

11; 12

© 1990 г.

ЗЕРКАЛЬНОЕ ОТРАЖЕНИЕ ПОДЛОЖКИ С КРИОСЛОЕМ КИСЛОРОДА, ВОЗДУХА, АРГОНА И НЕОНА В ВАКУУМЕ

Л. Ш. Олейников, В. Д. Глазунов, М. М. Чулков

Представлены результаты экспериментальных исследований зависимости от температуры показателя преломления, плотности и скорости роста криослоев сконденсированных частиц кислорода, сухого воздуха, аргона и неона в области 6—33 К, а также влияние толщины слоя и температуры подложки на зеркальное отражение от нее лучистых потоков в интервале спектра 0.63—5.92 мкм. Отменена близкая по характеру закономерность изменения указанных свойств в зависимости от температуры конденсации и толщины слоя для аргона, неона и азота (данные о свойствах конденсата этого газа опубликованы ранее). Установлены аномальные отклонения от этой закономерности у кислорода, связанные с двойным превращением структуры этого вещества, а также влияние этих отклонений на свойства конденсата воздуха. Результаты работы могут быть использованы при выборе условий и режимов криостатирования объектов с отражающими поверхностями в остаточной среде газов.

Результаты измерений температурной зависимости коэффициентов зеркального отражения ρ' подложки в процессе конденсации на ней частиц азота в вакууме [1] показывают, что эти коэффициенты связаны с прозрачностью, или оптической однородностью, твердых пленок конденсата. Последняя, как было установлено, определяется особенностями структуры пленки и существенно зависит от температуры конденсации T_c , длины волны излучения λ , падающего на подложку, толщины δ -слоя сконденсированных частиц и меньше от плотности P их молекулярного потока на единицу поверхности конденсации. При этом оказывается, что повышение степени оптической однородности конденсированного азота, которое происходит одновременно с увеличением значений его плотности γ и показателя преломления n при температуре выше 20 К, прекращается. Характер формирования структуры конденсата на подложке с более высокой температурой приводит к тому, что, несмотря на продолжающееся еще увеличение γ , значения ρ' приобретают все нарастающий спад в начальный момент конденсации. Выявленная по результатам исследований взаимосвязь физических свойств и условий образования криоосадков азота, а также их влияние на отражение излучения от зеркальной подложки могла иметь качественные и количественные отличия от такой взаимосвязи у криоосадков других газов. Определение ее особенностей требовало изучения указанных выше физических свойств конденсированных частиц этих газов и в первую очередь близких по природе, в том числе по прозрачности, конденсированному азоту.

В настоящей работе отражены результаты исследования температурной зависимости показателя преломления, плотности, скорости роста v слоя сконденсированных в вакууме частиц кислорода, воздуха, аргона и неона и их влияния на зеркальное отражение лучистых потоков в области 0.63—5.92 мкм в зависимости от толщины криослоя и температуры подложки.

Для измерения указанных величин были использованы методика и экспериментальная установка, описанные в работах [1, 2]. Результаты измерений и исследований криоосадков этих газов в области температур 6—33 К представлены ниже в соответствующих таблицах, графиках и комментариях.

Таблица 1

| T_k, K | n | $\gamma, \text{кг/м}^3$ | $v, \text{мкм/мин}$ | T_k, K | n | $\gamma, \text{кг/м}^3$ | $v, \text{мкм/мин}$ |
|----------|------|-------------------------|---------------------|----------|------|-------------------------|---------------------|
| 6.2 | 1.24 | 1206 | 0.2 | 20.0 | 1.28 | 1392 | 0.181 |
| 7.15 | 1.28 | 1392 | 0.187 | 24.0 | 1.30 | 1484 | 0.179 |
| 10.0 | 1.26 | 1301 | 0.215 | 28.0 | 1.27 | 1347 | 0.172 |
| 12.0 | 1.27 | 1347 | 0.213 | 30.0 | 1.15 | 778 | 0.183 |
| 13.5 | 1.35 | 1709 | 0.188 | 32.5 | 1.14 | 722 | 0.15 |
| 15.0 | 1.34 | 1664 | 0.178 | | | | |

Кислород. Полученные из эксперимента данные о n , γ и v криослоев этого газа приведены в табл. 1. Как и у азота [1], здесь наблюдается вначале рост значений показателя преломления и плотности, а затем их уменьшение при повышении температуры. Наибольшие из этих значений ($n=1.35$ и $\gamma=1709 \text{ кг/м}^3$) получены при температуре подложки 13.5 К, более низкой, чем у азота, почти на 7 К. Указанные изменения n и γ в зависимости от температуры имеют монотонный характер лишь в области выше 24 К.

Величина скорости роста слоя конденсата O_2 в интервале температур 6.2—30 К удерживается у ее среднего значения и отклоняется от него в меньшую или большую стороны соответственно от 1 до 7 % и от 5 до 12 %, а при 32.5 К эта скорость заметно снижается вследствие интенсивного уменьшения коэффициента прилипания молекул O_2 вблизи границы его насыщенных паров.

Ослабление интенсивности направленного потока излучения, отражен-

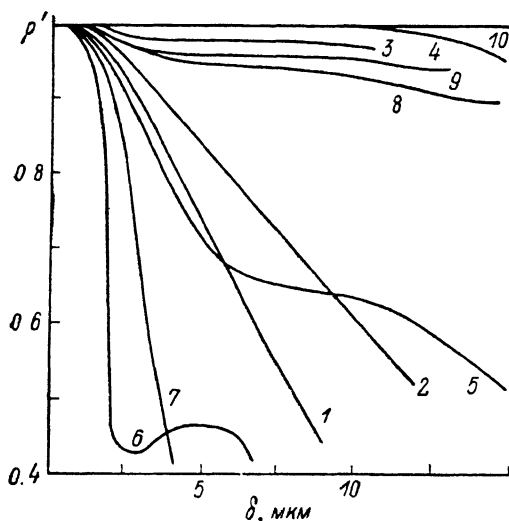


Рис. 1. Изменение направлений отражательной способности ρ' подложки в процессе конденсации на ней при температуре 6—15 К частиц кислорода в вакууме.

$\rho' = f(\delta)$ при T_k (К), v (мкм/мин), λ (мкм): 1 — 6.15, 0.2, 0.63; 2 — 7.15, 0.19, 0.63; 3 — 6.15, 0.2, 3.81; 4 — 6.15, 0.2, 5.92; 5 — 10.0, 0.215, 0.63; 6 — 13.5, 0.19, 0.63; 7 — 15.0, 0.18, 0.63; 8 — 13.5, 0.19, 3.81; 9 — 13.0, 0.19, 5.92; 10 — 15.0, 0.18, 5.92.

ного от подложки при температуре 6.15 и 7.15 К (см. графики $\rho' = f(\delta)$ на рис. 1) было идентичным такому же процессу при конденсации азота. Различие этих температур в 1 К обуславливало здесь соответствующую для них пороговую толщину δ' [1] конденсата соответственно 0.5 и 1.5 $\mu\text{м}$. В этом температурном интервале наблюдалась тенденция к быстрому росту δ' . Ожидания дальнейшего развития этой тенденции при повышении температуры подложки не оправдались: в интервале температур 10—15 К, как следует из графиков на этом рисунке, наблюдалось аномальное и достаточно ошутимое снижение ρ' подложки, покрытой конденсированным кислородом. Особенно сильно этот процесс протекал при ее температуре 13.5 К в области толщин 2—5 $\mu\text{м}$ и тем интенсивнее, чем меньше была длина волны излучения. Многократные замеры $\rho' = f(\delta)$ в указанной температурной зоне дали хорошую воспроизводимость результатов (разброс точек не выходит за пределы 2 %). Состав остаточной среды, фоновое давление которой в криостате перед напуском кислорода было на уровне $8 \cdot 10^{-8}$ Па, и состав конденсирующихся примесей в напускаемом рабочем газе, доля которых не превышала 0.02 %, не могла влиять на свойства конденсата O_2 . Из этого следует, что присутствие случайных или не регламентированных процессов здесь было исключено и данные измерения ρ' целиком

могли быть связаны с особенностями структуры криослоя и природы O_2 . Важно отметить еще и то, что в указанном интервале толщины U-образная кривая ρ' зависимости $\rho' = f(\delta)$ на рис. 1, в частности, для излучения с длиной волны $\lambda = 0.6328$ мкм относится к потоку, направленному нормально к поверхности подложки. Этот случай носит исключительный характер, так как изменение ρ' для излучения с той же длиной волны, падающего на подложку под углом 30° к ее нормали, происходило, как и во всех остальных случаях, монотонно. Подтверждением этого могут служить фотоснимки интерферограмм (рис. 2). Интерферограммы α и β регистрировались одновременно для одной и той же точки поверхности конденсации. Это обстоятельство указывает на существование значительной оптической анизотропии в слоях O_2 , сконденсированного

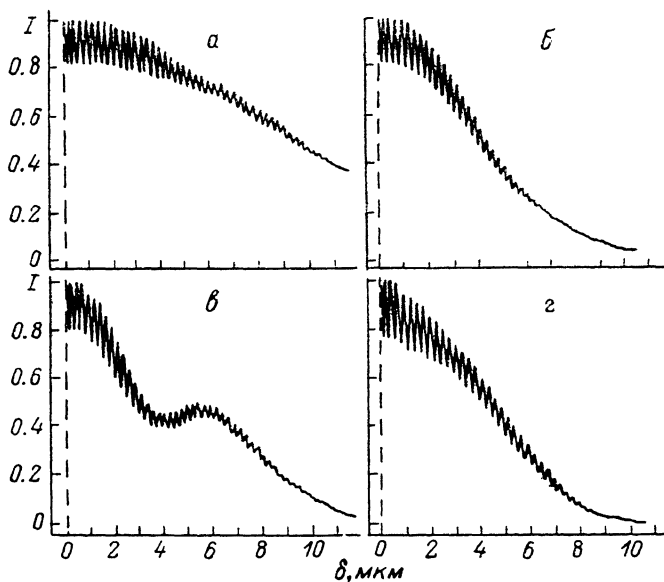


Рис. 2. Вид интерферограмм, полученных в процессе конденсации частиц кислорода на подложку при отражении от нее света с длиной волны $\lambda = 0.63$ мкм, падающего на поверхность под углом ψ к нормали.

Величина сигнала фотодиода $I=1$ относится к подложке без конденсата. T_k (К), v (мкм/мин), ψ (угл. град):
 α — 7.15, 0.187, 0; β — 15.0, 0.182, 0; γ — 13.5, 0.190, 0; δ — 13.5, 0.190, 30.

в вакууме при 13.5 К, которая, как известно [3, 4], является следствием ярко выраженной асимметрии кристаллов O_2 , вызванной тем, что при изменении температуры конденсата O_2 это вещество претерпевает превращения структуры одновременно и как молекулярный кристалл, и как квазидвумерный магнетик [5] с полосами поглощения в интервале 0.6—16 мкм. Результаты исследования криослоев O_2 в настоящей работе показали, что этот вывод имеет границы применимости по толщине слоя, температуре конденсата и углу падения лучистого потока на подложку. Для слоев кислорода характерна также слабая зависимость их прозрачности от плотности, что хорошо видно при сопоставлении данных табл. 1 и рис. 1, 3. В непосредственной близости от границы насыщенных паров O_2 , когда давление остаточной среды этого газа перед диафрагмой было $1.33 \cdot 10^{-2}$ Па, ρ' уменьшилось столь же интенсивно и под влиянием того же механизма (кривые 7, 8), что и у азота [6].

В о з д у х. При конденсации сухого и очищенного от CO_2 воздуха, состоящего преимущественно из N_2 и O_2 , как следует из [7], не происходит взаимного криозахвата этих газов. Обладая коэффициентом прилипания, близким к 1.0 при температуре ниже 20 К, эти газы могут оставаться на поверхности независимо друг от друга в виде смешанной среды, в которой может иметь место анизотропия физических свойств, вызванная различием характерных для N_2 и O_2 условий образования кристаллитов в слое при одной температуре, различной ориентацией кристаллов в смеси частиц и др. В этой связи представляются

Таблица 2

| T_k, K | n | $\gamma, \text{кг/м}^3$ | $v, \text{мкм/мин}$ | T_k, K | n | $\gamma, \text{кг/м}^3$ | $v, \text{мкм/мин}$ |
|----------|------|-------------------------|---------------------|----------|------|-------------------------|---------------------|
| 6.15 | 1.21 | 893 | 0.210 | 17.0 | 1.23 | 974 | 0.206 |
| 7.15 | 1.27 | 1134 | 0.199 | 20.0 | 1.23 | 973 | 0.192 |
| 10.0 | 1.22 | 935 | 0.220 | 22.0 | 1.22 | 935 | 0.198 |
| 12.0 | 1.28 | 1169 | 0.217 | 24.0 | 1.25 | 1057 | 0.185 |
| 13.5 | 1.26 | 1092 | 0.213 | 26.0 | 1.23 | 974 | 0.187 |
| 15.0 | 1.25 | 1053 | 0.215 | 28.0 | 1.29 | 1208 | 0.060 |

интерес результаты исследования влияния свойств твердых образований N_2 и O_2 на n , γ и v конденсата воздуха. Экспериментальные данные о температурных зависимостях этих параметров приведены в табл. 2.

Сопоставляя значения n , γ и v для азота [1], кислорода и воздуха по табл. 1 и 2, можно прийти к выводу, что проявление свойств N_2 или O_2 на свойствах конденсата воздуха выражается в следующем: изменение значений n , γ и v в криослое воздуха «отслеживает» их изменение у криослоев кислорода или азота в зависимости от температуры поверхности конденсации. Так, несмотря на то что скорость роста криослоя воздуха в целом выше, чем у кислорода (сказывается влияние азота), присущей последнему монотонности уменьшения

значений v при повышении температуры конденсирующей подложки здесь не наблюдалось. При температурах ниже 28 К v воздуха повторяет (пусть не с одной и той же амплитудой) колебания v кислорода. Если у азота в указанной области температур v меняется в 2 раза, то у воздуха скорость роста слоя

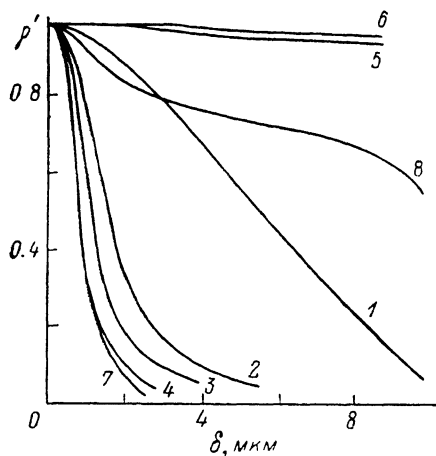


Рис. 3. Изменение направленной отражательной способности ρ' подложки в процессе конденсации на ней при температуре 20—33 К частиц кислорода в вакууме.

$\rho' = f(\delta)$ при T_k (К), v (мкм/мин), λ (мкм): 1 — 20,0, 0,18, 0,63; 2 — 28,0, 0,17, 0,63; 3 — 30,0, 0,183, 0,63; 4 — 32,5, 0,15, 0,63; 5 — 30,0, 0,183, 3,81; 6 — 30,0, 0,183, 5,92; 7 — 33,0, 0,1, 0,63; 8 — 33,0, 0,1, 3,81.

конденсата отклоняется от максимального значения всего лишь на 14 %. Наибольшее значение v , а также ее спады у воздуха и у кислорода относятся к одним и тем же или близким температурным уровням конденсации. То же можно сказать и относительно n и γ . Максимальные величины плотности криослоя воздуха $\gamma = 1169 \text{ кг/м}^3$ и показателя преломления $n = 1.28$ относятся к температуре подложки 12 К, т. е. близко к той, при которой n и γ кислорода имеют наибольшую величину.

При формировании слоя конденсата воздуха на его оптическую однородность положительно влияет составляющая конденсированных частиц азота. Прозрачность криослоя воздуха изменяется при повышении температуры подложки в том же направлении, как и у криослоев N_2 . Из кривых 1—4 на рис. 4 видно, что на толщинах до 20 мкм отражательная способность подложки с конденсатом воздуха на длине волны 0,6328 мкм повышается от 0,55 до 0,93 при изменении температуры конденсации от 6 до 13,5 К, в то время как на толщинах слоя 3—6 мкм еще проявляется тенденция аномальных спадов ρ' , свойственных подложке с криослоем O_2 . В области температур 15—20 К просматривается влияние свойств конденсата O_2 на ρ' подложки со слоем воздуха, а в области выше 24 К вновь усиливается влияние N_2 на ρ' , когда начинают возрастать спады отражательной способности подложки (кривые 5—11). Поро-

говая толщина δ' конденсата воздуха имеет большее значение, чем у криослоев O_2 . Это тоже подтверждает рис. 3. Вместе с тем она остается еще достаточно малой по значению в сравнении с δ' конденсата чистого азота.

А р г о н. Экспериментальные данные о рассматриваемых свойствах криоконденсатов Аг приведены в табл. 3. Из них видно, что особенности изменения n , γ и v с повышением температуры в области 7—32 К имеют тот же

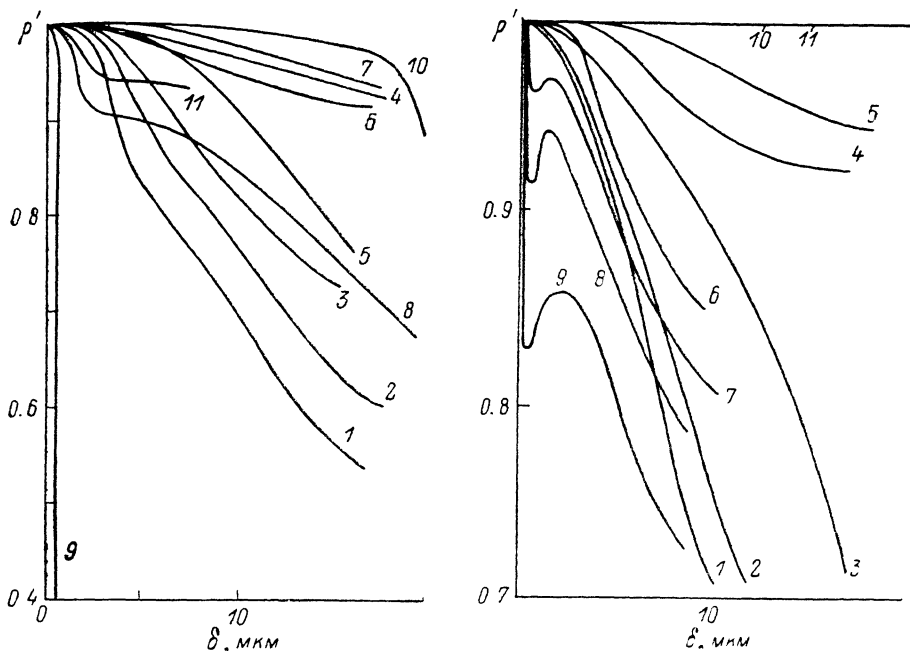


Рис. 4. Изменение направлений отражательной способности подложки ρ' в процессе конденсации на ней частиц воздуха в вакууме.

$\rho' = f(\delta)$ при T_k (К), v (мкм/мин), λ (мкм): 1 — 6.15, 0.210, 0.63; 2 — 7.15, 0.199, 0.63; 3 — 10.0, 0.220, 0.63; 4 — 15.0, 0.215, 0.63; 5 — 20.0, 0.192, 0.63; 6 — 22.0, 0.198, 0.63; 7 — 24.0, 0.185, 0.63; 8 — 26.0, 0.187, 0.63; 9 — 28.0, 0.053, 0.63; 10 — 7.15, 0.199, 3.81, 11 — 28.0, 0.053, 3.81.

Рис. 5. Изменение направленной отражательной способности ρ' подложки в процессе конденсации на ней частиц аргона в вакууме.

$\rho' = f(\delta)$ при T_k (К), v (мкм/мин), $\lambda = 0.63$ мкм: 1 — 7.1, 0.18; 2 — 13.5, 0.17; 3 — 17.0, 0.16; 4 — 20.0, 0.16; 5 — 26.5, 0.15; 6 — 28.0, 0.13; 7 — 30.0, 0.13; 8 — 31.0, 0.1; 9 — 31.0, 0.09, 10, 11 — 7—26.5, 0.15 и 0.18 при $\lambda = 3.81$ и 5.92 мкм.

характер, что и у азота: постепенное снижение скорости роста и одновременно с этим увеличение n и γ до наибольших значений с последующим затем их уменьшением по мере приближения температуры подложки к температуре насыщенного пара аргона. Максимумы значений n и γ , равные соответственно 1.31 и 1821 кг/м³, были зарегистрированы при температуре подложки 24 К, когда скорость роста толщины слоя была равна 0.147 мкм/мин (давление перед диафрагмой $P = 1.33 \cdot 10^{-2}$ Па), а при $v = 0.007$ мкм/мин (давление перед диафрагмой $P = 0.67 \cdot 10^{-3}$ Па) они соответствовали значениям 1.33 и 2162 кг/м³.

Т а б л и ц а 3

| T_k , К | n | γ , кг/м ³ | v , мкм/мин | T_k , К | n | γ , кг/м ³ | v , мкм/мин |
|-----------|------|------------------------------|---------------|-----------|------|------------------------------|---------------|
| 7.1 | 1.23 | 1358 | 0.178 | 24.0 | 1.31 | 1821 | 0.147 |
| 13.5 | 1.26 | 1560 | 0.173 | 26.5 | 1.28 | 1681 | 0.145 |
| 17.0 | 1.27 | 1582 | 0.165 | 28.0 | 1.27 | 1600 | 0.130 |
| 20.0 | 1.28 | 1681 | 0.161 | 30.0 | 1.27 | 1600 | 0.126 |
| 22.0 | 1.29 | 1714 | 0.150 | 31.0 | 1.27 | 1600 | 0.095 |

Понижение плотности остаточной среды перед диафрагмой (или в криостате) в 20 раз при одной и той же температуре конденсации приводит к увеличению n и γ соответственно на 1.3 и 15 %, в то время как изменение температуры конденсации всего в 3.5 раза (от 7 до 31 К), например, при давлении остаточной среды $P=1.33 \cdot 10^{-2}$ Па вызывает увеличение значений n и γ соответственно на 6 и 25 %. Из этого следует, что свойства криослоев аргона, как и других исследуемых газов, в значительно большей степени зависят от температуры конденсации, чем от давления остаточной среды.

Изменение $\rho' = f(\delta)$ при температурах подложки в интервале 7—26.5 показано на рис. 4. В этом интервале ρ' увеличивается, а за его верхним пределом начинает уменьшаться преимущественно за счет спада в начале накопления частиц Ag на подложке (кривые 6—9 на рис. 5). На подложке с температурой

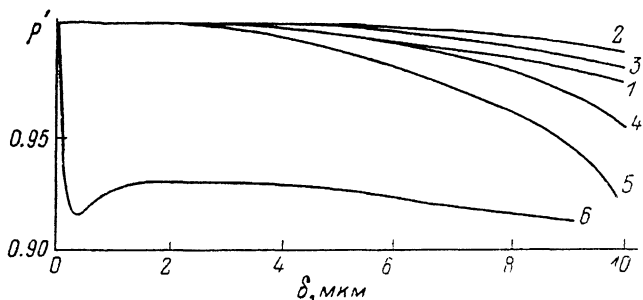


Рис. 6. Зависимость направленной отражательной способности ρ' подложки с криослоем неона от его толщины для излучения с длиной волны $\lambda=0.63$ мкм.

$\rho' = f(\delta)$ при T_k (К), v (мкм/мин): 1 — 6.15, 0.103; 2 — 6.4, 0.102; 3 — 6.8, 0.1; 4 — 7.1, 0.099; 5 — 9.0, 0.095; 6 — 10.4, 0.078.

31.3 и 31.5 К интерференция при конденсации аргона не наблюдалась. Здесь после резкого спада ρ' до значения 0.3 и 0.2 за десятиминутный период конденсации, в течение которого толщина криослоя не могла превысить 1 мкм (табл. 3), ρ' продолжала медленно уменьшаться.

Пороговая толщина слоя Ag для длины волны излучения $\lambda=0.6328$ мкм имела максимум значения ($\delta'=12\lambda$ при 24 К), меньший, чем у слоя N_2 , в то время как при $\lambda=3.81$ и 5.92 мкм она намного превышала δ' криоконденсата N_2 . На указанных длинах волн в интервале температур 7—26.5 К за 5 ч непрерывного осаждения частиц аргона со скоростью роста слоя от 0.15 до 0.18 мкм/мин признаков изменения зеркальной составляющей направленной отражательной способности подложки не наблюдалось.

Неон. Зависимость значений n , γ и v от температуры у конденсатов этого газа в интервале температур 6—11 К (табл. 4) имеет ту же закономерность, что и у криослоев азота [1] и аргона (табл. 3).

Наибольшее значение показателя преломления и плотности конденсированного неона могут быть получены при температуре подложки 6.4 К. Из рис. 6 видно, что изменение ρ' меньше всего происходит также при этой температуре. Пороговая толщина здесь достигает 12.7λ на длине волны $\lambda=0.6328$ мкм. Отклонения ρ' от единицы на длинах волн $\lambda=3.81$ и 5.92 мкм в течение 5 ч осаждения неона на подложку, за которые толщина слоя конденсата могла достичь 30 мкм, не замечены.

Т а б л и ц а 4

| T_k , К | n | γ , кг/м ³ | v , мкм/мин | T_k , К | n | γ , кг/м ³ | v , мкм/мин |
|-----------|------|------------------------------|---------------|-----------|------|------------------------------|---------------|
| 6.2 | 1.08 | 1058 | 0.103 | 7.1 | 1.09 | 1118 | 0.099 |
| 6.4 | 1.10 | 1318 | 0.102 | 9.0 | 1.09 | 1118 | 0.95 |
| 6.8 | 1.09 | 1118 | 0.100 | 10.4 | 1.09 | 1058 | 0.078 |

Полученные данные о свойствах криосадков O_2 , воздуха, Ar и Ne могут иметь различное прикладное значение, в том числе в вопросах криостатирования объектов с отражающими поверхностями в остаточной среде газов, при выборе режимов вакуумирования криостатов. Очевидным теперь становится также и то, что расчет процесса радиационного теплообмена в криостатных устройствах, например на основе зонального и других методов, где важным является знание угловых радиационных коэффициентов, можно считать в достаточной мере корректным лишь для поверхностей со слоем конденсата, не превышающем пороговую толщину.

Список литературы

- [1] Балаков В. В., Олейников Л. Ш., Глазунов В. Д., Чулков М. М. // ЖТФ. 1984. Т. 54. Вып. 11. С. 2206—2211.
- [2] Олейников Л. Ш., Глазунов В. Д. // Вопр. атомн. науки и техники. Сер. Общая и ядерная физика. М., 1984. Вып. 1 (26). С. 10—16.
- [3] Божий Г. Б. Кристаллохимия. М.: Наука, 1971. 400 с.
- [4] Вакуумная техника. Справочник / Под общей ред. Е. С. Фролова и В. Е. Минайчева. М.: Машиностроение, 1985. 360 с.
- [5] Litvinenco Yu. G., Eremenco V. V., Garber T. I. // Phys. Stat. Sol. B. 1968. Vol. 30. N 1. P. 49—60.
- [6] Иванов В. И. Безмасляные вакуумные насосы. Л.: Машиностроение, 1980. 160 с.
- [7] Хеффер Р. Криовакуумная техника. М.: Энергоиздат, 1983. 272 с.

Поступило в Редакцию
31 января 1989 г.