6

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ И НАНОТЕХНОЛОГИИ

УДК 53.082.74 ИЗМЕРЕНИЕ ДИНАМИЧЕСКОЙ МАГНИТНОЙ ВОСПРИИМЧИВОСТИ СТАЛЕЙ В КРИОГЕННЫХ УСЛОВИЯХ

И.Ю. Иванов, А.А. Васильев, М.Е. Взнуздаев, С.И. Воробьев, А.Л. Геталов, С.А. Котов, П.А. Кравцов, А.В. Надточий, В.А. Трофимов

Криогенный индукционный магнитометр разработан и изготовлен в Петербургском институте ядерной физики. Прибор позволяет измерять магнитную восприимчивость материалов в широком диапазоне температур (10–300 К). Описаны технические особенности установки. Приведены результаты измерений динамической магнитной восприимчивости для нескольких марок высоколегированной нержавеющей стали. По результатам исследования дана рекомендация по применению одной из рассмотренных марок как конструкционного материала в ядерно-физическом эксперименте MuSun.

Ключевые слова: динамическая магнитная восприимчивость, криогеника, магнитометр.

Введение

В целом ряде экспериментов, в частности, на ускорителях, предъявляются высокие требования к однородности магнитного поля, которое искажается конструкционными материалами или остаточной намагниченностью металла. Это, в свою очередь, приводит к ошибкам эксперимента и увеличению его продолжительности. Все это обусловливает высокие требования, предъявляемые к магнитным свойствам конструкционных материалов.

Одним из ценных свойств сталей аустенитного класса является их низкая магнитная восприимчивость. По этому показателю они существенно отличаются от прочих типов высоколегированных коррозионностойких сталей, таких как мартенситные и ферритные. Магнитная восприимчивость стали весьма чувствительна к содержанию легирующих элементов и однородности кристаллической структуры образца. Разброс процентного содержания легирующих элементов в составе промышленных марок сталей может достигать 2 ат.%. Для большинства прикладных задач этот разброс, как и возникающая в результате этого повышенная магнитная восприимчивость, не имеют существенного значения. Однако в ряде тонких физических экспериментов влияние магнитных полей и их однородность являются критическими. К числу таких экспериментов относится ядерно-физический эксперимент MuSun [1]. Центральным детектором этого эксперимента является криогенная ионизационная время-проекционная камера, работающая при температуре около 30 К. Условия работы и конструкция детектора этой камеры детально описаны в работе [2].

В состав камеры входят детали, изготовленные из аустенитной стали. Это обусловило необходимость выбора материала, наиболее подходящего по магнитным свойствам, прежде всего по величине динамической магнитной восприимчивости (ДМВ) и ее температурной зависимости. Для этого перед авторами была поставлена задача создать магнитометр, позволяющий производить измерения ДМВ и определять температурную зависимость этой величины в широком температурном диапазоне, вплоть до предельно низких температур. Для выполнения исследований в Петербургском институте ядерной физики (ПИЯФ) предложена схема, спроектирована конструкция магнитометра, разработана методика измерений в условиях низкой температуры, соответствующей требованиям эксперимента MuSun. Ниже показаны основные идеи, положенные в основу разработки магнитометра, и результаты его апробации на ряде конструкционных материалов.

Методика эксперимента

Для измерения динамической магнитной восприимчивости применен хорошо себя зарекомендовавший индукционный метод [3, 4]. Схема установки, обеспечивающей одну из возможных реализаций метода, приведена на рис. 1.

Измерительный соленоид II, представляющий из себя катушку (10000 витков) с площадью поперечного сечения 155 мм², помещен вместе с образцом в переменное магнитное поле задающего соленоида I напряженностью $H = H_0 \cdot \sin \omega t$ (ω – частота). Соленоиды I, II и III образуют так называемый дифференциальный измерительный трансформатор взаимоиндукции. Сигнал, подаваемый на задающий соленоид, формируется системой, состоящей из генератора низкочастотных сигналов и стабилизатора тока. Введение образца в измерительный соленоид II приводит к изменению магнитного потока, проходящего через его витки, что вызывает изменение электродвижущей силы (ЭДС) на нем. Ее величина регистрируется измерительной системой, состоящей из прецизионного потенциометра, усилителя и осциллографа. В схеме использован «опорный» соленоид III, работающий в противофазе с измерительным, для устранения влияния изменяющихся от температуры параметров измерительного соленоида II. Параметры соленоида III подбирают таким образом, чтобы при отсутствии образца сигнал с двух соединенных соленоидов II и III был минимальным. Величины ЭДС, наводимых в двух соленоидах, будут иметь вид (соответственно для соленоида с образцом и без него):

$$E_{1} = -n \cdot S \cdot q_{m} \cdot \mu_{0} \cdot \left(\frac{dB}{dt}\right), \tag{1}$$
$$E_{2} = -n \cdot S \cdot q_{m} \cdot \left(\frac{dH}{dt}\right), \tag{2}$$

где n – число витков обмотки измерительного соленоида; S – площадь поперечного сечения соленоида; q_m – геометрический фактор, связанный с формой соленоидов; B – магнитная индукция, μ_0 – магнитная постоянная.



Рис. 1. Принципиальная схема экспериментальной установки

Вычитая (2) из (1) и учитывая, что $B = \mu_0 \cdot (H + M)$, где M – намагниченность образца, получим

$$\Delta E = E_2 - E_1 = -n \cdot S \cdot q_m \cdot \left(\frac{dM}{dt}\right). \tag{3}$$

Таким образом, выходной сигнал дифференциального трансформатора взаимоиндукции пропорционален $\frac{dM}{dt}$. Производную намагниченности можно переписать в виде $\frac{dM}{dt} = \chi \left(\frac{dH}{dt}\right)$, тогда выходной сигнал ΔE будет пропорционален магнитной восприимчивости исследуемого образца χ .

В общем случае намагниченность *M* образца зависит от величины намагничивающего поля нелинейно. В пределе малого поля ее можно разложить в степенной ряд по *H*:

$$M = \sum_{i=0}^{\infty} \chi_i \cdot H^{2i+1} \,. \tag{4}$$

Таким образом, при оптимально подобранных параметрах соленоидов II и III, учитывая (4), выражение (3) можно переписать в виде $\Delta E = -n \cdot S \cdot q_m \cdot \chi_0 \cdot \omega \cdot H_0 \cdot \cos \omega t$, оставив только линейный по напряженности магнитного поля член ряда. Это допустимо только в приближении малых полей.

Изменяя температуру, при которой находятся соленоиды и образец, можно получить температурную зависимость магнитной восприимчивости. В нашем случае наиболее информативной для дальнейшего использования сталей в эксперименте является область низких (~30 K) температур, достигаемая за счет применения криогенератора. Тепловая связь между криогенератором, соленоидами и образцом поддерживается за счет высокой теплопроводности газообразного гелия, который выступает в этом случае в качестве хладагента. Для предотвращения нагрева образца паразитным тепловым потоком, который поступает по измерительным проводам и держателю соленоидов, теплоотвод от них осуществляется на первую ступень криогенератора.

Для снижения притока в рабочий объем криостата тепла извне применена вакуумная изоляция. Высокий вакуум (~ 10^{-4} Па) создается откачной системой, состоящей из форвакуумного и турбомолекулярного насосов. Производительность откачной системы превышает 400 л/с.

Конструкция спроектированного магнитометра приведена на рис. 2. В установке реализован «шахтный» принцип вертикальной загрузки основных рабочих элементов без потери вакуума в системе, что позволяет производить смену образца за 10–15 мин. При разработке конструкции применено не-

11/ 10 А 12 13 9 14 15 3 16 8 4 2 7 5 17 1 6

сколько оригинальных технических решений, таких как гибкая вибрационная развязка 6 криогенератора с рабочим объемом, биметаллическая (медь + нержавеющая сталь) конструкция шахты криостата 7 и др.



Результаты измерений

Перед началом измерений образцов стали производился калибровочный эксперимент с пустым соленоидом с целью определения магнитного фона. Полученная в эксперименте температурная зависимость ЭДС измерительного соленоида была аппроксимирована полиномом 5-й степени. Измерения проводились с образцами сталей различных марок. На рис. 3 приведены данные по измерению фона и температурной зависимости магнитной восприимчивости для стали марки X2CrNiMo17-13-3 (DIN 1,4429). Динамическая магнитная восприимчивость соленоида без образца имеет сложную зависимость, которая определяется целым рядом температурно-зависимых факторов, таких как геометрические параметры, удельное сопротивление материалов (токи Фуко) и др. Для получения окончательного результата значение сигнала фона, вычисленное для данной температурной точки по аппроксимационному многочлену, вычиталось из измеренного для образца значения ЭДС.

На рис. 4 показаны результаты измерений для трех образцов: аустенитной нержавеющей стали западногерманского производства марок X2CrNiMo17-12-2 (DIN 1,4404) и X2CrNiMo17-13-3 (DIN 1,4429) и образца отечественной стали 12X18H10T.

Сплошная вертикальная линия, параллельная оси ординат, соответствует рабочей температуре эксперимента MuSun (30 K). Хорошо заметно, что магнитная восприимчивость для сталей X2CrNiMo17-12-2 и X2CrNiMo17-13-3 при этой температуре существенно меньше, чем для стали 12X18H10T. Этот факт позволяет рекомендовать применение данных марок сталей в качестве конструкционных для работы в криогенных условиях, как эксперимент MuSun, в случаях, где требуются материалы с низкой магнитной восприимчивостью.



Рис. 3. Температурные зависимости динамической восприимчивости фона соленоида и образца с маркой стали X2CrNiMo17-13-3 в переменном магнитном поле *H*=8,7 Э частотой 137 Гц



Рис. 4. Температурные зависимости динамической магнитной восприимчивости образцов в переменном магнитном поле *H*=8,7 Э частотой 137 Гц, сплошная вертикальная линия соответствует рабочей температуре эксперимента MuSun (30 K)

Заключение

В Петербургском институте ядерной физики разработана и изготовлена установка для измерения магнитной восприимчивости конструкционных материалов в условиях предельно низких температур. Установка позволяет осуществлять предварительные измерения перед установкой образцов в ускоритель. Это дало возможность получить существенную экономию дорогостоящего времени работы ускорителя, представляя предварительные сведения о тестируемых образцах. Результаты апробации установки показали, что она является высокочувствительным прибором для анализа качества конструкционных сталей, работающих в магнитных полях при низких температурах. По результатам измерений даны рекомендации по применению определенных марок сталей в эксперименте MuSun. Разработанная установка и предложенная методика заслуживают дальнейшего внимания. Результаты работы могут быть применены как для решения узкоспециализированной задачи выбора оптимальной по магнитным свойствам стали, так и для решения иных исследовательских задач, таких, как изучение фазовых переходов второго рода, сопряженных с изменением магнитной восприимчивости [5].

Литература

1.	Эксперимент	MuSun	(официальный	сайт)	[Электронный	pecypc].	_	Режим	доступа:
	http://www.npl.	illinois.edu	ı/exp/musun/, своб	бодный.	Яз. англ. (дата обр	ращения 30	.03.2	2012).	

- 2. Иванов И.Ю., Васильев А.А., Взнуздаев М.Е., Воропаев Н.И., Каммель П., Кравцов П.А., Надточий А.В., Петров Г.Е., Петижан К., Трофимов В.А. Криогенная время-проекционная ионизационная камера для исследования процесса захвата мюона дейтроном в эксперименте MuSun // Изв. вузов. Приборостроение. 2011. Т. 54. № 7. С. 55–61.
- Костышин А.М., Сыч И.И., Такзей Г.А. Установка для исследования магнитных свойств материалов при низких температурах // Физические методы исследования металлов. – Киев: Наукова думка, 1981. – С. 31–36.
- 4. Brodbeck C.M., Bukrey R.R., Hoeksuma J.T. Integrated circuit AC mutual inductance bridge for magnetic susceptibility measurements // Rev. Sci. Instrum. 1978. № 49. P. 1279–1281.
- **5.** Такзей Г.А. Магнитные превращения с образованием спинового стекла в разупорядоченных сплавах 3d-переходных металлов: Дис. ... док. физ-мат. наук. – Киев, 1987.

Иванов Илья Юрьевич Васильев Александр Анатольевич		Лаборатория криогенной и сверхпроводящей техники, ФГБУ «Петер-
		бургский институт ядерной физики», аспирант, ivannov_llya@mail.ru Лаборатория криогенной и сверхпроводящей техники ФГБУ «Петербург- ский институт ядерной физики», кандидат физмат. наук, ст. научный
Взнуздаев Марат Евгеньевич	_	сотрудник, зав. кафедрои, vassile@pnpi.spb.ru Лаборатория криогенной и сверхпроводящей техники ФГБУ «Петербург- ский институт ядерной физики», ст. научный сотрудник, marat@pnpi.spb.ru
Воробьев Сергей Иванович	-	Лаборатория мезонной физики конденсированных сред ФГБУ «Петер- бургский институт ядерной физики», зав. кафедрой, vsiloa@pnpi.spb.ru
Геталов Александр Леонидович	-	Лаборатория мезонной физики конденсированных сред ФГБУ «Петер- бургский институт ядерной физики», кандидат физмат. наук, ст. науч- ный сотрудник getaloy@pnpi spb.ru
Котов Сергей Арестович	-	Лаборатория мезонной физики конденсированных сред, ФГБУ «Петер- бургский институт ядерной физики», научный сотрудник, kotoff@pnpi spb ru
Кравцов Петр Андреевич	-	Лаборатория криогенной и сверхпроводящей техники ФГБУ «Петербург- ский институт ядерной физики», кандидат физмат. наук, ст. научный сотрудник. pkravt@gmail.com
Надточий Александр Васильевич	-	ФГБУ «Петербургский институт ядерной физики», кандидат физмат. наук. ст. научный сотрудник. avnad@pnpi.spb.ru
Трофимов Виктор Алексеевич	-	Лаборатория криогенной и сверхпроводящей техники ФГБУ «Петербург- ский институт ядерной физики», кандидат физмат. наук, ст. научный сотрудник, vtrof@gmail.com