

**ЛАБОРАТОРНАЯ
ТЕХНИКА**

УДК 621.59 + 536.48

**МИНИАТЮРНЫЙ ПРОТОЧНЫЙ ГЕЛИЕВЫЙ КРИОСТАТ
ДЛЯ ГАММА-РЕЗОНАНСНЫХ, РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКИХ
И ОПТИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ ОБРАЗЦОВ В ВАКУУМЕ**

©2026 г. О. Н. Морозов, И. С. Любутин*, Ю. М. Дымшиц

*Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова Курчатовского комплекса
кристаллографии и фотоники*

Национального исследовательского центра “Курчатовский институт”

Россия, 119333, Москва, Ленинский просп., 59

**e-mail: lyubutinig@mail.ru*

Поступила в редакцию 15.12.2025 г.

После доработки 21.01.2026 г.

Принята к публикации 11.02.2026 г.

Описана конструкция миниатюрного гелиевого криостата проточного типа, предназначенного для мессбауэровских, рентгеноструктурных и оптических исследований образцов в диапазоне температур 4.2–300 К. Миниатюрные размеры криостата позволяют сделать его максимально совместимым с другими устройствами, например, с мессбауэровскими спектрометрами, магнитами, оптическими системами и т. п. С другой стороны, малая масса “холодного пальца”, на котором располагается образец, уменьшает расход гелия, необходимого для поддержания в криостате рабочей температуры. Также это делает его менее инерционным, т. е. ускоряет переход от одной температуры к другой.

1. ВВЕДЕНИЕ

Криостаты, работающие в гелиевом диапазоне температур, а также при более высоких температурах вплоть до комнатной, подразделяются на заливные, проточные и криостаты с замкнутым циклом охлаждения [1]. Пример криостата заливного типа, предназначенного для мессбауэровской спектроскопии, представлен в работе [2]. Стоимость проточных криостатов, как правило, ниже стоимости заливных криостатов, они имеют меньшие габариты и меньшую массу. Известные в настоящее время криостаты с замкнутым циклом очень дорогие. Из криостатов замкнутого цикла для мессбауэровской спектроскопии наиболее известен криостат фирмы Janis (США), имеющий паспортный рабочий диапазон температур 5–300 К. В нашей

лаборатории создан и используется безжидкостный гелиевый криостат замкнутого цикла для мессбауэровских исследований в области температур 4.2–500 К [3, 4].

Одной из проблем криостатов замкнутого цикла является передача механических вибраций на исследуемый образец [5]. Особенно это актуально для мессбауэровской спектроскопии и оптических методов исследований, так как вибрации приводят к уширению спектральных линий. Путем откачки паров гелия можно получить более низкую температуру (примерно до 1.5 К), однако в этом случае может возникнуть дополнительное уширение спектральных линий из-за передачи вибрации от насоса к исследуемому образцу. Авторы работы [6] описывают криостат замкнутого цикла для диапазона температур 12–300 К, в котором уширение резонансных линий составляет 10% для температуры 25 К.

Важным параметром при проведении гамма-резонансных измерений является совместимость криостата с другими приборами (мессбауэровскими спектрометрами, магнитами, оптическими системами и т. п.). В этом отношении проточные криостаты не имеют себе равных, так как они меньше по размерам и легче заливных, более громоздких из-за наличия у них азотной рубашки. Кроме того, в отличие от заливных криостатов, проточные быстрее захлаживаются (примерно за 20 мин) и требуют меньше гелия.

Криостаты имеют две модификации – с образцом в вакууме и с образцом в потоке газа. Модели с образцом в вакууме могут работать при любой ориентации криостата в пространстве. Это важно при исследовании монокристаллов в различных ориентациях, а также при приложении к образцу внешних магнитных полей.

Характерной проблемой таких криостатов являются градиенты температур на “холодном пальце” и, как следствие, на образце. Эти градиенты появляются из-за того, что, во-первых, отвод тепла от “холодного пальца” происходит только с одной стороны (с той, которая принимает на себя поток парожидкостной гелиевой смеси), а во-вторых, “печка – нагреватель”, обеспечивающая работу прибора в диапазоне промежуточных температур, как правило, дает неравномерный нагрев. Также важной конструктивной задачей является расположение термодатчика (или термопары) достаточно близко к образцу, чтобы он измерял истинную температуру образца, а не самого держателя.

Эти проблемы в большой степени решены в конструкции нашего криостата МКПГ (миниатюрный криостат проточный гелиевый) [7]. При его создании важнейшей целью была миниатюризация криостата, которая позволяет сделать его максимально совместимым с другими устройствами, упомянутыми выше. В этом криостате оптимизированы конструкция держателя образца и геометрия “печки” (нагревателя) для максимально равномерного прогрева держателя и самого образца. Малая масса “холодного пальца” уменьшает расход гелия,

необходимого для поддержания в криостате рабочей температуры, и делает его менее инерционным, т. е. ускоряет переход от одной температуры к другой.

Кроме гелия, представленный криостат может работать также с жидким азотом. В этом случае диапазон рабочих температур составляет 79–300 К при работе с избыточным давлением в питающем сосуде Дьюара и 65–300 К при откачке паров.

2. ОПИСАНИЕ КОНСТРУКЦИИ КРИОСТАТА И КРИОГЕННОЙ УСТАНОВКИ

Схема всей криогенной установки изображена на рис. 1. Установка состоит из криостата 1, переливного устройства 2, сосуда Дьюара с жидким гелием 3, откачного насоса 4 и блока управления 5.

Рис. 1. Схема криогенной установки.

Из сосуда Дьюара 3 жидкий гелий по переливному устройству 2 через питающую трубку 6 поступает в трубку 7, расположенную в криостате 1. В трубке 7 расположен “холодный палец” 8, который заканчивается держателем образца 9. Таким способом осуществляется охлаждение образца до нужной температуры.

Питающая трубка 6 расположена внутри вакуумного объема корпуса переливного устройства 2, и по ней в трубку 7 криостата поступает парожидкостная гелиевая смесь. Эта смесь охлаждает “холодный палец” 8, а через него и держатель образца 9. Далее “отработанная” гелиевая смесь уходит в выхлопную трубку 10 переливного устройства 2. По этой трубке газ через откачной насос 4 либо поступает в атмосферу, либо собирается и сжижается для дальнейшего использования.

Таким образом, в корпусе переливного устройства 2 размещены оба канала – питающий и выхлопной. Во время работы установки корпус переливного устройства и корпус криостата откачаны до высокого вакуума (около 10^{-6} мм рт.ст.). Криостат откачивается через вентиль 11, а переливное устройство – через вентиль 12. Подача гелия может осуществляться либо наддувом гелия в сосуде Дьюара 3 путем его подогрева, либо откачкой паров гелия с помощью насоса 4, присоединенного к выхлопу переливного устройства 2.

При температурах выше гелиевой управление температурой осуществляется с помощью блока 5. Этот блок через электрический разъем 16 соединен линией 13 с датчиком температуры 15 (термопарой Fe+Au/Cu), а линией 14 – с нагревателем (“печкой”), который подогревает держатель образца 9 (см. детали на рис. 2б, 3). Проводом 17 блок управления 5 соединен с откачивающим насосом 4.

На блоке управления задается нужная температура, после чего этот блок уменьшает скорость откачки паров гелия (по линии 17) и включает нагреватель держателя образца, пока

температура образца не достигнет заданной. Грубая регулировка осуществляется регулировкой потока откачиваемого газа, а тонкая – с помощью нагревателя.

Фотография самого криостата и детали его внутреннего устройства показаны на рис. 2а, б соответственно.

Рис. 2. а – Фотография криостата, **б** – схема внутреннего устройства криостата

Исследуемый образец 18 помещается в держатель 9 и закрепляется прижимной гайкой 19, что обеспечивает тепловой контакт образца с держателем 9.

Гамма-резонансное (мессбауэровское), рентгеновское или оптическое облучение исследуемого образца происходит через окна 20. Эти окна находятся при комнатной температуре, они не подвержены низкотемпературным нагрузкам. Держатель образца со всех сторон окружен “тепловым” экраном (не показан на рис. 2б), который имеет температуру “холодного пальца” и представляет собой медный стаканчик с окнами для пропускания излучения, оклеенный тонким майларом. Этот экран принимает на себя излучение теплых наружных стенок, на образец же оно не попадает.

В нашем “мессбауэровском” криостате окна выполнены из плексигласа, который клеивается в специальные оправки. Для изготовления окон также можно использовать майлар или бериллий [1]. Такие окна могут быть также использованы и для рентгеноструктурных исследований. Для оптических исследований окна могут быть выполнены из материала, имеющего область пропускания в диапазоне исследований, например, из оптического стекла, сапфира или кварца.

При проведении мессбауэровских экспериментов необходимо максимально сблизить источник γ -квантов с детектором, так как от этого зависят качество спектров и длительность экспериментов. Для этого необходимо минимизировать расстояние между наружными окнами криостата. В разработанном нами криостате расстояние между наружными окнами определяется диаметром корпуса криостата и составляет всего 36 мм (см. фотографию и масштаб на рис. 2а). Это обеспечивает его отличную совместимость с мессбауэровским спектрометром и другими приборами, например с магнитами. При этом эффективный размер исследуемого образца может достигать 11 мм (см. рис. 3).

Существенной особенностью данного криостата является устройство держателя образца. Оно подробно изображено на рис. 3.

Рис. 3. Детали элементов держателя образца в криостате в различных проекциях

Главными задачами при создании криостата МКПГ были устранение градиента температуры по образцу и стремление обеспечить измерение температуры максимально достоверным. Это было достигнуто тем, что сам держатель образца 9 (см. рис. 3) был сделан

максимально миниатюрным и легким, он обеспечивал тепловой контакт с образцом по всему его периметру, а “холодный палец” 8 – максимально коротким и толстым. Это обеспечило оптимальный отток тепла от образца и наилучшее его захлаживание. На втулке держателя образца 9 монтируются нагреватель 21 и датчик температуры 15, которые используются для регулирования и измерения температуры образца.

Нагреватель образца 21 (резистивная “печка”) размещен в специальном П-образном углублении (имеющем цилиндрическую форму), охватывающем весь периметр образца 18 (см. рис. 3б). Это обеспечивает максимальную равномерность прогрева образца и позволяет избежать наличия градиентов температур по образцу. Датчик температуры 15 (рис. 3а) прижимной гайкой 19 плотно прижат к образцу 18 (рис. 3а). Это обеспечивает измерение истинной температуры образца, а не прилегающих частей.

Контроль за функционированием криостата осуществляют с помощью блока управления 5 (рис. 1), который соединен с датчиком температуры, нагревателем и насосами. Пары хладагента, испарившегося при контакте с держателем образца, отводятся из криостата через выхлопную трубку 10 в переливном устройстве 2 (рис. 1). В дальнейшем они либо выбрасываются в атмосферу, либо поступают в ожижитель.

Облучение образца, от которого регистрируется экспериментальный спектр, проходит через окна 20 в корпусе криостата (см. рис. 2а). Спектры излучения могут быть в оптическом, рентгеновском или гамма-диапазонах.

3. ОБСУЖДЕНИЕ

При использовании нашего криостата в мессбауэровской спектроскопии на ядрах ^{57}Fe обычно исследуемый образец имеет форму тонкой пластины, которая упакована в кювету из алюминиевой фольги. Такая фольга является прозрачной для гамма-лучей (проходящих через образец) с энергией 14.4 кэВ от радиоактивного источника ^{57}Co . Высокая теплопроводность алюминия обеспечивает равномерное распределение температуры по образцу, и градиент температуры фактически отсутствует.

При необходимости в конструкцию держателя образца можно добавить прокладку между корпусом 9 и образцом 18 кольцевой формы из индиевой или свинцовой фольги (рис. 3б, в). Прокладки из этих металлов благодаря их пластичности обеспечат максимальную площадь теплового контакта между корпусом и образцом.

Близким аналогом нашего криостата МКПП является криостат (установка) CF1104 фирмы Oxford [8], в котором сделана попытка снизить градиент температуры путем увеличения массы “холодного медного пальца”. Предполагалось, что по массивному “медному пальцу” потоки тепла будут распространяться быстрее, чем по более легкому, и градиенты сгладятся. Также

считалось, что быстрые колебания температуры, сопровождающие переход от гелиевых к повышенным температурам, будут нивелироваться большой инертностью “холодного пальца”.

Конструкция “печки” (нагревателя) также была сделана в расчете на быстрое распространение потоков тепла по “холодному пальцу”. Нагреватель и датчик температуры в криостате CF1104 крепятся сбоку к держателю образца в предположении, что градиента температур по держателю образца нет [8]. Однако на противоположный край образца тепло может попасть только благодаря теплопередаче через весь образец. В этом случае неизбежен градиент температур на образце. В результате повышение массы “холодного пальца” привело лишь к увеличению расхода гелия [8].

4. ПРИМЕРЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ КРИОСТАТА МКПГ В МЕССБАУЭРОВСКИХ ЭКСПЕРИМЕНТАХ

Испытания работы криостата в реальном эксперименте были проведены на мессбауэровском спектрометре при измерении спектров ядерного гамма-резонанса на ядрах изотопа ^{57}Fe в образцах высокотемпературных сверхпроводников на основе купратов серии 1–2–3 (YBC), в которых часть атомов меди замещалась атомами железа $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7(^{57}\text{Fe})$ [9–13]. Было изучено магнитное поведение атомов Fe в соединениях $\text{YBa}_2(\text{Cu}_{0.9}\text{Fe}_{0.1})_3\text{O}_y$ в сверхпроводящем (СП) и несверхпроводящем состояниях (при электронном и дырочном допировании).

Образец в форме круглой пластины диаметром 8 мм и толщиной около 0.5 мм размещался в рабочем объеме криостата. После откачки и захолаживания криостата устанавливалась минимальная температура 4.2 К и проводилось первое измерение мессбауэровского спектра. Затем температура поэтапно повышалась путем уменьшения газового потока через криостат и подогрева образца с помощью резистивной печки с шагом 5 К, далее температура фиксировалась на определенном уровне. Измерение спектров проводилось при каждой фиксированной температуре в диапазоне от 4.2 до 298 К. Время измерения каждого спектра составило около 12 ч. Измерения проводились круглосуточно. Полный цикл измерений одного образца составил 1 неделю.

Известно, что в структуре 1–2–3 (YBC) атомы железа могут частично входить в позиции меди Cu1 и Cu2, различающиеся числом атомов кислорода в ближайшем окружении [13]. На рис. 4 показаны мессбауэровские спектры при некоторых температурах образцов сверхпроводника, обогащенного кислородом, $\text{YBa}_2(\text{Cu}_{0.9}\text{Fe}_{0.1})_3\text{O}_{7.07}$ (рис. 4а), и этого же соединения после отгонки кислорода, $\text{YBa}_2(\text{Cu}_{0.9}\text{Fe}_{0.1})_3\text{O}_{6.36}$ (рис. 4б).

Рис. 4. Мессбауэровские спектры высокотемпературных сверхпроводников серии 1–2–3 (YBC), допированных атомами железа, $\text{YBa}_2(\text{Cu}_{1-x}\text{Fe}_x)_3\text{O}_7$, при различных температурах

При низких температурах в спектрах обоих образцов наблюдается магнитное расщепление резонансных линий. Это указывает на магнитное упорядочение атомов железа. Магнитное упорядочение атомов Fe обнаружено как в позициях Cu1, так и в позициях Cu2. С ростом температуры расщепление линий уменьшается и спектры переходят в квадрупольные дублеты. Это указывает на магнитный фазовый переход из магнитно-упорядоченного состояния в парамагнитное.

По температурной зависимости магнитного сверхтонкого поля на ядрах железа рассчитано значение температуры магнитного упорядочения атомов железа T_m . Установлено, что в сверхпроводящем образце наблюдается одна точка магнитного упорядочения при температуре $T_{m1} \approx 16$ К для всех атомов Fe в узлах подрешетки Cu1 [11, 12]. Это указывает на сосуществование сверхпроводимости с магнитными корреляциями в Cu1-подрешетке [13].

В образце, обедненном кислородом, $YBa_2(Cu_{0.9}Fe_{0.1})_3O_{6.36}$, наблюдаются два магнитных фазовых перехода: низкотемпературный для подрешетки Cu1 при $T_{m1} \approx 20$ К и высокотемпературный для подрешетки Cu2 при $T_{m2} \approx 405$ К [11]. Установлено, что магнитный порядок в подрешетке Cu1 может быть порядком типа спинового стекла или может соответствовать антиферромагнитной структуре типа AF2, обнаруженной в системе, легированной кобальтом $YBa_2(Cu_{1-x}Co_x)_3O_y$, тогда как Cu2-подрешетка упорядочивается антиферромагнитно, возможно, со структурой типа AF1 [11].

Проведенные эксперименты подтвердили целесообразность применения криостата для проведения исследований по заказам в области науки и техники.

5. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработана конструкция и изготовлен криостат, предназначенный для мессбауэровской спектроскопии, оптических и рентгеноструктурных исследований кристаллов с минимальным уровнем вибраций. Широкий диапазон рабочих температур (4.2–300 К) позволяет использовать криостат для комплексного исследования магнитных и оптических свойств, а также структурных и электронных превращений в различных материалах. Криостат успешно апробирован в ходе серии мессбауэровских экспериментов.

ФИНАНСИРОВАНИЕ

Работа выполнена в рамках государственного задания НИЦ “Курчатовский институт”.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Уайт Г.К.* Экспериментальная техника в физике низких температур (Справочное руководство) / Пер с англ. под ред. А.И. Шальникова. Москва: Физматгиз, 1961. С. 203.
2. *Williams J.M.* // *Cryogenics (Guildf)*. 1975. V. 15. № 6. P. 307.
[https://doi.org/10.1016/0011-2275\(75\)90077-6](https://doi.org/10.1016/0011-2275(75)90077-6)
3. *Наумов П.Г., Любутин И.С., Фролов К.В., Демихов Е.И.* // ПТЭ. 2010. № 5. С. 158.
<https://elibrary.ru/item.asp?id=15249455>
[*Naumov P G, Lyubutin I S, Frolov K V. and Demikhov E I* // *Inst. Exp. Tech.* 2010. Vol. 53, № 5. P. 770. <https://doi.org/10.1134/S0020441210050301>]
4. *Старчиков С.С., Фунтов, К.О., Заяханов В.А., Фролов К.В., Кленов М.Г., Бондаренко И.Ю., Любутин И.С.* // ПТЭ. 2023. № 2. С. 1. <https://doi.org/10.31857/S003281622302026X>
[*Starchikov S.S., Funtov K.O., Zayakhanov V.A., Frolov K.V., Klenov M.G., Bondarenko I.Yu., and Lyubutin I.S.* // *Inst. Exp. Tech.* 2023. V. 66. №. 3. P. 497. <https://doi.org/10.1134/S0020441223020239>]
5. *Великанов Д.А., Юркин Г.Ю., Патрин Г.С.* // Научное приборостроение. 2008. Т. 18. №3. С. 88. <https://elibrary.ru/item.asp?id=11688374>
6. Cryo Industries of America, Inc "Continuous Flow Cryogenic Workstation Cryostats"
www.cryoindustries.com/moss.htm
7. *Любутин И. С., Морозов О.Н.* Патент РФ № 2820222, 2024.
8. Oxford Instruments Ltd "Oxford Laboratory Cryostats" (фирменный рекламный проспект)
9. *Любутин И.С., Терзиев В.Г., Морозов О.Н.* // Письма в ЖЭТФ. 1990. Т. 52. С. 1146.
[*Lyubutin I.S., Terziev V.G., Morozov O.N.* // *JETP Lett.* 1990. V. 52. P. 550.]
10. *Lyubutin I.S., Terziev V.G., Dmitrieva T.V., and Nasu S.* // *Hyperfine Interact.* 1992. V. 70. P. 1203. <https://doi.org/10.1007/BF02397545>
11. *Lyubutin I.S., Terziev V.G., Luchko S.V., Shapiro A.Ya., Balagurov A.M., Bonch-Osmolovski G.A.* // *Physica C.* 1992. V. 199. P. 296. [https://doi.org/10.1016/0921-4534\(92\)90414-8](https://doi.org/10.1016/0921-4534(92)90414-8)
12. *Lyubutin I.S., Terziev V.G., Dmitrieva T.V., Luchko S.V., Shapiro A.Ya.* // *Solid State Commun.* 1993. V. 86. № 10. P. 651. [https://doi.org/10.1016/0038-1098\(93\)90833-9](https://doi.org/10.1016/0038-1098(93)90833-9)
13. *Любутин И.С., Смирновская Е.М., Терзиев В.Г., Шапиро А.Я.* // Письма в ЖЭТФ. 1988. Т. 47. № 4. С.196.
[*Lyubutin I.S., Smirnovskaya E.M., Terziev V.G., and Shapiro A.Ya.* // *JETP Lett* 1988. V. 47. № 4. P. 238.]

ПОДПИСИ К РИСУНКАМ

Рис. 1. Схема криогенной установки.

Рис. 2. **а** – Фотография криостата, **б** – схема внутреннего устройства криостата: *18* – исследуемый образец, *9* – держатель образца, *19* – прижимная гайка, *20* – окна криостата.

Рис. 3. Детали элементов держателя образца в криостате в различных проекциях (**а**, **б**, **в**): *8* – “холодный палец”, *9* – держатель образца, *15* – термодатчик, *18* – образец, *19* – прижимная гайка, *21* – нагреватель.

Рис. 4. Мессбауэровские спектры высокотемпературных сверхпроводников серии 1–2–3 (YBC), допированных атомами железа, $\text{YBa}_2(\text{Cu}_{1-x}\text{Fe}_x)_3\text{O}_7$, при различных температурах: **а** – спектры сверхпроводника, обогащенного кислородом, $\text{YBa}_2(\text{Cu}_{0.9}\text{Fe}_{0.1})_3\text{O}_{7.07}$, **б** – спектры этого соединения после отгонки кислорода, $\text{YBa}_2(\text{Cu}_{0.9}\text{Fe}_{0.1})_3\text{O}_{6.36}$.

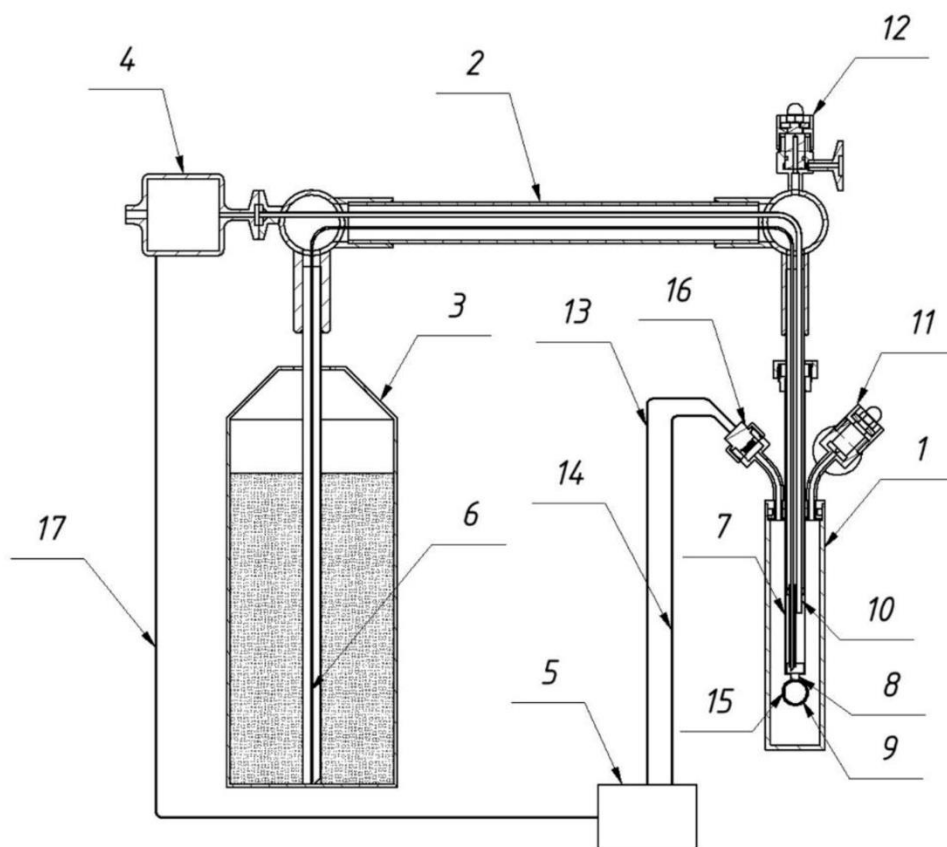
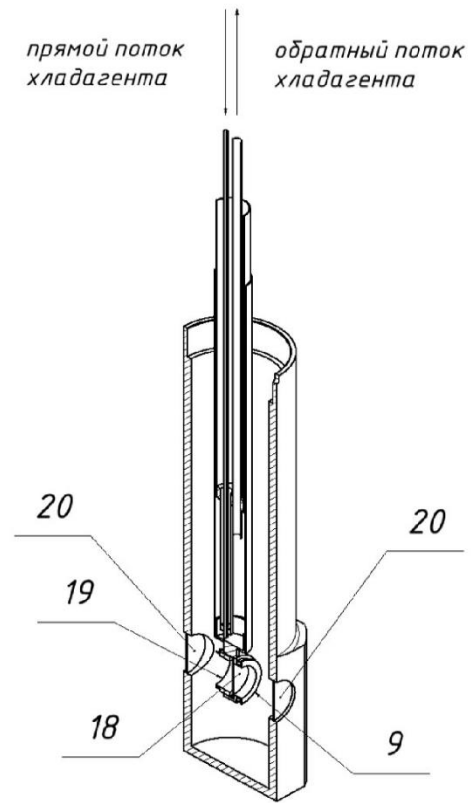


Рис. 1.



(a)



(б)

Рис.2

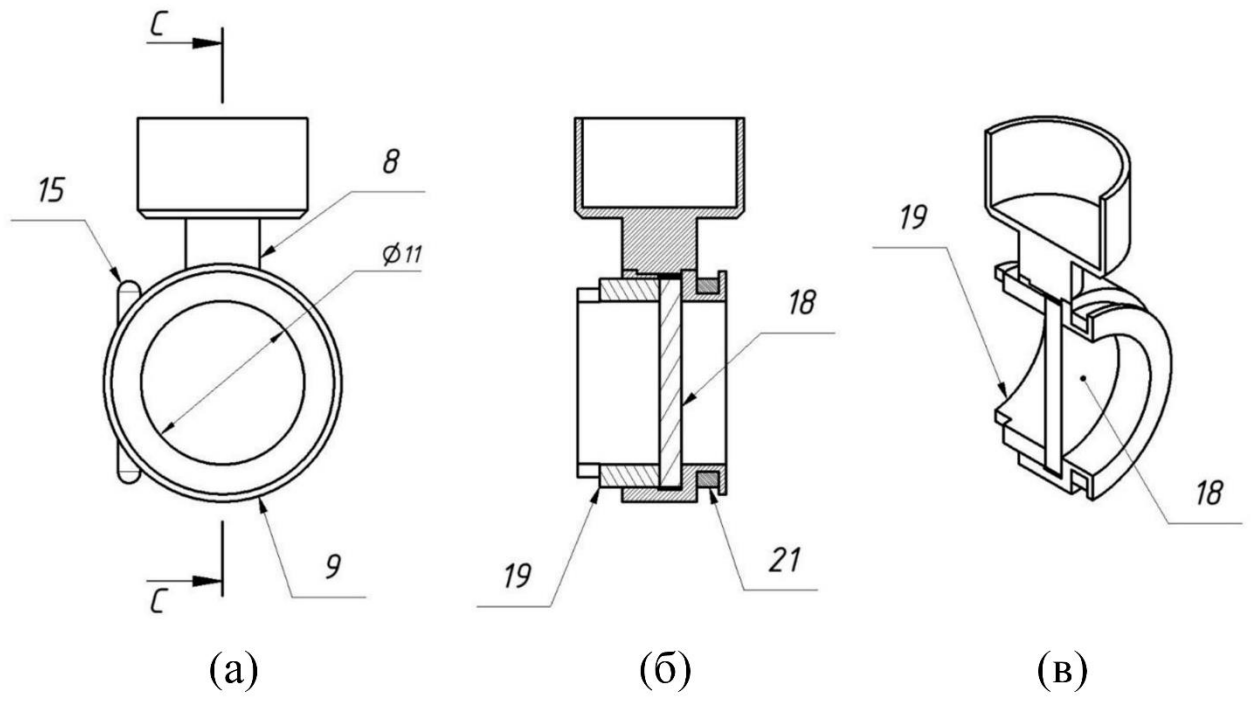
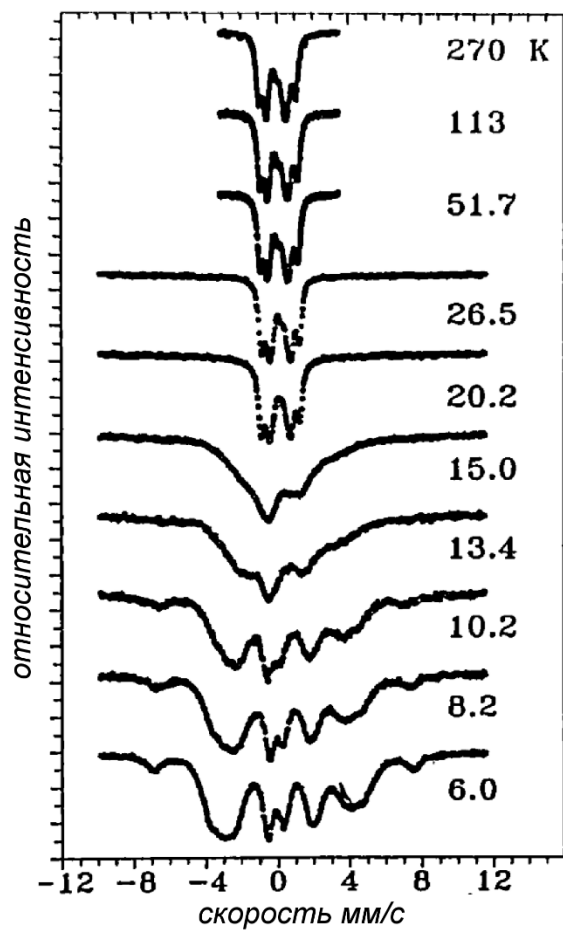
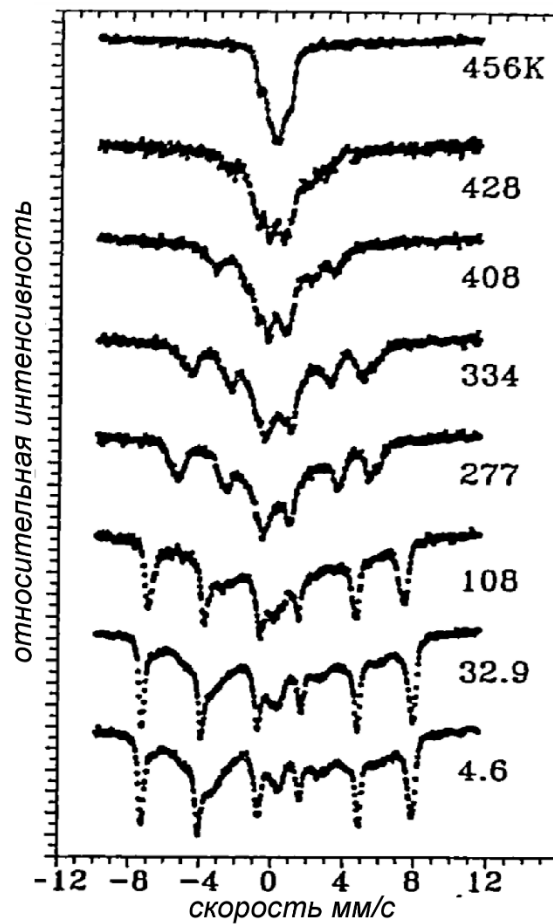


Рис. 3.



(а)



(б)

Рис. 4.