

DOI: <https://doi.org/10.17816/RF646291>

EDN: PNPWYY

Ключевые операции при производстве лабораторного криостата для фотоприёмника

А.В. Самвелов¹, А.С. Москаленко¹, Н.Е. Шишова²¹ Научно-технический центр «Крионекс», Москва, Российская Федерация;² Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана, Москва, Российская Федерация

АННОТАЦИЯ

Обоснование. Одним из основных составляющих фотоприёмного криомодуля является микрокриогенная система для криостатирования матрицы фоточувствительных элементов. В предлагаемой статье рассматривается пассивная система криостатирования лабораторных фотоприёмных устройств для проведения исследований с целью расширения возможностей охлаждаемых инфракрасных систем. Пассивная микрокриогенная система представляет собой заливной азотный высоковакуумный криостат-дьюар, наиболее распространённая проблема которого — потеря теплоизоляционных свойств вследствие натекания атмосферного воздуха.

Цель. Целью исследования является минимизирование натекания атмосферного воздуха в откачанный объём лабораторного криостата, продлевающее срок службы прибора.

Методы. Дизайн исследования — корреляционно-экспериментальный, базирующийся на наблюдении за ресурсом криостата, выявлении способа его повышения снижением величины натекания и последующим контролем течи. Объектом исследований, является высоковакуумный криостат на основе сосуда Дьюара паяной конструкции. Исследования выполнялись в течение двух недель. Подобрана технология пайки, проведён эксперимент с последующим контролем натекания и оценкой ресурса работы криостата.

Результаты. Результаты исследований визуализируют фотографии, выполненные для различных технологий пайки. Шов, полученный припоем марки ПСр8КЦН, не имеет эрозии основного металла, с минимальным содержанием прослойки химического соединения, с отсутствием трещин.

Заключение. Величина натекания в вакуумную полость лабораторного криостата по гелию газообразному марки составила $3,2 \cdot 10^{-13}$ Па·м³/с, что соответствует времени непрерывной работы изделия не менее 5 лет в лабораторных условиях эксплуатации.

Ключевые слова: криостат; микрокриогенная система; фотоприёмник.

Как цитировать:

Самвелов А.В., Москаленко А.С., Шишова Н.Е. Ключевые операции при производстве лабораторного криостата для фотоприёмника // Холодильная техника. 2024. Т. 113, № 3. С. 131–136. DOI: 10.17816/RF646291 EDN: PNPWYY

DOI: <https://doi.org/10.17816/RF646291>

EDN: PNPWYY

Key Operations for Production of Laboratory Cryostats for Photodetectors

Andrew V. Samvelov¹, Alexandr S. Moskalenko¹, Natalya E. Shishova²¹ Limited Liability Company "Cryonex Scientific and Technical Center", Moscow, Russian Federation;² The Bauman Moscow State Technical University, Moscow, Russian Federation

ABSTRACT

BACKGROUND: A micro cryogenic system for cryostatting the photosensitive matrix is a main component of the photodetector cryomodule. This paper discusses a passive cryostatting system for laboratory photodetectors used in research to expand the capabilities of cooled infrared systems. The passive micro cryogenic system is a nitrogen filling high-vacuum Dewar cryostat. Its most common issue is the loss of thermal insulation properties due to atmospheric air leakage.

AIM: This study aimed to minimize atmospheric air leakage into the evacuated volume of a laboratory cryostat to extend its service life.

METHODS: The study is an experimental correlation study based on monitoring the cryostat service life to find a solution increasing it by reducing the amount of leakage and follow-up leak monitoring. The study object is a high-vacuum cryostat based on a brazed Dewar container. The study was conducted over a period of two weeks. We selected a soldering technique, conducted an experiment with follow-up leak monitoring and assessment of the cryostat operating life.

RESULTS: The findings are shown in photographs of different soldering techniques. The welding seam produced with PSr8KTsN solder shows no erosion of the base metal with the minimum chemical compound layer and no cracks.

CONCLUSION: Gaseous helium leakage rate into the vacuum cavity of the laboratory cryostat was $3.2 \cdot 10^{-13}$ Pa·m³/s, which corresponds to a continuous operation time of the product of at least 5 years under laboratory operating conditions.

Keywords: cryostat; micro cryogenic system; photodetector.

To cite this article:

Samvelov AV, Moskalenko AS, Shishova NE. Key Operations for Production of Laboratory Cryostats for Photodetectors. *Refrigeration Technology*. 2024;113(3):131–136. DOI: 10.17816/RF646291 EDN: PNPWYY

ВВЕДЕНИЕ

Охлаждаемые инфракрасные фотоприёмные устройства проникли во многие сферы деятельности человека во всём мире, в том числе и в России. Основная потребность устройств на основе инфракрасных (ИК) фотоприёмников всегда была и остаётся наиболее актуальной для таких областей, как Вооружённые силы (тепловизионные системы для бронетанковой техники; системы наведения ракет; прицельные комплексы, индивидуальные прицелы автоматического оружия, ИК бинокли), МЧС (ИК тепловизоры для измерения температур и ориентации в зонах задымления), разведка (ИК монокуляры и бинокли), охрана (обзорные FLIR-системы), особенно в сложившейся международной обстановке.

На сегодняшний день широкое применение находят активные микрокриогенные системы термомеханического действия (по циклу Стирлинга, Гиффорда-МакМагона, Гиффорда-Лонгсворта и др.), парожидкостного (на эффекте Джоуля-Томсона), термоэлектрического действия (на эффекте Пельтье). Однако проведение лабораторных исследований в инфракрасном диапазоне: совершенствование фотозлектрических характеристик существующих фоточувствительных элементов; изучение характеристик соединений и твёрдых растворов новых составов; поиск зон пропускания в областях поглощения атмосферой и иные исследования предполагают использование пассивных систем охлаждения — заливных вакуумных криостатов-дьюаров [1].

В России и за её пределами для исследований ИК фотоприёмников используют заливные лабораторные криостаты вертикального исполнения с горизонтальной ориентацией оптической оси (Рис. 1).

ЦЕЛЬ

Целью исследования является минимизирование натекания атмосферного воздуха в откачанный объём лабораторного криостата, повышающее его надёжность, продлевая срок службы и сохраняя теплоизоляционную способность в стандартных лабораторных условиях проведения исследований.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследования проводились экспериментальным методом, строящемся на наблюдении за ресурсом криостата, выявлении способа его повышения снижением величины натекания, последующем контроле течи и оценке времени работы.

ПРОВЕДЕНИЕ ИССЛЕДОВАНИЙ

Специалистами ООО «НТЦ «Крионекс» и МГТУ им. Н.Э. Баумана, разработана новая конструкция

заливного лабораторного криостата для исследований инфракрасного фотоприёмника.

Новизна конструкции криостата состоит в том, что он имеет форму, близкую к сферической, достаточно высокую горловину (поз. 8, Рис. 1) и паяную конструкцию, что обеспечивает пониженные теплопритоки и повышенную надёжность.

Конструкция криостата представлена на Рис. 1.

Внутренние элементы криостата ИК фотоприёмника (держатель фотоприёмника, внутренний сосуд и другие элементы) работают в широком диапазоне температур величиной более 200 К. Поэтому для повышения надёжности и ресурса к материалам основных и соединительных элементов необходимо предъявлять особые требования [2, 3].

Наиболее подходящим материалом для внутреннего сосуда криостата является высоколегированная жаропрочная аустенитная сталь, обладающая низкой теплопроводностью в требуемом интервале температур, сохраняя ударную вязкость, пластичность, временное сопротивление разрыву при криогенных температурах. Механическая отработка внутренней горловины криостата методом нагартовки даёт возможность уменьшить толщину стенки, что понижает осевую теплопроводность трубки [4].

Криостат охлаждаемого фотоприёмника является высоковакуумным изделием, и для соответствия требуемым теплоизоляционным показателям его межстенное пространство откачивается до достижения вакуума не хуже 10^{-5} Па.

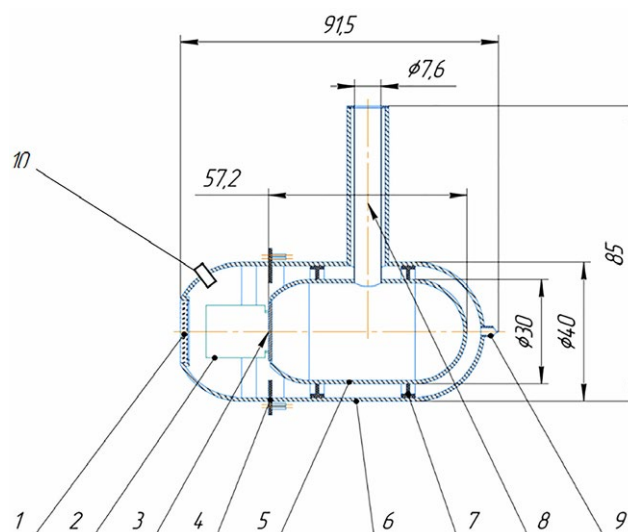


Рис. 1. Габаритный чертёж лабораторного криостата. 1 — входное оптическое окно; 2 — апертурная диафрагма; 3 — место установки ИК фотоприёмника; 4 — металлокерамический узел с электроконтактами; 5 — внутренний сосуд; 6 — внешний сосуд; 7 — тепловые опоры; 8 — горловина; 9 — откачной штенгель; 10 — газопоглотитель.

Fig. 1. Dimensional drawing of a laboratory cryostat. 1, viewing optical window; 2, aperture; 3, IR photodetector seat; 4, metal-ceramic unit with contacts; 5, inner vessel; 6, outer vessel; 7, thermal supports; 8, neck; 9, exhaust tube; 10, getter.

Обеспечение высокого ресурса эксплуатации при экстремальных температурах и давлениях наиболее надёжным соединением является паяный шов [5].

Процесс образования паяного шва состоит из нескольких стадий: прогрев материала паемого шва до температуры, близкой к температуре плавления припоя; расплавление припоя; растекание жидкого припоя по поверхности твёрдого материала и заполнение паемого шва; охлаждение и кристаллизация припоя в паяном шве [6].

Прочность паяного шва характеризуется, помимо механических свойств материала припоя, наличием смачиваемости поверхности основного металла жидкофазным металлом припоя.

При прочих равных условиях на смачивание поверхности жидкостью положительно влияет сила поверхностного натяжения жидкости

$$\sigma = [h \cdot g \cdot r (\rho' - \rho'')] / 2 \cdot \cos \theta, \quad (1)$$

где h — высота подъёма жидкофазного припоя в капиллярном зазоре паяного шва; g — ускорение свободного падения; r — характерный линейный размер паяного шва; ρ' , ρ'' — плотность материала припоя и окружающего газа, соответственно; θ — краевой угол смачивания. (Выражения (1–5) [6]).

Сила поверхностного натяжения (1) также влияет на растекание припоя по поверхности основного металла. При лучшем смачивании жидкость лучше растекается по поверхности твёрдого тела.

Растекание капли жидкости по поверхности твёрдого тела из условий равновесия определяются уравнением баланса сил:

$$\sigma_{\text{ТГ}} - \sigma_{\text{ТЖ}} - \sigma_{\text{ЖГ}} \cdot \cos \theta = 0, \quad (2)$$

где $\sigma_{\text{ТГ}}$ — поверхностное натяжение на границе раздела «твёрдое тело–газ»; $\sigma_{\text{ТЖ}}$ — поверхностное натяжение на границе раздела «твёрдое тело–жидкость»; $\sigma_{\text{ЖГ}}$ — поверхностное натяжение на границе раздела «жидкость–газ»; θ — краевой угол смачивания, образованный границей раздела «твёрдое тело–жидкость» и касательной к границе раздела «жидкость–газ», отсчитанный в сторону жидкой фазы.

Следовательно,

$$\cos \theta = (\sigma_{\text{ТГ}} - \sigma_{\text{ТЖ}}) / \sigma_{\text{ЖГ}}. \quad (3)$$

Таким образом, по (3), в случае когда $\sigma_{\text{ТГ}} > \sigma_{\text{ТЖ}}$ ($\cos \theta$ положителен), то припой смачивает поверхность металла. Если же $\sigma_{\text{ТГ}} < \sigma_{\text{ТЖ}}$ и ($\cos \theta$ отрицателен), то припой, соответственно, поверхность не смачивает [6].

Растекаемость жидкости зависит от многих факторов. Главным фактором, влияющим на растекаемость является соотношение величин поверхностных натяжений

границ раздела сред: «основной металл–окружающий газ»; «основной металл–припой»; «припой–основной металл». Следующий фактор, влияющий на растекаемость — это вязкость жидкой фазы. Также на растекаемость жидкости влияет гравитация. Чем выше плотность жидкости, тем ниже высота капли, тем лучше растекаемость. Имеет место межмолекулярная адгезия, а также диффузия между твёрдым телом и жидкостью, влияющая на смачивание и, соответственно, растекание. И последний из обоснованных факторов, влияющих на растекаемость жидкости по твёрдой поверхности — это геометрия твёрдого тела: форма величина шероховатости, а также включения в материале (поверхности) твёрдого тела.

При площади шероховатого тела в n раз больше гладкого выражение (3) примет вид

$$\cos \theta' = n \cdot (\sigma_{\text{ТГ}} - \sigma_{\text{ТЖ}}) / \sigma_{\text{ЖГ}}. \quad (4)$$

Решая совместно тождества (3) и (4), получим

$$\cos \theta' = n \cdot \cos \theta. \quad (5)$$

Выражение (5) устанавливает, что косинус угла смачивания при шероховатой поверхности больше косинуса угла смачивания при гладкой поверхности во столько раз, во сколько раз реальная площадь первой больше второй. Поэтому при наличии смачивания основного металла припоем наличие шероховатости хорошо влияет на растекание припоя.

Таким образом, свойство смачивания и процесс растекания имеют общую природу и меняются в зависимости от химико-физических свойств и геометрии основного металла при прочих равных условиях. В общем смысле, смачивание и растекание зависят от свойств пары «основной металл–металл припоя», следовательно, один и тот же жидкий металл ведёт себя по-разному на поверхности разных металлов при прочих равных условиях.

Следовательно, растекание припоя зависит от его природы, а также от природы основного металла. Однако характер процесса растекания зависит также и от состава используемого паяльного флюса. Поэтому процесс пайки основан на взаимодействии трёх компонентов: основного металла, припоя и паяльного флюса. При такой системе можно подобрать флюс, позволяющий применять припой, который недостаточно хорошо смачивает данный металл, но по иным важнейшим характеристикам (теплопроводность, сопротивление разрыву, коэффициент температурного расширения и другие свойства) оптимально подходит к основному металлу.

Учитывая вышеизложенное, специалистами ООО «НТЦ «Крионекс» и МГТУ им. Н.Э. Баумана расчётно-экспериментальным путём получена оптимальная композиция «металл–припой–флюс» для изготовления

высоковакуумного лабораторного криостата, обеспечивающего криостатирование инфракрасного фотоприёмного устройства [1, 4–7].

Проведённые в рамках исследования процедуры

Наиболее нагруженным узлом высоковакуумного криостата является внутренний сосуд. На его внутреннюю поверхность действует атмосферное давление, обеспечиваемое кипением сжиженного азота при нормальных условиях, а внешняя сторона дополнительно нагружена высоким вакуумом. Помимо этого, внутренний сосуд находится в условиях термоциклирования в диапазоне температур 77–300 К [7]. В качестве основного металла внутреннего сосуда криостата определена высоколегированная коррозионностойкая жаропрочная сталь марки ХН70ВМТЮ. Эта сталь имеет минимальную для металлов теплопроводность в рабочем диапазоне температур (около 7 Вт/мК) и обладает достаточно высоким пределом прочности, не менее 200 МПа, что очень важно при работе в таких экстремальных условиях.

Расчётным путём с использованием, в том числе, соотношений (1–5) и практической верификацией результатов определены припой и флюс для пайки тонкостенных элементов внутреннего сосуда, выполненного из стали ХН70ВМТЮ.

В качестве припоя определён сплав марки ПСр8КЦН. Данный припой удачно показал себя при пайке образцов корпуса криостата, хорошо смачивался и растекался. Данный припой в своём составе имеет: кадмия — 84%, серебра — 8%, цинка — 6%, никеля — 2%. Литературные данные также подтверждают использование при пайке высоколегированных коррозионностойких жаропрочных сталей серебряных припоев, имеющих в своём составе кадмий, никель, цинк и некоторые другие элементы [8].

Коррозионностойкие и жаропрочные стали характерны образованием на их поверхностях плотных оксидных плёнок. Это окислы титана, алюминия, хрома и других элементов, обладающие высокой химической и термической стойкостью, низкой упругостью паров, что существенно снижает смачиваемость и растекаемость по их

поверхности припоев. Снятие окисной плёнки достигается применением высокоактивных флюсов.

В качестве флюса эффективно использовать концентрированные кислоты (соляную, ортофосфорную и др.) Также эффективно использовать насыщенный раствор цинка в соляной кислоте [6].

На Рис. 2 (а, b, c) иллюстрируются шлифы паяных швов (увеличение 50 $\times$) листовых заготовок толщиной 0,3 мм из стали ХН70ВМТЮ при пайке встык с использованием различных припоев. Показано качество швов, наличие дефектов.

Основные результаты исследования

По фотографиям видно, что шов, полученный путём пайки припоем марки ПСр8КЦН (Рис. 3а), не имеет эрозии паемого материала, выполнен при минимальном содержании прослойки химического соединения и трещин в шве, в отличие случаев с припоями марок Cd-5Ag и Pb-Ag_{2,5}-Cu. Во всех трёх пайках в качестве паяльного флюса использовалась пиррофосфорная кислота (H₄P₂O₇). Величина натекания в теплоизоляционную межстенную вакуумную полость по гелию газообразному марки 6.0 ТУ 0271-001-45905715-02 составила 3,2·10⁻¹³ Па·м³/с, что соответствует времени непрерывной эксплуатации изделия не менее 5 лет.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Криостат изготовлен из листов (0,3 мм) высоколегированной коррозионностойкой жаропрочной стали марки ХН70ВМТЮ, паяных припоем ПСр8КЦН с использованием в качестве флюса пиррофосфорной кислоты (50%). Криостат подвергался проверке на гелиевом течеискателе. По величине натекания в теплоизоляционную вакуумную полость разработанного лабораторного высоковакуумного криостата-дьюара методом пересчёта определено, что время непрерывной эксплуатации объекта составит не менее 5 лет.

ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ ИНФОРМАЦИЯ

Вклад авторов: А.В. Самвелов — постановка задачи, обзор литературы, сбор и анализ литературных источников, участие в проведении



Рис. 2. Шлифы паяных швов листовой стали марки ХН70ВМТЮ с использованием различных припоев. а) припой ПСр8КЦН; б) припой марки Cd-5Ag; в) припой марки Pb-Ag_{2,5}-Cu.

Fig. 2. Sections of seams of KhN70VMTYu steel sheets welded using various solders. а, PSr8KTSN solder; б, Cd-5Ag solder; в, Pb-Ag_{2.5}-Cu solder.

исследований, подготовка и написание текста, редактирование статьи; А.С. Москаленко — участие в проведении исследований; Н.Е. Шишова — участие в проведении исследований, участие в написание текста статьи. Все авторы подтверждают соответствие своего авторства международным критериям ICMJE (все авторы внесли существенный вклад в разработку концепции, проведение исследования и подготовку статьи, прочли и одобрили финальную версию перед публикацией).

Источник финансирования. Авторы заявляют об отсутствии внешнего финансирования при проведении исследования и подготовке публикации.

Конфликт интересов. Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с проведённым исследованием и публикацией настоящей статьи.

ADDITIONAL INFORMATION

Contribution of the authors: Andrey V. Samvelov problem statement, literature review, collection and analysis of literary sources, participation in research, preparation and writing of the text, editing of the article; Alexandr S. Moskalenko participation in research; Natalya E. Shishova participation in research, participation in writing the text of the article. All authors confirm that their authorship meets the international ICMJE criteria (all authors have made a significant contribution to the development of the concept, research and preparation of the article, read and approved the final version before publication).

Funding source. No funding.

Disclosure of interests: The authors have no relationships, activities, or interests for the last three years related to for-profit or not-for-profit third parties whose interests may be affected by the content of the article.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Khryapin VE. *Soldering Iron Handbook*. Moscow: Mashinostroenie; 1981. (In Russ.)
2. Arkharov AM, Arkharov IA, Belyakov VP, et al. *Cryogenic systems*. Moscow: Mashinostroenie; 1987. (In Russ.)
3. Baranov AY, Sokolova EV. *Storage and transportation of cryogenic liquids. Part 1: Study guide*. St. Petersburg: ITMO University; 2017. (In Russ.) EDN: LPKPVM
4. Popov VM. *Heat transfer in the contact zone of detachable and non-removable joints*. Moscow: Energiya; 1971. (In Russ.) EDN: RELYGR
5. Grezin AK, Zinoviev VS. *Microcryogenic technology*. Moscow: Mashinostroenie; 1977. (In Russ.)
6. Kitaev AM, Gubin AI. *Welding and soldering of thin-walled pipelines*. Moscow: Mashinostroenie; 1972. (In Russ.)
7. Deniz EK, Bredenbeck ED. An automatic liquid nitrogen refilling system for small (detector) Dewar vessels Review of Scientific Instruments 89; 116101; 2018.
8. Willems D, Garcia S, Arts R, et al. *Theoretical and experimental analysis of Dewar thermal properties*. In: SPIE 11002. Infrared Technology and Applications XLV; 1100208. SPIE; 2019.

ОБ АВТОРАХ

* **Самвелов Андрей Витальевич,**

канд. техн. наук;

адрес: Российская Федерация, 105523, Москва,

Щёлковское шоссе, дом 88, корп. 2, оф. 9;

ORCID: 0000-0002-5840-7626;

eLibrary SPIN: 9932-6353;

e-mail: samv-andrej@yandex.ru

Москаленко Александр Сергеевич;

ORCID: 0000-0002-1657-5015;

eLibrary SPIN: 5571-1233;

e-mail: a-moskalenko@inbox.ru

Шишова Наталья Евгеньевна,

канд. техн. наук;

ORCID: 0009-0005-2763-7997;

eLibrary SPIN: 3133-1035;

e-mail: natalia-shishova@gmail.com

AUTHOR'S INFO

* **Andrew V. Samvelov,**

Cand. Sci. (Engineering);

address: 88 Shchelkovskoe hwy, bldg 2, office 9, Moscow,

Russian Federation, 105523;

ORCID: 0000-0002-5840-7626;

eLibrary SPIN: 9932-6353;

e-mail: samv-andrej@yandex.ru

Alexander S. Moskalenko;

ORCID: 0000-0002-1657-5015;

eLibrary SPIN: 5571-1233;

e-mail: a-moskalenko@inbox.ru

Natalia E. Shishova,

Cand. Sci. (Engineering);

ORCID: 0009-0005-2763-7997;

eLibrary SPIN: 3133-1035;

e-mail: natalia-shishova@gmail.com

* Автор, ответственный за переписку / Corresponding author