

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
Львівський національний університет імені Івана Франка

**МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ**  
**ДО ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ**  
з курсу  
**"ФІЗИКА І ТЕХНІКА НИЗЬКИХ ТЕМПЕРАТУР"**

для студентів факультету електроніки та фізичного факультету

Львів  
Видавничий центр ЛНУ імені Івана Франка  
2008

Рекомендовано до друку  
кафедрою експериментальної фізики та  
науково-технічним і навчальним центром низькотемпературних досліджень  
протокол № 5 від 17 грудня 2007р.

Уклали: Володимир Богданович Капустяник,  
Андрій Васильович Франів,  
Олег Вікторович Бовгира,  
Андрій Петрович Васьків

Відповідальний за випуск: О.В. Бовгира

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ  
ДО ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ  
з курсу  
"ФІЗИКА І ТЕХНІКА НИЗЬКИХ ТЕМПЕРАТУР"

для студентів факультету електроніки та фізичного факультету

Підписано до друку 09.10.08. Формат 60X84/16.

Папір друк . Друк на різнограф. Умовн. друк. арк. 2,5. Обл.-вид.арк. 2,5.

Тираж 200 прим. Зам. 289

Видавничий центр ЛНУ імені Івана Франка

79000 Львів , вул. Дорошенка, 41

## Лабораторна робота 1

### ОХОЛОДЖЕННЯ І ЗРІДЖЕННЯ КРИОГЕННИХ ГАЗІВ З ВИКОРИСТАННЯМ ЦИКЛУ КАРНО

Мета роботи. Вивчити принципи роботи, конструкцію холодильно-газової машини для одержання рідкого азоту ЗІФ-1001, отримати зріджене повітря та визначити його температуру кипіння.

Прилади та матеріали: установка для одержання рідкого азоту ЗІФ-1001.

#### Теоретичні відомості

##### Холодильна машина на основі циклу Карно

Принцип дії холодильної машини ґрунтується на циклі Карно – замкненому ідеальному циклі, що складається з двох ізотерм і двох адіабат (рис. 1). Для розгляду циклічних процесів припускають, що робочим елементом є ідеальний газ, який міститься в спеціальному циліндрі, закритому рухомим поршнем. Стінки циліндра на окремих ділянках циклу можна зробити теплоізолюваними (адіабатичний процес) або теплопровідними (ізотермічний процес).

Якщо машину Карно запустити у зворотному напрямку  $1-4-3-2-1$ , то в такому разі, зовнішні сили виконуватимуть роботу над системою, в результаті чого система перетворюватиме частину цієї роботи в теплоту. Для цього на ділянці  $1-4$  газ адіабатно розширюють, в результаті чого він охолоджується до температури  $T_2$ . На ділянці  $4-3$  його розширюють ізотермічно і він виконує роботу. Газ, щоб зберегти сталу температуру  $T_2$ , мусить забирати від холодильника якусь кількість теплоти  $Q_2$ . Починаючи від точки 3 газ адіабатно стискають. Його температура підніметься до  $T_1$ . На ділянці  $2-1$  ізотермічно за температури  $T_1$  зменшують об'єм газу. При цьому зовнішні сили повинні виконати роботу, більшу від тієї, яку виконував газ на ділянці  $1-4-3$ , оскільки стискання відбуватиметься за вищої температури. Під час ізотермічного стискання на ділянці  $2-1$  температура газу має бути сталою і дорівнювати  $T_1$ , тому він мусить віддавати нагрівнику певну кількість теплоти, яка дорівнює сумі кількості теплоти, взятої у холодильника, і кількості теплоти, еквівалентної роботі, виконаній зовнішніми силами під час стискання газу. Отже, на ділянці  $4-3$  в систему надходить теплота, а на ділянці  $2-1$  система віддає більше теплоти, ніж її надійшло в систему на ділянці  $4-3$ .

Отже, на ділянці  $4-3$  в систему надходить теплота, а на ділянці  $2-1$  система віддає більше теплоти, ніж її надійшло в систему на ділянці  $4-3$ .

Таким чином, виконавши роботу над газом, у зворотному циклі Карно можна змусити газ забирати певну кількість теплоти від холодного тіла і віддавати її більш нагрітому.

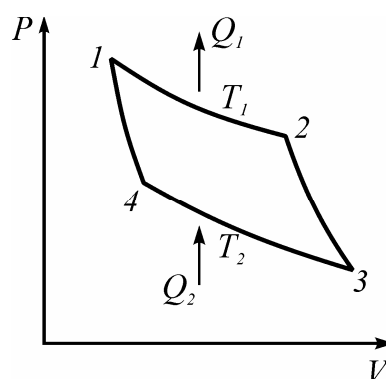


Рис.1. Цикл Карно

## Газові холодильні машини типу “Філіпс”

Удосконалена холодильна машина із замкнутим циклом була розроблена співробітниками фірми “Філіпс” (Голландія). Оскільки ця машина дозволяє при використанні одноступеневого детандера отримувати низькі температури, достатні для зрідження повітря, що знаходиться під атмосферним тиском, опишемо її більш детально. У роботі установки використовується принцип теплової машини Стірлінга.

Суттєва різниця між цією машиною і більш ранніми машинами з замкнутим циклом полягає в тому, що у схему між компресором і детандером вводиться теплообмінник (рис.2). Використання теплообмінника дозволяє підтримувати детандер при температурі  $T_1$ , тобто при температурі охолодження. Унаслідок цього практично усі процеси охолодження, що реалізуються при розширенні, відбуваються ізотермічно.

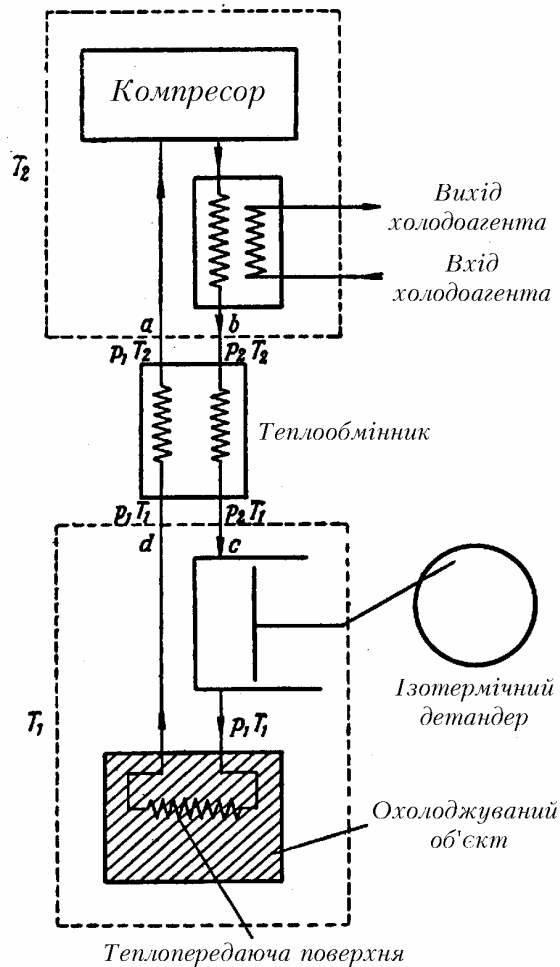


Рис. 2. Схема газової холодильної машини із замкнутим циклом з використанням низькотемпературного детандера і теплообмінника.

В ідеальному випадку робота машини, зображеної на рис. 2, включає такі процеси:

а) *Ізотермічне* стискання газу до тиску  $p_2$  при температурі  $T_2$ , причому ізотермічність процесу забезпечується холодильником. З цієї причини компресор і холодильник об'єднані в одне ціле, що показано на рис. 2 пунктирним прямокутником, позначеним  $T_2$ .

б) Охолодження газу при високому тиску від температури  $T_2$  до  $T_1$  під час його проходження через теплообмінник, яке супроводжується відповідним зменшенням об'єму.

в) Ізотермічне розширення в детандері від тиску  $p_2$  до  $p_1$  із забиранням тепла від речовини, яка підлягає охолодженню. Ізотермічність об'єднаних процесів розширення і забирання тепла від охолоджуваної речовини схематично показано на рис.2, на якому детандер і теплообмінник-охолоджувач обведені пунктирним прямокутником, позначеним  $T_1$ .

г) Проходження газу низького тиску через теплообмінник у зворотному напрямі із зміною його температури від  $T_1$  до  $T_2$ .

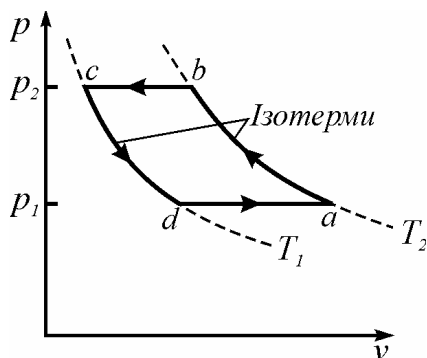


Рис. 3. Ідеалізована індикаторна діаграма роботи холодильної машини з замкнутим циклом за схемою, зображеною на рис.2.

Якщо припустити, що теплообмінники є ідеальними, тобто різниця температур між вхідним і вихідним газом дорівнює нулю, і що для підтримки протікання газу через теплообмінник не потрібно створювати різницю тисків, то такий ідеалізований цикл може бути представлений індикаторною діаграмою, зображеною на рис.3. На цій діаграмі крива  $ab$  характеризує стиснення газу від  $p_1$  до  $p_2$  по ізотері  $T_2$ . Лінія  $bc$  відповідає охолодженню від  $T_2$  до  $T_1$  при пропусканні газу через теплообмінник при сталому тиску  $p_2$ ; крива  $cd$  відповідає ізоермічному розширенню в детандері при температурі  $T_1$  і, нарешті, лінія  $da$  – зворотному пропусканню газу через теплообмінник при сталому тиску  $p_1$ .

Кількість теплоти  $Q_1$ , що забирається при температурі  $T_1$  у речовини, яка підлягає охолодженню, визначається за формулою

$$Q_1 = \int_c^d p dV, \quad (1.1)$$

яка для ідеального газу має вигляд

$$Q_1 = RT_1 \ln \frac{p_2}{p_1}. \quad (1.2)$$

Робота  $W$ , яка виконується за повний цикл (в тому ж припущенні), дорівнює:

$$W = \int_c^b p dV - \int_d^c p dV = R(T_2 - T_1) \ln \frac{p_2}{p_1}. \quad (1.3)$$

при ізоермічному процесі:

$$A_{1-2} = \int_{V_1}^{V_2} P dV = \frac{m}{\mu} RT \int_{V_1}^{V_2} \frac{dV}{V} = \frac{m}{\mu} RT \ln \frac{V_2}{V_1}.$$

Формули (1.2) і (1.3) дають для холодильного коефіцієнта  $\xi_{id}$  вираз:

$$\xi_{id} = \frac{Q_1}{W} = \frac{T_1}{T_2 - T_1}, \quad (1.4)$$

тобто, те ж значення, що і для циклу Карно.

На рис.4 показана залежність  $\xi_{id}$  від температури охолодження  $T_1$  при умові, що температура  $T_2$  підтримується на рівні 300 К, тобто приблизно дорівнює температурі навколишнього середовища. Графік чітко відображає швидке зменшення величини ідеального холодильного коефіцієнта зі зниженням температури  $T_1$ .

У машині “Філіпс” компресор і детандер з’єднані в один вузол (рис. 5). Головний поршень 1 переміщується в циліндрі 2. Поршень-витіснювач 3 рухається коаксіально з головним поршнем, але з різницею фаз  $\varphi$ , що реалізується через відповідне з’єднання з колінчатим валом. У результаті комбінованого руху головного поршня і поршня-витіснювача газ періодично стискається в “компресорному” просторі  $V_C$ , проходить через холодильник 4, регенератор 5 і теплообмінник 6, розширюється в “детандерному” просторі  $V_E$  і потім повертається назад через ланки 6, 5, і 4 в простір  $V_C$ .

Якщо порівняти цей цикл з ідеалізованою схемою, зображеною на рис.2, можна зауважити суттєву відмінність, що полягає у використанні регенератора замість теплообмінника. Останнє викликано тим, що перетікання газу між просторами  $V_C$  і  $V_E$  відбувається циклічно, а не двома постійними потоками.

За змінами об’єму просторів  $V_C$  і  $V_E$  можна прослідкувати, користуючись діаграмою на рис.6, яка показує положення поршнів в залежності від кута повороту валу  $\alpha$ . Об’єми, які займають самі поршні, показані заштрихованою площею.

Крива у нижній частині рис.6 характеризує зміни об’єму компресорного простору  $V_C$  у залежності від кута повороту валу  $\alpha$ . Бачимо, що  $V_C$  змінюється за синусоїдальним законом.

Використовуючи співвідношення між  $p$ ,  $V_C$ , і  $V_E$ , можна показати, що у розглянутому випадку холодильний коефіцієнт  $\xi$  збігається з коефіцієнтом ідеального циклу Карно, що визначається виразом (1.4). Таким чином, к.к.д. ідеальної машини, як і слід було очікувати, не залежить від того, здійснюється цикл вздовж ізобар і ізотерм, як показано на рис.3, чи по гладкій кривій, що визначається змінами  $V_C$ , і  $V_E$  за гармонічним законом.

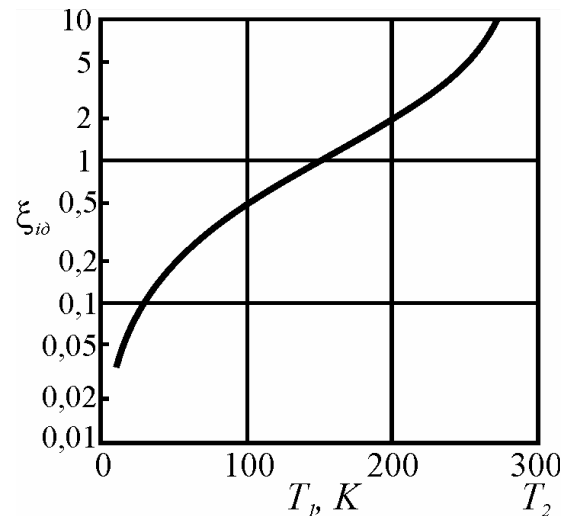


Рис. 4. Залежність холодильного коефіцієнта ідеальної машини Карно від температури охолодження  $T_1$  при температурі  $T_2=300$  К.

Кількість тепла  $Q_1$ , що поглинається детандером при низькій температурі  $T_1$  за один цикл:

$$Q_1 = \pi p V_0 \frac{\delta}{1 + \sqrt{1 - \delta^2}} \sin \theta, \quad (1.5)$$

де  $\delta$  – безрозмірний коефіцієнт;  $\theta$  – кут фазового зсуву, який визначається з виразу:

$$\operatorname{tg} \theta = \frac{\omega \sin \varphi}{\tau + \omega \cos \varphi}, \quad (1.5 \text{ б})$$

де  $\omega = \frac{V_{c \max} - V_{c \min}}{V_0}$  - відношення максимальних змінюваних об'ємів просторів стиску і розширення;  $\varphi$  – кут фазового зсуву між максимальними об'ємами просторів розширення і стиску (рис.6);  $\tau = T_2/T_1$ .

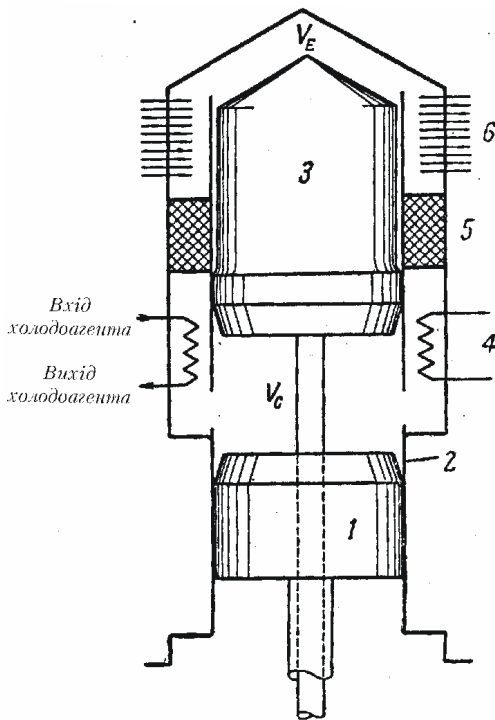


Рис. 5. Схема газовой холодильной машины "Філіпс" [3]: 1- головний поршень; 2 -циліндр; 3 - поршень-витіснювач; 4 -холодильник; 5 – регенератор; 6 -теплопередаюча поверхня.

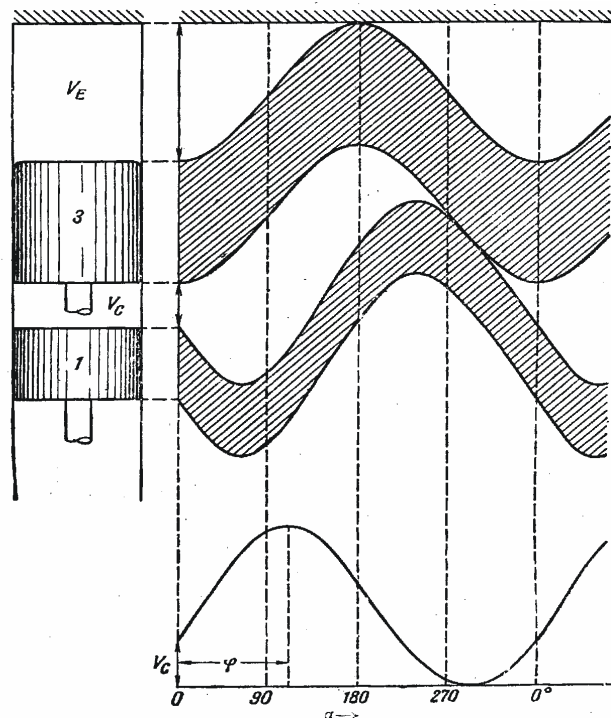


Рис. 6. Діаграма зміни об'ємів компресорного ( $V_C$ ) і детандерного ( $V_E$ ) просторів холодильної машини "Філіпс" в залежності від кута повороту колінчатого валу  $\alpha$ . Нижня крива відповідає зміні об'єму  $V_C$ .

Зауважимо, що оскільки введені параметри  $\delta$  і  $\theta$  однозначно визначаються вибором  $\tau$ ,  $\omega$  і  $\varphi$ , то  $Q_1$  може бути збільшено тільки шляхом збільшення середнього тиску  $p$  і об'єму  $V_0$ . Кількість теплоти, що поглинається, пропорційна до числа циклів, які здійснюються за одиницю часу. Вона визначається також і швидкістю обертання валу. У машині типу "Філіпс" вал здійснює 1440 об/хв.

Розглянемо відношення температур  $\tau=T_2/T_1$ . При простому адіабатичному розширенні, яке, наприклад, здійснюється в інших газових машинах, маємо:

$$\tau = \frac{T_2}{T_1} = r^{(\gamma-1)/\gamma}, \quad (1.6)$$

де  $r=p_2/p_1$  – ступінь стискання;  $\gamma=c_p/c_v$ ; а  $c_p$  і  $c_v$  – теплоємності газу відповідно при сталому тиску і сталому об'ємі.  $\gamma=3/5$  для одноатомного газу. Тому значення  $\tau$  не може бути більшим від  $r^{0,4}$ , тобто значення для одноатомних газів.

У машині “Філіпс” типу “детандер-компресор” зв'язок між  $\tau$  і  $r$  більш складний. У такому випадку вираз для  $r$  набуває вигляду:

$$r = \frac{p_{\text{макс.}}}{p_{\text{мін.}}} = \frac{1 + \delta}{1 - \delta} \quad (1.7)$$

і визначає параметр  $\delta$  при заданому значенні  $r$ . Загалом параметр  $\tau$  є функцією  $\delta$ ,  $\omega$  і  $\varphi$ . В описаній машині  $\tau=T_2/T_1 \approx 3,8$ , тоді як  $r \approx 2,2$ .

При однаковій з ідеальною машиною спожитій енергії холодопродуктивність реальної машини  $Q_d = Q \eta_{\text{відн.}}$ . Основними факторами, які призводять до відхилення від ідеального значення, є такі:

а) втрати в регенераторі. Хоча к.к.д. регенератора може бути високим (~99 %), його відхилення від 100% зумовлює як нижчу межу значень  $T_1$ , так і вищу межу значень  $\bar{p}$ , а відповідно, і значення  $Q_1$ ;

б) так звані “адіабатичні втрати”, зумовлені неізотермічністю стиску і розширення;

в) втрати на тертя, як на механічне, так і на гідравлічний опір у потоці газу;

г) втрати тепла через ізоляцію.

З урахуванням втрат відносно значення:  $\eta_{\text{відн.}}=0,3-0,4$  для  $T=70-80$  К.

### Будова та принцип дії кріогенної газової машини (КГМ)

Основними агрегатами КГМ, що забезпечують отримання низької температури є: компресор, гелієвий холодильник, регенератор, витіснювач і зріджувач, які виконані у вигляді одного герметичного агрегата, заповненого кріогентом – гелієм і змонтованого разом з електродвигуном на загальній плиті.

Гелій володіє нижчою температурою конденсації, ніж гази, для яких призначена машина. Крім того, гелій є інертним газом, що забезпечує безпеку експлуатації машини.

Процес зрідження газів здійснюється в зріджувачі у результаті безпосереднього контакту зріджуваного газу із холодною поверхнею стінок корпусу теплообмінника. Холод, необхідний для зрідження газів, отримується у верхній частині компресора, що дотикається до теплообмінника зріджувача, за рахунок періодичного розширення гелію у цьому об'ємі.



Процес «отримання холоду» побудований на принципі зниження температури попередньо стисненого і охолодженого в холодильнику і регенераторі гелію при його розширенні. Шляхом багаторазового повторення циклу стискання і розширення температура гелію досягає  $-200^{\circ}\text{C}$ . Стиснений газ віддає тепло кріогенту (гелію) через стінки корпусу теплообмінника і після конденсації стікає трубопроводом зріджувача.

Таким чином, в машині одночасно відбуваються два процеси: процес «отримання холоду» – внутрішній процес і процес конденсації газів – зовнішній процес.

Робота машини автоматично контролюється приладами керування за такими параметрами:

- розхід охолоджуваної рідини в системі охолодження;
- тиск масла в системі змащування;
- робочий тиск гелію у машині.

При виході будь-якого із цих параметрів за допустимі межі машина автоматично зупиняється.

#### Порядок виконання роботи

1. Ознайомитись з будовою зріджувальної установки ЗІФ-1001 (детальна схема установки подана в лабораторній роботі 2).
2. Вивчити порядок підготовки машини до роботи.
3. Ознайомитись з порядком увімкнення і роботи установки.
4. Вивчити порядок вимкнення установки.
5. Отримати зріджене повітря.
6. Виміряти температуру зрідженого повітря.
7. Користуючись діаграмою стану азот-кисень, поданою в лабораторній роботі 2, та за відомим складом повітря, визначити температуру кипіння рідкого повітря та порівняти з експериментально отриманим значенням.

#### Список використаних джерел

1. Справочник по физико-техническим основам криогеники. Под ред. М.П. Малкова. 3 изд. - М., 1985.
2. Уайт Г.К. Экспериментальная техника в физике низких температур. - М.: Физматгиз, 1961.— 231 с.
3. Архаров А.М., Марфенина И.В., Микулин Е.И. Теория и расчет криогенных систем. - Москва: «Машиностроение», 1978. - 415 с.
4. Веркин Б.И. и др. Методы получения и измерения низких и сверхнизких температур: Справочник / АН УССР, Физико-технический институт низких температур. - Киев: «Наукова думка», 1987. - 196 с.

## Лабораторна робота 2

### РОЗДІЛЕННЯ КРІОГЕННИХ ГАЗІВ НА ОСНОВІ ВИКОРИСТАННЯ ПРОЦЕСУ РОЗДІЛЕННЯ ЗРІДЖЕНОГО ПОВІТРЯ

Мета роботи. Вивчити принципи роботи, конструкцію холодильно-газової машини для одержання рідкого азоту ЗІФ-1001, ознайомитись з процесом розділення зрідженого повітря.

Прилади та матеріали: установка для одержання рідкого азоту ЗІФ-1001.

#### Теоретичні відомості

##### Фізичні основи процесу розділення рідкого повітря

Відомо багато способів розділення сумішей на складові частини: випаровування, конденсація, дефлегмація, ректифікація, абсорбція, адсорбція тощо. Усі ці методи в тій чи іншій мірі використовуються у кріогенній техніці, однак найширшого застосування набули процеси ректифікації і адсорбції.

Розглянемо коротко основні властивості бінарних розчинів, умови фазової рівноваги, рушійну силу процесу розділення, термодинамічний розрахунок процесу ректифікації сумішей і схеми найпростіших розділювальних апаратів.

Середовищем у розділювальних установках є різні газові суміші, такі як повітря, природний газ, нафтовий газ, газ синтезу аміаку тощо. Більшість сумішей містить багато компонент: повітря, наприклад, являє собою суміш газів, вказаних у табл. 1. Однак для спрощення розрахунку розділювальних апаратів замість багатокомпонентних сумішей іноді розглядають простіші системи, які складаються із двох, трьох або чотирьох компонентів. Так, основними компонентами повітря є азот і кисень (табл. 1), тому в низці випадків його умовно розглядають як бінарну систему, яка складається із 20,9 %  $O_2$  і 79,1%  $N_2$  з домішкою аргону. При точних розрахунках розділювальних апаратів і, звичайно, при отриманні з повітря аргону, азоту і кисню повітря розглядають як потрійну систему  $O_2$ -Ar- $N_2$ . Це тим більше необхідно, оскільки в окремих частинах апарату вміст аргону в суміші може досягати 15-20 %. При розрахунку апаратів для отримання криптонового концентрату розділювану суміш переважно розглядають як бінарну, яка складається із кисню і криптону, умовно відносячи до останнього ксенон.

Склад суміші переважно виражають молярними частками компонент. При розділенні газової суміші на складові частини потрібно затратити певну кількість енергії, яка залежить від виду процесу. Низькотемпературні методи розділення сумішей достатньо широко застосовують у промисловості, оскільки у багатьох випадках вони є економічнішими від інших способів. При цьому газову суміш необхідно попередньо охолодити, а в низці випадків і піддати зрідженню перед процесом розділення.

Склад сухого атмосферного повітря біля поверхні Землі

Компоненти	Вміст компоненти при нормальних умовах, $\text{см}^3/\text{м}^3$	Об'ємна частка, %	Масова частка, %
Азот $\text{N}_2$	780 870	78,087	75,52
Кисень $\text{O}_2$	209 500	20,95	23,15
Аргон Ar	9 300	0,93	1,282
Двоокис вуглецю $\text{CO}_2$	300	0,03	0,046
Неон Ne	18	$18 \cdot 10^{-4}$	$12,5 \cdot 10^{-4}$
Гелій He	5,24	$5,24 \cdot 10^{-4}$	$0,72 \cdot 10^{-4}$
Інші	6,76	$6,76 \cdot 10^{-4}$	$6,78 \cdot 10^{-4}$

Загалом хімічний потенціал газу залежить від температури, тиску і складу фаз. Для однієї і тієї ж компоненти в різних фазах він описується різними функціями складу, температури і тиску:

$$\mu'_i = \mu'_i(T', p', x_1, x_2, \dots, x_i, x_{n-1}); \quad (2.1)$$

$$\mu''_i = \mu''_i(T'', p'', y_1, y_2, \dots, y_i, y_{n-1}), \quad (2.2)$$

де штрих відноситься до рідкої фази, два штрихи – до газоподібної;  $n$  – число компонент;  $x_i, y_i$  – молярна частка  $i$ -ої компоненти відповідно в рідкій і газоподібній фазі.

Якщо при сталих значеннях  $T$  і  $p$  хімічні потенціали компоненти в різних фазах не рівні, то відбувається перехід речовини із фази з великим значенням хімічного потенціалу у фазу, де його значення менше. При цьому різниця значень хімічних потенціалів ( $\mu'_i - \mu''_i$ ) є рушійною силою процесу масообміну. Питомий дифузійний потік «низькокиплячої» компоненти, яка перейшла із рідкої фази у газоподібну через одиницю поверхні контакту в одиницю часу, можна визначити за формулою:

$$j = k_\mu (\mu'_i - \mu''_i), \quad (2.3)$$

де  $k_\mu$  - коефіцієнт швидкості масопередачі низькокиплячої компоненти.

### Процес ректифікації бінарної суміші

*Ректифікацією* називають процес тепло-і масообміну між потоками нерівноважних рідин і газу, що складаються з однакових компонентів і рухаються в протилежних напрямках в адіабатичному пристрої за сталого тиску. Метод ректифікації широко застосовують для промислового розділення газових сумішей в кріогенних установках. За його допомогою можна одержати низько- і високикипачі

компоненти з достатньо великим ступенем вилучення. Для втілення методу необхідно організувати рух нерівноважних пари  $G$  і рідини  $g$ , які складаються із однакових компонентів, і забезпечити достатню поверхню контакту між ними. При цьому в парі, яка зустрічається зі стікаючою рідиною, міститься більше “висококиплячої” компоненти кисню, ніж у рівноважній парі. Стікаючу в колоні рідину називають *флегмою*; відношення кількостей пари  $G$  і рідини  $g$ , які проходять через поперечний переріз колони, визначається *флегмовим співвідношенням*:

$$f = \frac{g}{G}. \quad (2.4)$$

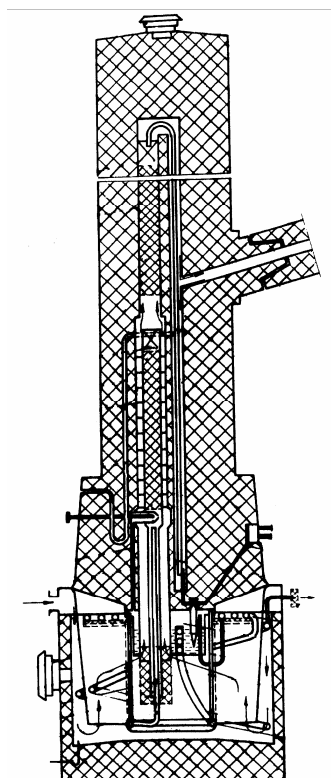


Рис.1. Схема азотної колони.

Для реалізації процесу необхідні пристрої з розвинутою поверхнею контакту між фазами. Такі пристрої називають *ректифікаційними колонами* (рис. 1).

Розглянемо процес ректифікації. Нехай до одного і того ж проміжного перерізу колони прибувають нерівноважні пара і рідина з різною температурою. При їхній взаємодії відбудуться процеси тепло- і масообміну в напрямку встановлення рівноваги. Температура початку конденсації суміші пари (азот+кисень) вища від температури початку кипіння рідкої суміші того ж складу. Це видно із діаграми (рис.2), побудованої для випадку розділення рідкого повітря на азот і кисень. Верхня гілка  $V$  діаграми являє собою так звану “лінію пари”, а нижня  $L$  – “лінію рідини”. Ці лінії відповідно характеризують залежність температури конденсації пари і температури кипіння від складу суміші. “Лінія пари” і “лінія рідини” перетинаються у точках, яким відповідає 100 % вміст у суміші однієї із складових її компонент. Аналіз діаграми свідчить, що у випадку рівноважного стану системи “рідина – пара” (який характеризується тим, що пара і рідина мають однакові тиск і температуру) у суміші парів буде міститись більше азоту, ніж у рідині (точки  $D$  і  $C$  на діаграмі).

З іншого боку, із діаграми видно, що кипляча рідина має нижчу температуру, ніж насичена пара того ж складу (точки  $A$  і  $B$  на діаграмі). Тому при змішуванні рідини і пари однакового складу буде відбуватися часткова конденсація пари на поверхні рідини і одночасно часткове випаровування рідини, причому пара буде збагачуватися азотом, а рідина – киснем. Очевидно, що рівноважний стан системи “рідина – пара” може бути досягнутий і у випадку різного складу рідкої суміші і суміші пари (точки  $E$  і  $F$  на діаграмі). Перехід такої системи із нерівноважного стану в рівноважний при вищій в порівнянні з рідиною температурі пари пов’язаний також

зі збагаченням рідини киснем, а пари над нею – азотом. Це явище і покладено в основу процесу розділення повітря в колоні на азот і кисень.

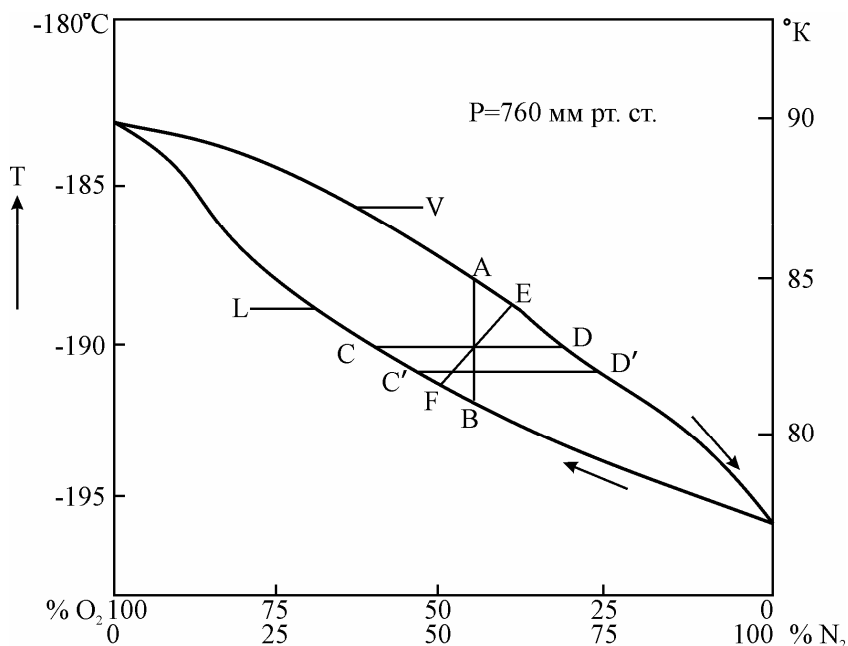


Рис.2. Діаграма стану азот-кисень

Азотна колона (рис.1) являє собою вертикальну циліндричну трубу, заповнену насадкою у вигляді невеликих сітчастих елементів сідлоподібної форми. Всередині колони підтримується перепад температур між верхньою (холодною) і нижньою (нагрітою) частинами насадки. Рідка суміш азоту і кисню стікає по насадці вниз. Назустріч потоку рідини піднімається пара, що складається із суміші азоту і кисню, які легко проходять через насадку. Конструкція насадки забезпечує тісний контакт стікаючої рідини з потоком пари, яка піднімається вгору. Внаслідок різниці температур, що підтримується між верхньою і нижньою частинами колони, температура рідкої суміші в потоці, який стікає зверху, буде дещо нижча від температури суміші парів, потік яких піднімається вгору колоною, в будь-якій частині колони. Цей протитічний рух взаємодіючих фаз (“рідина–пара”) супроводжується процесами теплообміну і масообміну, які в кожній частині колони протікають до моменту досягнення стану рівноваги. При цьому потік пари, який йде догори, неперервно збагачується більш летким (низькокиплячим) компонентом – азотом, а стікаючий потік рідини збагачується менш летким (висококиплячим) компонентом – киснем.

Пара, яка залишає певну частину насадки колони, рівноважна з рідиною, що стікає з тієї ж частини насадки колони. На наступній, розташованій вище, частині насадки пара знову взаємодіє з рідиною іншого складу до моменту досягнення з нею рівноваги. Така послідовна, багаторазово повторювана взаємодія потоків пари і рідини супроводжується неперервною і суттєвою зміною їхнього складу до моменту отримання продукту заданої чистоти.

У результаті розділення повітря у верхній частині колони концентрується суміш парів, збагачена легкою (низькокиплячою) компонентою – азотом (так званий “верхній продукт”), а в нижній частині накопичується рідина, збагачена менш легкою (висококиплячою) компонентою – киснем (так звана “кубова рідина” або “нижній продукт”). Пара азоту поступає у зріджувач кріогенної газової машини і конденсується. Частина рідкого азоту використовується для зрошення азотної колони, а решта рідкого азоту зливається як готовий продукт.

Рідкий кисень використовується для охолодження повітря, яке всмоктується в колону, при цьому кисень випаровується і відводиться в газоподібному стані в атмосферу.

### Опис принципової схеми роботи установки

Принципова схема установки для одержання рідкого азоту ЗІФ-1001 зображена на рис.3.

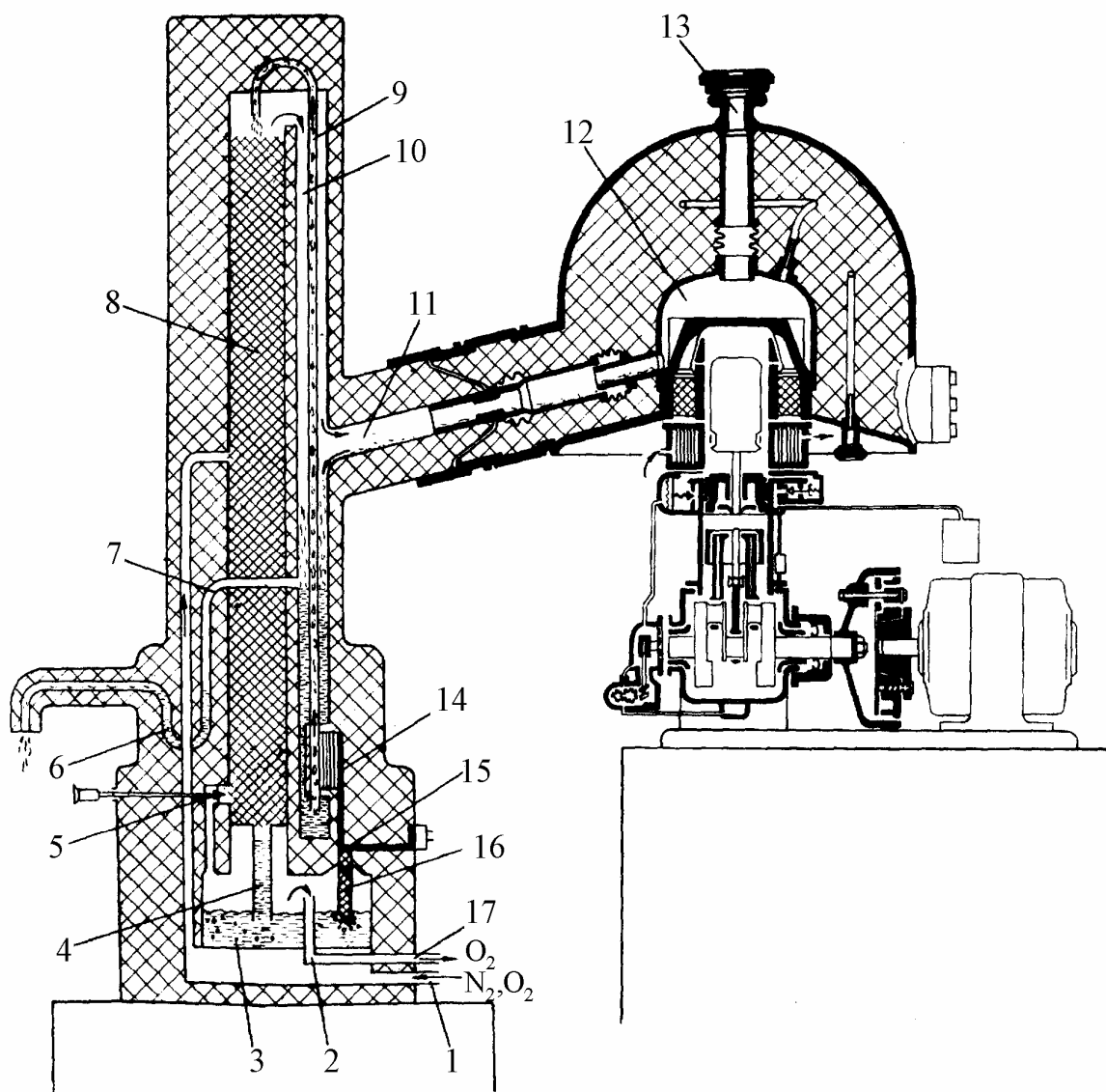


Рис.3. Принципова схема установки для одержання рідкого азоту ЗІФ-1001.

Атмосферне повітря, яке засмоктується в колону через повітряний клапан 1, поступає в теплообмінник–випаровувач 3, де охолоджується киснем, при цьому із повітря виморожується волога і вуглекислота. Рідкий кисень випаровується за рахунок тепла, яке віддається втягнутим повітрям. Частина пари кисню через клапан 5 поступає знову в колону, а решта пари змішанком 2 через випускний клапан 17 відводиться в атмосферу. Повітря, охолоджене і очищене від вологи і вуглекислоти, поступає в колону і, проходячи через насадку 8, розділюється на азот і кисень.

Пара азоту із верхньої частини колони через трубу 10 пароструменевого насоса і патрубок 11, який з'єднує колону зі зріджувачем криогенної газової машини, поступають в зріджувач і конденсуються. Рідкий азот патрубком 11 стікає в колону, де накопичується в нижній частині каналу 10 пароструменевого насоса. При досягненні рівня зливної труби 7 рідкий азот через гідравлічний затвор 6 зливається із колони. Частина рідкого азоту напірною трубою 9 пароструменевого насоса подається вгору в ролі флегми для зрошування колони. Рідкий кисень стікає вниз колоною і крізь гідравлічний затвор 4 потрапляє у випаровувач 3.

Конструкція колони передбачає автоматичне регулювання інтенсивності потоків атмосферного повітря, яке засмоктується в колону для подальшого розподілу на складові компоненти: газоподібний кисень, який відводиться в атмосферу і рідкий азот, який поступає зі зріджувача і розділяється на готовий продукт і флегму, яка служить для зрошування колони.

#### Система регулювання кількості відведеного в атмосферу газоподібного кисню

Частина пари кисню, яка утворюється у випаровувачі 3, направляється в колону, а решта пари відводиться в атмосферу. Для забезпечення автоматичного регулювання подачі необхідної кількості пари кисню в колону в її конструкції передбачені спеціальні пристрої: гідравлічний затвор 4, який перешкоджає проходженню пари кисню в колону поза клапаном 5; клапан 5, який дозволяє створити у випаровувачі тиск, що забезпечує автоматичне викидання надлишкової кількості пари кисню в атмосферу.

Кількість випаровуваного рідкого кисню у випаровувачі визначається кількістю теплоти, яка віддається атмосферним повітрям. Довільна зміна кількості повітря, яке поступає в колону, автоматично викликає пропорційну зміну кількості кисню, який відводиться у вигляді пари в атмосферу.

Це означає, що відношення об'ємів поступаючого в колону атмосферного повітря і пари кисню, яка викидається в атмосферу, практично залишається незмінним.

Як правило, клапан 5 регулюється таким чином, що об'єм пари кисню, яка викидається в атмосферу, становить не менше 25 % від об'єму засмоктуваного в колону атмосферного повітря. Оскільки кисень займає приблизно 22% повітря за об'ємом, у парі кисню, що відводиться з колони, буде міститися небагато азоту. Таке невелике перевищення об'єму кисню, який викидається в атмосферу із колони, гарантує чистоту одержуваного рідкого азоту.

Простота системи регулювання тиску пари кисню у випаровувачі полегшує експлуатацію і догляд за установкою в умовах значних коливань відносної вологості навколишнього середовища, наростання шарів снігу і вуглекислоти на трубах теплообмінника і зміни умов роботи криогенної газової машини.

#### Порядок виконання роботи

1. Ознайомитись з будовою розділювальної установки ЗІФ-1001.
2. Вивчити порядок підготовки машини до роботи.
3. Ознайомитися з порядком увімкнення і роботи установки.
4. Вивчити порядок вимкнення установки.
5. Провести процес розділення зрідженого повітря.
6. Переконайтесь у реалізації процесу розділення зрідженого повітря на рідкий азот (вимірявши його температуру) та на газоподібний кисень (переконавшись у його виділенні з колони розділювальної машини).

#### Список використаних джерел

1. Справочник по физико-техническим основам криогеники. Под ред. М.П. Малкова. 3 изд. - М., 1985.
2. Уайт Г.К. Экспериментальная техника в физике низких температур. - М.: Физматгиз, 1961.— 231 с.
3. Архаров А.М., Марфенина И.В., Микулин Е.И. Теория и расчет криогенных систем. - Москва: «Машиностроение», 1978.-415 с.
4. Веркин Б.И. и др. Методы получения и измерения низких и сверхнизких температур: Справочник / АН УССР, Физико-технический институт низких температур. - Киев: «Наукова думка», 1987. - 196 с.



## Лабораторна робота 3

### ВИВЧЕННЯ РОБОТИ АЗОТНИХ І ГЕЛІЄВИХ КРІОСТАТІВ ТА НИЗЬКОТЕМПЕРАТУРНОЇ СИСТЕМИ УТРЕКС

Мета роботи. Вивчити принципи роботи, конструкцію азотних та гелієвих кріостатів, ознайомитися з методами вимірювання при низьких температурах.

Прилади та матеріали: Кріостат азотний, кріостат гелієвий, посудини Дьюара, кріостатна система УТРЕКС.

#### Теоретичні відомості

Кріостатна система розхідного типу УТРЕКС призначена для кріостатування робочих елементів кріоприладів у температурному діапазоні 4,2-300 К з точністю стабілізації температури в будь-якій довільно обраній точці температурного діапазону не гірше від 0,01 К. Кріостатна система побудована на основі уніфікованої системи терморегулювання і стабілізації температури базового азотного чи гелієвого кріостата.

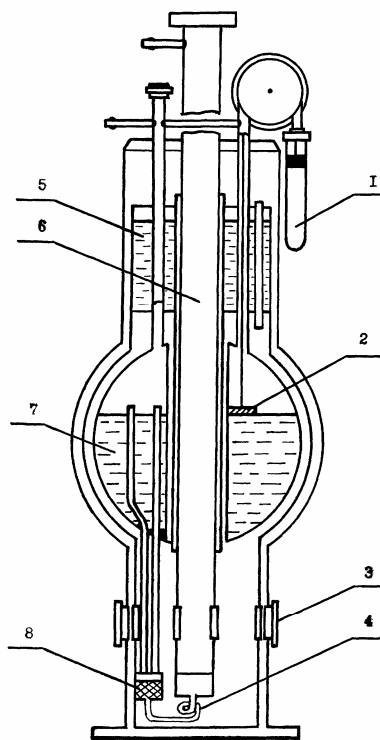


Рис.1 Азотний кріостат.

#### Азотний кріостат

Схема азотного кріостата із позначенням основних вузлів наведена на рис.1, де: 1 – індикаторний пристрій; 2 – поплавець механічного показника рівня рідкого азоту; 3 – вікно кріостата; 4 – змійовик для кріоносія; 5, 7 – баки для кріоносія; 6 – робоча камера термостатування; 8 – нагрівач.

У процесі кріостатування система забезпечує дослідження у діапазоні температур 4,2-300 К без зміни датчика температури. Датчик температури системи терморегулювання – термопара "сплав Злж 999-мідь" - володіє радіаційною стійкістю.

#### Гелієвий кріостат

Кріостат складається з двох основних частин - уніфікованої і спеціальної. Уніфікована частина служить для живлення термостатованої робочої камери кріоносієм. Наведений нижче опис стосується кріостата для оптичних і спектральних досліджень в області довжин хвиль 0,2-2 мкм. Відповідна схема зображена на рис.2.

У вакуумній порожнині кріостата, обмеженій зовнішніми стінками змонтовані такі вузли:

1) Вузол радіаційних екранів (зовнішній 2-1 і внутрішній 2-2), який охолоджується рідким азотом, захищає деталі кріостата, що мають температуру, нижчу від 77 К, від випромінювального теплообміну із зовнішніми теплими вузлами і трубою підвісу (2-3) робочої камери (2-4). В азотному баці (2-5), на який монтується радіаційні екрани, змонтований кріонасос (2-6).

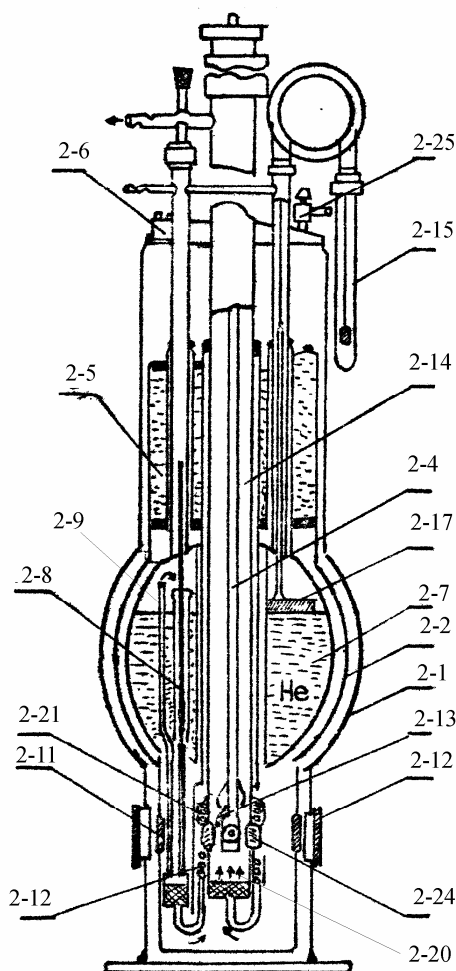


Рис.2 Схема терморегульованого гелієвого кріостата для оптичних досліджень.

крізь змійовик (2-12), напаяний на стінку камери, надходить у розсіювач (2-20), змонтований у дні камери і входить у робочу камеру. На зовнішню поверхню змійовика накладений нагрівач (2-21). Робоча камера оснащена спеціальними вікнами (2-24) із плавленого кварцу чи сапфіру. Вікна є прозорими для вакуумного ультрафіолету у діапазоні температур 0,3-400 К.

Зовні кріостата є відкачний патрубок (2-25) із запірним вентилям, що призначений для приєднання форвакуумного насоса при вакуумуванні порожнини кріостата.

2) Вузол системи живлення робочої камери (2-4) кріоносієм складається з бака (2-7), усередині якого є два забірних пристрої, один із яких має отвір у нижній частині, що перекривається голчастим вентилям (2-8), другий має отвір на верхньому кінці трубки (2-9). Відвід кріоносія у вигляді рідини з нижньої частини бака при відкритому вентилям (2-8) необхідний при роботі на низьких температурних рівнях робочої камери, чи при великому тепло-віділенні зразка. Відвід кріоносія у вигляді пари (крізь отвір (2-9) при закритому вентилям (2-8)) дозволяє одержати вищий ступінь стабілізації температури в робочій камері. У гелієвому баці встановлений поплавець (2-17) механічного показника рівня рідкого гелію. Блок (2-18) і індикаторний пристрій (2-19) змонтовані ззовні кріостата.

3) Вузол робочої камери (2-4) являє собою теплообмінний пристрій, призначений для надання потоку кріоносія необхідних температурних характеристик з метою підтримування у робочій камері заданого режиму. Кріоносієм проходить

### Клапан сталого тиску (моностат)

Клапан сталого тиску призначений для підтримування сталого надлишкового тиску в баці з рідким гелієм. Схематична будова клапана показана на рис. 3. Регулюючий елемент клапана - пружна гумова мембрана (3-1), розтягнута між увігнутими поверхнями дисків (3-2, 3-3). У залежності від величини тиску в гелієвому баці (2-7) та опорному балоні (3-4) гумова мембрана може перекривати чи відкривати пропускні отвори (3-5) в диску (3-3), регулюючи тим самим випуск газу з бака (2-7) і підтримуючи у ньому тиск, близький за значенням до опорного.

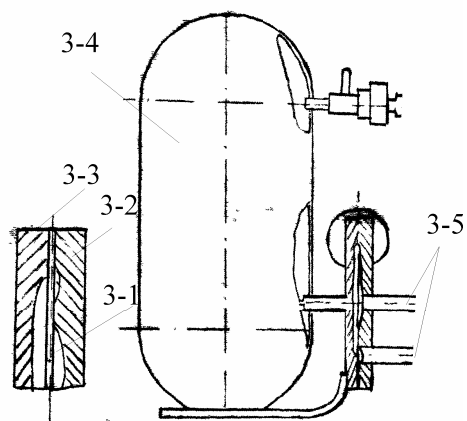


Рис.3 Схема будови клапана сталого тиску (моностата).

### Регулятор витрат

Регулятор витрат призначений для регулювання потоку кріоносія, що проходить через робочу камеру кріостата. Конструкція регулятора дозволяє:

а) виконувати ручне регулювання витрат гелію, грубо задавати температурний рівень термостатування робочої камери;

б) виконувати автоматичне регулювання витрат, стабілізувати температурний режим робочої камери. Схема регулятора показана на рис.4.

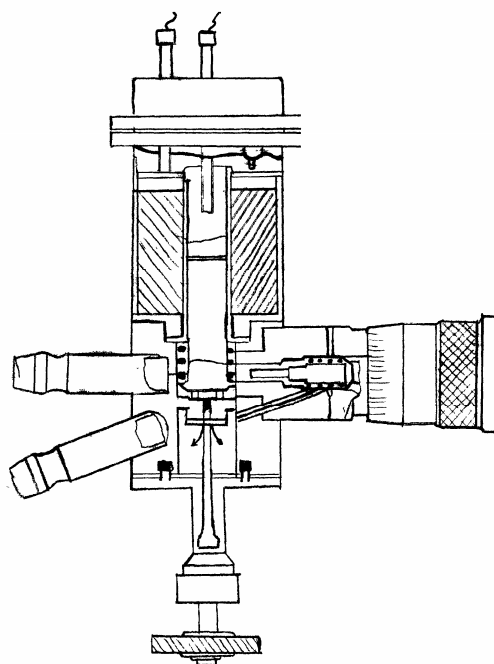


Рис.4. Схема електромагнітного та ручного клапана регулювання швидкості потоку газоподібного гелію в кріостаті.

### Тримач зразка

Тримач зразка призначений для установки зразка в робочій камері кріостата і забезпечує проведення з ним низки маніпуляцій, необхідних для оптичних і спектральних досліджень кристалів у поляризованому світлі. Він дає змогу:

а) орієнтувати зразок щодо площини поляризації світла;

б) здійснювати вертикальне переміщення зразка;

в) здійснювати кутове переміщення зразка щодо світлового пучка.

Тримач має вводи для термопари, що використовується для вимірювання температури кріоносія у робочій камері.

Для транспортування і зберігання рідкого гелію використовується посудина Дьюара.

### Посудина Дьюара. Технічний опис

Посудина Дьюара (рис.5) складається із чотирьох мідних куль, змонтованих (із проміжками) одна в одній.

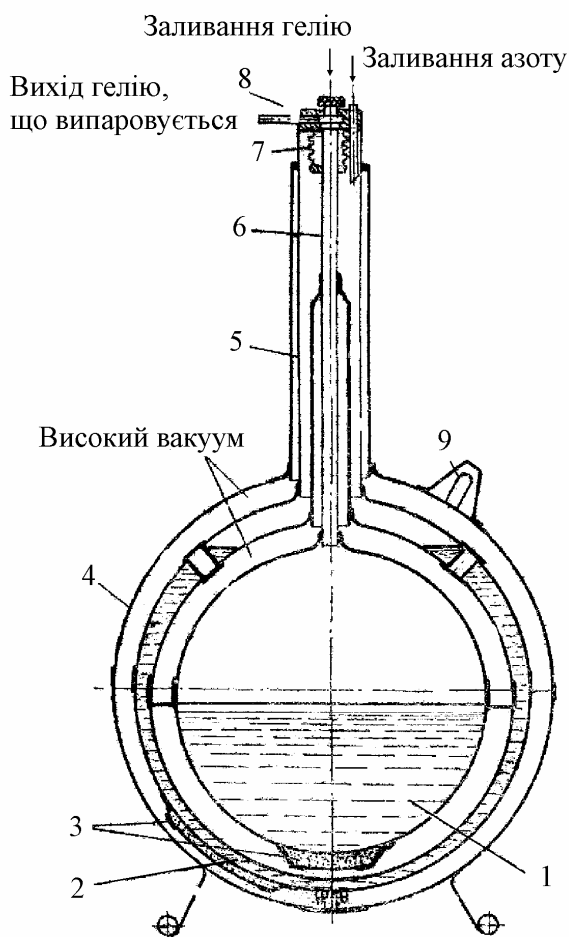


Рис.5. Конструктивна схема посудини Дьюара СД-10Г: 1 - куля для гелію, 2 - азотна ванна, 3 - адсорбент, 4 - зовнішній корпус, 5 - труба підвіски ванни, 6 - труба підвіски кулі з гелієм, 7 - сильфон, 8 - кришка, 9 - штуцер для вакуумування.

Внутрішня куля є робочою ємністю для гелію, зовнішня - для рідкого азоту, який захищає рідкий гелій від притоку тепла від навколишнього середовища за рахунок випромінювання. Передача тепла конвекцією усувається створенням між зовнішнім кожухом і внутрішньою кулею високого вакууму.

Крім того, для зменшення випаровування холодоагентів труби-підвіски гелієвого об'єму і азотної ванни зроблені тонкостінними і з малотеплопровідного матеріалу, а поверхні куль з боку вакуумного простору ретельно відполіровані.

У верхній кришці посудини є:

- а) центральний отвір, який служить для наливання рідкого гелію або водню;
- б) бокова трубка для виходу гелію, що випаровується;
- в) трубка для заливання рідкого азоту;
- г) три отвори для виходу азоту, що випаровується.

Заливний отвір в кришці посудини обладнано корком з гумовим ущільненням.

### Експлуатація посудини Дьюара

Посудина Дьюара може бути використана для зберігання і перевезення лише для того зрідженого газу, для якого вона призначена і випробувана. Забороняється заливати у робочу ємність посудини інші рідини, окрім рідкого гелію.

У посудині не повинно бути жодних сторонніх предметів. У випадку їх наявності і неможливості видалення посудина повинна бути відремонтована.

*1. Підготовка посудини до роботи* (рис. 6). Гелієвий об'єм посудини відкачується форвакуумним насосом, після чого заповнюється газоподібним технічним гелієм із масляного газгольдера об'ємом 40-50 л з ціною поділки вказівної шкали 1 л. Заповнення газгольдера гелієм проводиться зі сталюого балона через газовий редуктор. Після заповнення посудини гелієм і помітки рівня газгольдера за його шкалою в азотну ванну посудини заливається рідкий азот в кількості 4,5 л. Приєднана до газгольдера посудина витримується у наповненому стані 12-18 год. Протягом цього часу рівень газгольдера повинен рівномірно знижуватися зі швидкістю, приблизно рівною 1 л/год, що є наслідком охолодження внутрішньої кулі випромінюванням від азотної ванни. Помітка рівня за шкалою газгольдера може проводитися кожні дві години. На протязі доби рівень газгольдера при якісній посудині знижується на 18-20 л.

Обмерзання зовнішнього кожуха посудини або швидке падіння рівня газгольдера вказує на відсутність вакууму в ізоляційній просторі або інші дефекти виготовлення, наприклад: наявність контакту між зовнішньою кулею і азотною ванною, відсутність ретельного полірування поверхонь куль з боку вакуумного простору тощо. У цьому випадку посудина повинна відправлятися на ремонт.

*2. Заливання посудини рідким гелієм.* Заливання відбувається тільки у відремонтовану, попередньо заповнену азотом і охолоджену згідно з п. 1, посудину.

Необхідно мати на увазі, що заливання гелію можна розпочинати не раніше, ніж через шість годин після заливання рідкого азоту у ванну. Зріджений газ заливається за допомогою спеціальної трубки. При цьому трубка одним кінцем вставляється в отвір для заливання гелію, а іншим – приєднується до зливного вентиля зріджувача.

При заливанні не слід створювати в посудині тиску, вищого від 100-120 мм рт.ст.

При всіх операціях з приєднання посудини необхідно прийняти заходи щодо запобігання потрапляння повітря в гелієвий простір посудини, а також звести до мінімуму втрати гелію в атмосферу.

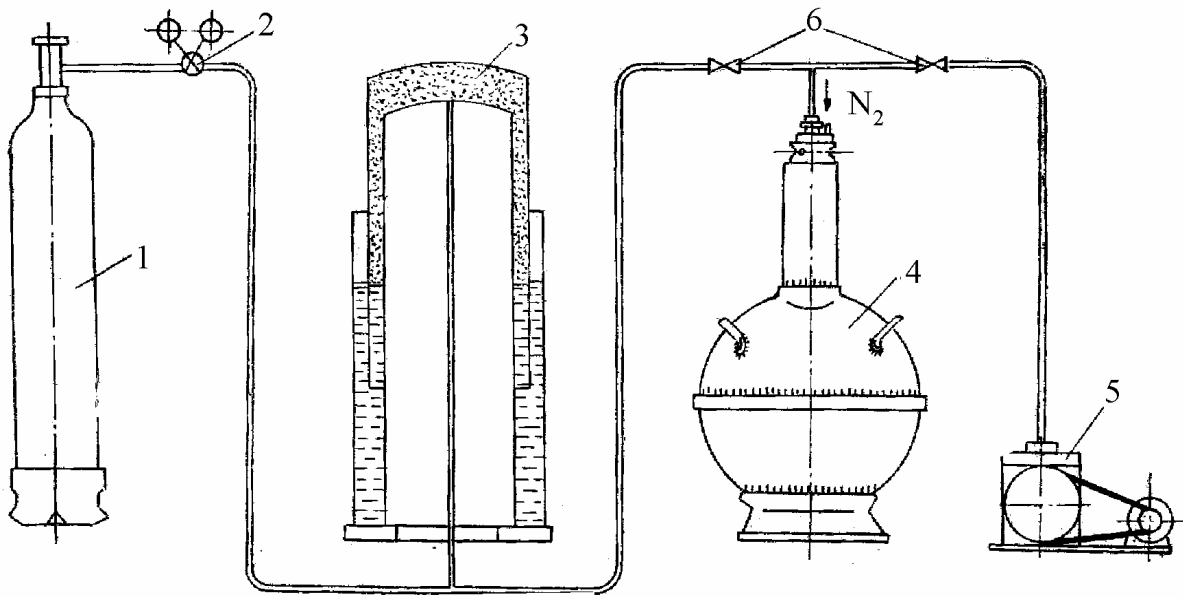


Рис.6. Схема підготовки посудини Дьюара до роботи: 1-балон з технічним газом, 2-газовий редуктор, 3-масляний газгольдер об'ємом 40-50 л, 4 -посудина-Дьюара СД-10Г, 5-форвакуумний насос, 6 - вентилі або зажими.

3. *Переливання гелію із посудини в кріостат.* Кріостат перед заливанням повинен бути відкачаний, перевірений на щільність (герметичність), заповнений чистим газоподібним гелієм і, за необхідності, охолоджений рідким азотом.

Необхідність попереднього охолодження рідким азотом визначається конструкцією гелієвого кріостату. Скляний кріостат заливається гелієм після охолодження його азотом на протязі двох годин.

Гелій із посудини Дьюара переливається за допомогою металічного сифону. Переливання скляним сифоном не дозволяється, оскільки у випадку його поломки важко звільнитися від скалок.

Для переливання посудину 1 з гелієм і кріостат 2 встановлюється поруч, так щоб було зручно вставляти і виймати сифон 3. Складання схеми, зображеної на рис. 7, проводиться без переливного сифону; вентилі  $V_1$  і  $V_2$  залишаються відкритими.

Переливний сифон 3 вставляється таким чином:

- а) закривається вентиль  $V_1$ ;
- б) виймається корок, що закриває заливний отвір посудини 1, і замість нього вставляється довгий кінець сифона на глибину 350-400 мм. В цьому положенні сифон витримується 1-2 хв, щоб дати можливість охолонути;
- в) прикривається вентиль  $V_2$  так, щоб при відкриванні заливного отвору кріостата 2 не було великих втрат гелію із мережі в атмосферу;
- г) сифон опускається донизу з одночасним введенням його в кріостат;
- д) ущільнюється місце виходу сифона із кріостата і з посудини;
- е) відкривається вентиль  $V_2$ .

У випадку підвищення при цих операціях тиску в посудині вище від 100 мм рт. ст. залишок газу скидається в мережу через вентиль  $B_1$ .

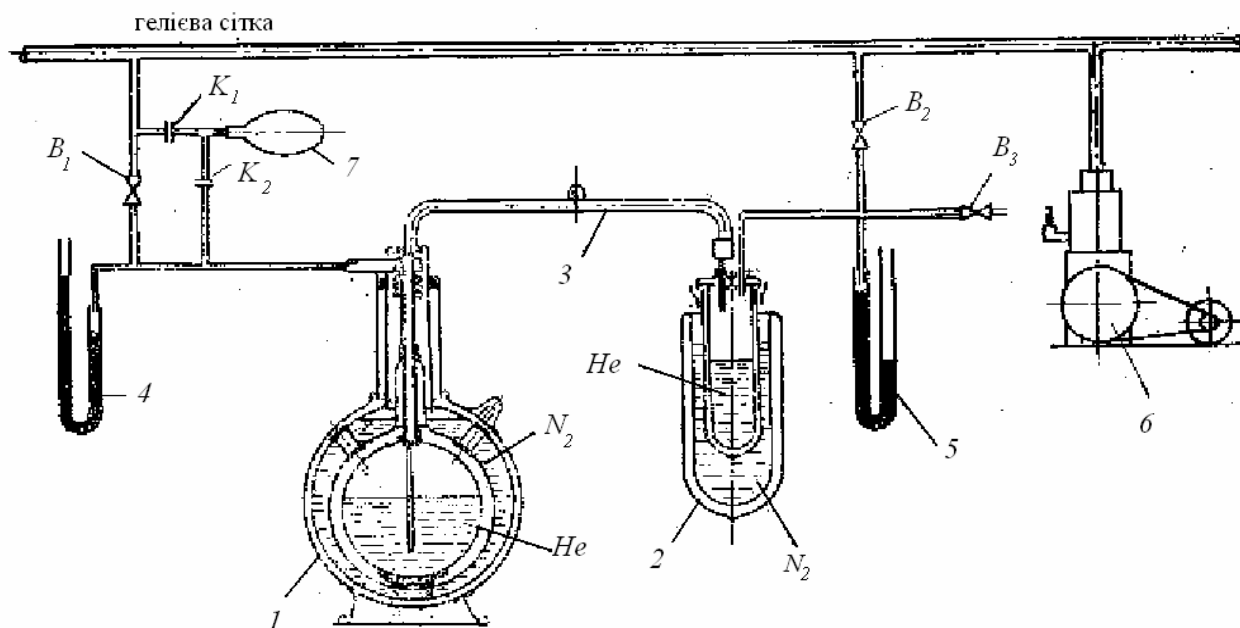


Рис.7. Схема переливання гелію із посудини в кріостат: 1-посудина Дьюара СД-10Г; 2-гелієвий кріостат;3-металевий сифон; 4,5-ртутні манометри; 6-вакуумний насос; 7-гумова камера;  $B_1$ ,  $B_2$ ,  $B_3$ -вентилі або крани;  $K_1$ ,  $K_2$ -зажими.

Подальше пересифонення рідкого гелію із посудини Дьюара в кріостат може проводитися двома способами:

1. Створення в посудині 1 надлишкового тиску до 100-140 мм рт.ст. за допомогою гумової камери 7, яка для цієї мети наповнюється із мережі гелієм через зажим  $K_1$ , а потім цей газ перетискається у посудину Дьюара через зажим  $K_2$  (при закритих зажимі  $K_1$  і вентилі  $B_1$ ). Створений тиск контролюється за манометром 4.

Відкриття вентиля на переливному сифоні 3 регулюється так, щоб в кріостаті 2 тиск, що вимірюється манометром 5, не перевищував 100 мм рт.ст;

2. Створенням у кріостаті розрідження 50-100 мм рт.ст. за допомогою вакуумного насоса 6. Необхідне розрідження підтримується за допомогою вентилів  $B_2$  і  $B_3$  і величиною відкриття заливного вентиля на сифоні. Після закінчення заливання скидається тиск з посудини 1 (через вентиль  $B_1$ ), кріостат 2 з'єднується з мережею (через вентиль  $B_2$ ), виймається сифон 3, а отвір, через який входив сифон, закривається корком.

Якщо, не дивлячись на виконання всіх вказаних вище правил, рідина по сифону 3 не переливається, то основними причинами цього можуть бути :

а) недостатня кількість рідини в посудині 1 (залишок рідини в кількості 1 л – зливається із затрудненням);

б) забита внутрішня прохідна трубка сифону 3 або прохідний переріз вентиля. У цьому випадку сифон потрібно витягнути, відігріти, просушити теплим повітрям і перевірити на прохідність перед новим його зануренням в посудину з гелієм.

## Порядок виконання роботи

1. Відкачати вакуумні порожнини кріостата і переливалок для рідкого азоту і гелію з використанням форвакуумного насосу до вакууму  $1 \cdot 10^{-3}$  мм. рт. ст.
2. Приєднати кріостат до системи збору гелію і продути газоподібним гелієм робочі порожнини кріостата з метою усунення вологи.
3. Перевірити кріостатну систему на герметичність у такому порядку:
  - а) створити тиск у системі, який перевищує на 20-30 мм. вод. ст. тиск у магістралі збору гелію;
  - б) ізолювати систему від магістралі і простежити за водяним манометром за зміною тиску в кріостатній системі;
  - в) система вважається придатною до роботи, якщо втрати гелію не перевищують 5 мм водяного стовпа/годину;
4. Залити рідкий азот.
5. Витримати систему до охолодження кріостата не менш двох годин.
6. Приєднати посудину з рідким гелієм до кріостата і за допомогою гумового м'яча зробити заливку гелієвого бачка рідким гелієм.
7. Після закінчення заливки від'єднати посудину і провести термостатування робочої камери кріостата згідно з вказівками в інструкції до УТРЕКС.

## Список використаних джерел

1. АН УССР «Криостатная система УТРЕКС», Київ, 1978
2. Уайт Г.К. Экспериментальная техника в физике низких температур. - М.: Физматгиз, 1961.— 231 с.
3. Скотт Р.Е. Техника низких температур, “Из-во иностр. литературы”, 1962.
4. В.Г. Фастовський “Криогенная техника”, М., “Энергия”, 1967.
5. Орлова М.П. и др. Низкотемпературная термометрия. Учебное пособие для вузов / Орлова М.П., Погорелова О.Ф., Улыбин С.А. - М.: «Энергоиздат», 1987. – 278 с.
6. Регулятор температуры УТРЕКС К 43 // Руководство по эксплуатации.- К.: Институт физики НАН Украины, 2005. — 25 с.



## Лабораторна робота 4

### ГРАДУЮВАННЯ ТЕРМОДАТЧИКІВ В ОБЛАСТІ НИЗЬКИХ ТЕМПЕРАТУР

Мета роботи. Вивчити принципи роботи системи кріостатування, конструкцію диференціальних термопар та напівпровідникових термометрів опору, ознайомитися з методами вимірювання низьких температур.

Прилади та матеріали: Кріостат азотний, кріостат гелієвий, посудини Дьюара, термопара ЖЛЗ –999, германієвий термометр опору, додаткові пристрої та матеріали.

#### Теоретичні відомості

Вимірювання температур у лабораторній кріогенній техніці здійснюється різними приладами та пристроями, дія яких ґрунтується на тому чи іншому фізичному явищі. Розглянемо деякі з них.

##### 1. Газовий термометр.

У газовому термометрі вимірюється тиск, створений відповідною кількістю газу при сталому об'ємі. Найпростіший газовий термометр складається з колби, з'єднаної капіляром з манометром. Система вакуумується і заповнюється робочою речовиною (гелієм, азотом). Градуюючи термометр побудовою залежності тиску газу від температури та вимірюючи тиск газу при сталому об'ємі, можна здійснювати реєстрацію температури середовища в діапазоні до температури зрідження газу.

##### 2. Конденсаційний термометр.

Конденсаційний термометр складається з колби, з'єднаної з манометром і заповненої під тиском робочою речовиною, що конденсується при визначеній температурі фазового переходу газ-рідина. Як робочі речовини низькотемпературних конденсаційних термометрів можуть використовуватися такі гази: кисень, азот, аргон, неон, водень, гелій тощо. З допомогою такого термометра можна прямо, без додаткового градуювання визначати температуру середовища.

##### 3. Термопари.

Термопари широко використовуються в кріогенній техніці в досить широкому діапазоні низьких температур. Провідники з різних матеріалів зварюються між собою, а їхні вільні кінці приєднуються до приладу для вимірювання термоелектрорушійної сили. Звичайно використовуються диференціальні термопари, що мають два спаї.

Один спай термопари поміщається в середовище, температура якого вимірюється, а «нульовий» кінець термопари - в середовище, щодо якого проводяться вимірювання. На практиці звичайно прийнято вимірювати різницю термо е.р.с. двох сплавів. Наприклад, у випадку, показаному на рис.1, спаї двох різних металів  $A$  і  $B$  знаходяться при температурах  $T_1$  і  $T_2$ . Різниця термо-е.р.с., що виникає на спаях термопари, слугує термометричним індикатором різниці температур  $\Delta T = T_1 - T_2$ .

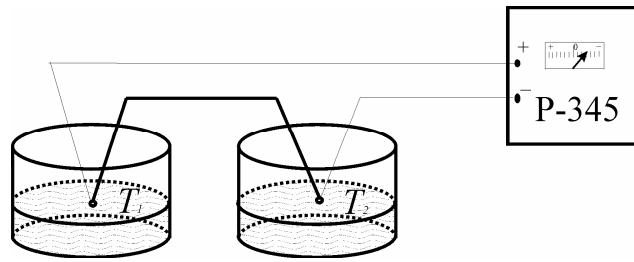


Рис.1. Схема установки для градування термопари.

На рис. 2 у вигляді графіків залежності термо-е.р.с. від температури наведені характеристики диференціальних термопар, а саме: термопари мідь-константан, термопари залізо+золото-мідь. З цих графіків видно, що диференціальний коефіцієнт термопари Au+Fe – Cu на порядок перевищує аналогічний для термопари мідь-константан.

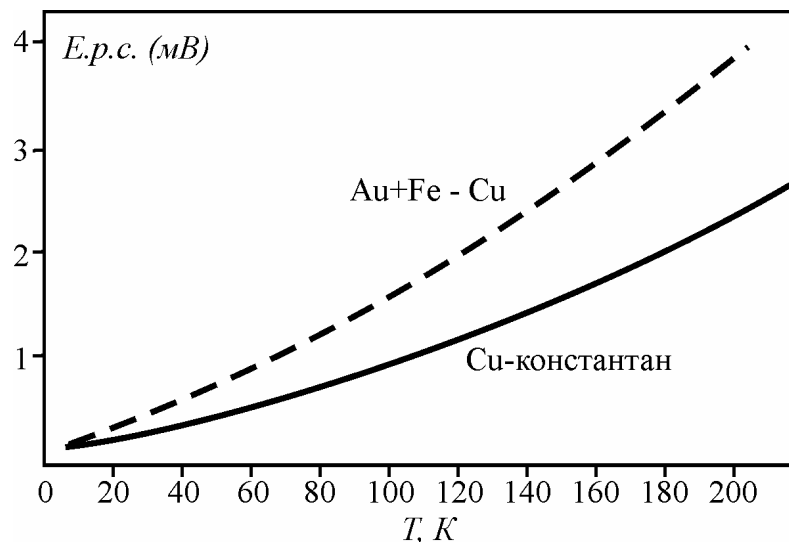


Рис.2. Криві градування типових промислових термопар

#### 4. Термометри опору.

Залежність питомого опору напівпровідників від температури демонструє рис.5. При високих температурах у напівпровідниках проявляється так звана власна провідність, зв'язана з переходом електронів з валентної зони в зону провідності. Провідність є функцією числа носіїв заряду і їхньої рухливості. Можна показати, що в області низьких температур провідність обумовлена присутністю домішок, які можуть бути двох типів. Одні віддають електрони, здатні перейти через енергетичну щілину  $E_g$  в зону провідності (донорні домішки), а інші захоплюють електрони валентної зони, переводячи їх через щілину  $E_g$  і залишаючи дірки у валентній зоні (акцепторні домішки). Таким чином, у залежності від надлишку того чи іншого типу домішки провідність при низьких температурах може бути або  $n$ -типу (носії струму - електрони) або  $p$ -типу (носії струму — дірки).

У цих двох випадках опір напівпровідника в залежності від температури описується співвідношенням:

$$R = R_0 \cdot \exp\left(\frac{E_g}{kT}\right), \quad (4.1)$$

Експериментальний хід такої залежності в області низьких температур наведений на рис.3.

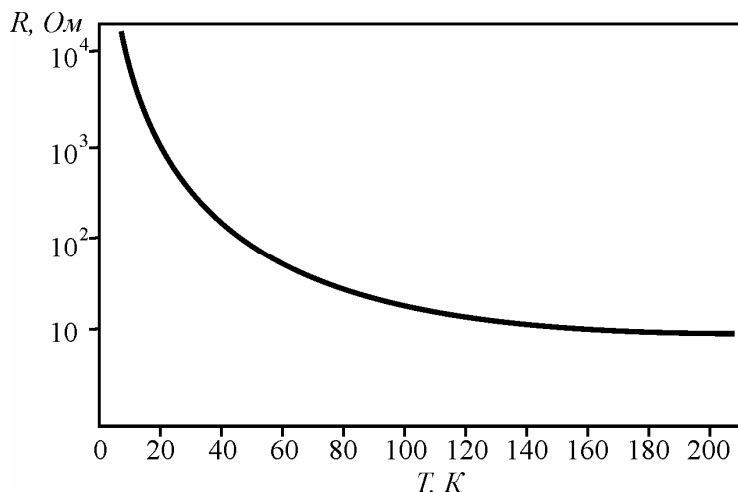


Рис.3 Температурна залежність опору вугільного термометра.

Пристрої для вимірювання температури, принцип дії яких ґрунтується на залежності електричного опору металів, сплавів і напівпровідників від температури, набули широкого використання. Це, зокрема, стосується термоопорів з чистих металів, наприклад, платини, міді, золота. Металічні термоопори конструктивно являють собою металевий дріт чи стрічку, намотані на твердий каркас з електроізолюючого матеріалу (наприклад, кварц). Термоопори працюють у комплекті

з мостами вимірювальними, потенціометрами, шкали яких градуйовані безпосередньо в температурній шкалі. За допомогою високоточних термоопорів, проводяться точні вимірювання температури та градування інших термометрів у діапазоні 10-1000 К.

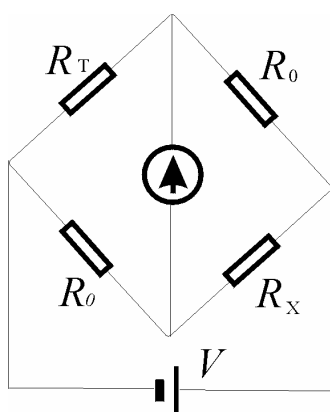


Рис. 4. Мостова схема вимірювання температури з допомогою напівпровідникового термометра опору.

Напівпровідникові термоопори (на основі германію, кремнію, арсеніду галію) застосовуються для вимірювання низьких температур в діапазоні 0,5-100 К. При температурах, вищих від 100 К, застосування напівпровідникових термоопорів обмежене через температурний шум і нестабільності, що

спостерігаються вище від температури Дебая. Схема підключення такого термометра зображена на рис. 4.

## Порядок виконання роботи

### Підготовка кріостата до роботи:

1. Провести відкачування вакуумної порожнини кріостата форвакуумним насосом через запірний вентиль.
2. Ввести у кріостат тримач зразків і переливалку. Ущільнити місця з'єднань.
3. Промити газоподібним гелієм усі порожнини кріостата і приєднані до них конструкції системи.
4. Перевірити якість ущільнень гелієвих порожнин і комунікацій системи, для чого підняти в системі тиск газу за допомогою гумового м'яча (закривши при цьому вентиль магістрального збору гелію) до 1000 мм вод. стовпа. Ущільнення вважається нормальним якщо падіння тиску у системі водяного манометра на протязі 10 хвилин не перевищує 2 мм.
5. Підключити систему до магістралі збору гелію.
6. Охолодження кріостата здійснюється при заповненні рідким азотом азотного бака і наступної витримки кріостата протягом 2 годин.
7. Приєднати до кріостата переносну посудину Дьюара з рідким гелієм. Місце стикування переливалок ущільнити гумовою муфтою.
8. Перекрити ручним затискачем шланг, що веде від посудини до магістралі збору гелію і натискаючи на гумовий балон, підняти тиск пари гелію в посудині Дьюара.
9. У процесі надходження рідкого гелію в бак стежити за противагою, знявши затискач, як тільки противага торкнеться дна візирної трубки покажчика рівня.
10. Посудину Дьюара з гелієм від'єднують від кріостата, заглушивши при цьому вільні кінці переливалок.
11. Витягнути з кріостата переливалку гелію й установити на її місце шток запірною пристрою.
12. Запобіжні заходи при заливанні гелію в кріостаті:
  - а) Забороняється робити відкачування вакуумної порожнини кріостата, якщо останній вже охолоджений чи недостатньо прогрівся після попереднього заливання.
  - б) Категорично забороняється робити заохолодження кріостата при наявності вологи у робочій камері.

### Градування термомпери «Сплав ЗлЖ-999-мідь»:

1. Вставити опорний кінець термомпери в патрубок виходу газоподібного гелію з гелієвого бачка кріостата.
2. Опустити до упору в дно бачка запірний пристрій разом з опорним кінцем термомпери.

3. Приєднати виходи диференціальної термопари до клем вимірювального компенсаційного моста Р-345.
4. Помістити тримач зразка в посудину з рідким азотом, після чого зробити виміри е.р.с. термопари за показниками компенсаційного моста Р-345.
5. Помістити тримач зразка в посудину з рідким спиртом. Охолодити спирт за допомогою рідкого азоту до температури фазового переходу рідина-тверде тіло. У момент затвердіння спирту зробити вимір е.р.с. термопари.
6. Аналогічні вимірювання провести для скипидару, суміші льоду з водою та інших речовин.
7. Результати вимірювань занести у таблицю.
8. Побудувати залежність е.р.с. термопари як функцію температури для вимірюваного діапазону температур.
9. Розрахувати диференціальний коефіцієнт термо-е.р.с.

*Таблиця*

1	Тип вимірювань	Спиртовий термометр	Суміш лід – вода	Ацетон	Спирт етиловий	Рідкий кисень	Рідкий азот	Рідкий гелій
2	Температура плавл. (твер.)	300-200 К	273,1К	177,8 К	158,5К	90,1 К	77,3 К	4,2 К
3	Термо-е.р.с. (мкВ)							
4	Термопір (Ом)							

#### Список використаних джерел

1. Кожевников И. Г., Новицкий Л. Л: Теплофизические свойства материалов при низких температурах : Справочник.- М. : Машиностроение, 1982.- 328 с.
2. Кошелев П. Ф. Механические свойства сплавов для криогенной техники: Справ. пособие.- М. : Машиностроение, 1971.- 367 с.
3. Логвиненко С.П., Россошанский О.А., Потупчик А.Е. Термометры для низких температур // ПТЭ.- 1976.- № 6.- С. 238.
4. Малков М.П., Данилов И.Г., Зельдович А.Г. и др. Справочник по физико-техническим основам криогеники.- М. : Энергия, 1973.- 392 с.
5. Зиновьева К. Н., Зарубин Л. И., Немиш И. Ю. и др. Полупроводниковые термометры сопротивления для интервала 300—0,3 К. // ПТЭ.- 1979.- № 3.- С. 214-216.
6. Регулятор температуры УТРЕКС К 43 // Руководство по эксплуатации.- К.: Институт физики НАН Украины, 2005. - 25 с.

## Лабораторна робота 5

# ВИЗНАЧЕННЯ ЕНЕРГІЇ ЗВ'ЯЗКУ ТА СЕРІАЛЬНОЇ ЗАКОНОМІРНОСТІ ЕКСИТОНА ЗА НИЗЬКОТЕМПЕРАТУРНИМ СПЕКТРОМ ПОГЛИНАННЯ

Мета роботи: ознайомлення з методикою дослідження спектрів поглинання при низьких температурах; отримання спектру екситонного поглинання (відбивання); дослідження температурної залежності екситонних смуг поглинання кристалічного напівпровідника та розрахунок енергії зв'язку і ефективного борівського радіуса екситона та спектральних характеристик екситонної смуги поглинання.

Прилади: автоматизований спектральний комплекс типу СДЛ-2 або комплекс на основі спектрографа ДФС-13 з джерелом випромінювання неперервного спектру; тонкі монокристали напівпровідників, поляризатори, низькотемпературна криостатна система УТРЕКС.

### Теоретичні відомості

#### Екситони Ваньє

##### 1. Трьохмірний (ізотропний) випадок.

Трьохмірний екситон Ваньє – електрон-діркова пара зі сферичною симетрією. Тому загальну задачу обчислення його рівнів енергії і хвильових функцій у граничному випадку, коли характерна віддаль між електроном і діркою набагато більша від сталих ґратки, можна звести до задачі руху квазічастинки в наближенні ефективної маси. Тоді рівняння руху стає водневоподібним рівнянням у середовищі, що характеризується певною діелектричною проникністю кристалу.

У звичайній одночастинковій зонній теорії найнижчий збуджений стан напівпровідника є парою електрон-дірка, що складається з електрона поблизу абсолютного мінімуму порожньої зони провідності і дірки поблизу абсолютного максимуму заповненої валентної зони. Зв'язані вони силами кулонівської взаємодії. У загальному вигляді рівняння Шредінґера для воднеподібної системи електрон-дірка матиме вигляд:

$$\left(\frac{\hbar^2 \nabla_e^2}{2m_e} + \frac{\hbar^2 \nabla_h^2}{2m_h} - \frac{e^2}{\varepsilon \cdot r_{eh}}\right) \Psi = E \Psi, \quad (5.1)$$

де:  $r_{eh} = |r_e - r_h|$  - радіус-вектор електрон-діркової пари. Тепер, якщо відшукати хвильову функцію у вигляді суперпозиції двох функцій типу:

$$\Psi(r) = e^{ikr} \cdot \Phi(r), \quad (5.2)$$

та врахувати рух екситона як цілого з ефективною масою  $\mu = m_e m_h / (m_e + m_h)$ , рівняння руху набуде вигляду:

$$\left(\frac{p^2}{2\mu} - \frac{e^2}{\varepsilon \cdot r}\right) \Phi(r) = \left[E - \frac{\hbar^2 k^2}{2(m_e + m_h)}\right] \Phi(r). \quad (5.3)$$

Розв'язком рівняння (5.3) є хвильові функції воднеподібної частинки (екситону) з ефективним зарядом  $-e/\epsilon r$ . Енергетичні стани екситона задовільняють вираз:

$$h\nu = E_g - \frac{\mu \cdot e^4}{2h^2 \epsilon^2} \cdot \frac{1}{n^2} + \frac{\hbar^2 k^2}{2(m_e + m_h)} \quad (5.4)$$

В цьому рівнянні  $\frac{\hbar^2 k^2}{2(m_e + m_h)}$  - кінетична енергія зв'язаної електрон-діркової пари, а  $R = \frac{\mu \cdot e^4}{2h^2 \epsilon^2} \cdot \frac{1}{n^2}$  - енергія зв'язку екситону (екситонний ридберг).

На рис.1 показано типовий екситонний спектр напівпровідникового кристалу.

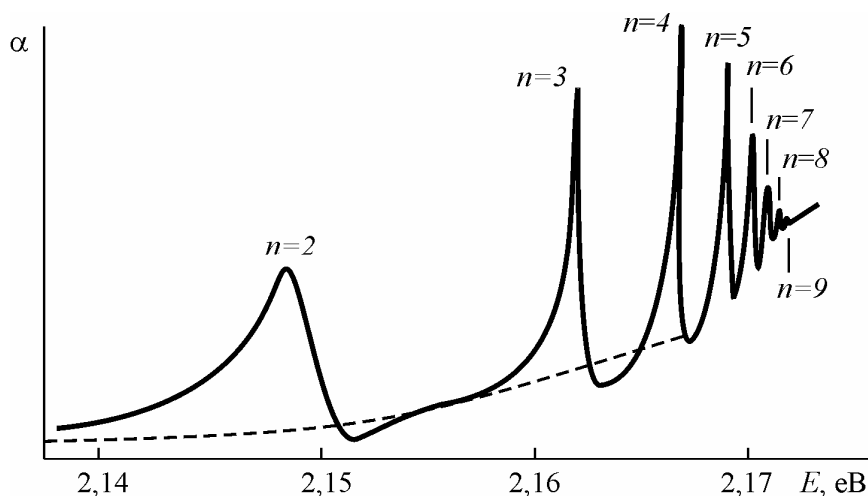


Рис.1 Спектр поглинання кристалу  $Cu_2O$  в області екситонних резонансів (перехід в стан з  $n=1$  заборонений правилами відбору).

Практично відсутність першого члена серії означає, що перехід з основного рівня кристалу  $Cu_2O$  на перший екситонний рівень має дуже малу імовірність, тобто квадрат дипольного моменту фотопереходу і відповідно сила осцилятора переходу дорівнюють нулю. Силу осцилятора дозволеного переходу в екситонний стан можна описати рівнянням Еліотта:

$$f = \frac{\mu \cdot c}{2\pi^2 e^2 \hbar n_0} \cdot \frac{1}{n^3} \cdot \int_{-\infty}^{\infty} \alpha(E) dE \quad (5.5)$$

де:  $\int_{-\infty}^{\infty} \alpha(E) dE$  - інтегральна інтенсивність екситонної смуги поглинання (площа під кривою смуги поглинання).

Енергія екситонного збудження в кристалі зосереджена в інтервалі з розміром, який має назву *борівського екситонного радіуса*. Борівський радіус трьохмірного (ізотропного) екситону Ваньє можна записати так:

$$a = \frac{\hbar^2 \cdot \epsilon \cdot n^2}{\mu \cdot e^2} \quad (5.6)$$

де  $n$  – головне квантове число (номер екситонної орбіти).

2. Квазідвобірний (анізотропний) випадок екситону Ваньє.

Ця модель задовільно описує поведінку екстинного газу у шаруватих напівпровідникових кристалах. Її характерним атрибутом є закон збіжності, що задовольняє співвідношення:

$$h\nu = E_g - \frac{R}{(n+1/2)^2} + \frac{\hbar^2 k^2}{2(m_e + m_h)}, \quad (5.7)$$

З рівняння випливає існування енергії зв'язку основного екситонного стану, яка у 4 рази перевищує відповідне значення  $E_{екс}$  у тривимірних екситонах. Іншою властивістю двовимірної моделі є співвідношення між силами осциляторів переходів в екситонні стани з різним  $n$ :

$$\frac{f_{n=1}}{f_{n=2}} = \frac{1}{(n + \frac{1}{2})^3} = \frac{1}{27} \quad (5.8)$$

В основі моделі лежить припущення, що хвильові функції екситону локалізовані в межах шарового пакету, тобто екситон рухається тільки в межах шарового пакету. Тому екситон у шаруватому кристалі повинен одночасно володіти властивостями двовимірного збудження і нейтральної хвилі збудження в кристалі, тобто в цьому випадку екситону повинні одночасно бути притаманні як закон збіжності (5.7), так і давидовське розщеплення, якщо в елементарну комірку входять декілька трансляційно-нееквівалентних пакетів.

Поряд з цією моделлю багато дослідників для інтерпретації експериментальних результатів користалися і моделлю ізотропного екситона Ваньє, тобто передбачалося, що екситон являє собою зв'язану силами кулонівської взаємодії електрон-діркову пару, локалізовану в порівняно великій області кристала і має сферичну симетрію. Закон збіжності екситонної серії задовольняє співвідношенню (5.5).

Виявляється, що для шаруватих напівпровідників більш реальною є модель тривимірного екситона з урахуванням фактора анізотропії. Розв'язок рівняння Шредінгера в наближенні ефективних мас для екситона в анізотропному кристалі дає власні значення енергії, що залежать від параметра анізотропії. Параметр анізотропії  $\gamma$  записують у вигляді:

$$\gamma = \frac{\mu_{\perp} \cdot \varepsilon_{\perp}}{\mu_{\parallel} \cdot \varepsilon_{\parallel}}, \quad (5.9)$$

де:  $\mu_{\perp}$ ,  $\mu_{\parallel}$ ,  $\varepsilon_{\perp}$ ,  $\varepsilon_{\parallel}$  - приведені маси екситона і діелектричні сталі в напрямку відповідно паралельному та перпендикулярному до шарів кристала.

Стала Рідберга і ефективний радіус екситона записується у вигляді:

$$R = \frac{\mu_{\perp} \cdot e^4}{2\hbar^2 \varepsilon_{\perp} \varepsilon_{\parallel}}, \quad a = \frac{\hbar^2 (\varepsilon_{\perp} \cdot \varepsilon_{\parallel})^{\frac{1}{2}}}{\mu_{\perp} \cdot e^2} \quad (5.10)$$



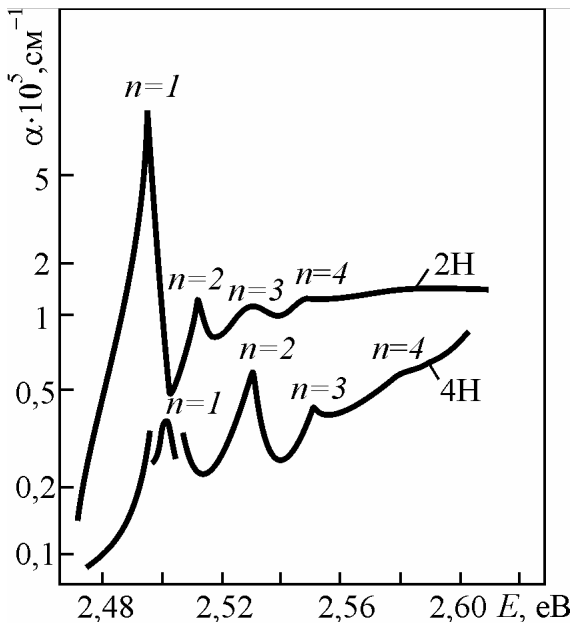


Рис.2. Низькотемпературний (4,2 К) спектр екситонного поглинання кристала дийодиду свинцю.

Приклад такого типу збуджень демонструє спектр поглинання шаруватого напівпровідника  $PbI_2$  (рис. 2.). Параметри екситону для шаруватих кристалів, розраховані на основі моделі тривимірного анізотропного екситона і наведені в табл. 5.1, добре узгоджуються з експериментальними даними з дослідження екситонного поглинання.

Наявні теоретичні моделі та експериментальні результати дозволяють при виконанні лабораторної роботи зробити висновок про реалізацію в досліджуваних кристалах тривимірних ізотропних чи анізотропних екситонів Ваньє.

Таблиця 5.1

Основні параметри екситонних станів у шаруватих кристалах.

кристал	$a_{екс}$ (Å)	$h\nu_{екс}$ (eV)	$R$ (eV)	$\mu_{\perp}$ ( $m_e$ )	$\mu_{\parallel}$ ( $m_e$ )	$\gamma$
GaSe	50,1	2,109	0,0163	0,93	0,93	$0,50 \pm 0,02$
GaTe		1,785	0,028			
InSe	96,4	1,338	0,0145	0,04	0,04	$0,54 \pm 0,02$
$PbI_2$	14	2,498	0,123			
$HgI_2$	25	2339	0,166	0,35	0,35	$0,76 \pm 0,02$

### Методика експерименту

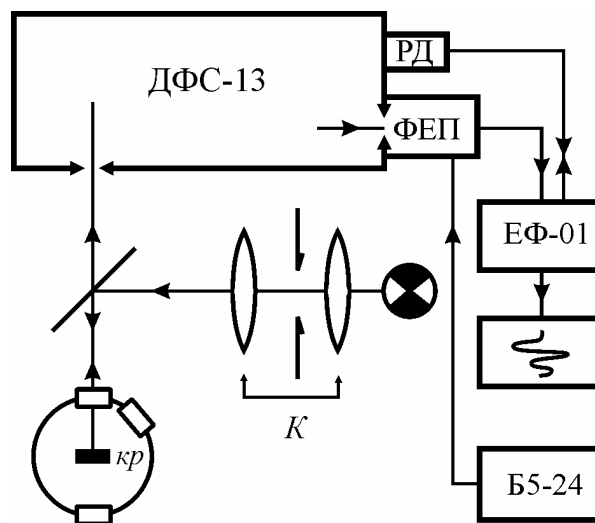


Рис. 3. Схема установки для вимірювання екситонних спектрів відбивання та поглинання.

Вимірювання спектрів поглинання та відбивання проводиться на установці, схема якої зображена на рис.3. Пучок світла, що нормально падає на кристал, проходить, або відбивається від кристала і потрапляє на вхідну щілину спектрографа ДФС-13. Його реєстрація здійснюється з допомогою фотоелектричної системи. Кількісні оцінки коефіцієнта відбивання світла виконуються за порівняльною методикою з використання еталонного кварцового клина.

### Порядок виконання роботи

1. Ознайомитися з будовою та принципом роботи спектральної установки.
2. Вивчити принцип роботи всіх приладів, що входять у систему живлення і фотоелектричної реєстрації сигналу.
3. Перевірити роботу системи УТРЕКС.
4. Провести заливку рідкого азоту і гелію в кріостат і вивести систему на робочий режим.
5. Провести сколювання і встановлення зразка для досліджень в кристалотримач.
6. За допомогою фотоелектричної системи виміряти інтенсивність світла, що пройшло через досліджуваний зразок, як функцію довжини хвилі і відповідно енергії електромагнітного випромінювання.
7. Виміряти інтенсивність світла, що падає на кристал (без зразка).
8. Вимірювання за пунктами 6 і 7 зробити для декількох фіксованих температур.
9. З допомогою вимірювального приладу ИКВ-1 або за інтерференційною методикою провести вимірювання товщини зразка.
10. З використанням формули Бугера (6.8) (лаб. роб. 6) обчислити і побудувати графіки залежностей  $\alpha(h\nu)$ , за якими розрахувати  $\frac{\partial E_{\text{екс}}}{\partial T}$  та  $\frac{\partial H_{\text{екс}}}{\partial T}$ .
11. Використовуючи рівняння (5.4), (5.5), (5.10) розрахувати енергію зв'язку екситона, радіус борівської орбіти, силу осцилятора переходу.

### Список використаних джерел

1. Рашба Э.И. Экситоны –М.: Наука,1985.- 616 с.
2. Нокс Р. Теория экситонов.- М. : Мир, 1966.— 216 с.
3. Давыдов А. С. Теория твердого тела.— М. : Наука, 1976.— 676 с.
4. Харрисон У. Электронная структура и свойства твердых тел. Т.1.- М.:Мир, 1983.- 381 с.
5. Бродин М.С., Блонский И.В. Экситонные процессы в слоистых кристаллах.-К.: Наукова думка, 1986.-255 с.
6. Агранович В.М. Теория экситонов.-М.: Наука, 1968.-384 с.

## Лабораторна робота 6

### ПЕРЕВІРКА ПРАВИЛА УРБАХА ЗА ТЕМПЕРАТУРНОЮ ЗАЛЕЖНІСТЮ КРАЮ ПОГЛИНАННЯ ПРЯМОЗОННОГО НАПІВПРОВІДНИКА

Мета роботи: ознайомлення з методикою дослідження спектрів поглинання при низьких температурах, вимірювання температурної залежності краю поглинання кристалічного напівпровідника та перевірка виконання правила Урбаха для прямих зона-зонних фотопереходів.

Прилади та матеріали: спектрофотометр, спектрограф або монохроматор з джерелом випромінювання неперервного спектру. Монокристали напівпровідників, поляризатори, низькотемпературна криостатна система УТРЕКС.

#### Теоретичні відомості

Під час розгляду енергетичних зон у кристалічному напівпровіднику зручно використовувати просту одновимірну схему (рис.1). У підзонах валентної зони знаходяться валентні електрони, енергії яких відрізняється на дуже малі значення  $\sim 10^{-22}$  еВ. Ширина валентної зони досягає кількох електрон-вольтів. Зона може бути заповнена повністю або частково.

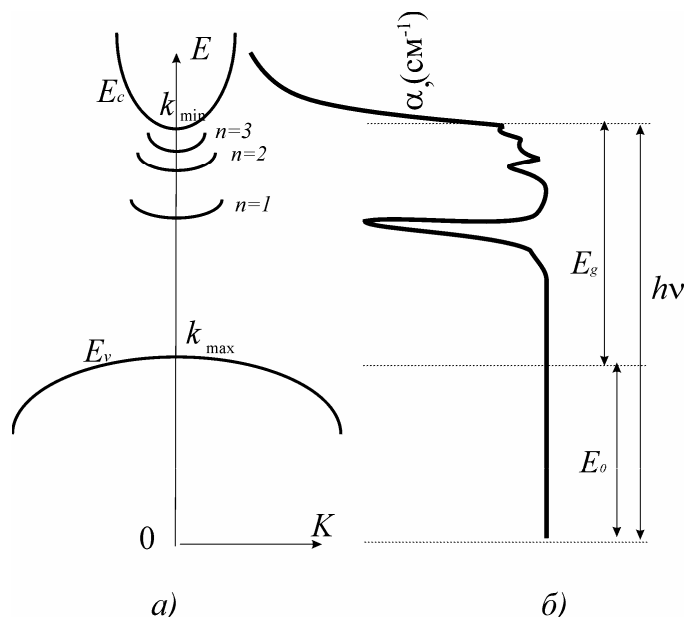


Рис. 1. Схема енергетичних рівнів та вигляд серіальної закономірності спектра поглинання екситонів Ванье.

Вище стелі валентної зони знаходиться порожня зона дозволених значень енергії електронів, перехід в яку відбувається через проміжок заборонених значень енергії, що називається *забороненою зоною*. У забороненій зоні електронів нема. Ширина забороненої зони може змінюватись від часток електрон-вольта до кількох електрон-

вольтів. Якщо всередині енергетичної зони є незаповнені рівні, електрони можуть вільно переходити з одного рівня на інший, оскільки різниця енергії рівнів в межах зони твердого тіла мала. Перехід електрона в сусідню енергетичну зону можливий лише за умови, що ці дві сусідні енергетичні зони перекриваються і в одній з них є незайняті енергетичні рівні. Якщо енергетичні зони не перекриваються і розділені забороненою зоною шириною кілька електронвольтів, то можливі міжзонні переходи електронів, як прямі ( $k_{min}=k_{max}$ ), так і непрямі ( $k_{min}=k_{max} + k_{фон}$ ) з участю фононів ( $k$  - позначення хвильового вектора частинки).

Ширина забороненої зони  $E_g$  є одним з критеріїв, за якими тверді тіла поділяють на провідники (метали), напівпровідники або діелектрики. У металах верхня енергетична зона частково заповнена електронами і є зоною провідності. У провідниках повністю заповнена валентна зона перекривається з сусідньою незаповненою зоною провідності, куди легко переходять електрони із заповненої валентної зони. У напівпровідниках валентна зона відділена від зони провідності вузькою забороненою зоною шириною від десятих часток електронвольта до приблизно 3 еВ. За шириною забороненої зони близько 3 еВ і більше тверді тіла зачисляють до класу діелектриків (наприклад, лужно-галоїдні кристали, кварц, сегнетоелектрики та ін.).

Власне поглинання в напівпровіднику обумовлене переходами електронів з валентної зони в зону провідності. Фотопереходи, що відповідають краю поглинання, розподіляють на дипольно дозволені та заборонені, на прямі та непрямі. Для прямих дозволених фотопереходів при  $\Delta k = k_{min} - k_{max} = 0$  квадрат дипольного моменту  $P_{ik}$  фотопереходу не дорівнює нулю, а для прямих заборонених  $|P_{ik}|^2 = 0$ . Для прямих дозволених фотопереходів при виконанні умови  $k_{min} = k_{max}$  можна записати рівняння:

$$h\nu = E_0 + E_g, \quad (6.1)$$

де  $E_g$  - ширина забороненої зони,  $E_0$  - енергія вершини валентної зони.

Коефіцієнт поглинання світла при прямих дозволених фотопереходах можна представити рівняннями:

$$\alpha(\nu) = A \cdot (h\nu - E_g)^{\frac{1}{2}} \quad \text{в області } h\nu > E_g, \quad (6.2)$$

$$\alpha(\nu) = 0 \quad \text{в області } h\nu < E_g, \quad (6.3)$$

де  $A$  - незалежна від частоти константа, значення якої визначають емпірично для кожного конкретного кристала.

Якщо мінімум зони провідності і максимум валентної зони розташовані при різних значеннях, то в таких випадках можливі не лише прямі («вертикальні») переходи з  $k_{min} = k_{max}$ , а і непрямі переходи з  $\Delta k = k_{min} - k_{max} \neq 0$ . Для непрямих зона-зонних переходів коефіцієнт поглинання можна записати у вигляді:

$$\alpha(\nu) = A \cdot (h\nu - E_g \pm \hbar\omega_\phi)^2, \quad (6.4)$$

де  $\hbar\omega_\phi$  - енергія фонона. Отже, непрямі зона-зонні переходи - це переходи за участю фононів.

### Правило Урбаха

Добре відомо [1], що довгохвильове крило екситонної смуги поглинання цілої низки кристалів, що відрізняються між собою як природою хімічного зв'язку, так і типом структури, підлягає одній спільній емпіричній закономірності, що отримала назву правила Урбаха. Згідно з цим правилом, коефіцієнт поглинання  $\alpha$  на довгохвильовому крилі задовільно описується виразом:

$$\alpha = \alpha_0 \exp\left\{\frac{\sigma(T)}{k_B T}(\hbar\omega - E_0)\right\}, \quad (6.5)$$

де:  $\alpha_0$  і  $E_0$  - параметри так званої фокальної точки, яка отримується при апроксимації краю поглинання речовини для різних температур;  $\hbar\omega = h\nu$  - енергія кванта;  $\sigma(T)$ - величина, що характеризує розмиття краю поглинання.

$$\sigma(T) = \sigma_0 \frac{2k_B T}{\hbar\omega_\phi} \operatorname{th} \frac{\hbar\omega_\phi}{2k_B T}, \quad (6.6)$$

де  $\sigma_0$  – параметр, обернено пропорційний до сили екситон-фононої взаємодії  $\Lambda$  ( $\sigma_0 = 2/3 \times \Lambda$ ),  $\hbar\omega_\phi$  - енергія ефективного фонона, що бере участь у формуванні краю поглинання. Незвичайність цього результату полягає у тому, що описуваний виразами (6.5) і (6.6) експоненціальний спад коефіцієнта власного поглинання світла припадає на той спектральний діапазон, для якого, згідно з зонною теорією екситонів, реальні стани не повинні існувати. Виникає питання про природу поглинання світла в області таких заборонених значень енергії (у деяких кристалах урбахівський край поглинання охоплює область кількох сотень  $\text{см}^{-1}$ ).

Досліджуючи температурну залежність фундаментального краю поглинання кристалічного напівпровідника можна здійснити перевірку виконання правила Урбаха і визначити відповідні константи, оцінивши силу електрон- (екситон)-фононої взаємодії.

### Методика експериментальної роботи

#### 1. Підготовка зразків.

Для дослідження спектрів поглинання використовуються зразки різних товщин. Визначення товщини зразків при  $d > 10$  мкм проводиться за допомогою оптиметра ИКВ-1 з точністю 1 мкм, а товщини тонких  $d < 10$  мкм зразків можна визначати за інтерференційною картиною в області прозорості з точністю 0,05 мкм. Вимірювання положення інтерференційних максимумів можна здійснювати з точністю до 0,5 Å; показника заломлення - з точністю до третього знаку після коми.

Розрахунок товщини зразка можна провести за співвідношенням:

$$d = \frac{\lambda_1 \cdot \lambda_2}{2 \cdot n \cdot \Delta\lambda_{1,2}}. \quad (6.7)$$

Описана вище методика підготовки зразків дає можливість проводити якісні і кількісні дослідження спектрів поглинання кристалів.

## 2. Методика визначення оптичних констант і обліку можливих похибок.

У зв'язку з тим, що робота присвячена як якісному, так і кількісному аналізу спектрів поглинання напівпровідникових кристалів, необхідно розглянути питання методики визначення коефіцієнта поглинання для тонких плоскопаралельних монокристалів, а також врахування можливих похибок при розрахунку величини коефіцієнта поглинання. У загальному випадку поглинання світла в кристалі описується законом Ламберта-Бугера:

$$I = I_0 \cdot \exp\{-\alpha(h\nu) \cdot d\}, \quad (6.8)$$

де  $d$  - товщина зразка,  $\alpha(h\nu)$  - спектральний розподіл коефіцієнта поглинання.

При врахуванні багаторазового відбивання світла в кристалі співвідношення (6.8) можна записати у виді:

$$I = I_0 \frac{(1-R)^2}{e^{+\alpha d} - R^2 \cdot e^{-\alpha d}}, \quad (6.9)$$

де:  $R=I_r/I_0$  - коефіцієнт відбивання світла в області прозорості кристала без врахування дисперсії показника заломлення;  $I_r$  - інтенсивність відбитого від кристала світла,  $I_0$  - інтенсивність світла, що падає на кристал. Зі співвідношення (6.9) можна отримати вираз для коефіцієнта поглинання з урахуванням відбивання світла від передньої грані кристала:

$$\alpha = \frac{1}{d} \cdot \ln \left[ \frac{(1-R)^2}{T} + \sqrt{\frac{(1-R)^2}{2T} + R^2} \right], \quad (6.10)$$

де:  $T=I/I_0$  – коефіцієнт пропускання кристала.

За малих значень  $R$  та великих значень коефіцієнта поглинання вираз (6.10) можна переписати у вигляді:

$$\alpha = \frac{1}{d} \cdot \ln \frac{(1-R)^2}{T}. \quad (6.11)$$

Таким чином, реальний розрахунок коефіцієнта поглинання в області краю фундаментального поглинання смуг можна виконувати за співвідношенням (6.11).

## 3. Установка для дослідження спектрів низькотемпературного поглинання.

Найбільш достовірним в експериментальному відношенні є метод, що дозволяє робити одночасне порівняння опорного та інформаційного сигналів при дослідженні спектрів пропускання. Таке порівняння дає змогу уникнути похибок при вимірюванні спектрів поглинання.

Розглянемо блок-схему установки для дослідження спектрів пропускання з використанням двопробеневого методу реєстрації сигналу (рис. 2).

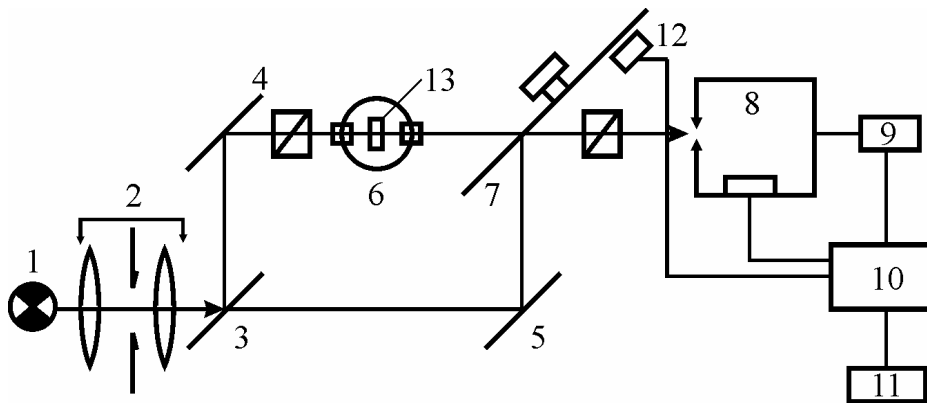


Рис. 2. Схема установки для дослідження низькотемпературних спектрів поглинання.

Як джерело випромінювання з неперервним спектром використовуються лампи розжарення потужністю 100-500 Вт і лампи надвисокого тиску ДКСШ потужністю 0,1-1 Квт зі стабілізацією живлення. Паралельний пучок світла від джерела 1, сформований конденсором 2, розділяється за допомогою напівпрозорого платинового дзеркала на опорний та інформаційний пучки. Після відбивання від дзеркал 4, 5 і проходження крізь зразок 13, розділені за часом за допомогою модулятора пучки потрапляють на вхідну щілину спектрографа ДФС-13 з ґраткою 1200 штрихів/мм і оберненою лінійною дисперсією 2 А/мм.

У касетній частині ДФС-13 розташований один з фотопомножувачів типу ФЭУ-79, ФЭУ-106, ФЭУ-39 або ФЭУ-83, які живляться від стабілізатора напруги Б 5-24 А. Сигнал з фотопомножувача подається на вхідний каскад підсилювального приладу 4. Сигнал з фотопомножувача у вигляді імпульсів після проходження через дискримінатор потрапляє на ключ, керування яким здійснюється за допомогою спеціального пристрою синхронно зв'язаного з частотою модуляції опорного  $I_0$  та інформаційного  $I$  сигналів. Після цього, кожен з підсилених і сформованих сигналів, передається повторювачем на самописець потенціометра КСП-4.

### Порядок виконання роботи

1. Ознайомитись з конструкцією та оптичною схемою спектральної установки. У разі необхідності провести (або перевірити) градування спектрального приладу.
2. Увімкнути джерело суцільного спектру і провести юстування оптичної схеми установки.
3. Підготувати до роботи кріостатну систему УТРЕКС. Для цього, користуючись інструкцією до системи, провести відкачні роботи, заливку кріостата азотом і при необхідності - рідким гелієм. Вивести систему у робочу температурну область.

4. Підготувати до вимірювання пропускання зразок кристалічного напівпровідника. Помістити його в кристалотримач та опустити в робочу камеру кріостата.
5. Стабілізувати температуру робочої камери кріостата в необхідній області температур.
6. Увімкнути реєстраційну схему, зокрема, блок живлення фотопомножувача, багатоканальний підсилювач сигналу, самописець.
7. Провести вимірювання спектру пропускання у заданому спектральному діапазоні при заданій температурі.
8. Змінити температурний діапазон і виконати аналогічні вимірювання.
9. Користуючись отриманими спектрограмами за рівнянням (6.11) розрахувати залежність коефіцієнта поглинання від довжини світлової хвилі. Зробити аналогічні розрахунки для всіх досліджуваних температур.
10. Побудувати графіки залежності  $\alpha(h\nu)$ ,  $\alpha^2(h\nu)$ ,  $\ln\alpha(h\nu)$ .
11. З графіків визначити величину ширини забороненої зони кристалічного напівпровідника, зробити висновки про тип фотопереходів, що реалізуються в цьому напівпровіднику (прямоzonні чи непрямоzonні), визначити параметри фокальної точки в правилі Урбаха, розрахувати енергію ефективних фононів, які беруть участь у формуванні краю фундаментального поглинання (довгохвильового крила екситонної смуги поглинання).
12. Результати представити у вигляді графіків, таблиць та розрахунків.

#### Список використаних джерел

1. Давыдов А. С. Теория поглощения света молекулярными кристаллами.- Киев : Изд-во АН УССР, 1951.— 172 с.
2. Нокс Р. Теория экситонов.— М. : Мир, 1966.— 216 с.
3. Давыдов А. С. Теория твердого тела.— М. : Наука, 1976.— 676 с.
4. Харрисон У. Электронная структура и свойства твердых тел. Т.1.- М.:Мир, 1983.- 381 с.
5. Бродин М.С., Блонский И.В. Экситонные процессы в слоистых кристаллах.-К.: Наукова думка, 1986.-255 с.
6. Стерж М.Д. Недавние достижения в исследовании экситонов в полупроводниковых сплавах // Экситони. Под ред. З.И. Рашба. - М.: Наука, 1985.- С.247-253.
7. Капустяник В.Б., Мокрий В.І. Оптико-спектральні методи в науково-технічній експертизі.-Л.: Видавн. ЛНУ ім. І.Франка, 2004.- 207 с.