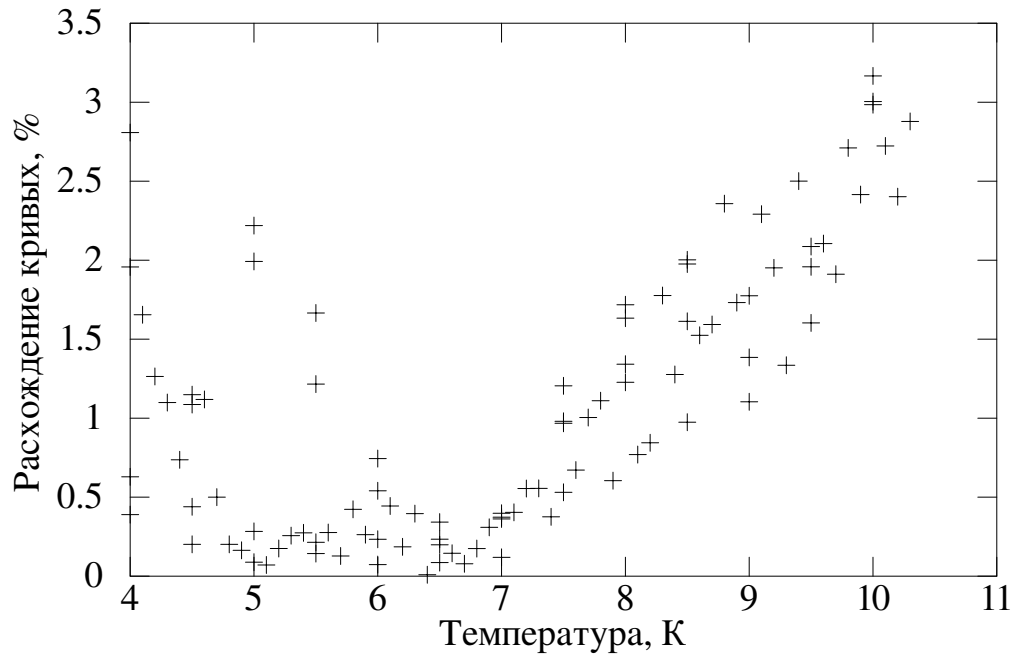


Рис. 3.5. Расхождение экспериментальной кривой и модели NIST [101] теплопроводности меди

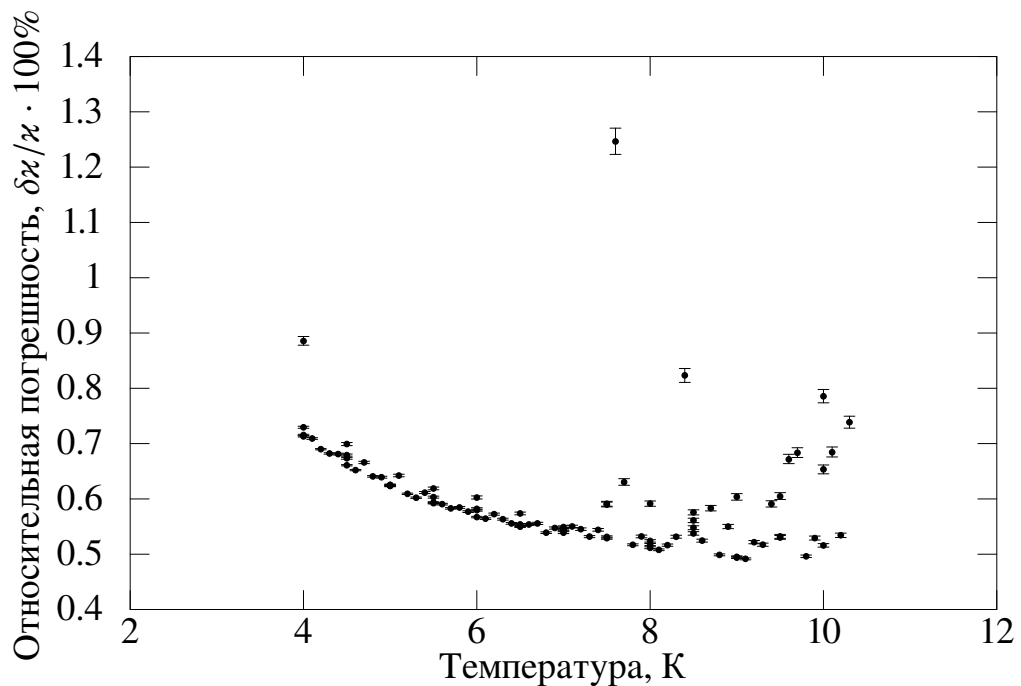


Рис. 3.6. Относительная погрешность определения теплопроводности меди температуре при калибровке данных термометров возрастает после 6 К. Поскольку приближение осуществляется полиномом этот разброс может

быть обусловлен феноменом Рунге. В диапазоне температур > 7 К заметно отклонение приближенной и экспериментальной кривой, которое хорошо демонстрируется статистической значимостью проведенных измерений (см. Рис. 3.7). Данное расхождение может быть вызвано ошибкой исполь-

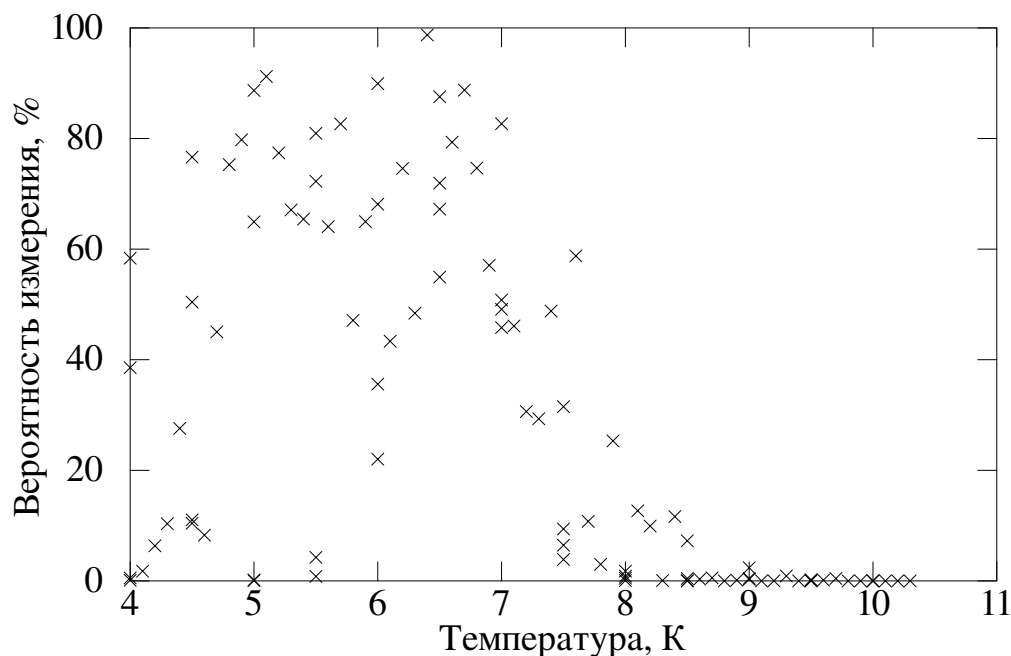


Рис. 3.7. Статистическая значимость определения теплопроводности меди

зубемой эмпирической зависимости. Таким образом, можно сделать вывод, что измерения согласуются между собой соответственно своему уровню погрешности. Многократные измерения некоторых точек показывают надежность и воспроизводимость экспериментальных результатов. Сдвоенное значение при температуре 5 К соответствует критерию Шовене и не является выбросом.

Высокий средний уровень статистической значимости показывает хорошее соответствие экспериментальных данных ожидаемым значениям. На основании сделанных наблюдений можно сделать вывод о том, что данный программно-аппаратный комплекс позволяет с высокой точностью, достоверностью и воспроизводимостью измерять теплопроводность в требуемом

диапазоне температур.

3.1.3. Результаты определения теплопроводности ниобия

Для исследования влияния кристаллической структуры на теплопроводность и фонон-дислокационное рассеивание в сверхпроводящем ниобии необходимо удостовериться, что содержание примесей в рассматриваемых образцах одинаково. В Национальной Ускорительной Лаборатории им. Э. Ферми относительное остаточное сопротивление определяется как соотношение сопротивлений при 273,15 К и критической температурой ниобия. Электрическое сопротивление при температуре перехода в сверхпроводящее состояние определяется линейной экстраполяцией ближайших значений нормального ниобия. В этом диапазоне температур доминирующим механизмом переноса тепла является движение электронов, и наибольшее влияние на термическое сопротивление материала оказывает рассеивание на примесных атомах. Таким образом относительное остаточное сопротивление может быть использовано для сравнения концентраций примесей в образцах. Определение относительного остаточного сопротивления осуществляется аналогично эксперименту на меди.

Близкие значения относительного остаточного сопротивления показывают, что в рассматриваемых образцах приблизительно равное содержание примесей. Учитывая тот факт, что с понижением температуры в сверхпроводящем состоянии влияние примесных атомов на теплопроводность уменьшается можно сделать вывод о том, что различия теплопроводности, полученные при измерения не могут быть объяснены влиянием примесей.

Экспериментально полученные данные теплопроводности сверхпроводящего ниобия для крупнокристаллического ниобия представлена на Рис. 3.9 и для мелкокристаллического на Рис. 3.10. Полученные значения были опре-

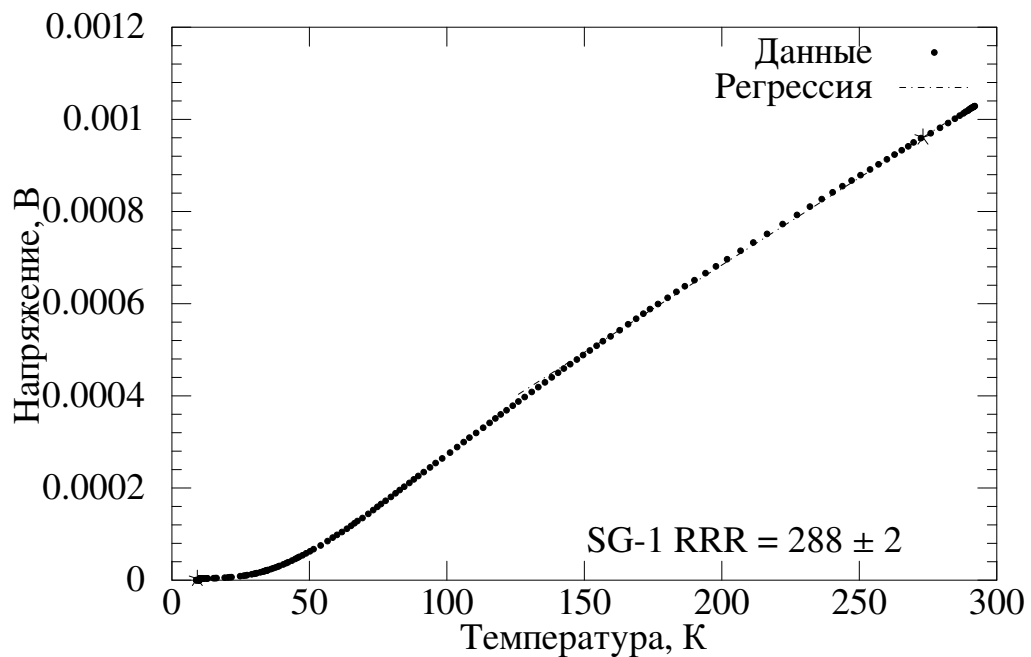


Рис. 3.8. Определение относительного остаточного сопротивления ниобия

делены в ряде экспериментов над одним образцом для обеспечения достоверности. Экспериментальные точки имеют менее 2 % выбросов большей частью при температурах больше 4,5 К. Перегиб кривой в области 9 К соответствует переходу в нормальное состояние, с сопутствующим разрушением всех куперовских пар. Повышенный разброс в области >9 К вызван высоким уровнем шумов в установке. Стабилизация температуры установки для этих температур вызывает перегрев градусной камеры. Отсутствие жидкости в градусной камере ухудшает стабильность работы установки. Для исследования образцов при температурах выше 9 К необходимо заменить съемный тепловой мост.

Кривая теплопроводности крупнокристаллического ниобия имеет отчетливый фонный пик, достигая локального максимума при температуре $\approx 1,95$ К. Погрешность теплопроводности составляет $\approx 0,5$ Вт/(м К) в низкотемпературной области (1) и ≈ 7 Вт/(м К), погрешность температуры — ≈ 1 мК. В первую очередь стоит отметить, что кривая теплопроводности

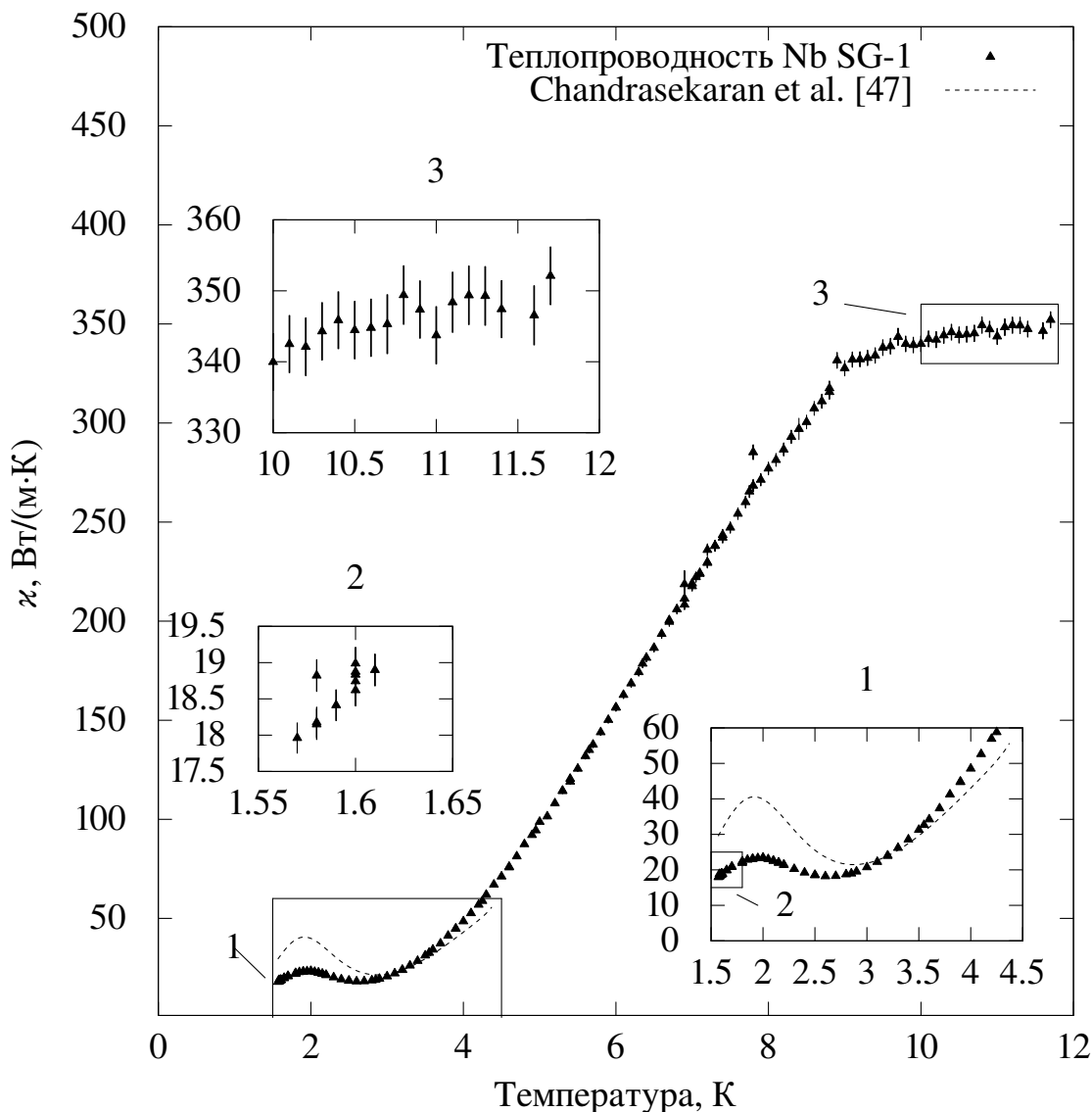


Рис. 3.9. Теплопроводность крупнокристаллического ниобия в сверхпроводящем состоянии

мелкокристаллического ниобия не имеет фононного пика. Это вызвано повышенным рассеиванием фононов на границах зерен. Такой вид кривой согласуется с данными полученными в результате моделирования в предыдущих работах (см. разд. 1.4 на стр. 24). В одном из экспериментов при температуре 2,1 К для мелкокристаллического образца были получены точки с повышенной теплопроводностью. Повторное измерение этих точек и их окрестности показало, что эти точки являются выбросами и могут быть

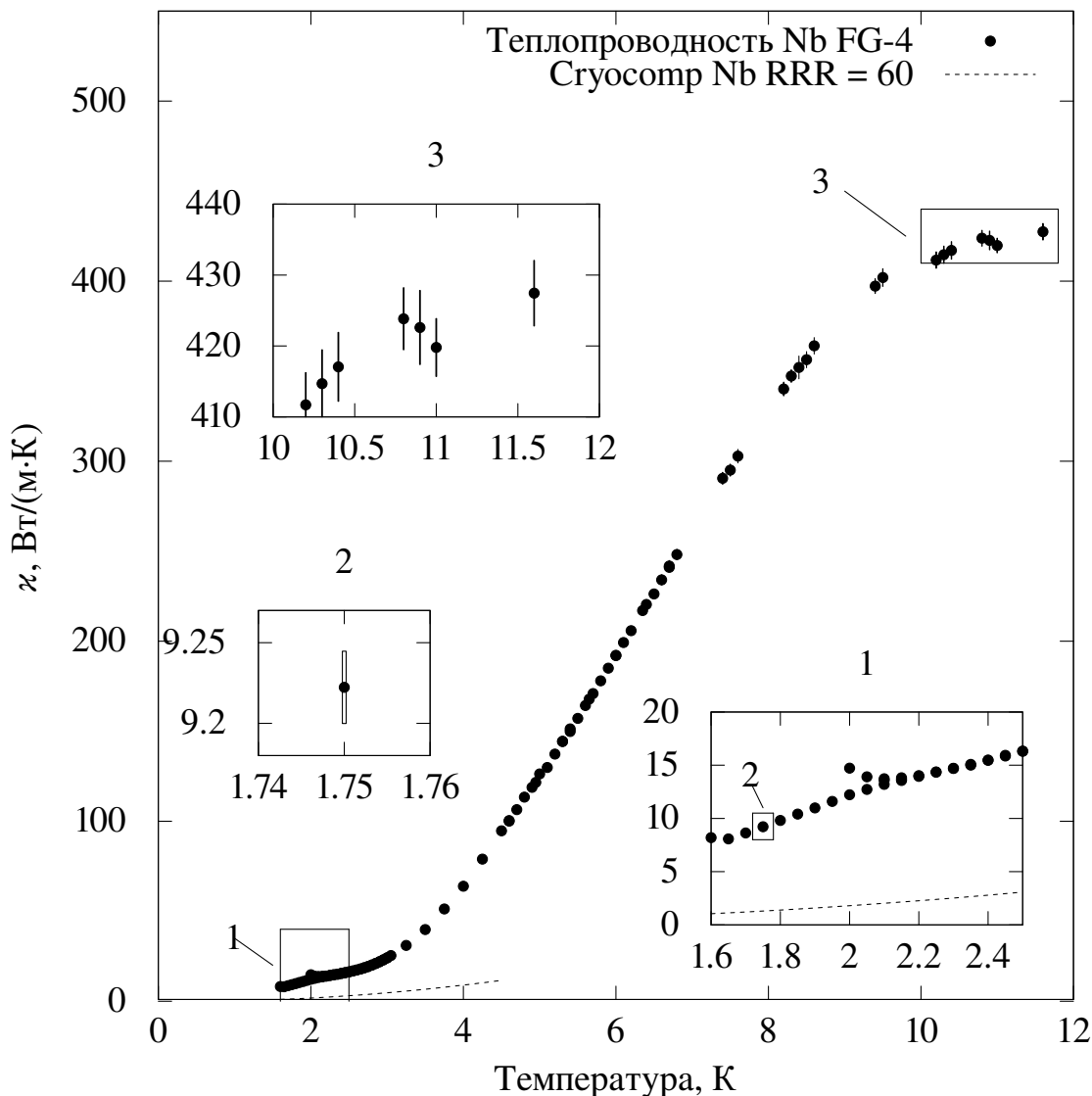


Рис. 3.10. Теплопроводность мелкокристаллического ниобия в сверхпроводящем состоянии

проигнорированы.

При сравнение полученных экспериментальных данных крупно- и мелкокристаллического образцов видно, что теплопроводность крупнокристаллического образца не менее, чем в 2 раза превосходит теплопроводность мелкокристаллического. Использование материала с высокой теплопроводностью значительно увеличивает добротность резонатора, снижая затраты электрической мощности на охлаждение. Таким образом, для изготовле-

ния сверхпроводящих резонаторов предпочтительно использование крупнокристаллического ниобия с теплопроводностью не менее 20 Вт/(м·К), соответствующей недеформированному и не отожженному материалу. Как показано в литературном обзоре, высокотемпературный отжиг способствует уменьшению остаточных напряжений, удалению части примесей и соответствующему повышению теплопроводности. Поэтому значение 20 Вт/(м·К) выбрано в качестве порогового.

Относительная погрешность определения теплопроводности для двух образцов близка, значения погрешности для крупнокристаллического образца представлены на Рис. 3.11. За редким исключением, вызванным большим уровнем шума в установке, среднее значение относительной погрешности составляет 1,2 %, с 95 % доверительным интервалом [1, 0; 1, 6]. Для

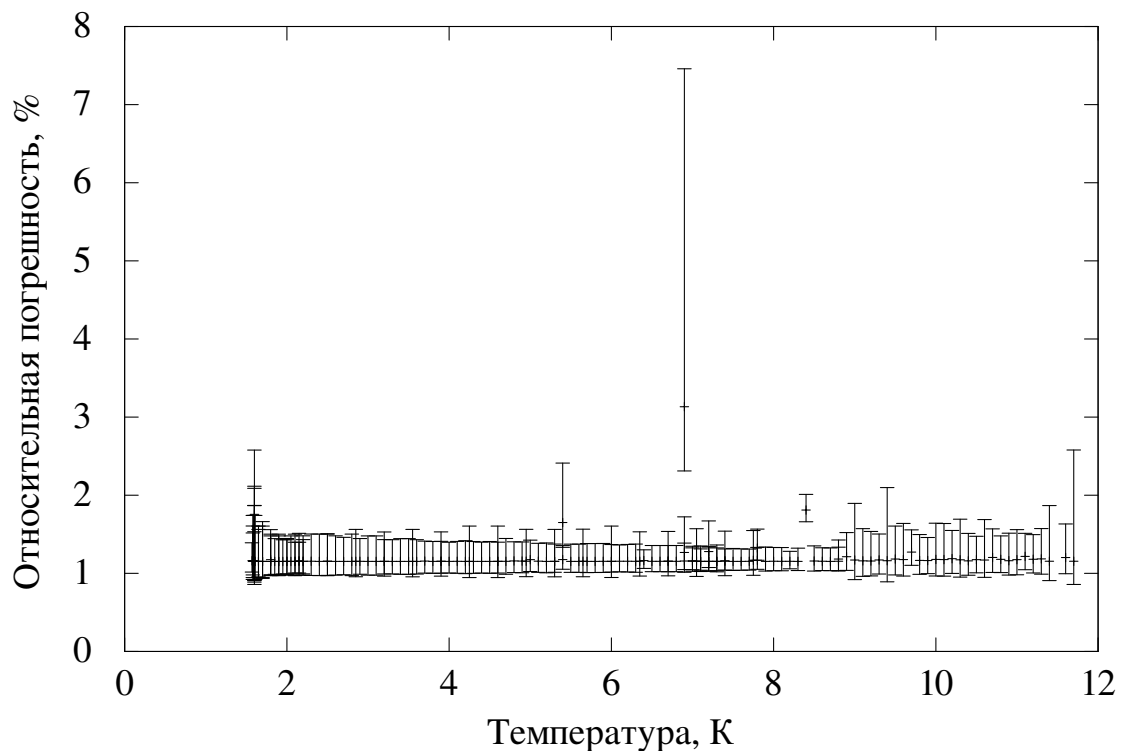


Рис. 3.11. Погрешность определения теплопроводности крупнокристаллического ниобия

сравнения приведены данные из коммерчески доступного прикладного па-

кета *Сгуоотр*, соответствующие ниобию с относительным остаточным сопротивлением 60. Как видно из графика 3.10 эти данные значительно отличаются от полученных в настоящей работе. Поскольку этот прикладной пакет является единственным на настоящий момент и широко используется для расчетов и моделирования тепловых процессов в стенке резонатора как при помощи математических моделей, так и в программах конечно-элементного анализа, можно сделать вывод, что при использовании этих данных закладывается значительная погрешность. Кроме того, согласно документации, приложенной к программе данная кривая является экстраполяцией теплопроводности нормального ниобия в область ниже критической температуры. В данном случае можно утверждать, что использование упомянутого прикладного пакета будет приводить к значительным различиям реальных процессов и модели.

Второй кривой, используемой в настоящей работе для сравнения, а также анализа погрешности линеаризации теплопроводности основана данных бикристаллического образца №4[47] с относительным остаточным сопротивлением 196 и толщиной 3 мм, после отжига при температуре 750 °С в течение двух часов. Стоит отметить, что до отжига фонный пик кривой теплопроводности был незначительным. Функция для приближенной оценки на основе используемых данных была написана в рамках настоящей научно-исследовательской работы.

Фонный пик на полученной кривой теплопроводности 3.9 хорошо согласуется с данными бикристаллического ниобия, представленными на этом же графике. Однако величина фонного пика для образца SG-1 в 2 раза меньше, чем у бикристаллического образца, при том, что ООС образца SG-1 больше, чем у бикристаллического образца. Кроме этого, бикристаллический образец имеет межзеренную границу, которая должна снижать величину фонного пика. Наиболее вероятными причинами такой разли-

цы могут быть различного содержания примесей, остаточные напряжения в рассматриваемом образце. Образец SG-1, исследованный в настоящей работе, и бикристаллический образец, исследованный ранее характеризуются близкими значениями относительного остаточного сопротивления, размером кристалла, значительно превышающего размеры образца, а также равным минимальным геометрическим размером образца. Таким образом, если основываться на предположении о зависимости средней длины свободного пробега фононов от минимального размера образца или зерна, в данных образцах теплопроводность должна быть близка. Бикристаллический образец был отожжен перед испытанием, что должно было снизить содержание примесей и количество дефектов в образце. Таким образом, ряд факторов оказывает на величину фононного пика теплопроводности, поэтому необходимо исследовать влияние каждой составляющей. Стоит отметить, что в не отожженном состоянии [47] теплопроводность бикристаллического образца при температуре < 2 К ниже, чем в отожженном, и фононный пик не наблюдается, в отличие от исследованного в настоящей работе монокристаллического образца. В процессе отжига устраняются остаточные напряжения, а также удаляется часть примесей, повышая теплопроводность ниобия. Современные резонаторы работают в диапазоне 1,8–2 К. Как показало настоящее экспериментальное исследование, в этом диапазоне наблюдается значительное различие теплопроводности для крупно- и мелкокристаллического ниобия. Так как поверхностное сопротивление, и, соответственно, добротность зависит от теплопроводности, то крупно- и монокристаллические резонаторы должны иметь меньший спад добротности. Как указано в литературном обзоре, предельное ускоряющее напряжение и соответствующая ему добротность для крупно- и мелкокристаллических резонаторов близки. Это означает, что в крупнокристаллических резонаторах происходит большая диссипация ВЧ энергии, чем в мелкокристаллических.

Таким образом, можно сделать вывод, что спад добротности в крупнокристаллических резонаторах обусловлен влиянием поверхностного слоя. Это означает, что потенциальные возможности крупнокристаллических резонаторов превосходят ныне существующие мелкокристаллические.

3.1.4. Модифицированная расчетная модель теплопроводности

В настоящее время для оценки теплопроводности сверхпроводящего ниобия наиболее широко [5, 24, 28, 47] используется полуэмпирическая математическая модель Кёхлина-Бонина (КБ) [26], $\left[\frac{\text{Вт}}{\text{м}\cdot\text{К}} \right]$:

$$\kappa(T) = R(y) \left[\frac{\rho_{295}}{L_0 RRR T} + aT^2 \right]^{-1} + \left[\frac{1}{D \exp(y)T^2} + \frac{1}{BlT^3} \right]^{-1}, \quad (3.1)$$

где ρ_{295} — удельное сопротивление при 295 К, Ом·м; RRR — ООС; l — средняя длина свободного пробега фононов, м; теоретические значения величин a , L_0 , D , B , определены в разделах 1.5.2 и 1.5.3, а $R(y)$ определяется как:

$$R(y) = \frac{1}{f(0)} \left[f(-y) + y \ln(1 + e^{-y}) + \frac{y^2}{2(1 + e^y)} \right],$$

где e^{-y} определена ранее (см. формулу 1.1). Коэффициент α используется для приближения y [26]:

$$y \cong \alpha \frac{T_c}{T} \text{ при } \frac{T_c}{T} \leq 0,6, \quad (3.2)$$

За основу данной модели взяты известные соотношения (см. разд.1.5.1), описывающие взаимодействия электронов и фононов с примесями, дислокациями и друг другом. Точное значение констант взаимодействие неизвестно, поэтому необходимо исследовать их влияние на кривую теплопроводности в качестве варьируемых параметров. Для оценки зависимости теплопроводности сверхпроводящего ниобия варьировались 5 неизвестных параметров в окрестностях теоретического значения. Границы интервала соответствуют 0,1..10 от теоретического значения параметра.

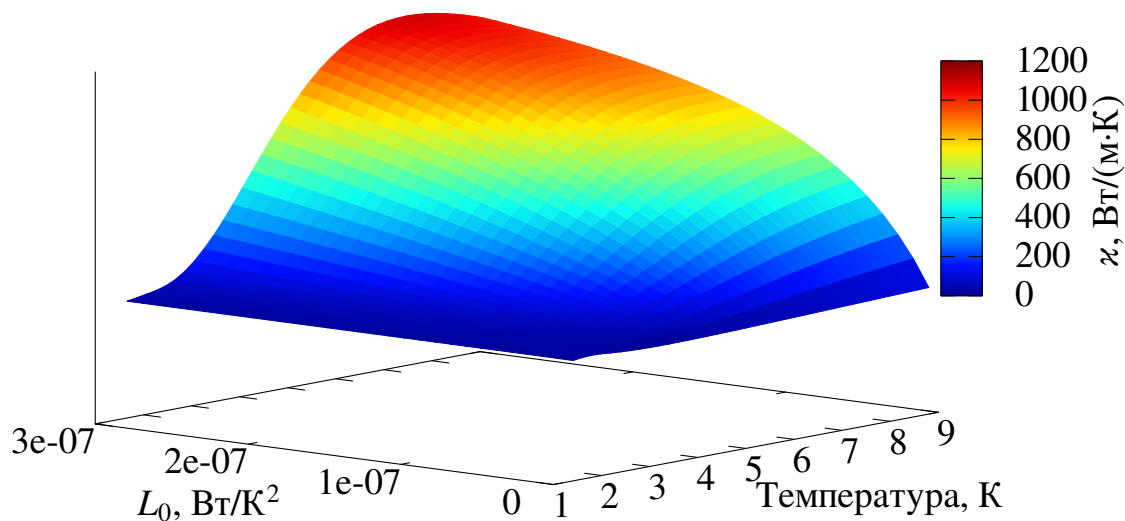


Рис. 3.12. Зависимость теплопроводности от постоянной Лоренца L_0

Как показывает проведенный анализ (см. Рис. 3.12), наибольшее влияние коэффициент L_0 оказывает в высокотемпературном (>3 К) диапазоне, что объясняется тем, что постоянная Лоренца описывает взаимодействие электронов с примесными атомами и дефектами. Стоит отметить, что влияние в низкотемпературной области (<3 К), в особенности на фоновый пик L_0 не оказывает. Это связано с уменьшением количества свободных электронов и доминирующей ролью фоновой составляющей теплопроводности. Величина a характеризует взаимодействие электронов с фононами. Из приведенного графика (см. Рис. 3.13) видно, что влияние данного коэффициента на характер кривой теплопроводности в низкотемпературной области незначительно. Однако в области >3 К влияние электрон-фонового рассеивания достаточно велико. Важно отметить, что электронная составляющая теплопроводности в первую очередь оказывает влияние на теплопроводность выше 3 К и не изменяет величину фоновый пика. Сле-

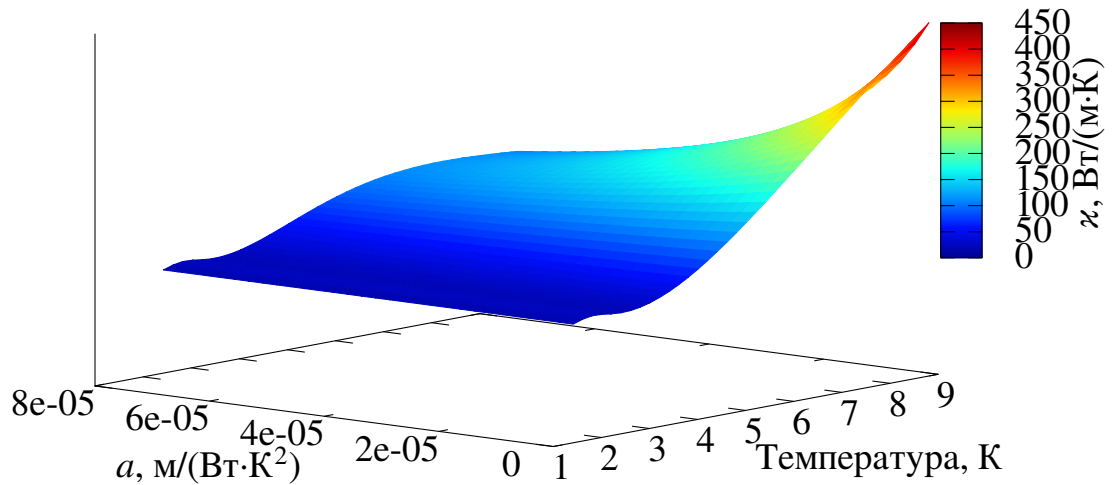


Рис. 3.13. Влияние параметра a на теплопроводность ниобия

довательно, ООС, характеризующее рассеивание электронов на дефектах и примесях, определяет теплопроводность ниобия только в высокотемпературном диапазоне. Поскольку ниобиевый резонатор работает при температуре $\approx 1,8$ К, ООС не является достаточным показателем для характеристики качества материала. Кроме того, параметр электрон-фононного взаимодействия может принимать различные значения для разных материалов, что является важным для моделирования динамики квенча, поскольку скорость распространения тепловой волны напрямую зависит от величины теплопроводности. Коэффициент фонон-электронного рассеивания (см. Рис. 3.14), оказывает влияние на величину фононного пика, общий характер кривой теплопроводности выше 3 К при вариации величины D не изменяется. В этом диапазоне температур большая часть электронов находится в несвязанном состоянии, поэтому рассеивание фононов эффективно. Наиболее сильно величина фононного пика зависит от коэффици-

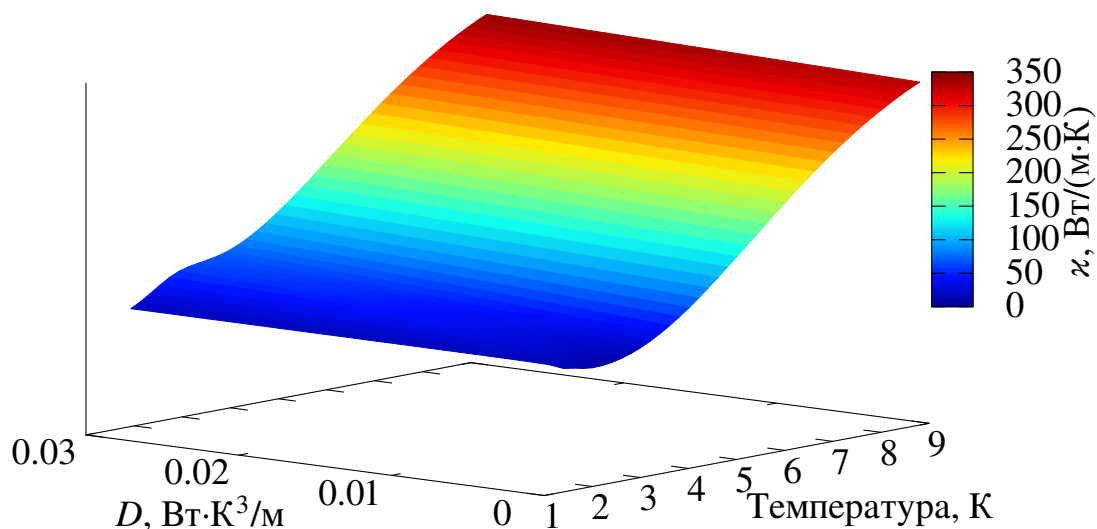


Рис. 3.14. Зависимость теплопроводности ниобия от параметра D

ента фонон-дислокационного взаимодействия. Как видно из приведенного графика (см. Рис. 3.15), наиболее выраженный фононный пик соответствует большому значению коэффициента B . Стоит отметить, что длина свободного пробега фононов оказывает аналогичное влияние на величину фононного пика. Влияние на характер кривой теплопроводности выше 4 К данный коэффициент не оказывает. Таким образом, можно сделать вывод, что коэффициенты фононной составляющей теплопроводности играют решающую роль при температурах ниже 3 К. Параметр α , описанный в теории БКШ, оказывает слабое влияние на значение теплопроводности на всем диапазоне температур (см. Рис. 3.16). С одной стороны, увеличение этого коэффициента соответствует большому числу не разрушенных куперовских пар, что уменьшает теплопроводность, однако, соответственно, уменьшает фонон-электронное рассеивание. Эти два противоположных по влиянию эффекта объясняют такое поведение кривой теплопроводности

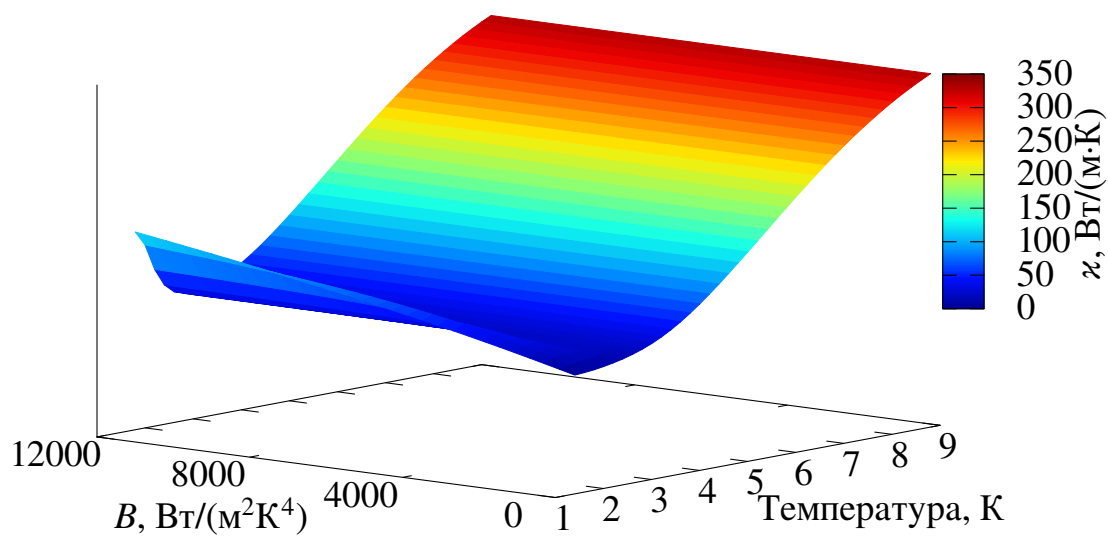


Рис. 3.15. Влияние параметра B на теплопроводность ниобия

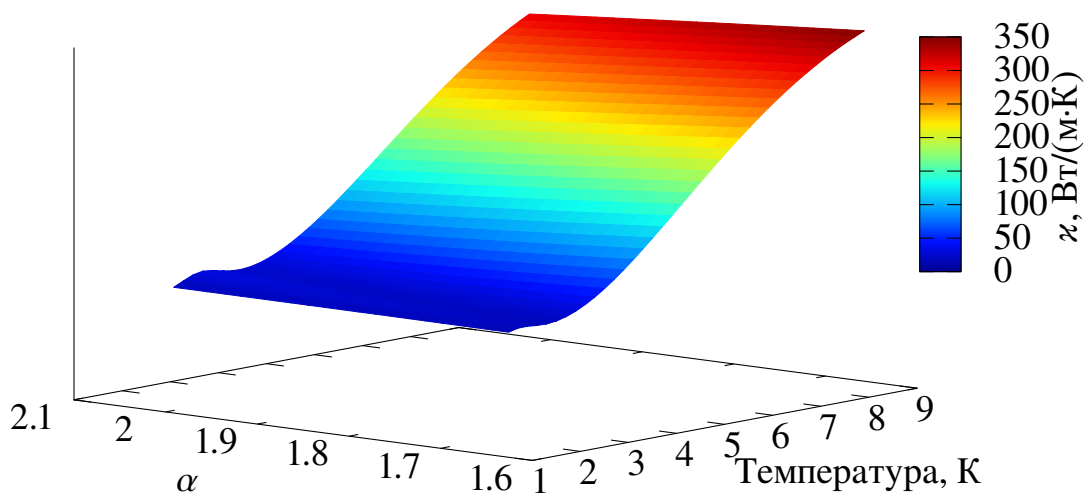


Рис. 3.16. Зависимость теплопроводности ниобия от параметра α

при варьировании параметра α .

Наиболее важным результатом данного анализа явилось определение двух параметров, оказывающих слабое влияние на теплопроводность сверхпроводящего ниобия: α и D . Кроме этого обнаружено характерное разделение на два температурных диапазона — соответствующих электронной и фононной составляющим теплопроводности. Разделение на два независимых температурных диапазона позволяет анализировать факторы влияющие на теплопроводность отдельно, значительно упрощая задачу модификации модели КБ. В модели КБ были получены усредненные значения коэффициентов без привязки к предшествующей обработке, кристаллической структуре или содержанию примесей.

Задача подбора пяти рассмотренных параметров для приближения теплопроводности заключается в решении переопределенной системы нелинейных уравнений. В настоящем исследовании параметры определяются решением системы уравнений методом Левенберга-Марквардта, поскольку подгоняемые параметры слабо коррелируют друг с другом. Данный метод решения чувствителен к выбору начальных значений, поэтому в целях повышения точности приближения был использован многоступенчатый подход. На первой итерации значение коэффициента D принимается равным теоретическому, поскольку оказывает слабое влияние на характер кривой теплопроводности. Затем, массивы данных для исследованных образцов разделяется на два температурных диапазона: выше и ниже 3 К, которые анализируются отдельно. Как показало проведенное исследование, в низкотемпературном диапазоне наибольшую роль играют коэффициент B , определяющий величину фононного пика. Принимая коэффициенты, характеризующие электронную составляющую теплопроводности, равными их теоретическому значению, возможно с высокой точностью оценить значение искомого параметра B . В следующей итерации определяется

два оставшихся параметра, влияющих на величину фононного пика. Поскольку полученное на первой итерации значение параметра B близко к действительному используемый алгоритм обеспечивает сходимость к результату. Аналогичным образом осуществляется поиск коэффициентов в высокотемпературном диапазоне. Сравнение полученных значений параметров взаимодействия с результатами работ других авторов представлены на Таблице 5.

Таблица 5.

Физические свойства мелкокристаллического ниобиевого листа

Параметр	Образец SG-1	Образец FG-4	Модель КБ [26]	Образец А [28]	Образец В [28]
L_0 , Вт/К ²	$3,02 \cdot 10^{-8}$	$3,02 \cdot 10^{-8}$	$2,05 \cdot 10^{-8}$	$1,46 \cdot 10^{-8}$	$3,45 \cdot 10^{-8}$
a , м/(Вт·К ²)	$7,4 \cdot 10^{-4}$	$7,4 \cdot 10^{-4}$	$7,52 \cdot 10^{-7}$
D , Вт·К ³ /м	1/341	1/341	1/234	1/404	1/224
α	1,826	1,826	1,53	2,04	1,78
B , Вт/(м ² К ⁴)	1190	45170	4340	745	815

В модели КБ (см. формулу 3.1) допускается, что ООС характеризует содержание примесей в материале, а размер зерна и размеры образца — среднюю длину свободного пробега фононов и, соответственно, фонон-дислокационное рассеивание. Поскольку чистота материала описывается только параметром ООС, коэффициент L_0 в данной модели должен быть одинаков для всех рассматриваемых образцов. Такой же вывод следует и при сравнении коэффициентов a , D и α . Однако для коэффициента фонон-дислокационного рассеивания ситуация иная. Для оценки рассеивания фононов на дефектах кристаллической решетки принимается допущение об определяющей роли рассеивания на границах зерен и образца. Однако анализ экспериментальных данных показывает, что использование соотношения $1/BI T^3$ (см. Разд. 1.5.3) для оценки фонон-дислокационного рассеивания и, соответственно, величины фононного пика недостаточно.

Исследованные образцы характеризуются хорошим сходством коэффициентов электрон-примесного взаимодействия с ранее исследованными образцами. Поскольку параметр L_0 непосредственно связан с величиной ООС, погрешности в определении последнего будут соответственно влиять на величину коэффициента L_0 . Коэффициент электрон-фононного взаимодействия значительно отличается от полученного в предыдущей работе [26], однако значительно ближе к теоретическому значению $a = 2,30 \cdot 10^{-5}$ (м/(Вт·К²)). Экспериментальное значение этого коэффициента $a = 7 \cdot 10^{-6}$ (м/(Вт·К²)). Величина α находится в теоретических пределах $1,5 \leq \alpha \leq 2$. Наиболее важным является то, что коэффициент фонон-дислокационного взаимодействия различен для двух исследованных образцов. Ряд тестов показал, что никакие другие сочетания параметров не позволяют добиться малого расхождения модели и экспериментальных данных. Это обосновывается тем, что величина фононного пика сильно зависит от значения коэффициента B , поэтому полученные значения параметров являются единственными.

Отдельно стоит сравнить коэффициент фонон-дислокационного рассеивания с результатами предыдущих экспериментов. Образец FG-4, исследованный в настоящей работе, имеет самое большое значение этого коэффициента. Коэффициенты бикристаллических образцов (А, В) являются самыми низкими из рассматриваемых. Для этих четырех образцов (SG-1, FG-4 настоящей работы и образцы А, В) значение коэффициента B обратно зависит от теплопроводности в диапазоне 1,6–4 К. Значение коэффициента $B = 4340$ в этой работе находится по середине между крупнокристаллическими образцами (SG-1, А,В), и мелкокристаллическим образцом FG-4, что соответствует усредненному значению.

Поскольку соотношение $1/BI T^3$ плохо описывает фонон-дислокационное рассеивание, погрешность модели КБ (3.1) велика в низкотемпера-

турной области. Поскольку, высокая подвижность примесных атомов при комнатной температуре способствует образованию скоплений примесей на межзеренных границах, характерный размер зерна оказывает определяющее влияние на процесс фонон-дислокационного рассеивания. Кроме того, размер зерна является единственной характеристикой кристаллической структуры материала, которая может быть использована для определения значения теплопроводности при помощи математической модели на данный момент. Анализ экспериментальных данных показал, что наилучшее соответствие экспериментальным данным обеспечивает использование степенной зависимости для описания фонон-дислокационного рассеивания. Модифицированная модель может быть представлена в виде, $\left[\frac{\text{Вт}}{\text{м}\cdot\text{К}} \right]$:

$$\kappa(T) = R(y) \left[\frac{\rho_{295}}{L_0 RRR T} + aT^2 \right]^{-1} + \left[\frac{1}{D \exp(y)T^2} + \frac{1}{\eta l^\zeta T^3} \right]^{-1}. \quad (3.3)$$

Значения констант подобраны методом наименьших квадратов и составляют $\eta = 15,7$ и $\zeta = 0,22$. Результат приближения экспериментальных данных модифицированной моделью показан на Рис. 3.20 для мелкокристаллического ниобия и Рис. 3.17 для крупнокристаллического. Для сравнения приведены результаты модели КБ (3.1). Модифицированная модель хорошо соответствует полученным экспериментальным данным. Наибольшее расхождение модифицированной модели (3.3) и экспериментальной кривой наблюдается выше 5 К и составляет $\approx 20\%$, что вызвано погрешностью приближения величины y (см. формулу 3.2). Приведенная для сравнения модель КБ (3.1) значительно отличается от полученной кривой в низкотемпературной области. Исследованные в настоящей диссертации образцы, изготовленные из технического листового ниобия, имеют такое же содержание примесей и технологическую обработку, как и ниобий СВЧ резонаторов. Следовательно, параметры, определенные в данном исследовании возможно использовать для оценки теплопроводности стенки ниобиевого

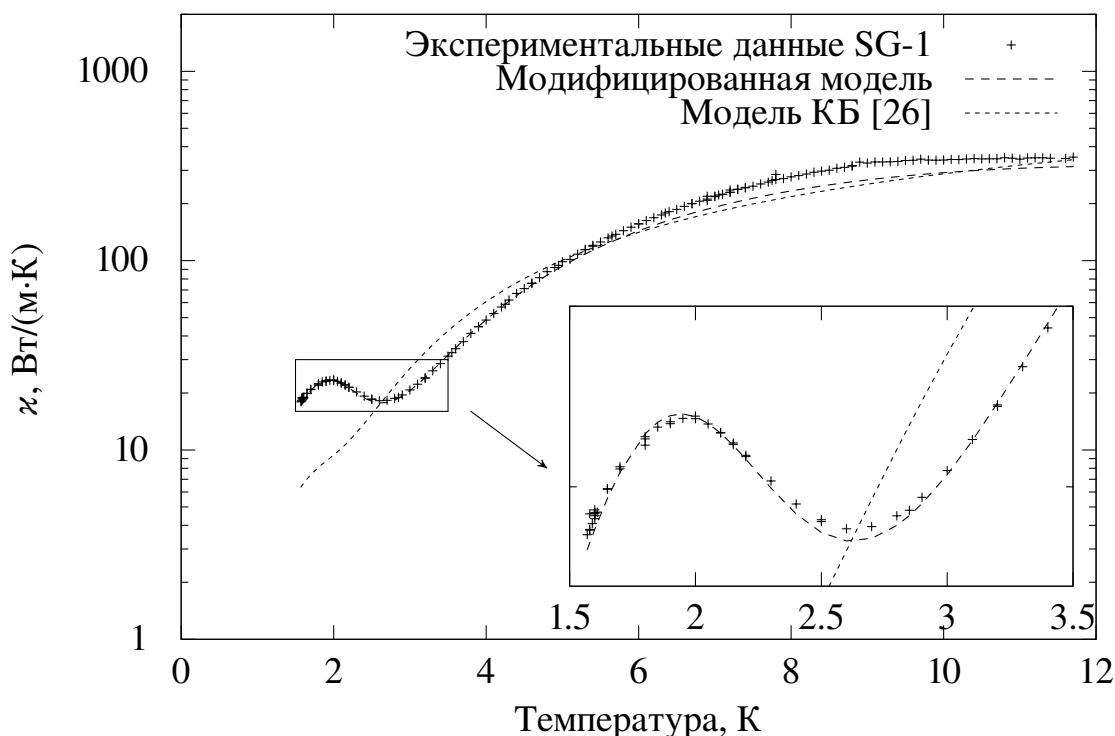


Рис. 3.17. Результат моделирования теплопроводности крупнокристаллического ниобия

резонатора. Стоит отметить, что погрешность использованного итерационного метода меньше, по сравнению с использованным ранее методом Монте Карло: максимальное расхождение модельной и экспериментальной кривых составляет 22 % для крупнокристаллического образца и 17 % для мелкокристаллического. Для сравнения, погрешность модели КБ составляет 35 % [26]. В области температур 1,6–4 К максимальное расхождение модифицированной модели и экспериментальных данных не превышает 5%.

Проведенный анализ экспериментальных данных показал, что для точного определения теплопроводности в области < 3 К недостаточно используемых в настоящее время параметров: ООС и средней длины свободного пробега. Следовательно, полноценный контроль качества материала СВЧ резонаторов не может быть осуществлен на основе анализа используемых параметров. Ниобиевый резонатор в процессе эксплуатации

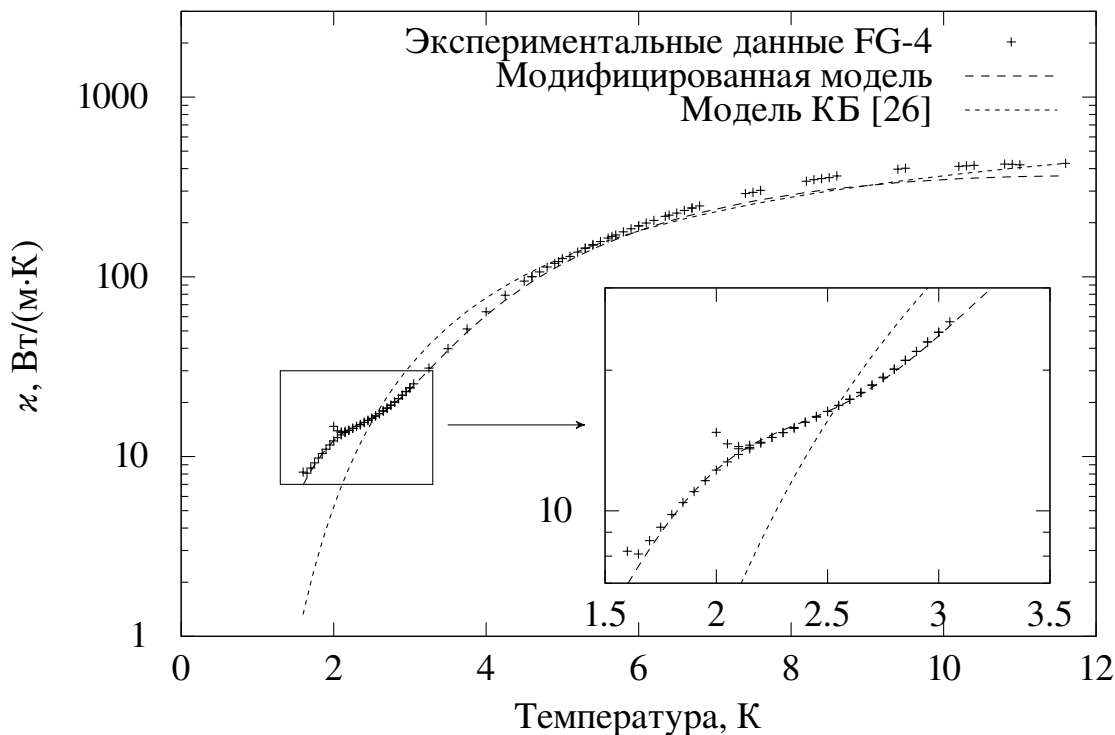


Рис. 3.18. Результат моделирования теплопроводности мелкокристаллического ниобия

криостатирован на температурном уровне 1,8–2 К, на котором наиболее сильно проявляется фоновый пик теплопроводности. Как показал литературный обзор, теплопроводность ниобия оказывает значительное влияние на наклон кривой добротности и, соответственно, на величину потерь энергии. Существующая методика контроля качества резонаторов не позволяет оценить величину коэффициента фонов-дислокационного взаимодействия, а значит и величину фонового пика. Таким образом, на стадии изготовления необходимо производить контроль теплопроводности сверхпроводящего ниобия. На основе анализа экспериментальных данных был сделан вывод о предпочтительном использовании крупнокристаллического ниобия, обеспечивающего теплопроводность не менее 20 Вт/(м·К). Разработанный экспериментальный стенд, оснащенный автоматическим программно-аппаратным измерительным комплексом, позволяет производить

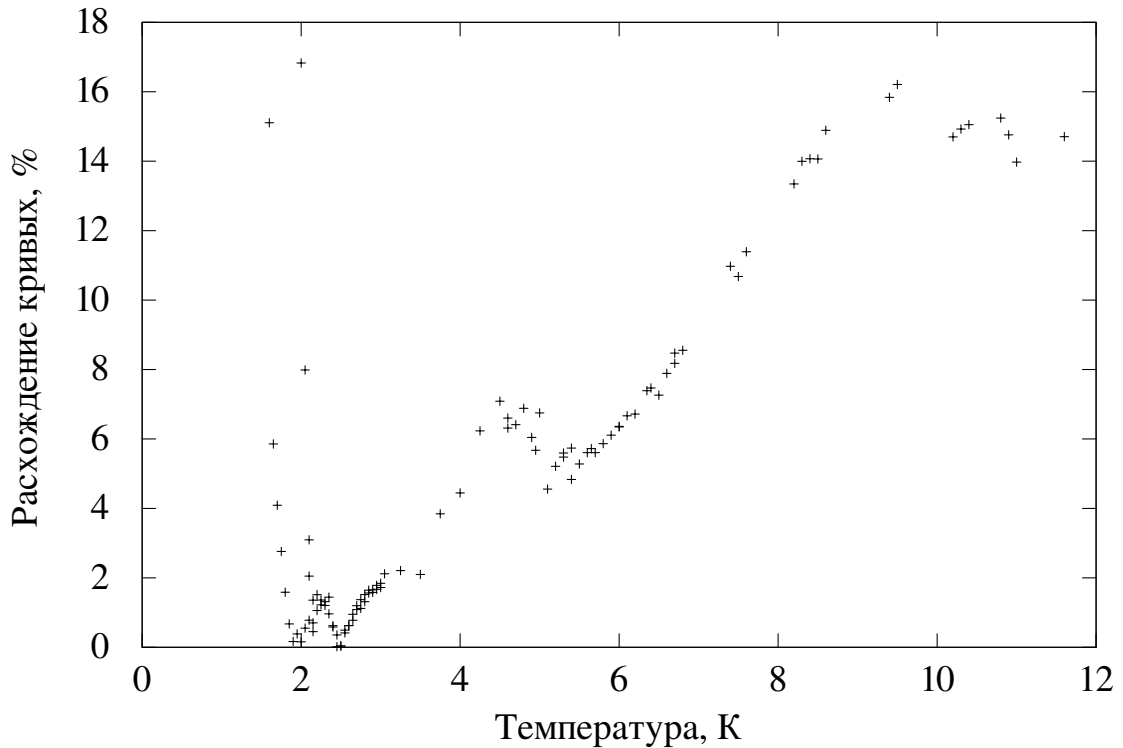


Рис. 3.19. Расхождение модели и экспериментальных данных для образца FG-4

требуемую поверку всего листового ниобия, использующегося для изготовления СВЧ резонаторов.

3.2. Теплоемкость

3.2.1. Подготовка образцов к эксперименту

Наибольшей сложностью при подготовке экспериментального стенда явилось изготовление медной подложки для определения теплоемкости, на которую устанавливается образец. В соответствии с требованиями выбранного метода для определения теплоемкости, образец и медная подложка должны иметь слабый тепловой контакт с приемником теплоты, в роли которого в данной установке выступает термически стабилизированная медная платформа. На подложке также должны размещаться выбран-

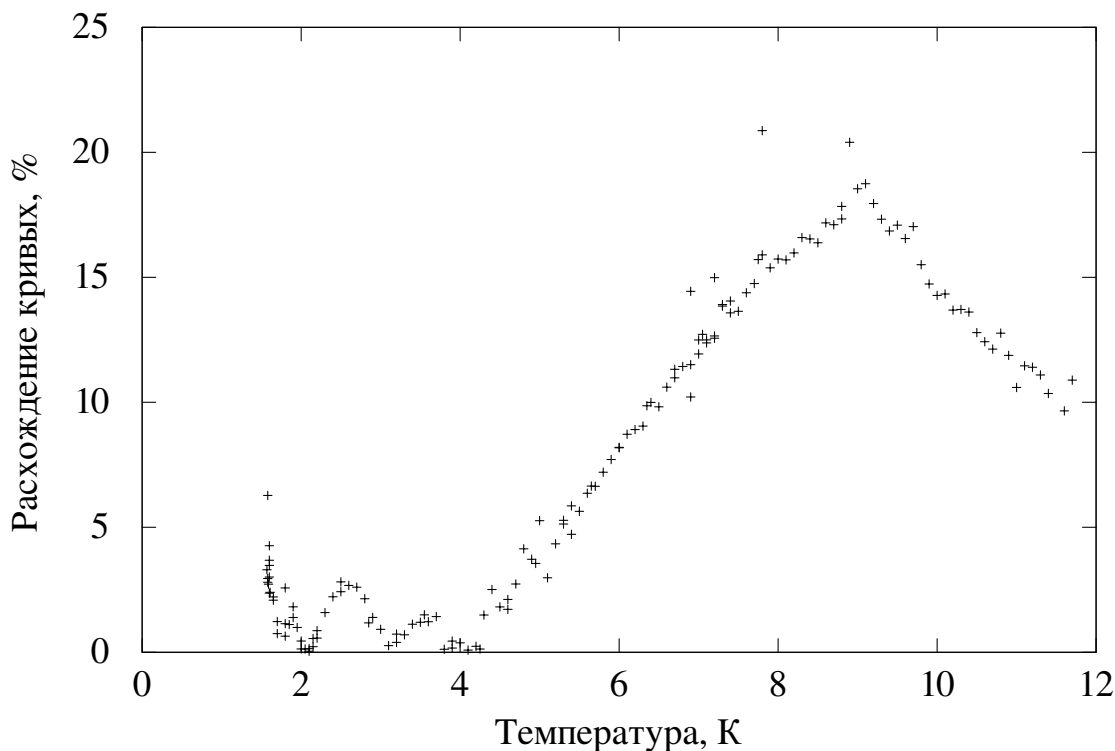


Рис. 3.20. Расхождение модели и экспериментальных данных для образца SG-1

ные нагреватели и термометры. Кроме того, подложка должна быть надежно закреплена и в достаточной степени защищена от вибраций. Подложка должна также иметь низкую суммарную теплоемкость для снижения вносимой погрешности. Использование подложки позволяет точно определить значение теплоемкости термометров, нагревателей, а также соединительного агента, что позволяет значительно снизить погрешность по сравнению с аналитическим методом оценки их теплоемкости. Кроме того, такая подложка позволяет легко заменять образцы на экспериментальном стенде, без необходимости заново устанавливать термометры и нагреватели на каждый новый образец. Это позволяет уменьшить время на переподготовку экспериментального стенда и снизить затраты на испытание серии образцов.

Для соединения медной подложки со стоком теплоты используется

медный провод AWG #38 с диаметром 0,101 мм длиной ≈ 200 мм. Провод припаян легкоплавким припоем типа ПОС-60 к диаметральной канавке на медной подложке. Необходимость в точном измерении длины и определении теплопроводности теплового моста отсутствует, поскольку выбранный метод позволяет определять теплоемкость с относительной погрешностью менее 3% вне зависимости от величины термического сопротивления теплового моста. Электрическая изоляция термометров и нагревателей обеспечивается папиросной бумагой, пропитанной разведенным до жидкого состояния теплопроводящим лаком VGE7031 и приклеенной на поверхность медной подложки. Термометры и нагреватели устанавливаются на поверхность подложки при помощи теплопроводящего лака. Для снижения теплоемкости подложки используется минимально возможное количество лака. Провода термометров и нагревателей пропускаются через маленькие отверстия в подложке дважды, образуя петлю, которая позволяет защитить место контакта проводов от механического разрушения.

Теплоприток по проводам может значительно увеличить погрешность измерений. В установке термическое сопротивление проводов на 2 порядка выше термического сопротивления теплового моста. Кроме того, желательно обеспечить тепловой контакт между проводами и стоком теплоты. В таком случае провода будут включены параллельно тепловому мосту и не будут оказывать значительного влияния на измерение. Статическая часть паразитного теплопритока, в случае неидеального контакта со стоком теплоты, исключается синхронным усилителем при измерении. Стоит заметить, что величина этой относительной погрешности не зависит от мощности нагревателя и является постоянной для любой амплитуды колебаний температуры образца.

Особое внимание уделено установке термометров. Для данного эксперимента используются термометры без внешней оболочки, что обеспе-

чивает низкую теплоемкость подложки. Такой термометр представляет из себя тонкую пленку из оксинитрида циркония нанесенную на субстрат из синтетического лейкосапфира (оксида алюминия). К тонкой пленке присоединены два тонких золотых провода диаметром 0,0635 мм (AWG #42), которые являются самым уязвимым местом данного типа термометра. Данные термометры не поставляются в калиброванном виде производителем, поэтому калибровка производилась на самом экспериментальном стенде. В процессе подготовки при перемещении термометров с приспособления, использующегося для калибровки на подложку, хрупкие золотые провода часто ломались. Таким образом было потеряно два полностью готовых к использованию калиброванных термометра на последней стадии подготовки эксперимента. Один из калиброванных термометров из другой партии был поврежден во время термического сжатия при охлаждении. Контакт между одним из золотых проводов и тонкой пленкой оксинитрида был нарушен, вследствие чего сопротивление термометра стало меняться непредсказуемым образом. В результате ряда неудач было принято решение установить некалиброванные термометры на подложку заранее и использовать эту систему для калибровки датчиков. Защита тонких золотых проводов термистора обеспечивается креплением их к участкам папиросной бумаги, выступающим за пределы медной подложки при помощи лака. Это позволит снизить механическую нагрузку на точки крепления проводов и сенсора в процессе эксплуатации. Внешний вид медной подложки представлен на Рис. 3.21

Для определения теплоемкости используются образцы в форме диска диаметром ≈ 15 мм. Толщина образца зависит от листа материала из которого данный образец вырезается. Для мелкокристаллических дисков стандартная толщина составляет 3 мм, крупнокристаллические и листы, состоящие из одного целого кристалла имеют толщину 4 мм. Перед измерением,

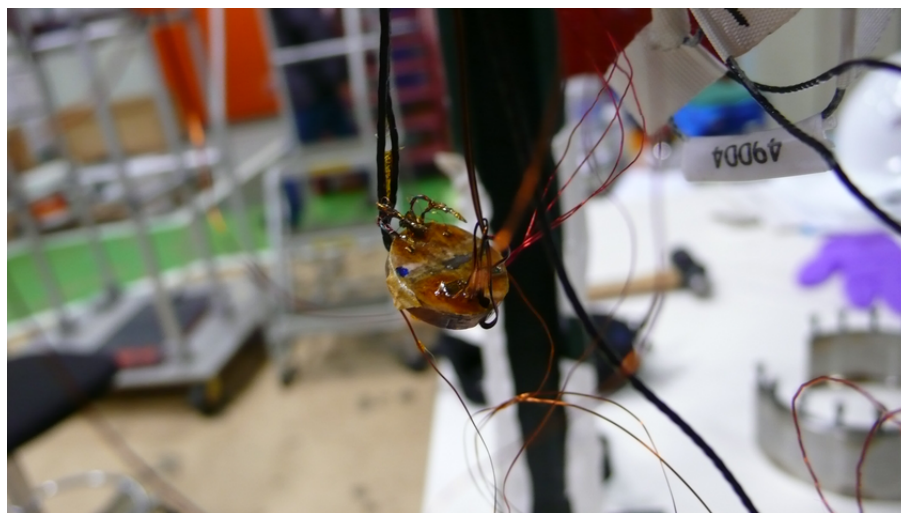


Рис. 3.21. Внешний вид медной подложки с установленными термометрами и нагревателями

образец взвешивается на весах. Ниобиевый диск невозможно использовать для измерения ООС по техническим причинам. В качестве приемлемой оценки значения ООС используется значение для образца стержневой формы вырезанного из того же листа. Таким образом принимается допущение постоянства ООС, а следовательно и состава и степени деформации, для всего листа. Это допущение удовлетворяется соответствующими требованиями качества листового ниобия резонаторного сорта.

3.2.2. Тестовый эксперимент

В первую очередь на экспериментальном стенде проведен тестовый эксперимент по определению теплоемкости медной подложки вместе с установленными на неё термометрами и нагревателями. Этот эксперимент преследовал две цели: проверить достоверность определения теплоемкости на данном стенде, а также произвести калибровку подложки. При определении теплоемкости ниобиевого образца, значение теплоемкости подложки линейно интерполируется и вычитается из измеренной величины.

Для проверки достоверности работы экспериментального стенда на

основе определения теплоемкости медной подложки определяется удельная теплоемкость меди, которая сравнивается с приближенной температурной зависимостью NIST [101]. Поскольку на подложку установлены 2 термометра и 2 нагревателя, необходимо учитывать их вклад в общую теплоемкость. Аналогично для оценки теплоемкости используемых термометров используется значение теплоемкости субстрата. Большую часть теплоемкости нагревателей составляет теплоемкость основы, изготовленной из спеченной алюминиевой керамики, на которую напылена тонкая металлическая пленка. Данные плотности и удельной теплоемкости алюминиевой керамики для низких температур взяты из [103]. Теплоемкости металлической пленки и металлических контактов по сравнению с теплоемкостью основы пренебрежительно малы. Как показал анализ экспериментальных данных, максимальная доля теплоемкости медной подложки, приходящаяся на термометры и нагреватели составляет не более 0,03 %.

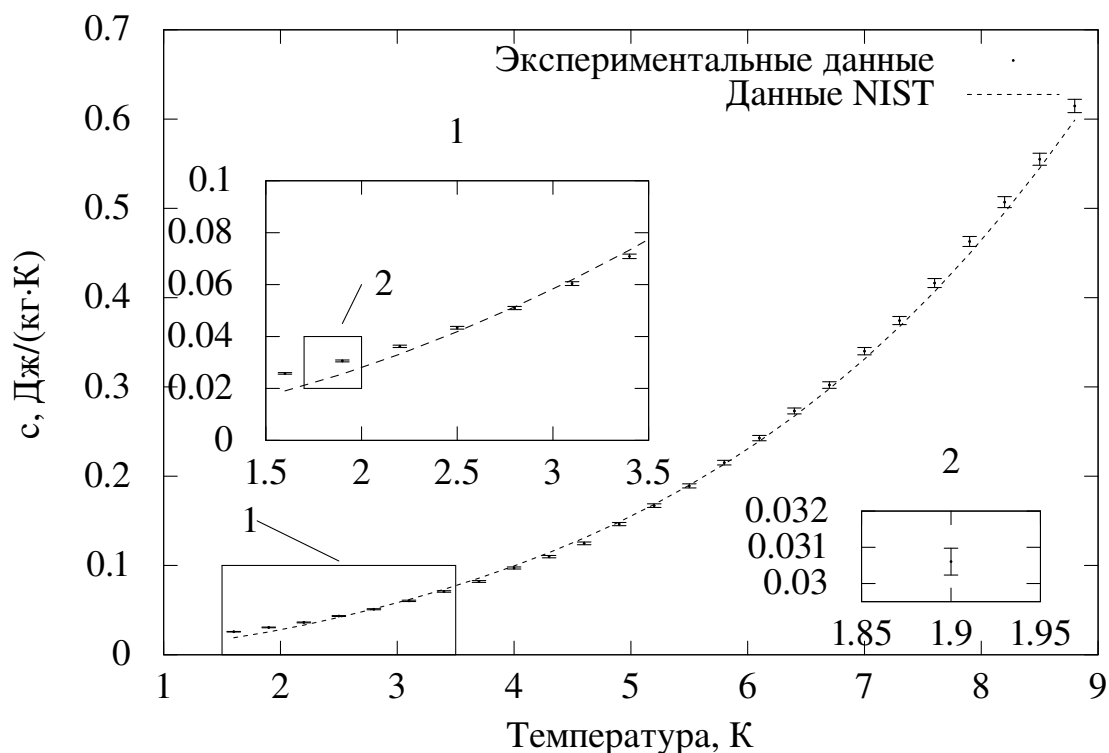


Рис. 3.22. Теплоемкость медной подложки

Сравнение экспериментально полученных данных удельной теплоемкости меди с приближенной зависимостью NIST представлено на Рис. 3.22. Расхождение кривых, представленное на Рис. 3.23, показывает, что кривые

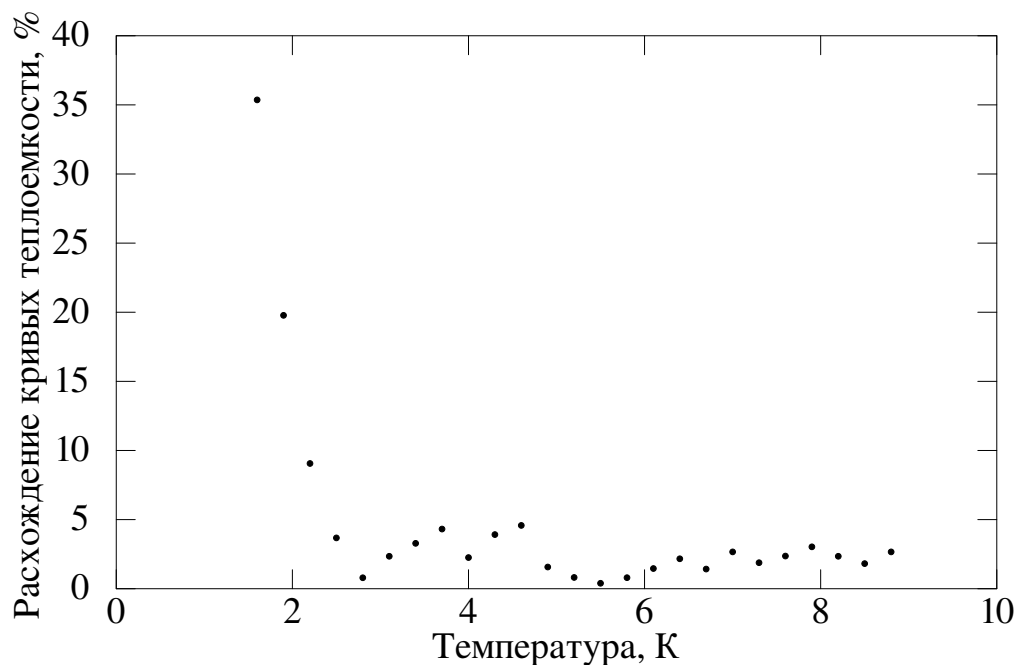


Рис. 3.23. Расхождение экспериментальной и приближенной кривых теплоемкости меди

теплоемкости хорошо согласуются в диапазоне >3 К. В нижней области температур экспериментальная кривая дает более высокое значение теплоемкости, в отличие от приближенной зависимости. Наиболее вероятная причина этого — повышенное содержание водорода, вызванное эрозионной обработкой, использованной для вырезания подложки. Отличие изгиба двух кривых вызвано погрешностью приближения данных логарифмическим полиномом, использованным Национальным Институтом Стандартов и Технологий США. Величина экспериментальной погрешности измерений показана на Рис. 3.24, среднее значение составляет 1,2 %.

Разница изгибов значительно снижает статистическую достоверность измерения (см. Рис. 3.25), однако общий характер кривой близок к прибли-

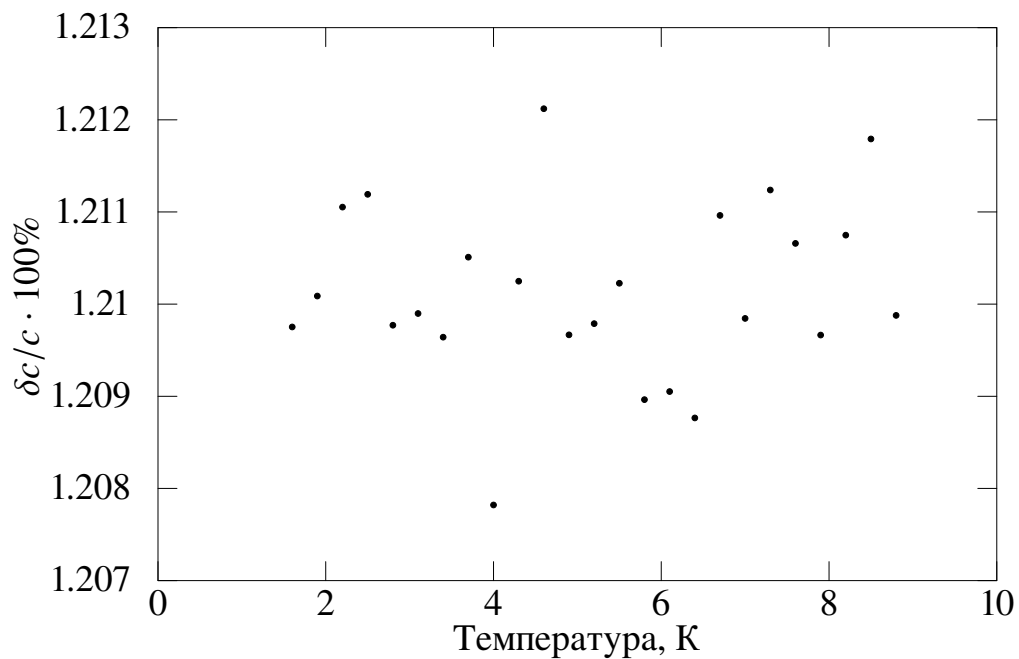


Рис. 3.24. Погрешность определения теплоемкости медной подложки

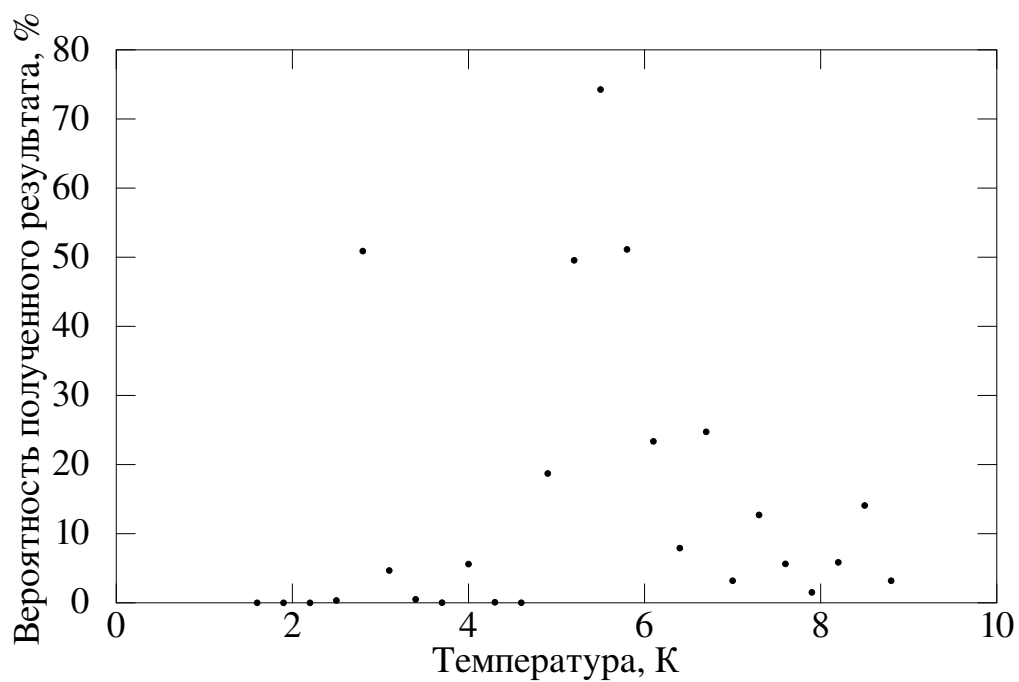


Рис. 3.25. Статистическая значимость результатов определения теплоемкости меди

женной зависимости, что позволяет сделать вывод о достоверности производимых измерений и отсутствии неучтенных систематических и методических погрешностей.

Таким образом данный экспериментальный стенд позволяет производить определение теплоемкости в температурном диапазоне 1,6–9 К с погрешностью менее 2,5 %.

3.2.3. Результаты определения теплоемкости ниобия

Основной задачей исследования теплоемкости сверхпроводящего ниобия являлось получение экспериментальных данных для материала, использующегося при производстве сверхпроводящих резонаторов. Сравнение

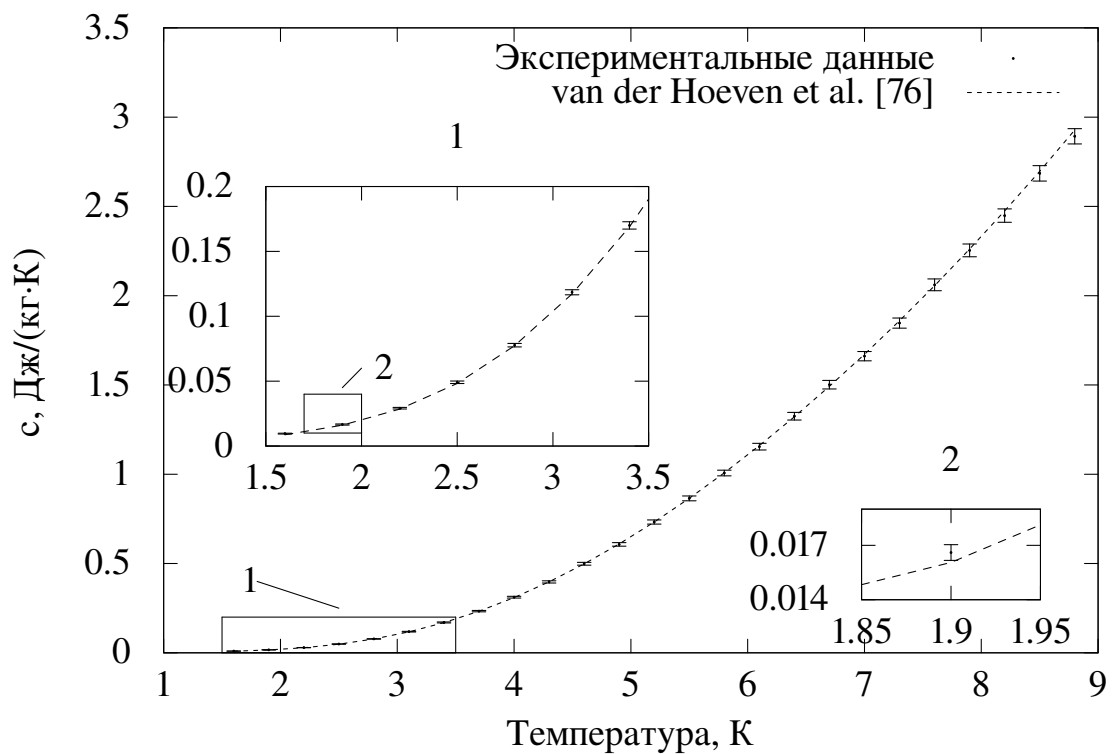


Рис. 3.26. Теплоемкость ниобия в сверхпроводящем состоянии

экспериментальных результатов с данными [76] представлены на Рис. 3.26. Сходство полученной кривой с более ранней зависимостью хорошее. Стоит отметить высокую погрешность $\approx 2\%$ при низких температурах (см. Рис. 3.27).

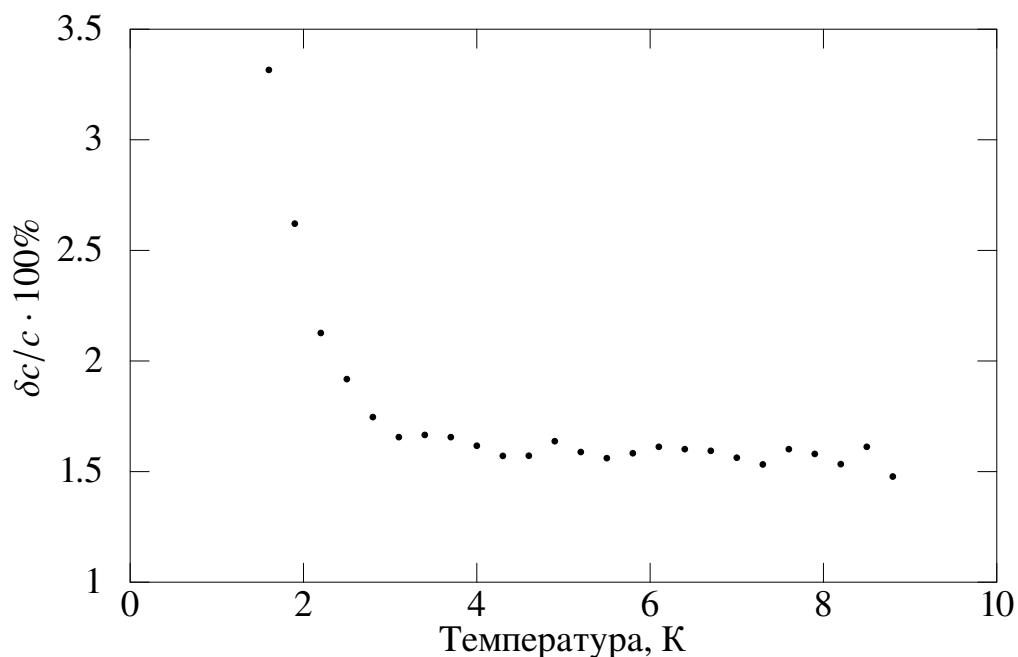


Рис. 3.27. Относительная погрешность теплоемкости ниобия

Это объясняется значительным вкладом теплоемкости медной подложки в общий результат. Для снижения этой погрешности возможно использование более легкой медной подложки. Не смотря на хорошее соответствие экспериментальной кривой, статистическая значимость (см. Рис. 3.28) большей части измерений мала. Расхождение кривых (см. Рис. 3.29) вызвано наличием большего количества примесей в образце, поскольку испытанный образец не проходил отжиг, являвшийся обязательным во всех опубликованных ранее работах.

Второй задачей исследования теплоемкости было обнаружение соответствия особенностей кривых теплопроводности и теплоемкости. Для крупнокристаллического образца кривая теплопроводности имеет хорошо заметный изгиб фоннного пика (см. Рис. 3.9). Поскольку теплоемкость и теплопроводность в сверхпроводящем состоянии определяются колебательными движениями кристаллической решетки ожидалось, что кривая теплоемкости также будет иметь некоторый изгиб или экстремум в области

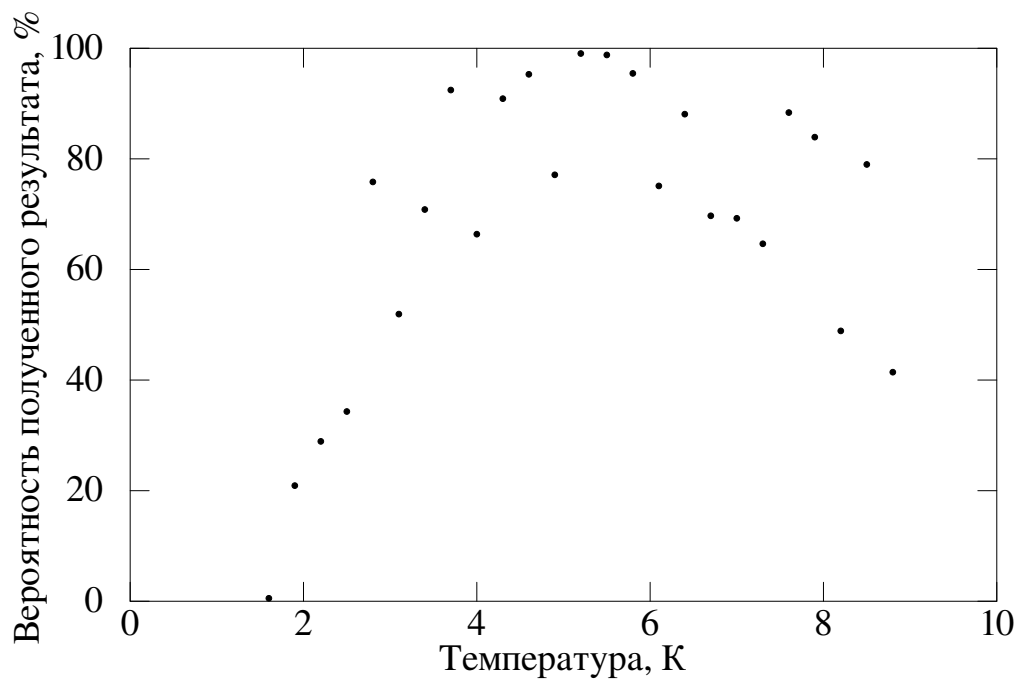


Рис. 3.28. Статистическая значимость результатов определения теплоемкости ниобия

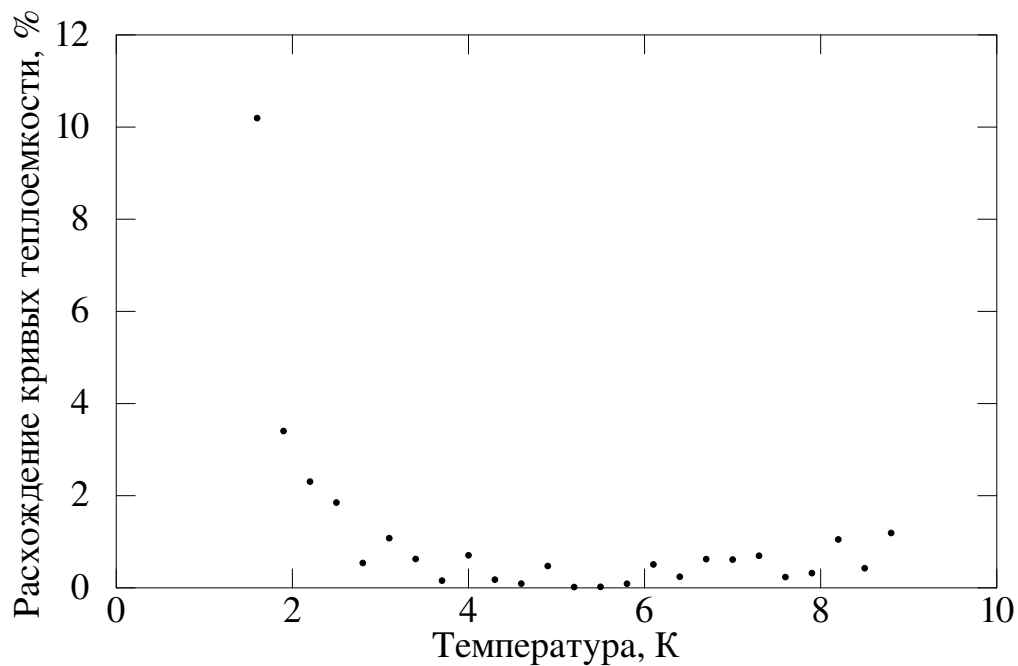


Рис. 3.29. Расхождение кривых теплоемкости сверхпроводящего ниобия

1,6–2 К. Однако, никакой особенности кривой теплоемкости в указанном диапазоне обнаружено не было. Данный результат хорошо согласуется с

опубликованными в научной литературе данными теплоемкости отожденных сверхчистых крупнокристаллических образцов. Все же, стоит отметить, что размер особенности может быть небольшим. Анализ литературы показал, что погрешность измерения в существующих работах составляла $\approx 4\%$. Погрешность определения теплоемкости в настоящей работе в указанном диапазоне превышает $2,5\%$, поэтому необходимо дополнительное, более тщательное исследование для окончательного вывода по данному вопросу.

Общие выводы и заключение

В результате проведенных исследований можно сделать следующие выводы:

1. Исследована теплопроводность для двух типов кристаллической структуры листового ниобия СВЧ резонаторов. Полученные экспериментальные данные для крупнокристаллического ниобия хорошо согласуются с имеющимися данными бикристаллических образцов со средним расхождением кривых 30 %. Также получены данные для мелкокристаллического образца. Погрешность определения теплопроводности в настоящей работе не превышает 1,5 %, погрешность предыдущих работ составляет 4–6 %.
2. Исследовано поведение модели теплопроводности при вариации параметров, характеризующих взаимодействие электронов и фононов с дефектами и примесными атомами. Разработан метод определения параметров, обеспечивающий расхождение модели и эксперимента менее 20 % в диапазоне 1,6–10 К и 3–4 % в диапазоне 1,6–4 К. Определены коэффициенты электрон-примесного, электрон-фононного, фонон-электронного рассеивания, которые составляют $3,02 \cdot 10^{-8}$ Вт/К², $7,4 \cdot 10^{-4}$ м/(Вт·К²), 1/341 Вт·К³/м соответственно. Коэффициенты общие для всех образцов.
3. Определен коэффициент фонон-дислокационного взаимодействия для крупно- и мелкокристаллического образцов, равные 1190 Вт/(м²К⁴) и 45170 Вт/(м²К⁴) соответственно. Коэффициент фонон-дислокационного взаимодействия значительно отличается для двух типов кристаллической структуры.

4. Экспериментально доказано отсутствие корреляции в зависимостях теплопроводности и теплоемкости от температуры для сверхпроводящего ниобия при температурах 1,6–2 К.
5. Разработан и изготовлен экспериментальный стенд для определения теплопроводности и теплоемкости в диапазоне 1,6–10 К с погрешностью термостатирования не более 5 мК.
6. Создан автоматический программно-инструментальный измерительный комплекс для регистрации и обработки экспериментальной информации, обеспечивающий погрешность определения теплопроводности $\approx 1,5 \%$ и теплоемкости $\leq 2,5 \%$. Использование полностью автоматического измерительного комплекса позволяет снизить трудоемкость при поверке листового ниобия непосредственно в технологической цепочке резонаторов, а также при калибровке термометров.

На основе полученных экспериментальных, расчетных данных и их анализа даны следующие рекомендации для совершенствования технологии изготовления ниобиевых резонаторов:

1. Использовать более дешевые и простые в изготовлении крупнокристаллические листы ниобия для сокращения технологического процесса и снижения стоимости.
2. Производить высокотемпературный отжиг ($> 1000 \text{ }^\circ\text{C}$), для удаления скоплений примесей из границ зерен и снятия остаточных напряжений для обеспечения большей теплопроводности.
3. Осуществлять поверочный контроль теплопроводности не менее, чем пяти образцов из листов, изготовленных из крайних частей слитка. Теплопроводность ниобия должна быть не менее 20 Вт/(м·К).

4. Расчет теплопроводности с использованием модифицированной модели, Вт/(м·К):

$$\kappa(T) = R(y) \left[\frac{\rho_{295}}{L_0 RRR T} + aT^2 \right]^{-1} + \left[\frac{1}{D \exp(y)T^2} + \frac{1}{\eta l^\zeta T^3} \right]^{-1},$$

со значениями эмпирических коэффициентов $\eta = 15,7$ и $\zeta = 0,22$.

Несмотря на тщательное исследование, проведенное в данной работе, остались недостаточно изученными вопросы влияния остаточных напряжений, геометрических размеров, примесного состава материала и поверхностного слоя на фонон-дислокационное рассеивание и, соответственно, теплопроводность сверхпроводящего ниобия. Также требуется дополнительное изучение влияния примесей, в особенности водорода, на теплопроводность ниобия в диапазоне 1,6–4 К. Кроме того, необходимо исследование корреляции зависимостей теплопроводности и теплоемкости ниобия от температуры с большей точностью.

Результаты настоящей работы могут быть использованы в научно-исследовательских лабораториях, занимающихся разработкой технологии СВЧ резонаторов: УНК ИФВЭ (г. Протвино), ИЯФ им. Г. И. Будкера СО РАН (г. Новосибирск), Фермилаб (г. Батавия, США), Национальная Ускорительная Лаборатория Аргон (г. Лемонт, США), Лаборатория Джефферсона (г. Ньюпорт Ньюс, США), Лаборатория Высоких Энергий КЕК (г. Цукуба, Япония), DESY (г. Гамбург, Германия), а также компаниями производителями современного ниобия СВЧ резонаторов: корпорация Кэбот (г. Бостон, США), корпорация Ва-Чанг (г. Олбани, США) и ОАО Гиредмет ГНЦ РФ (г. Москва, Россия).

Список используемых обозначений и сокращений

α	пределы вероятности
γ	коэффициент усиления поверхностного сопротивления
δ	погрешность
$1 - \delta$	поправочный коэффициент
η	коэффициент модифицированной модели
ζ	коэффициент модифицированной модели
θ_D	характеристическая температура Дебая
κ	теплопроводность
ν	число степеней свободы
ρ	удельное сопротивление
σ	среднеквадратическое отклонение
τ	постоянная времени
ξ	безразмерная чувствительность
ω	частота
a	коэффициент электрон-фононного рассеивания
a_0	шаг кристаллической решетки
A	площадь
B	коэффициент фонон-дислокационного рассеивания
b_k	систематическая погрешность
C	теплоемкость
c	удельная теплоемкость
D	коэффициент фонон-электронного рассеивания

d	характерный размер образца
E	ускоряющее напряжение
H	напряженность магнитного поля
K	тепловая проводимость
k	число отобранных точек
k_b	постоянная Больцмана
L	расстояние
l	средняя длина свободного пробега фононов
L_0	коэффициент электрон-дефектного рассеивания (число Лоренца)
M	математическое ожидание
N	число независимых частот
N_a	эффективное число проводящих электронов
Q	добротность
Q_t	теплота
$NIST$	Национальный Институт Стандартов и Технологий США
n	число измерений
$n_s(T)$	плотность куперовских пар
n_e	число неспаренных электронов
P	вероятность
\dot{Q}_0	тепловая мощность, тепловой поток
R	сопротивление
RRR	см. ООС
T	температура
T_c	температура
t	время
$t_{1-(1-\alpha)/2, \nu}$	процентиль распределения Стьюдента

U	напряжение
W_0	электрон-дефектное сопротивление
W_D	фонон-дислокационное сопротивление
W_E	фонон-электронное сопротивление
W_L	электрон-фононное сопротивление
W_P	фонон-примесное сопротивление
\mathbf{X}	вектор независимых переменных
\mathbf{y}	вектор зависимых переменных
БКШ	Бардин-Купер-Шриффер
БРТ	Бардин-Рикайзен-Тевордт
ГТН	глобальная тепловая нестабильность
КБ	Кёхлин-Бонин
ООС	относительное остаточное сопротивление

Список литературы

1. Edwards D. A., Syphers M. J. An introduction to the physics of high energy accelerators. Hoboken (NJ) : Wiley-VCH, 2008. 304p.
2. Nakai H., Weingarten W. A device to measure the resistivity of a copper cavity surface at low temperature // Proc. 9th Workshop on RF Superconductivity. Santa Fe (USA). 1999. P. 249–253.
3. Ciovati G. Effect of low-temperature baking on the radio-frequency properties of niobium superconducting cavities for particle accelerators // Journal of applied physics. 2004. Vol. 96, № 3. P. 1591–1600.
4. Bardeen J., Rickayzen G., Tewordt L. Theory of the thermal conductivity of superconductors // Physical Review. 1959. Vol. 113, № 4. P. 982–994.
5. Padamsee H. RF Superconductivity. Hoboken (NJ) : Wiley-VCH, 2009. 464p. Vol. II: Science, Technology and Applications.
6. Influence of Ta content in high purity niobium on cavity performance / P Kneisel [et al.] // Proceedings of the Particle Accelerator Conference, Knoxville. New York, 2005. P. 3955–3957.
7. Phonon scattering in the thermal conductivity of large-grain superconducting niobium as a function of heat treatment temperature / S. K. Chandrasekaran [et al.] // AIP Conference Proceedings, Spokane (WA). 2012. Vol. 1434. P. 976–985.
8. Winowski M., Grimm T. Technical specifications for high RRR grade niobium sheet and rod for use in superconducting cavities. 2010. URL: <http://www.niowaveinc.com/news/PDFs/RRR.pdf> (online; accessed: 12.09.2013).

9. Flux trapping in superconducting cavities / C. Vallet [et al.] // Proc. of the European Particle Accelerator Conference EPAC'92, Berlin. 1992. P. 1295–1297.
10. Casalbuoni S., von Sawilski L., Kötzler J. Superconductivity Above H_{c2} as a Probe for Niobium RF-Cavity Surfaces. 2003. 7p. URL: <http://arxiv.org/pdf/cond-mat/0310565> (online; accessed: 17.09.2013).
11. Koch C. C., Scarbrough J. O., Kroeger D. M. Effects of interstitial oxygen on the superconductivity of niobium // Physical review. B. 1974. Vol. 9, № 3. P. 888–897.
12. Cavity baking: A cure for the high accelerator field Q_0 drop / B. Visentin [et al.] // Proc. 9th Workshop on RF Superconductivity. Santa Fe (USA). 1999. P. 1–5.
13. Depth distribution of losses in superconducting niobium cavities / A. Romanenko [et al.] // Proceedings of 3rd International Conference on Particle accelerator. New Orleans, 2012. P. 2495–2497.
14. Isagawa S. Hydrogen absorption and its effect on low-temperature electric properties of niobium // Journal of Applied Physics. 1980. Vol. 51, № 8. P. 4460–4470.
15. Welter J.-M., Schondube F. A resistometric and neutron diffraction investigation of the Nb-H system at high hydrogen concentrations // Journal of Physics F: Metal Physics. 1983. Vol. 13, № 2. P. 529–534.
16. Effect of mild baking on superconducting niobium cavities investigated by sequential nanoremoval / A. Romanenko [et al.] // Phys. Rev. ST Accel. Beams. 2013. Vol. 16. P. 12001–1–12001–9.

17. Barkov F., Romanenko A., Grassellino A. Direct observation of hydrides formation in cavity-grade niobium // *Physical Review Special Topics-Accelerators and Beams*. 2012. Vol. 15, № 12. P. 122001–1–122001–6.
18. Suppression of hydride precipitates in niobium superconducting radio-frequency cavities : Rep. / Fermi National Accelerator Laboratory ; Executor: D. C. Ford [et al.]. Philadelphia, 2013. 23p.
19. Ereemeev G., Padamsee H. High Field Q-slope's Studies Using Thermometry // *Proceedings of 12th Workshop on RF Superconductivity*. Ithaca. 2005. P. 189–192.
20. On intrinsic thermal limitations of superconducting cavities: Kapitza resistance / J. Amrit [et al.] // *AIP Conference Proceedings*, Madison. 2002. Vol. 613. P. 499–506.
21. Graber J. H. High power RF processing studies of a 3 GHz niobium superconducting accelerator cavities : Ph. D. thesis ; Cornell University. Ithaca, 1993. 236p.
22. Ciovati G. Investigation of the superconducting properties of niobium radio-frequency cavities : Ph. D. thesis ; Old Dominion University. Norfolk, 2005. 199p.
23. 3.9 GHz superconducting accelerating 9-cell cavity vertical test results / T. Khabiboulline [et al.] // *Particle Accelerator Conference*, Albuquerque. New York, 2007. P. 2295–2297.
24. Vines J., Xie Y., Padamsee H. Systematic trends for the medium field Q-slope // *Proceedings of the 13th International Workshop on RF Superconductivity*, Beijing. 2007. P. 178–191.

25. Visentin B. Low, Medium, High Field Q-Slopes Change with Surface Treatments // Beam Dynamics Newsletter. 2006. P. 94–106. URL: http://icfa-usa.jlab.org/archive/newsletter/icfa_bd_n1_39.pdf (online; accessed: 14.09.2013).
26. Koechlin F., Bonin B. Parametrization of the niobium thermal conductivity in the superconducting state // Superconductor Science and Technology. 1996. Vol. 9, № 6. P. 453–459.
27. Physical and mechanical properties of single and large crystal high-RRR niobium : Rep. / Cornell University ; Executor: G. Myneni. Ithaca, 2005. 25p.
28. Parameter estimation of the thermal conductivity of superconducting niobium / S. K. Chandrasekaran [et al.] // Thermal Conductivity. 2010. Vol. 30. P. 742–749.
29. Limits in cavity performance : Rep. / Cornell University ; Executor: D. Reschke. Ithaca, 2007. 86p. P. 23.
30. High Q at low and medium field : Rep. / Cornell University ; Executor: G. Ciovati. Ithaca, 2005. 27p.
31. Padamsee H. Status Report on TESLA Activities // Proceedings of the 5th Workshop on RF Superconductivity, Hamburg. 1991. P. 963–966.
32. Knobloch J. Advanced thermometry studies of superconducting radio-frequency cavities : Ph. D. thesis ; Cornell University. Ithaca, 1997. 285p.
33. Childs G. E., Ericks L. J., Powell R. L. Thermal conductivity of solids at

- room temperature and below. NBS № 131. Boulder : NBS publications, 1973. 623p.
34. Casimir H. B. G. Note on the conduction of heat in crystals // *Physica*. 1938. Vol. 5. P. 495–500.
 35. Chandrasekaran S. K. Effect of heat treatment temperature on the thermal conductivity of large grain superconducting niobium // *Proceedings of SRF2011, Chicago*. 2011. Vol. 3. P. 593–596.
 36. Anderson A. C., Smith S. C. Effect of dislocations on the lattice thermal conductivity of superconducting niobium // *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. 1973. Vol. 34, № 1. P. 111–122.
 37. Anderson A. C., Satterthwaite C. B., Smith S. C. Thermal conductivity of superconducting niobium // *Physical Review B*. 1971. Vol. 3. P. 3762–3764.
 38. Anderson A. C., O'hara S. G. The lattice thermal conductivity of normal and superconducting niobium // *Journal of Low Temperature Physics*. 1974. Vol. 15, № 3-4. P. 323–333.
 39. Carlson J. R., Satterthwaite C. B. Anomalous Thermal Conductivity in Superconducting Niobium // *Physical Review Letters*. 1970. Vol. 24, № 9. P. 461–464.
 40. Mamiya T., Oota A., Masuda Y. Thermal conductivity of superconducting niobium // *Solid State Communications*. 1974. Vol. 15, № 10. P. 1689–1692.
 41. Oota A., Mamiya T., Masuda Y. Thermal Conductivity of Clean Niobium

- in Mixed State // Journal of the Physical Society of Japan. 1975. Vol. 38, № 5. P. 1362–1369.
42. Gladun A., Gladun C., Vinzelberg H. Thermal conductivity of niobium and molybdenum single crystals at low temperatures // Acta Physica Academiae Scientiarum Hungaricae. 1982. Vol. 53, № 3. P. 383–394.
43. Investigation of the heat conductivity of niobium in the temperature range 0,05–23 K / A. Gladun [et al.] // Journal of Low Temperature Physics. 1977. Vol. 27, № 5-6. P. 873–886.
44. Mittag K. Kapitza conductance and thermal conductivity of copper niobium and aluminium in the range from 1,3 to 2,1 K // Cryogenics. 1973. Vol. 13, № 2. P. 94–99.
45. Wasim S. M., Zebouni N. H. Thermal conductivity of superconducting niobium // Physical Review. 1969. Vol. 187, № 2. P. 539–548.
46. Wasserbäch W. Low-temperature thermal conductivity of plastically deformed niobium single crystals // Philosophical Magazine. A. 1978. Vol. 38, № 4. P. 401–431.
47. Comparison of the role of moderate heat treatment temperatures on the thermal conductivity of ingot niobium / SK Chandrasekaran [et al.] // AIP Conference Proceedings, Newport News. 2011. Vol. 1352. P. 131–141.
48. Wasserbäch W. Low-temperature thermal conductivity of pure and impure niobium and tantalum single crystals // Physica Status Solidi.B. 1977. Vol. 84, № 1. P. 205–214.
49. Wasserbäch W. Lattice thermal conductivity and phonon-dislocation interaction in niobium and tantalum single crystals plastically deformed at

- intermediate temperatures // *Philosophical Magazine A*. 1985. Vol. 12, № 2. P. 225–241.
50. Wasserbäch W. Electron–Phonon Scattering and Low-Temperature Thermal Conductivity of Niobium and Tantalum Single Crystals // *Physica Status Solidi (b)*. 1985. Vol. 127, № 2. P. 481–492.
51. Wasserbäch W. Phonon-Dislocation Scattering and Low-Temperature Lattice Thermal Conductivity of Niobium and Tantalum Single Crystals Deformed at Low Temperatures // *Physica Status Solidi.B*. 1985. Vol. 12, № 2. P. 453–466.
52. Wasserbäch W. Long-range internal stresses and low temperature phonon scattering in plastically deformed niobium and tantalum single crystals // *Materials Science and Engineering*. 1987. Vol. 96. P. 167–183.
53. Singer W. Metallurgical and Technological Request for High Purity Niobium in SRF Application // *AIP Conference Proceedings*. Uppsala (Sweden). 2006. Vol. 837. P. 51–63.
54. Ereemeev G., Padamsee H. A comparison of large grain and fine grain cavities using thermometry // *Proceedings of EPAC 2006, Edinburgh*. 2006. P. 475–477.
55. Aizaz A. Thermal Design Studies in Niobium and Helium for Superconducting Radio Frequency Cavities : Ph. D. thesis ; Michigan State University. East Lansing, 2006. 280p.
56. Measurements of thermal conductivity and Kapitza conductance of niobium for SRF cavities for various treatments / A. Aizaz [et al.] // *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*. 2007. Vol. 17, № 2. P. 1310–1313.

57. Amrit J. Grain boundary Kapitza resistance and grain-arrangement induced anisotropy in the thermal conductivity of polycrystalline niobium at low temperatures // *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2006. Vol. 39, № 20. P. 4472–4478.
58. Kapitza conductance and thermal conductivity of materials used for SRF cavities fabrication / S. Bousson [et al.] // *Proc. of 9th Workshop on RF Superconductivity, Santa Fe*. 1999. P. 263–266.
59. Aderhold S. Optical inspection of SRF cavities at DESY // *Proceedings of the 14th International Workshop on RF Superconductivity, Berlin (Germany)*. 2009. P. 286–288.
60. Quench-limited SRF cavities: failure at the heat-affected zone / M. S. Champion [et al.] // *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*. 2009. Vol. 19, № 3. P. 1384–1386.
61. Fast thermometry for superconducting RF cavity testing / L. Bellantoni [et al.] // *Particle Accelerator Conference, Albuquerque*. New York, 2007. P. 2280–2282.
62. ILC 1,3 GHz superconducting RF technology development program at IHEP / J. Gao [et al.] // *Proceedings of Particle Accelerator Conference, Vancouver (Canada)*. 2009. P. 906–908.
63. Optical observation of geometrical features and correlation with RF test results / J. Dai [et al.] // *Proc. of the 15th Workshop on RF Superconductivity, Chicago, Illinois (USA)*. 2011. P. 773–775.
64. Lu L., Yi W., Zhang D. L. 3ω method for specific heat and thermal conductivity measurements // *Review of Scientific Instruments*. 2001. Vol. 72, № 7. P. 2996–3003.

65. Bourgeois O., Fournier T., Chaussy J. Measurement of the thermal conductance of silicon nanowires at low temperature // Journal of applied physics. 2007. Vol. 101, № 1. P. 16104–16107.
66. Thermal conductivity of Si/SiGe and SiGe/SiGe superlattices / S. T. Huxtable [et al.] // Applied Physics Letters. 2002. Vol. 80, № 10. P. 1737–1739.
67. Dames C., Chen G. 1ω , 2ω , and 3ω methods for measurements of thermal properties // Review of Scientific Instruments. 2005. Vol. 76, № 12. P. 124902–124902.
68. Ekin J. Experimental Techniques for Low-Temperature Measurements: Cryostat Design, Material Properties and Superconductor Critical-Current Testing. Oxford : OUP Oxford, 2006. 704p.
69. Thermophysical Properties of Matter-The TPRC Data Series / Y. S. Touloukian [et al.]. New York : IFI/Plenum, 1970. 1522p (Thermal Conductivity-Metallic Elements and Alloys). Vol. 1.
70. Пелецкий В. Э., Тимрот Д. Л., Воскресенский В. Д. Высокотемпературные исследования тепло- и электропроводности твердых тел. Москва : Энергия, 1971. 192с.
71. Thermal conductivity of normal and superconducting metals / K. Gloos [et al.] // Cryogenics. 1990. Vol. 30, № 1. P. 14–18.
72. Mondal J., Roy A., Mittal K. C. Optimization of wall thickness of superconducting 700 MHz bulk Niobium and Niobium coated OFHC Copper cavities by thermal/structural analysis // Proceedings of 12th Workshop on RF Superconductivity, Ithaca. 2005. P. 278–281.

73. Hirshfeld A. T., Leupold H. A., Boorse H. A. Superconducting and Normal Specific Heats of Niobium // *Physical Review*. 1962. Vol. 127, № 5. P. 1501–1507.
74. Brown A., Zemansky M. W., Boorse H. A. The Superconducting and Normal Heat Capacities of Niobium // *Phys. Rev.* 1953. Vol. 92. P. 52–58.
75. Chou C., White D., Johnston H. L. Heat Capacity in the Normal and Superconducting States and Critical Field of Niobium // *Physical Review*. 1958. Vol. 109, № 3. P. 788–796.
76. van der Hoeven B. J., Keesom P. H. Specific Heat of Niobium between 0,4 and 4,2 K // *Physical Review*. 1964. Vol. 134. P. 1320–1321.
77. Leupold H. A., Boorse H. A. Superconducting and normal specific heats of a single crystal of niobium // *Phys. Rev.* 1964. Vol. 134. P. A1322–A1328.
78. Sellers G. J., Anderson A. C., Birnbaum H. K. The anomalous heat capacity of superconducting niobium // *Physics Letters A*. 1973. Vol. 44, № 3. P. 173–174.
79. Ohlendorf D., Wicke E. Heat capacities between 1,5 and 16 K and superconductivity of V/H and Nb/H alloys // *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. 1979. Vol. 40, № 10. P. 721–728.
80. Morrison J. A., Patterson D., Dugdale J. S. An adiabatic calorimeter for the temperature region below 20 K.-the specific heat of sodium chloride // *Canadian Journal of Chemistry*. 1955. Vol. 33, № 2. P. 375–382.
81. Ventura G., Risegari L. *The art of cryogenics: low-temperature experimental techniques*. Amsterdam : Elsevier Science, 2010. 378p.

82. Попов М. М. Термометрия и калориметрия: Учебное пособие. Москва : МГУ, 1954. 942с.
83. Pobell F. Matter and methods at low temperatures. Berlin : Springer, 2007. 461p.
84. Sullivan P. F., Seidel G. Steady-State, ac-Temperature Calorimetry // Phys. Rev. 1968. Vol. 173. P. 679–685.
85. ASME Boiler and Pressure Vessel Code, 2010. 350p (Section VIII. Division 1).
86. DeLong L. E., Symko O. G., Wheatley J. C. Continuously Operating ^4He Evaporation Refrigerator // Review of Scientific Instruments. 1971. Vol. 42, № 1. P. 147–150.
87. Алгоритм и функциональная схема сбора информации для стенда исследования теплопроводности при температурах ниже 10 К / И. А. Архаров [и др.] // Вестник Московского Государственного Технического Университета им. Н.Э. Баумана. Машиностроение. 2013. № СВ-4. С. 186–195.
88. White G. K. Experimental techniques in low-temperature physics. New York : Oxford University Press, 1987. 296p.
89. Richardson R. C., Smith E. N. Experimental techniques in condensed matter physics at low temperatures. Redwood City (CA) : Addison-Wesley, 1988. 352p.
90. Орлова М. П., Погорелова О. Ф., Улыбин С. А. Низкотемпературная термометрия. Москва, 1975. 160с.

91. Шевтель И. Т. Основные характеристики и параметры промышленных терморезисторов — термометров сопротивления // Приборы и системы управления. 1971. № 9. С. 32–36.
92. Press W. H. Numerical recipes 3rd edition: The art of scientific computing. Cambridge : Cambridge university press, 2007. 1256p.
93. Архаров И. А., Кошелев С. С., Карканьо Р. Основные проблемы термостатирования сверхпроводящих ниобиевых резонаторов линейных ускорителей элементарных частиц. Влияние сплошности, химической чистоты, газовых примесей, механических напряжений и кристаллической структуры ниобия на теплопроводность и добротность резонатора // Вестник Московского Государственного Технического Университета им. Н.Э. Баумана. Машиностроение. 2013. № СВ-4. С. 176–185.
94. Rousseeuw P. J., Leroy A. M. Robust regression and outlier detection. Hoboken (NJ) : Wiley-VCH, 2005. 589p.
95. Экспериментальный стенд для исследования теплофизических свойств ниобия в сверхпроводящем состоянии / И. А. Архаров [и др.] // Вестник Московского Государственного Технического Университета им. Н.Э. Баумана. Машиностроение. 2013. № СВ-4. С. 196–201.
96. Taylor J. R. An Introduction To Error Analysis: The Study Of Uncertainties In Physical Measurements. Sausalito : University Science Books, 1996. 327p.
97. Тепло- и массообмен. Теплотехнический эксперимент / Под ред. В. А. Григорьева [и др.]. Москва : Энергоиздат, 1982. 512с.

98. Coleman H. W., Steele W. G. Experimentation, validation, and uncertainty analysis for engineers. Hoboken (NJ) : John Wiley & Sons Incorporated, 2009. 317p.
99. Yotsuya T., Yoshitake M., Kodama T. Low-temperature thermometer using sputtered ZrN_x thin film // Cryogenics. 1997. Vol. 37, № 12. P. 817–822.
100. Heat capacity measurements on small samples at low temperatures / R. Bachmann [et al.] // Review of Scientific Instruments. 1972. Vol. 43, № 2. P. 205–214.
101. Simon N. J., Drexler E. S., Reed R. P. Properties of copper and copper alloys at cryogenic temperatures. Boulder : US Department of Commerce, National Institute of Standards and Technology, 1992. 870p.
102. Test method to determine residual resistance ratio (RRR) of cavity-grade niobium : Rep. / Fermilab ; Executor: L. Cooley. Batavia (IL);, 2011. 24p.
103. Alterovitz S., Deutscher G., Gershenson M. Heat capacity and thermal conductivity of sintered Al_2O_3 at low temperatures by the heat pulse technique // Journal of Applied Physics. 1975. Vol. 46, № 8. P. 3637–3643.

Приложение

Табличные данные для метода Монте Карло

Таблица 6.

Первые 85 точек массива экспериментальных данных

Температура, мК				
15.515	15.555	15.567	15.57	15.55
15.52	15.569	15.572	15.568	15.561
15.517	15.572	15.605	15.568	15.57
15.516	15.563	15.595	15.569	15.572
15.518	15.568	15.601	15.582	15.572
15.522	15.564	15.596	15.58	15.582
15.519	15.58	15.59	15.592	15.572
15.56	15.575	15.584	15.584	15.571
15.569	15.583	15.59	15.579	15.581
15.532	15.58	15.578	15.577	15.584
15.574	15.572	15.582	15.573	15.584
15.539	15.576	15.578	15.584	15.579
15.583	15.569	15.573	15.582	15.572
15.583	15.58	15.577	15.58	15.563
15.552	15.574	15.578	15.576	15.566
15.55	15.581	15.583	15.581	15.562
15.548	15.584	15.585	15.582	15.567

Первые 100 точек массива данных выборки по методу Монте Карло

Температура, мК				
15.5715	15.5755	15.5666	15.5801	15.571
15.5616	15.5725	15.5737	15.5499	15.5834
15.5662	15.5773	15.5641	15.5668	15.5751
15.5655	15.5739	15.5779	15.558	15.5664
15.5889	15.5768	15.5662	15.5794	15.5607
15.5667	15.5762	15.5806	15.5883	15.5818
15.5616	15.5657	15.584	15.5672	15.5688
15.5763	15.5927	15.5691	15.5563	15.5826
15.585	15.5804	15.5591	15.5812	15.559
15.5595	15.5615	15.5696	15.5688	15.5807
15.571	15.5561	15.5744	15.5731	15.5705
15.57	15.5719	15.5752	15.5767	15.5638
15.5809	15.5694	15.5802	15.5707	15.5659
15.5662	15.5723	15.5629	15.5613	15.5826
15.5808	15.5545	15.5598	15.5801	15.5705
15.5627	15.5848	15.5614	15.5564	15.5718
15.5635	15.569	15.5628	15.5637	15.5749
15.5747	15.5581	15.5734	15.5715	15.5824
15.5604	15.5674	15.5736	15.5749	15.5596
15.5768	15.5778	15.5762	15.5708	15.5721