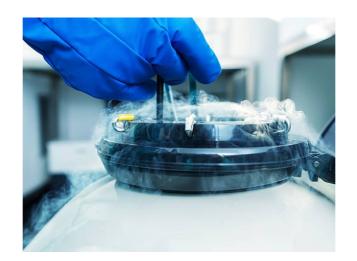
#### PID-LNGS Programma INFN per Docenti

# Introduzione alla Criogenia e ai Sistemi di Refrigerazione

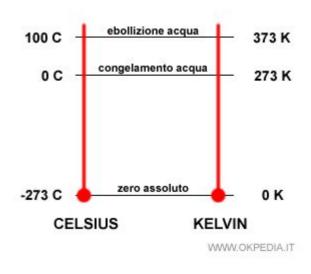




17.10.2022 Andrei Puiu

# Scale di temperatura

- Scala K: misura della temperatura assoluta
- Funzione dell'energia cinetica delle molecole
- Utile per confronti e calcoli in criogenia



# Cos'è la criogenia

- . Scienza che studia il freddo
- Le temperature di riferimento sono quelle inferiori a 120 K
- È la T che separa le temperature di ebollizione dei gas permanenti (azoto, ossigeno, neon, elio, idrogeno) dagli idrocarburi (freon)



### Perché le basse temperature

Come ausilio a tecniche di misura

- Magneti per RM
- Rivelatori più performanti a basse T (diodi Germanio)

Rivelatori per radiazione

- Gas liquefatti come mezzo di rivelazione scintillanti (gas nobili)
- Rivelatori termici di fononi



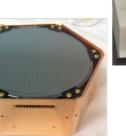


#### Che fisica fare?

Rivelatori che funzionano a T<1 K sono ampiamente usati per la fisica degli eventi rari

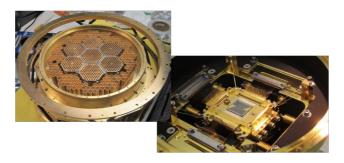
- Ricerca di Materia Oscusa
- Doppio Decadimento Beta senza Neutirni
- Cosmic Microwave Background
- Misura diretta della Massa del Neutrino
- Scattering Coerente di Neutrini
- X-Ray AstroPhysics

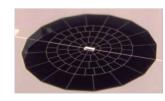










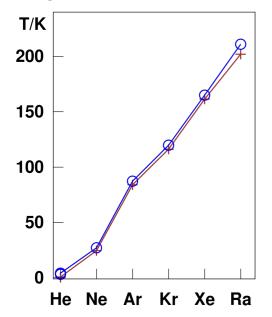


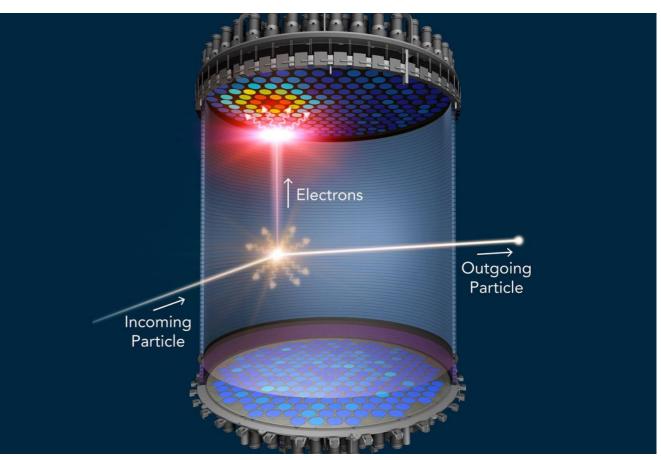


# Gas nobili liquefatti

#### Rivelatori su scala di 10 Ton

- temperatura costante ricircolo e purificazione del gas liquefatto sistemi criogenici molto grandi e complessi





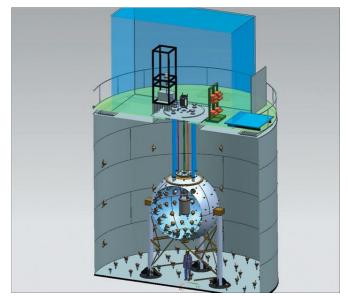
Ai laboratori

• Xenon 1T, Xenon nT

DarkSide

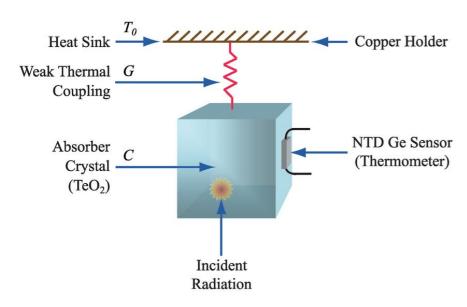
• GERDA, Legend





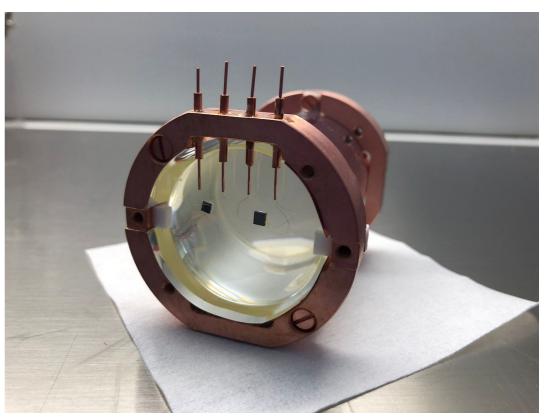


#### Il rivelatore di fononi

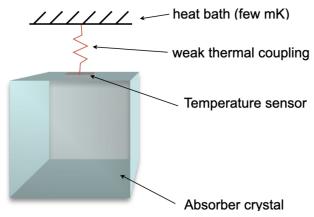


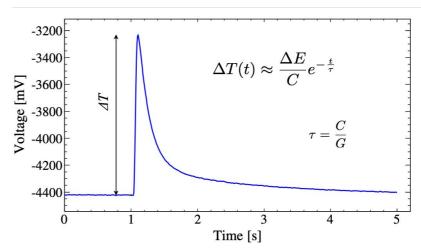
Tenere rivelatori al mK permette di misurare i fononi prodotti dopo un rilascio di energia

- statistica dei portatori molto più alta dei convenzionali rivelatori
- possibilità di usare diversi cristalli
- tecniche di misura della temperatura raffinate



# Calorimetri criogenici





#### Calorimetro - rivelatore termico

- misura l'aumento di temperatura in seguito a un rilascio di energia
- DeltaT proporzionale all'energia (spettroscopia)
- segnali tanto più altri quanto minore è la capacità termica del rivelatore

#### Requisiti

- materiali a bassa capacità termica
- conduttanze termiche regolate per sviluppo temporale del segnale

### Esperimenti al mK ai laboratori

- CRESST
- CUORE
- CUPID
- COSINUS







# Sfida sperimentale

- Raggiungere la temperatura di funzionamento dei rivelatori ~mK
- Mantenere la temperatura

Che dal punto di vista termico significa:

- Trasportare calore dai materiali che devono essere raffreddati
- Misurare la temperatura

### Trasferimento di calore

- Quanto rapidamente varia la temperatura di un oggetto caldo in contatto con un più freddo ?
- Capacità termica C(T), funzione della temperatura
- Conduttanze termiche G(T), funzione della temperatura

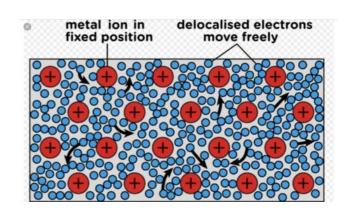
#### Metalli / Isolanti

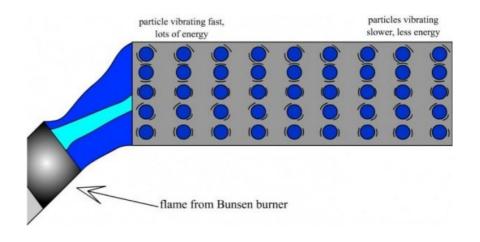
#### Metalli:

- Elettroni liberi di muoversi nel reticolo cristallino
- Contribuiscono alla conducibilità elettrica e termica

#### Isolanti:

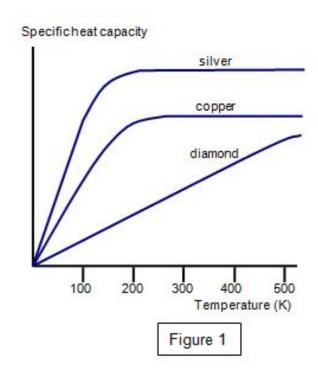
- Elettroni vincolati nel reticolo
- La conduzione del calore avviene tramite vibrazioni del reticolo cristallino (fononi)





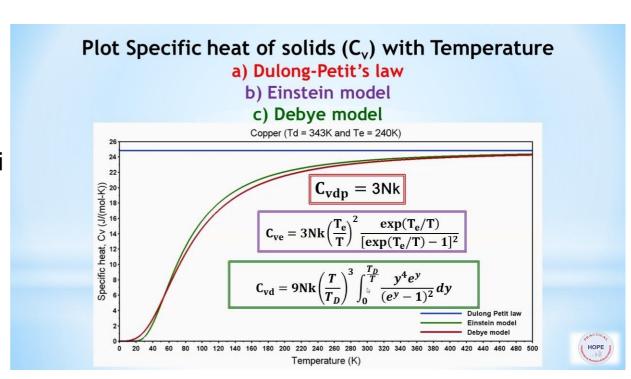
## Capacità termica dei metalli

- I metalli hanno elettroni liberi a qualsiasi temperatura
- Gli e- sono liberi di muoversi e contribuiscono sia alla conduzione termica che alla capacità termica



### Capacità termica isolanti

- A T ambiente la legge di Dulong Petit funziona per quasi tutti gli isolanti
- Quando la temperatura si abbassa si riducono I gradi di libertà in cui immagazinare energia
- Diversi modelli per calcolare la capacità termica C(T³)



# Sistemi criogenici

#### Isolamento termico:

- si procede per stadi
- ciascuno stadio deve essere isolato termicamente dallo stadio più caldo per ottimizzare il potere refrigerante

#### ridurre il traferimento di calore:

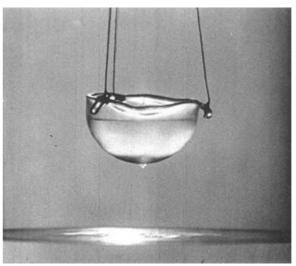
- convezione: vuoti di isolamento p~1e-4 mbar
- irragiamento: schermi multistrato a temperature diverse di materiale a bassa emissività (in vuoto)
- conduzione: accoppiamenti meccanici con materiali a bassa conduttanza termica

# I Liquidi Criogenici

Liquido	punto di ebollizione (K)	(°C)
Helium-3	3.19	-269.96
Helium-4	4.214	-268.936
Hydrogen	20.27	-252.88
Neon	27.09	-246.06
Nitrogen	77.09	-196.06
Air	78.8	-194.35
Fluorine	85.24	-187.91
Argon	87.24	-185.91
Oxygen	90.18	-182.97

111.7

Methane





-161.45



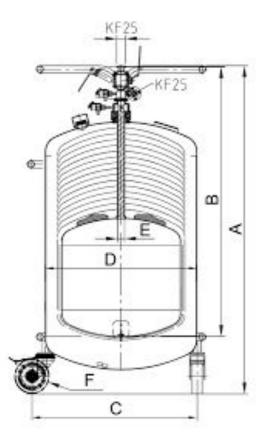
# L'Elio liquido

- Molti sistemi di refrigerazione necessitano di uno stadio a 4.2 K costante
- Spesso si utilizza un bagno di Elio liquido a pressione atmosferica in cui il sistema sperimentale è immerso
- Lo svantaggio è la necessità di continuare a riempire il bagno che evapora
- Il vantaggio è che non produce vibrazioni



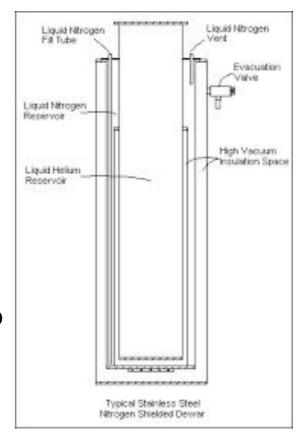


# Dewar per liquidi criogenici



Per mantenere l'elio liquido (4 K) servono contenitori ben isolati per ridurre il tasso di evaporazione

- il vapore emesso dall'elio liquido si propaga verso lo sfiato
- schermi concentrici sono accoppiati a stadi a temperatura diversa per ridurre l'irraggiamento
- in alternativa si usa uno schermo immerso in azoto liquido a 77 K che assorbe la radiazione delle superfici più calde



#### Come si raffredda - 1

- l'Entalpia è una grandezza fondamentale in criogenia: H=U+pV
- funzione di stato data dalla somma dell'energia interna del sistema e della sua configurazione geometrica (pressione e volume occupati)
- è particolarmnente utile per stimare la quantità di energia che bisogna rimuovere da un sistema per raffreddarlo
- si può stimare la quantità di azoto liquido che serve per raffreddare 1 kg di alluminio da 300 K a 77 K sfruttando solo il calore latente di evaporazione:

$$H_{300K}^{Al} = 170.4 \ J/g$$
  $H_{300K}^{N_2 gas} = 462.1 \ J/g$   $AH_{77K}^{Al} = 8.4 \ J/g$   $H_{77K}^{N_2 gas} = 228.7 \ J/g$   $H_{77K}^{N_2 gas} = 228.7 \ J/g$   $H_{77K}^{N_2 gas} = 162 \ J/g$   $H_{77K}^{N_2 liq} = 29.4 \ J/g$  1.01 Litri sfruttando solo il calore latente a 77 K

1.01 Litri sfruttando solo il calore latente a 77 K0.41 Litri sfruttando la variazione di entalpia da 77 K a 300K

### Come si raffredda 2

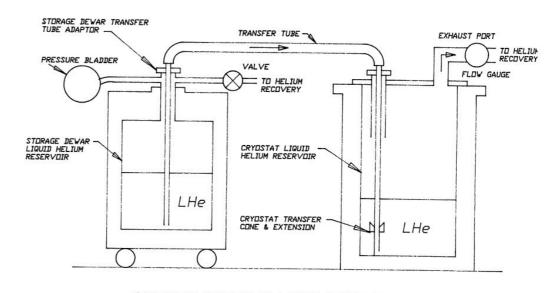
Cryogen		N <sub>2</sub>	⁴He	⁴He
From		300 K	77 K	300 K
То		77 K	4.2. K	4.2 K
Using only L <sub>vap</sub>	Aluminum	1.01	3.20	66.6
	Copper	0.64	2.16	31.1
	Stainless Steel	0.53	1.43	33.3
Using ΔH+L <sub>vap</sub>	Aluminum	0.41	0.22	1.61
	Copper	0.29	0.15	0.79
	Stainless Steel	0.33	0.11	0.79

Per sfruttare al massimo il potere refrigerante dei liquidi criogenici bisogna trasferire lentamente in modo da lasciar termalizzare il gas evaporato e raffreddare in stadi successivi. 300 K a 77 K con Azoto liquido. 77 K a 4 K con Elio liquido

## Impiego efficiente dei liquidi

Massimizzare l'efficienza di raffraddamento trasferendo liquidi permette di usare quantità minori

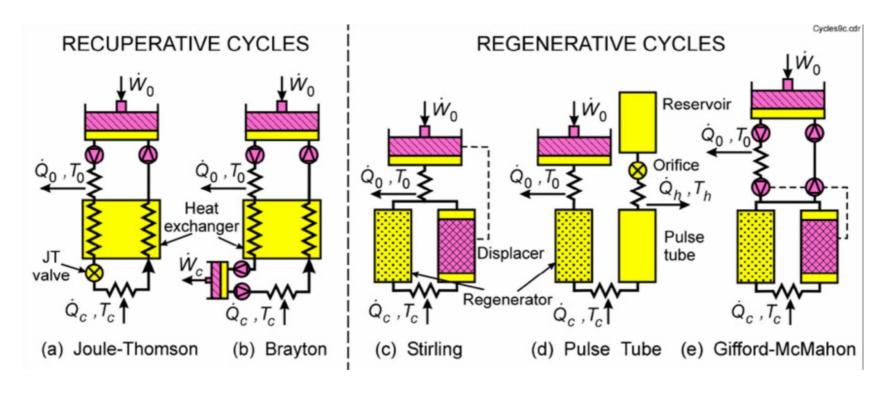
Il trasferimento deve procedere a flussi moderati in modo da non perdere energia raffreddando parti non necessarie



SCHEMATIC DIAGRAM OF LIQUID HELIUM TRANSFER.

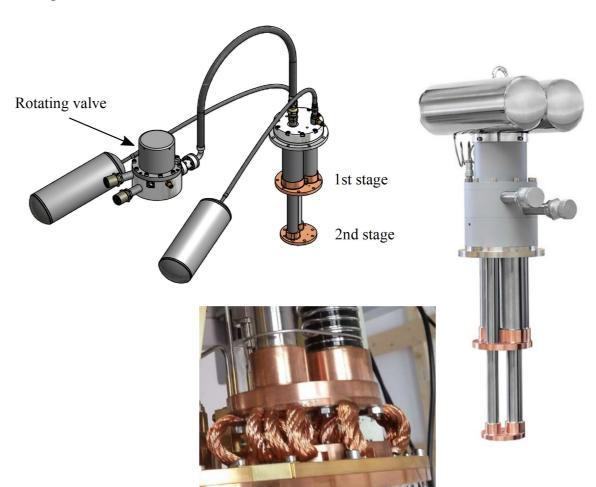
#### Stadi a 4.2 K senza liquidi

Esistono diversi metodi per raggiungere temperature pari o inferiori a 4.2 K con refrigeratori meccanici che non richiedono liquidi a esaurimento



#### Sotto 4 K - senza liquidi: Pulse Tube

- sfrutta l'espansione isoentalpica da una regione ad alta pressione di onde di pressione
- si può usare come refrigeratore indipendente
- integrabile in sistemi più complessi per raffreddare stadi più esterni



### Da 4 K al mK: il refrigeratore a diluizione



1951: proposta di by H. London

1962: H. London, G. R. Clarke, and E.

Mendoza, Phys. Rev. 128, 1992

1964: Prima Unità a Diluizione (Leiden)

1967: Prima Unità a Diluizione prodotta

commercialmente da Oxford Instruments

Dagli anni '70 il refrigeratore a diluizione è diventato un sistema standard per raggiungere temperature sotto 1 K

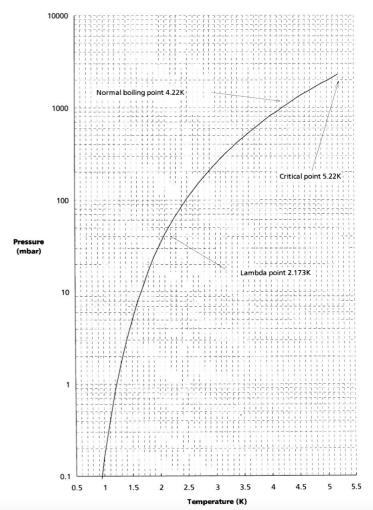


### Sotto 4 K - con liquidi

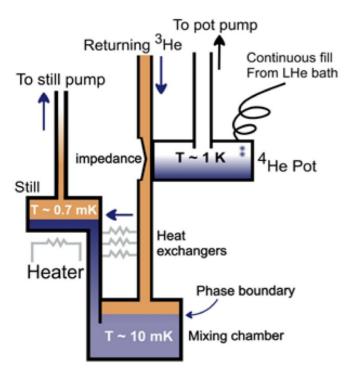
La pressione di vapore dell'Elio liquido è funzione della temperatura:

- se si abbassa la pressione in un contenitore "chiuso" si riesce ad abbassare la temperatura del liquido che sta evaporando.
- collegando una pompa da vuoto a un contenitore dove l'Elio liquido evapora si riesce a raffreddare fino a 1 K senza circolare miscele speciali
- potere refrigerante alto

#### Vapour pressure of helium 4



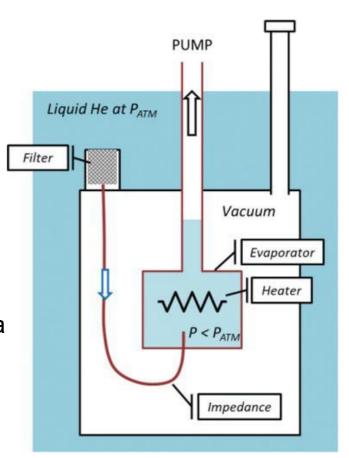
# 1 K pot



- un volume in cui viene inserito Elio liquido continuamente da un bagno di elio
- una linea di pompaggio collega il volume della pot da una pompa che tiene la pressione al valore desiderato

una 1 K pot può essere usata sia per raffreddare:

- direttamente apparati sperimentali
- flussi di Elio per raffreddare altri stadi



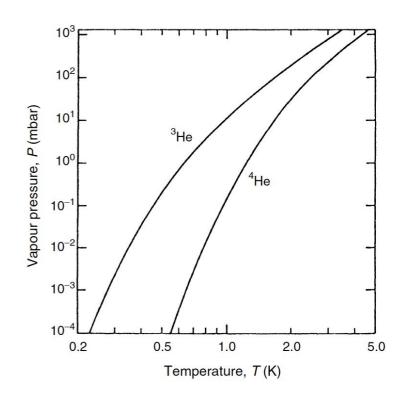
## Pressione di vapore dell'Elio

- la variazione di calore latente del gas evaporato abbassa la temperatura
- la pressione scende esponenzialmente con la temperatura -> il limite è dato dalla quantità di molecole presenti in fase gassosa
- Clausius–Clapeyron descrive la variazione di p in funzione di T alla separazione delle fasi

$$\frac{dp}{dT} = \frac{L}{T(V_B - V_A)}$$

a calore latente L costante e basse pressioni (bassa densità)

$$(\frac{dp}{dT})_{vap} \simeq \frac{L p}{R T^2}$$
  $p_{vap} \propto e^{-\frac{L}{RT}}$ 



• con <sup>4</sup>He si raggiunge 1.2 K, con <sup>3</sup>He, 0.250 K

### Superfluidità di 4He

Un superfluido è uno stato della materia in cui un fluido ha viscosità nulla.

La sostanza appare come un liquido normale, ma l'assenza di viscosità comporta che il flusso attraverso sottili capillari è apparentemente indipendente dalla differenza di pressione come per i fluidi viscosi in regime laminare

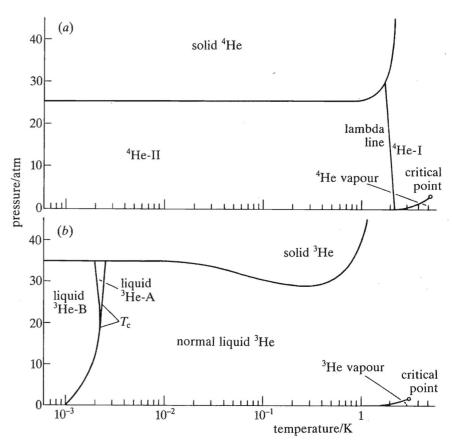


# Diagramma delle fasi di <sup>3</sup>He e <sup>4</sup>He

 Ogni atomo di <sup>4</sup>He è un bosone, in quanto ha spin eguale a 0. Gli atomi di <sup>3</sup>He è un fermione e ha spin ½

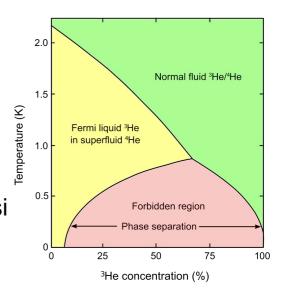
 La diversa natura conferisce ai due gas comportamenti diversi a basse temperature in funzione della pressione: <sup>3</sup>He non ha transizioni superfluide (almeno non fino a temperature molto più basse)

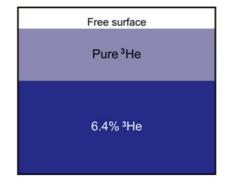
• Le miscele di <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He vengono sfruttate per raggiungere temperature sotto i 300 mK



# Miscela <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He

- La temperatura di transizione a superfluido di una miscela <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He dipende dalla concentrazione di <sup>3</sup>He
- Quando una miscela viene raffreddata al di sotto del punto lambda transisce a superfluido.
- Raffreddando ulteriormente la miscela, si separa in due fasi con la fase ricca di <sup>3</sup>He che si colloca sopra la fase ricca di <sup>4</sup>He più pesante
- La fase ricca di 4He (detta *fase diluita*) contiene il 6,4% di <sup>3</sup>He fino a 0 K.
- La solubilità finita di <sup>3</sup>He in <sup>4</sup>He è il principio che si sfrutta per la refrigerazione di diluizione

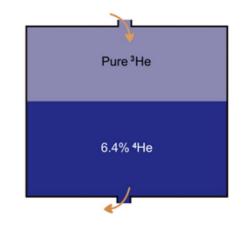




# Mixing chamber

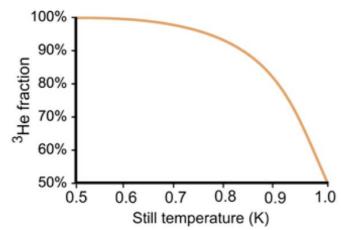
- La solubilità finita di <sup>3</sup>He in <sup>4</sup>He è data dalla diversa nautra (e statistica): <sup>3</sup>Ho è un fermione, <sup>4</sup>He è un bosone.
- Gli atomi <sup>3</sup>He che stanno nella fase concentrata possono "decadere" in sta a un'energia inferiore nella fase diluita.
- Quando si raggiunge una concentrazione x = 0,064 non è più energeticamente conveniente dissolversi e le due fasi raggiungono un equilibrio.
- Se rimuoviamo gli atomi di <sup>3</sup>He dalla fase diluita, gli atomi di <sup>3</sup>He dalla fase concentrata attraverseranno la linea di separazione tra le fasi per occupare gli stati energetici vuoti nella fase diluita a cui mancano atomi di <sup>3</sup>He.
- Il potere refrigerante è quindi dato dalla differenza di entalpia ΔH tra <sup>3</sup>He in fase diluita e <sup>3</sup>He puro moltiplicato per il flusso di <sup>3</sup>He tra le due fasi:

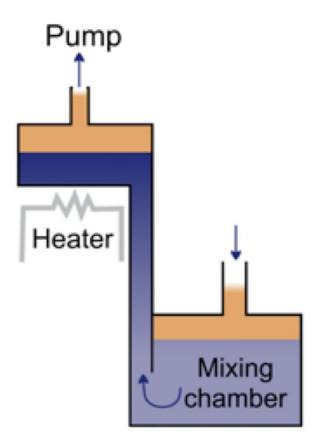
$$L_{H_3}=\Delta H$$
  $C=rac{dQ}{dT}$  Specific heat of  $^3$ He: C  $\simeq$  22 T J/mol K  $Q=\int_{T_{MC}}^{T_{HEX}}C~dT=11(T_{MC}^2-T_{HEX}^2)$  Power injected by the returning  $^3$ He  $\dot{Q}\simeq\dot{n}_3~(95~T_{MC}^2-11~T_{HEX}^2)$ 



### Lo Still

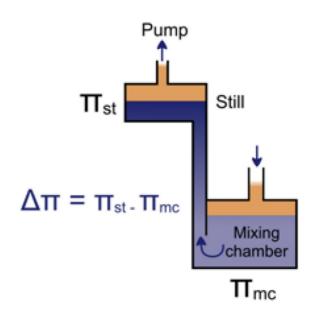
- La mixing chamber si collega a un distillatore ("still"), che distilla il <sup>3</sup>He dal <sup>4</sup>He per differenza di pressione del vapore
- Si preferisce scaldare lo still con potenza esterna per mantenere costante il flusso di evaporazione del <sup>3</sup>He.
- In pratica si ha una frazione di <sup>3</sup>He circa ~90% nel gas in circolo, risultando in una temperatura dello still di 0.7 - 0.8 K.





#### Pressione osmotica

- Quando pompiamo il vapore <sup>3</sup>He dalla fase diluita all'interno dello still, la concentrazione di <sup>3</sup>He nella fase diluita
- La differenza di concentrazione di <sup>3</sup>He tra lo still e la mixing chamber determina un gradiente di pressione osmotica lungo il tubo di collegamento
- Questa pressione osmotica spinge <sup>3</sup>He dalla mixing chamber verso lo still
- La pressione osmotica massima è di quasi 20 mbar.
- Che equivale alla pressione idrostatica di 1 metro di elio liquido
- Ciò significa che la differenza verticale tra Still e Mixing
  Chamber dovrebbe essere inferiore a 1 metro



#### Unità a diluizione

- Ridurre al minimo l'effetto della resistenza termica tra elio liquido e metalli (resistenza di Kapitza). Ciò consente scambiatori di calore efficienti e quindi una temperatura di base più bassa
- Ridurre al minimo l'effetto del riscaldamento viscoso. Ciò consente un'elevata velocità di circolazione <sup>3</sup>He e quindi una maggiore potenza di raffreddamento
- Limitare il flusso del film superfluido nello still.
  Ciò garantisce che venga fatto circolare circa il 90% di <sup>3</sup>He puro
- Ridurre al minimo la quantità di <sup>3</sup>He necessaria per il funzionamento (costi)
- Rimanere a tenuta stagna per molti anni





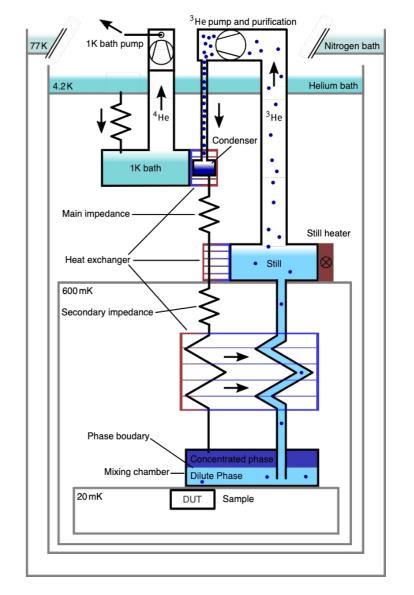
### Criostato a diluizione

La parte cruciale del refrigeratore è l'unità a diluizione:

- mixing chamber
- still
- linea di iniezione del 3He

Oltre ai sistemi di pompaggio e ricircolo dell'elio servono:

- 1K pot
- bagno esterno di elio liquido
- bagno esterno di azoto liquido



#### Criostati per rivelatori di eventi rari

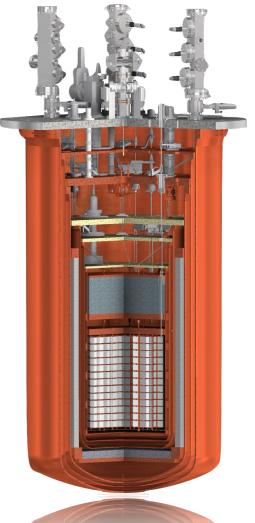
- In base alla temperatura a cui sono progettati per funzionare i rivelatori, esistono criostati a diluizione con geometrie diverse
- Le schermature sono parte cruciale degli esperimenti di eventi rari
- Le dimensioni e la posizione delle schermature deve essere studiata in modo da ottimizzare i tempi di raffreddamento



# Refrigeratore a diluizione dell'esperimento CUORE

Un sistema criogenico con un volume sperimentale di ~1 m³ in cui opera un'enorme matrice di rivelatori a 10 mK a bassa radioattività e basse vibrazioni

La massa totale della parte raffreddata sotto 40 K è 15 tonnellate





# Refrigeratore a diluizione dell'esperimento CUORE

#### Criostato senza elio liqiido

- Tubi a impulsi, espansione JT invece di 1K Pot
- Temperatura di base <10 mK
- Unità di diluizione costruita appositamente ad alta potenza di raffreddamento
- Criostato verticale (più massa da raffreddare, design più semplice)

#### **Dimensioni**: esterno Ø 1687 × h 3100, volume sperimentale Ø 900 × h 1370

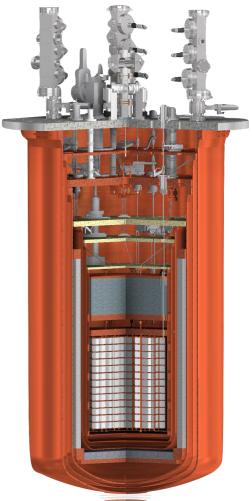
- Ampia schermatura in piombo freddo che circonda il rivelatore
- Supporto per carichi pesanti
- rilevatore ~ 1 tonnellata
- schermatura al piombo ~ 10 tonnellate

#### Selezione rigorosa dei materiali

- principalmente rame pulito radioattivamente
- altri materiali selezionati solo in piccole quantità (SS, TiAlSn, Kevlar...)

#### Contributo delle vibrazioni meccaniche basse sul rivelatore

- sospensione del rivelatore indipendente
- Il progetto è stato un processo iterativo in cui ogni scelta doveva essere validata dal punto di vista del bilancio termico e della radioattività





### Metro cubo più freddo dell'Universo



