

ЗАВИСИМОСТЬ СОРБЦИОННЫХ СВОЙСТВ КРИОСЛОЕВ АРГОНА И АЗОТА
ОТ УСЛОВИЙ ФОРМИРОВАНИЯ

Е.Р. Корешева, А.П. Крюков, С.Б. Нестеров, А.И. Никитенко

Проведены экспериментальные исследования зависимости структуры сорбирующего криослоя аргона и азота от температуры формирования и скорости охлаждения. Показано, что применение газовых конденсатов в качестве сорбирующих криосадков нецелесообразно при температурах выше половины температуры тройной точки.

Проблема обеспечения безмасляного вакуума в установках управляемого термоядерного синтеза может быть решена путем создания криосорбционных средств вакуумной откачки /1/. Слои конденсатов* являются хорошими сорбентами для трудноконденсируемых газов (H_2 , Ne, He) /2,3/. Эксперименты по криосорбции He и H_2 этими слоями показали, что сорбционная емкость данного класса сорбентов находится в сильной зависимости от условий формирования слоя газа. Таковыми являются: температура подложки, изменение температурного поля после конденсации, скорость охлаждения газа, наличие преадсорбированного трудноконденсируемого газа, род вещества сорбента, материал подложки, наличие примесей.

Значительный интерес представляет знание таких характеристик криослоя как размер и форма кристаллитов и их зависимости от условий формирования.

Основные сложности в определении этих характеристик связаны с малыми толщинами слоев (≤ 100 мкм) и тем, что криослои конденсатов в определенных условиях могут быть неустойчивыми, т.е. могут менять свою структуру с течением времени.

В настоящее время известны лишь единичные экспериментальные данные по структуре криослоев. В /4/ выполнен рентгеноструктурный анализ криослоев CO_2 , осажденных на цилиндрический стержень, имевший температуру 20,4; 78 и 100 К. Обнаружена зависимость между величиной зерна и сорбционной емкостью слоя при толщине последнего, существенно большей 100 мкм. Экспериментальные данные /5/ показывают существование взаимосвязи между толщиной слоя и характерными размерами зерна.

Цель настоящей работы состояла в изучении зависимости структуры сорбирующего криослоя аргона и азота от температуры его формирования T_{Φ} и скорости осаждения.

В интервале $T_{\Phi} = 2 \div 4,5$ К исследования проводились на экспериментальной установке, описанной в работе /6/. Криослой формировался на внутренней поверхности медной сферы, погруженной в жидкий гелий. Эксперименты показали, что структура, а, следовательно, сорбционная емкость слоев, сформированных при определенной T_{Φ} , а затем охлажденных и вновь подогретых до T_{Φ} , остается неизменной. Наоборот, сорбционная емкость слоя отогретого, а затем вновь охлажденного до температуры его формирования, необратимо уменьшается. Это происходит, по-видимому, вследствие необратимого укрупнения кристаллитов при отогревании слоя.

В диапазоне $T_{\Phi} = 4,2 \div 45$ К эксперименты проводились на установке, описанной в работе /7/, по следующей методике. Оболочка из лавсана, заполненная исследуемым газом при комнатной температуре до давления ~ 2 МПа, приклеивалась на стеклянный капилляр и помещалась внутрь оптического гелиевого криостата с регулируемой температурой. Первоначально оболочка охлаждалась довольно медленно в парах гелия до исследуемой температуры, в результате чего на внутренней поверхности лавсановой оболочки формировался неоднородный твердый осадок (рис. 1а). Вслед за этим проводился кратковременный нагрев оболочки с помощью импульсного микронагревателя до температур, выше температуры оживления содержащегося внутри газа. После прекращения работы нагревателя газ реконденсировался на стенку.

* Здесь под конденсатом понимается твердая фаза вещества.



Рис. 1. Результаты скоростного вымораживания аргона на внутренней стенке микросферы диаметром 400 мкм из лавсана при $T = 20$ К до (а) и после (б) действия импульса от нагревателя.

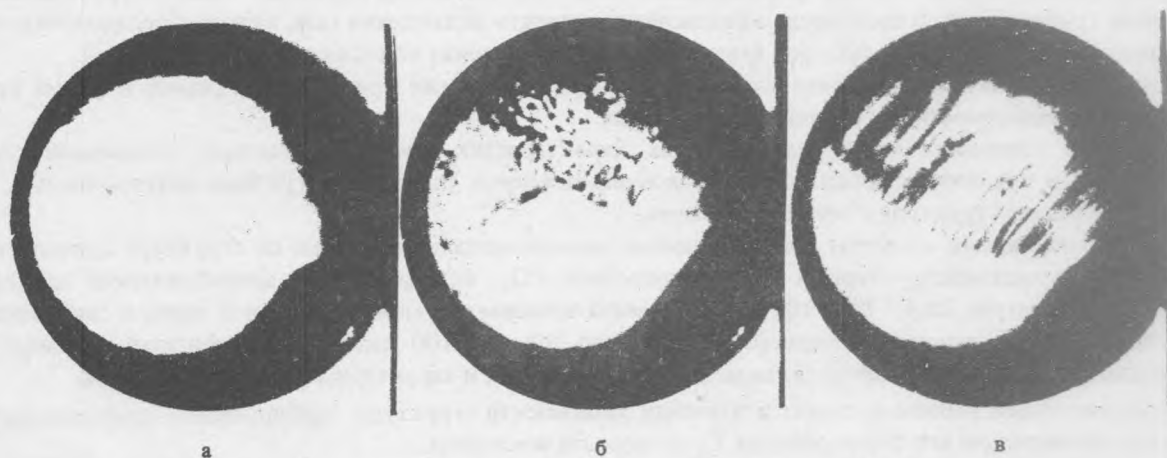


Рис. 2. Динамика изменения структуры твердого азота при температуре 35 К: криослой сразу после скоростного охлаждения (а); через 40 (б) и 90 с (в) после скоростного охлаждения.

охлаждаемую теплообменным гелием. Качество и устойчивость структуры криосадка при этом существенно зависели от температуры окружающей оболочку среды. При температуре, не превышающей некоторого порогового значения T_a , наблюдалось образование устойчивой прозрачной твердой фазы, качество которой не изменялось при охлаждении и нагревании в пределах $T \leq T_a$. Значение T_a в исследуемых случаях составляло примерно половину температуры тройной точки газа. По данным многочисленных экспериментов величина T_a для азота составила 32 ± 2 К, для аргона 38 ± 2 К. На рис. 1б показано изображение лавсановой оболочки с криослоем из аргона, сформировавшимся в результате скоростного охлаждения.

При температуре выше T_a способом скоростного охлаждения не удавалось получить устойчивый и однородный криослой. Отметим, что в случае, когда температура окружающей среды превышала пороговую температуру T_a не более, чем на 1–5 К, после импульсного нагрева микросферы на ее поверхности форми-

ровался однородный слой, но он был неустойчив. В однородной структуре появлялись неоднородности, которые укрупнялись со временем. На рис. 2 показана динамика этого процесса, происходящего внутри лавсановой оболочки, заполненной азотом. Съемка производилась при помощи микроскопа.

Таким образом, сорбционная емкость криослоев, сформированных на медной подложке, уменьшается при циклическом изменении их температуры, если цикл реализуется за счет нагревания слоя, и остается неизменной в противном случае. При нагреве и охлаждении криослоя, сформированного на лавсановой подложке при температуре ниже T_a , составляющего примерно половину температуры тройной точки, не наблюдалось изменений в структуре, если температура в цикле нагрев — охлаждение не превышала T_a .

Важным выводом из проведенных исследований является то, что при $T > T_a$ применение газовых конденсатов в качестве сорбирующих криосадков нецелесообразно. Однако, основываясь только на одних визуальных наблюдениях криослоя, сформированного на лавсановой подложке, невозможно сделать однозначный вывод о кристаллической структуре (размере зерна) слоя, а, следовательно, о его сорбционной способности. Для ответа на этот вопрос необходимы прямые измерения сорбционной емкости такого криослоя.

Авторы благодарны В.С. Бушуеву, В.М. Дороготовцеву, А.В. Кротову за помощь при проведении экспериментов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Глазков А. А., Саксаганский Г. Л. Вакуум электрофизических установок и комплексов. М., Энергоатомиздат, 1985.
2. Юферов В. Б. ВАНТ, сер. Низкотемпературная адсорбция и криогенный вакуум, 1 (4), 11 (1973).
3. Юферов В. Б., Кобзев П. М. ЖТФ, 39, 1683 (1969).
4. Юферов В. Б. и др. ЖТФ, 38, в. 2, 326 (1968).
5. Крюков А. П., Нестеров С. Б., Сидоров Е. В. ВАНТ, сер. Термоядерный синтез, в. 1, 65 (1986).
6. Крюков А. П., Нестеров С. Б. В кн.: Докл. III Всесоюз. конф. по инж. пробл. термояд. реакторов, т. 4, М., ЦНИИАтоминформ, 1984, с. 65.
7. Корешева Е. Р. Краткие сообщения по физике ФИАН, № 12, 35 (1984).

Поступила в редакцию 8 октября 1986 г.