



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 163246

(13) U

(51) МПК

F25D 3/10 (2006.01)

G05D 23/30 (2006.01)

НАЦІОНАЛЬНИЙ ОРГАН
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ
ДЕРЖАВНА ОРГАНІЗАЦІЯ
"УКРАЇНСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ
ОФІС ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ ТА ІННОВАЦІЙ"

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ**(21)** Номер заявки: **u 2023 01331****(22)** Дата подання заявки: **29.03.2023****(24)** Дата, з якої є чинними
права інтелектуальної
власності: **11.06.2026****(46)** Публікація відомостей
про державну
реєстрацію: **10.06.2026, Бюл.№ 23****(72)** Винахідник(и):

**Жарков Іван Павлович (UA),
Коновал Віктор Михайлович (UA),
Паламарчук Іван Павлович (UA),
Погорецький Петро Петрович (UA),
Селіванов Олександр Вікторович (UA),
Сафронов Віталій Вікторович (UA),
Солонецький Анатолій Гнатович (UA),
Ходунов Володимир Олександрович
(UA),
Мамикін Сергій Васильович (UA),
Романюк Володимир Романович (UA),
Яструбчак Оксана Романівна (UA)**

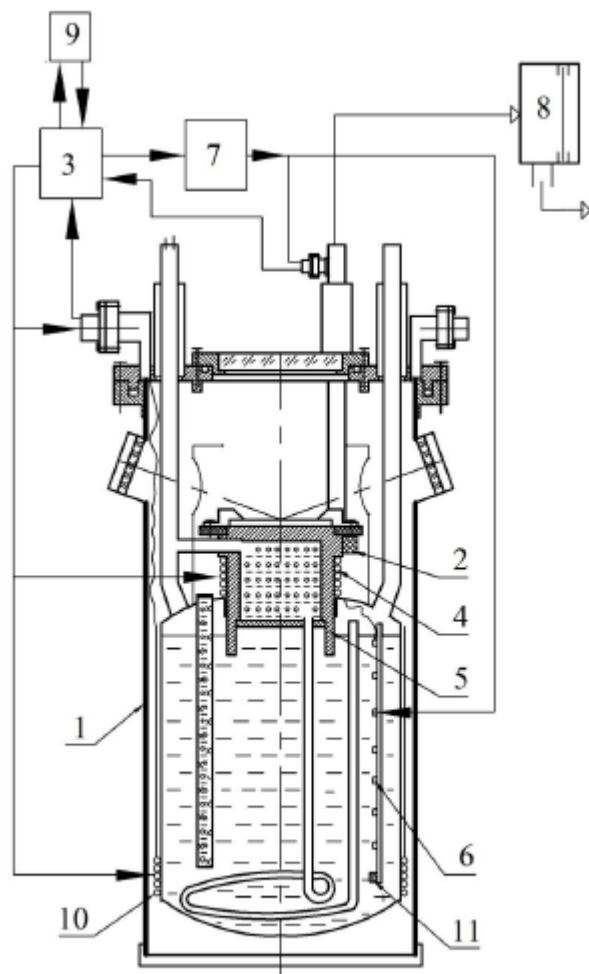
(73) Володілець (володільці):

**ІНСТИТУТ ФІЗИКИ НАЦІОНАЛЬНОЇ
АКАДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ,
просп. Науки, б. 46, оф. 304, м. Київ, 03028
(UA)**

(54) ТЕРМОРЕГУЛЬОВАНИЙ КРІОСТАТНИЙ ПРИСТРІЙ ДЛЯ ЕЛІПСОМЕТРИЧНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ**(57)** Реферат:

Терморегульований кріостатний пристрій для еліпсометричних досліджень є двоконтурним, має вертикальну конструкцію з розташованим знизу вакуумованим корпусом кріостата (12) у вигляді резервуара-живильника кріоагента (13) з трубою збору та подачі кріоагента з вмонтованим, у верх резервуара-живильника, низом теплообмінної камери, яка є робочою камерою, причому на ній встановлений тримач досліджуваного зразка з нагрівачем, який закріплено у резервуарі-живильнику таким чином, що низ камери має прямий контакт з кріоагентом, а верхня частина - із дослідним зразком, датчиком температури (2), під зразком і оптичним вікном над ним, та навитим на боковій поверхні нагрівачем. Камера має симетрично два бокових горизонтальних оптичних канали в площині падіння і дзеркального відбивання від його поверхні оптичного променя під певними кутами, а зверху розташовано вертикальний канал з перпендикулярною до зразка площиною падіння оптичного променя. Корпус живильника кріостата з розташованою в ньому теплообмінною камерою (5), яка складається із мідного нагрівача (4), порожнина якого щільно набита мідною стружкою, укладеного на боковій поверхні корпусу, до якого приєднано трубку забору і подачі кріоагента, яка виконана з малотеплопровідного матеріалу. Резервуар-живильник підвішений на трубі заливки кріоагента та трубі вводу сенсорів показника рівня до корпусу кріостата, де розміщені мідний екран (28), вакуумна порожнина має, як і на екрані, вікна. Досліджуваний зразок (16) закріплено до теплообмінної камери у горизонтальній площині.

UA 163246 U



Фиг. 1

Корисна модель належить до галузі фізико-технічних випробувань та досліджень матеріалів і призначена для автоматичної стабілізації температури об'єктів еліпсометричних досліджень в інтервалі 80-330 К з точністю $\pm 0,02$ К.

Відомі кріостати, призначені для застосування в оптичній мікроскопії, по типу конструкції відносяться до протічних [1, 2, 3]. Протічні кріостати поруч з рядом переваг (малі габарити, проста і жорстка конструкція, експлуатація кріостата при будь-якій орієнтації в просторі, невелика вага і т.д.) мають суттєві недоліки, а саме:

а) низька стабільність підтримуваної температури;

б) значні витрати кріоагента;

в) вібрація досліджуваного об'єкта в просторі, створювана роботою обладнання для створення примусового обдуву зразка струменем газу.

Відомий також оптичний кріостат рідинно-протічного типу (АС СРСР № 436334, МПК G0SD 23/30/16/06, 1974). У ньому регулювання і стабілізація температури об'єкта здійснюється в потоці теплообмінного середовища, наприклад, рідкого чи газоподібного гелію або азоту, що надходить до термостатованої камери кріостата в кількостях, регульованих системою керування. Резервуар-живильник, що містить кріогенну рідину, забезпечений клапаном постійного тиску, призначеним для підтримання як у резервуарі-живильнику, так і в термостатованій камері постійного надлишкового тиску. Такий тиск необхідний для транспортування кріогенної рідини чи її парів, що використовуються як теплообмінне середовище, через термостатовану камеру кріостатної системи. У порожнині резервуара-живильника встановлений перемикаючий клапан, що має верхній і нижній забірні отвори і призначений для забирання з резервуара-живильника або кріогенної рідини (через нижній забірний отвір), або її парів (через верхній забірний отвір). Встановлено на лінії відводу відпрацьованих парів кріогенної рідини з термостатованої камери сідло клапана регулятора витрат має перемінний перетин. Це дозволяє оптимізувати процес термостатування. Кріостат, що є одним із блоків пристрою, містить з'ємний зовнішній кожух, порожнина якого вакуумована, резервуар рідкого азоту зі з'ємними радіаційними екранами, резервуар із кріогенною рідиною, що використовується для термостатування об'єкта, із відбірною трубою, теплообмінником і прилеглої до нього форкамери з нагрівачем, термостатованою робочою камерою і трубою підвісу. Всі ці елементи (крім з'ємних) нероз'ємні і герметично з'єднані між собою.

Відомим є патент України на корисну модель № 18778, МПК G05D 23/30 від 15.11.2006. В ньому для розширення області застосування терморегульованого кріостатного пристрою за рахунок використання кріогенних рідин, зокрема з малою теплоємністю парів, в кріостаті розміщено резервуар-живильник із кріогенною рідиною, який додатково забезпечений датчиком тиску і випарником кріогенної рідини у вигляді електричного опору, змонтованого на перемикаючому клапані.

Сигнал керування на нього подається від датчика тиску через підсилювач сигналу. Для захисту випарника від перегріву при зниженні рівня кріоагента в резервуарі поруч з випарником встановлений датчик рівня, що відключає нагрівання випарника у випадку зниження рівня нижче припустимого. Досліджуваний зразок чи прилад, а також датчик системи терморегулювання вводяться в термостатовану камеру за допомогою штока, виконаного у вигляді особливо тонкостінної трубки з матеріалу з низькою теплопровідністю. Недоліками цих рішень є неможливість їх застосування для еліпсометрії, оскільки конструктивні особливості еліпсометрів вимагають вертикальної геометрії розташування оптичної вісі та горизонтального розміщення досліджуваних зразків і термостатованої камери, а кріостати такого типу є вертикальними конструкціями з горизонтальним розташуванням оптичних осей. Крім того, розташування зразка на штоку не гарантує повної фіксації зразка в просторі під час роботи системи. Тим більше, що є такі дослідження, які вимагають практично вільного доступу до кріостатованого зразка, наприклад, коли доступ оптичних променів до зразка повинен бути забезпечений з усіх сторін. Західні компанії-розробники кріогенної продукції пропонують для цього кріостати з холодним пальцем (т.з. "cold finger cryostat") або кріокулери на базі кріорефрижераторів ("cold stage refrigerator"), для яких характерними є сильні вібрації, що є неприйнятним при нано-структурних дослідженнях.

В основу корисної моделі поставлена задача розширити функціональні можливості і області застосування пристрою шляхом створення автономного рідинно-протічного кріостата для еліпсометрії, вбудованого в еліпсометр моделі SE-2000 і кріосистеми на його основі, яка б мала високі експлуатаційні параметри і забезпечувала стабільне положення досліджуваного зразка в просторі.

Поставлена задача вирішується тим, що терморегульований кріостатний пристрій для еліпсометричних досліджень, який є двоконтурним, має вертикальну конструкцію з

розташованим знизу вакуумованим корпусом кріостата (12) у вигляді резервуара-живильника кріоагента (13) з трубкою збору та подачі кріоагента з вмонтованим, у верх резервуара-живильника, низом теплообмінної камери, яка є робочою камерою, причому на ній встановлений тримач досліджуваного зразка з нагрівачем, який закріплено у резервуарі-живильнику таким чином, що низ камери має прямий контакт з кріоагентом, а верхня частина - із дослідним зразком, датчиком температури (2), під зразком і оптичним вікном над ним, та навитим на боковій поверхні нагрівачем, при цьому камера має симетрично два бокових горизонтальних оптичних канали в площині падіння і дзеркального відбивання від його поверхні оптичного променя під певними кутами, а зверху розташовано вертикальний канал з перпендикулярною до зразка площиною падіння оптичного променя, причому корпус живильника кріостата з розташованою в ньому теплообмінною камерою (5), яка складається із мідного нагрівача (4), порожнина якого щільно набита мідною стружкою, укладеного на боковій поверхні корпусу, до якого приєднано трубку забору і подачі кріоагента, яка виконана з малотеплопровідного матеріалу, резервуар-живильник підвішений на трубці заливки кріоагента та трубці вводу сенсорів показника рівня до корпусу кріостата, де розміщені мідний екран (28), вакуумна порожнина має, як і на екрані, вікна, досліджуваний зразок (16) закріплено до теплообмінної камери у горизонтальній площині.

На зовнішній поверхні живильника змонтований нагрівач-випарник для створення додаткового тиску для подачі кріоагента у теплообмінник.

Верх теплообмінної камери, з тримачем досліджуваного зразка, нагрівачем та датчиком температури оточений мідним екраном, розташований у вакуумній камері вертикальної частини кріостата.

Змієподібна трубка забору та подачі кріоагента, як тепловий міст між теплообмінником і живильником, виконана з малотеплопровідного матеріалу і має достатню довжину.

Вакуумна камера вертикальної частини кріостата має один горизонтальний та два бокові вертикальні оптичні канали під певними кутами.

Суть корисної моделі пояснюють креслення.

На фіг. 1 - показана структурно-функціональна схема пристрою;

На фіг. 2 - вертикальний переріз кріостата;

Пристрій працює наступним чином:

Терморегульований кріостатний пристрій є двоконтурним, див. фіг. 1, та складається із: а) контуру терморегулювання і стабілізації температури, що містить кріостат (1), датчик температури (2), регулятор температури (3), електронагрівач (4) на теплообмінній камері (5) кріостата; та

б) контуру примусової подачі парів кріогенної рідини, що містить кріостат (1), вимірювач рівня кріорідини (6) у вигляді лінійки термодіодів, з'єднаної із зовнішнім індикатором рівня (7), клапан підтримки постійного (8), схему захисту кріосистеми від перевантажень (9), нагрівач-випарник (10), датчик захисту (11).

Кріостат (1) (див. фіг. 2) має вертикальну форму: вертикальний циліндричний корпус з встановленим в ньому резервуаром-живильником кріоагента.

Корпус кріостата складається з зовнішнього кожуха (12), порожнина якого вакуумована, резервуара-живильника (13) рідкого азоту у вигляді азотного бака з намотаним радіаційним екраном, виконаним як багатошаровий фольгований майлар для зменшення зовнішніх теплоприпливів та ІЧ-випромінення, що охоплює резервуар-живильник (13) з навитим нагрівачем-випарником (10) на ньому, й інші деталі, які охолоджуються до найнижчого температурного рівня. Змієподібна частина змієподібного трубопроводу (14) забору та подачі кріоагента в теплообмінну камеру, верх якого знаходиться над поверхнею кріорідини, а кінець входить у теплообмінну камеру, проходить через рідкий азот для мінімізації температури парів кріорідини.

На резервуарі-живильнику (13) зверху змонтована оточена мідним екраном (15) і щільно набита мідною стружкою теплообмінна камера (5) з навитим збоку нагрівачем (4) і встановленим датчиком температури (2). На теплообмінній камері кріпиться зразок (16) за допомогою шести пересувних контактів (17), які кріпляться гвинтами на прикріпленій до теплообмінної камери платі (18). Ці контакти призначені для вимірювання електричного потенціалу з будь-якого місця дослідного зразка і пересуваються по контактним площадкам плати (18), до яких припаяні рознімні контакти (19), дрти від яких з'єднуються зі з'єднувачем (20) типу УЗНЦ07. Така конструкція дозволяє досягти найбільшої теплопередачі між кріогентом і теплообмінною камерою.

Резервуар-живильник закріплений на 3-х підвісах (21, 22, 23) до кришки (24), яка змонтована через вакуумне ущільнення (25) на фланці корпусу (2). Підвіси резервуара-живильника

призначені для: (21) - виходу відпрацьованого азоту з теплообмінної камери (5); (22) - для заливки рідкого азоту в резервуар-живильник; (23) - для виходу азоту з резервуара-живильника (13) і монтажу вимірювача рівня кріорідини (6) і датчика захисту (11), контакти від яких виведені на з'єднувач (26) типу УЗНЦ04, встановлений на верхній частині трубки (23). Контакти від нагрівача (4), датчика температури (2) і випарника (10) виведені на з'єднувач (27) типу УЗНЦ10.

Для проведення еліпсометричних досліджень на корпусі (12) встановлені два вікна (28) на 180°, нахилені під кутом 20° від горизонтальної площини таким чином, щоб промінь еліпсометра, пройшовши перше вікно, відбився від зразка (16) і потрапив в друге. Для зміни зразка знімають люк (29) з вікном (30) на верху кріостата. Вакуумна порожнина кріостата відкачується форвакуумним насосом через вакуумний вентиль (31). Високий вакуум створюється вбудованим кріонасосом (32).

Для роботи кріостата з рідким азотом на зовнішній стороні резервуара-живильника змонтований нагрівач-випарник (10), а всередині резервуара-живильника - датчик захисту (11) (датчик мінімального рівня кріогенної рідини), що є одним з елементів захисту кріосистеми від перегріву і є вимикачем випарника при зниженні рівня рідкого кріоагента нижче припустимого.

Зв'язок нагрівача-випарника і датчика рівня з регулятором температури здійснюється кабелем через роз'єм.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

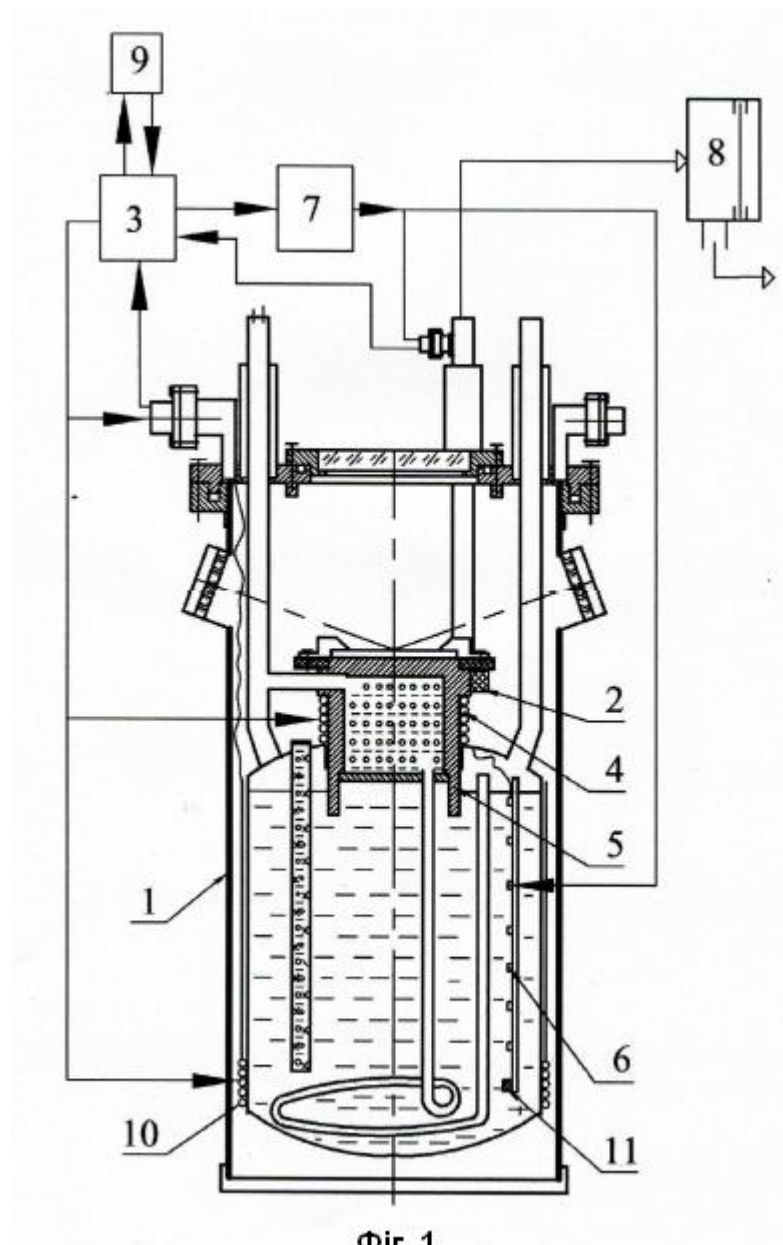
1. Терморегульований кріостатний пристрій для еліпсометричних досліджень, який є двоконтурним, має вертикальну конструкцію з розташованим знизу вакуумованим корпусом кріостата (12) у вигляді резервуара-живильника кріоагента (13) з трубкою збору та подачі кріоагента з вмонтованим, у верх резервуара-живильника, низом теплообмінної камери, яка є робочою камерою, причому на ній встановлений тримач досліджуваного зразка з нагрівачем, який закріплено у резервуарі-живильнику таким чином, що низ камери має прямий контакт з кріоагентом, а верхня частина - із дослідним зразком, датчиком температури (2), під зразком і оптичним вікном над ним, та навитим на боковій поверхні нагрівачем, при цьому камера має симетрично два бокових горизонтальних оптичних канали в площині падіння і дзеркального відбивання від його поверхні оптичного променя під певними кутами, а зверху розташовано вертикальний канал з перпендикулярною до зразка площиною падіння оптичного променя, причому корпус живильника кріостата з розташованою в ньому теплообмінною камерою (5), яка складається із мідного нагрівача (4), порожнина якого щільно набита мідною стружкою, укладеного на боковій поверхні корпусу, до якого приєднано трубку забору і подачі кріоагента, яка виконана з малотеплопровідного матеріалу, резервуар-живильник підвішений на трубці заливки кріоагента та трубці вводу сенсорів показника рівня до корпусу кріостата, де розміщені мідний екран (28), вакуумна порожнина має, як і на екрані, вікна, досліджуваний зразок (16) закріплено до теплообмінної камери у горизонтальній площині.

2. Пристрій за п. 1, який **відрізняється** тим, що на зовнішній поверхні живильника змонтований нагрівач-випарник для створення додаткового тиску для подачі кріоагента у теплообмінник.

3. Пристрій за п. 2, який **відрізняється** тим, що верх теплообмінної камери, з тримачем досліджуваного зразка, нагрівачем та датчиком температури оточений мідним екраном, розташований у вакуумній камері вертикальної частини кріостата.

4. Пристрій за п. 3, який **відрізняється** тим, що змієподібна трубка забору та подачі кріоагента, як тепловий міст між теплообмінником і живильником, виконана з малотеплопровідного матеріалу і має достатню довжину.

5. Пристрій за п. 4, який **відрізняється** тим, що вакуумна камера вертикальної частини кріостата має один горизонтальний та два бокові вертикальні оптичні канали під певними кутами.



Фиг. 1

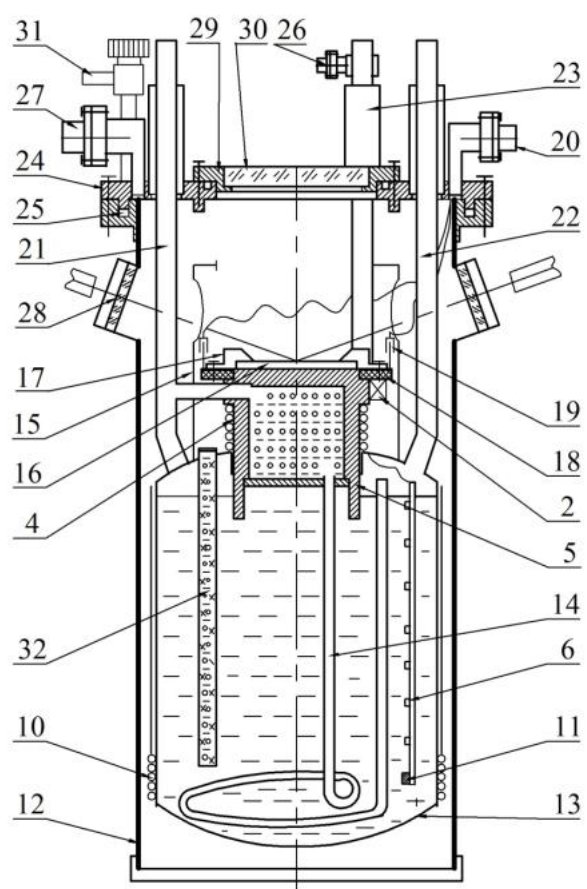


Fig.2