

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

Институт физических проблем им. П. Л. Капицы

Российской академии наук

на правах рукописи

УДК 536.7

Шемятихин Дмитрий Борисович

Капиллярные явления в кристаллах ^4He

Специальность 01.04.09 – Физика низких температур

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание ученой степени

кандидата физико-математических наук

Научный руководитель

д. ф.-м. н., чл.-корр. РАН Кешишев К. О.

Москва

2013

Оглавление

Введение	3
Постановка задачи	6
1.1 Равновесная форма кристалла	6
1.2 Энергия вицинальной поверхности	8
1.3 Рост грани кристалла	13
1.4 Минимизация полной энергии	15
1.5 Обзор экспериментальных результатов	22
1.6 Экспериментальные данные по поверхностной жесткости ${}^4\text{He}$	26
Эксперимент	29
2.1 Экспериментальная установка	29
2.2 Калибровка и тестирование фотоаппарата	40
2.3 Дифракционная картина	45
2.4 Ход эксперимента	52
Обработка результатов и обсуждение	57
3.1 Обработка фотографий	57
3.2 Результаты	72
Приложение	85
Список литературы	94

Введение

Капиллярные явления обычно присущи жидкостям, однако в ряде случаев могут наблюдаться и в кристаллах. Существенным отличием является то, что в кристаллах нет кинетического механизма, обеспечивающего практически бездиссипативный перенос вещества из одного места (скажем, с угла) в другое. И даже у кристалла, находящегося в равновесии с расплавом, конечный кинетический коэффициент роста препятствует образованию равновесной формы, образец растет в тех направлениях, где этот коэффициент больше. Можно ожидать наблюдение капиллярных эффектов в классических кристаллах лишь у микроскопических образцов. Чем их размер меньше, тем больше кривизна поверхности и, следовательно, больше движущая сила, стремящаяся изменить форму кристалла. Кроме того для формирования у малого кристалла поверхности равновесной формы требуется перенести гораздо меньше вещества. И действительно, исследователям удалось наблюдать изменение формы кристалла в сторону равновесия лишь у микроскопических кристаллов парафинов (например, Клия [1]) и металлов (см. например Métois и Neugaud [2]). В ряде случаев наблюдалась огранка (например, Jackson и Miller [3]). Однако надежных доказательств достижения равновесной формы не существует.

Совершенно отдельно стоит кристалл ${}^4\text{He}$. У него отсутствует большинство барьеров, связанных с кристаллизацией. Во-первых, благодаря квантовым эффектам, кинетический коэффициент роста кристалла при низких температурах становится аномально большим для всех направлений за исключением нескольких выделенных. Во-вторых, при достаточно низкой температуре кристалл окружен сверхтекучей жидкостью, которая

может бездиссипативно переносить массу. И в-третьих, мала теплота кристаллизации. В итоге кристалл ${}^4\text{He}$ может принять равновесную форму очень быстро, в ряде случаев за времена порядка секунд.

Яркой иллюстрацией капиллярных эффектов в ${}^4\text{He}$ является наличие кристаллизационных волн — колебаний поверхности кристалла, обусловленных его быстрым ростом и плавлением, в то время как кристаллическая решетка остается неподвижной (Андреев и Паршин [4], Кешишев, Паршин, Бабкин [5, 6]).

Согласно современным теоретическим представлениям, анизотропия поверхностной энергии вицинальных направлений определяется элементарными ступенями и их взаимодействием. Измерение равновесных профилей при таких ориентациях позволяет сделать количественные оценки энергии ступени и энергии взаимодействия ступеней. Исследованию формы менисков кристалла ${}^4\text{He}$ вблизи грани (0001) посвящена данная диссертация.

Было обнаружено, что в диапазоне температур $0,5 < T < 0,9$ К при не слишком малых углах (кристаллографическая ориентация $0,01 \lesssim \theta \lesssim 0,1$ рад.) профили менисков описываются гиперболическими функциями, что соответствует отсутствию анизотропии поверхностной жесткости. В то же время, в этой области углов был обнаружен линейный по $|\theta|$ вклад в поверхностную энергию и измерена температурная зависимость коэффициента при этом члене. Кроме того была обнаружена и оценена анизотропия энергии стекло-кристалл ${}^4\text{He}$.

Диссертация организована следующим образом. Первая глава посвящена теоретическому рассмотрению равновесной формы кристалла, ее зависимости от температуры. Обсуждены проблемы, связанные с получением равновесной формы. Рассмотрен случай, когда кристалл ограни-

чен с двух сторон наклонными стенками. Также приведен обзор экспериментальных работ, посвященных капиллярным свойствам кристаллов. Во второй главе описана схема и ход эксперимента. Третья глава посвящена обработке и обсуждению полученных результатов, описанию алгоритмов программы обработки изображений.

Основные результаты работы были представлены на научных семинарах ИФП РАН, на 49-й конференции МФТИ (ноябрь 2006), на 34-м совещании по физике низких температур в Сочи (сентябрь 2006), 50-й конференции МФТИ (ноябрь 2007), на международных конференциях QFS-2007 в Казани (август 2007), LT-25 в Амстердаме (август 2008), CryoConference-2008 в Мадриде (сентябрь 2008). Результаты диссертации опубликованы в работах [7, 8, 9].

Глава 1

Постановка задачи

1.1 Равновесная форма кристалла

Форма кристалла, при которой его полная энергия, включающая в себя поверхностную, минимальна, называется равновесной. В отсутствие внешних полей эту форму полностью определяет поверхностная энергия α и граничные условия. Для жидкости, которая изотропна, в отсутствие стенок эта форма представляет собой тело с минимальной площадью поверхности, то есть шар. В случае кристалла поверхностная энергия является функцией кристаллографической ориентации θ_1, θ_2 , и его равновесная форма соответствует симметрии кристалла.

В отсутствие внешних полей равновесная форма кристалла дается построением Вульфа [10]. Суть его в том, что форма кристалла состоит из таких участков (возможно, плоских), расстояние от которых до центра пропорционально поверхностной энергии этих участков. Это правило позволяет, зная поверхностную энергию, наглядно представить форму кристалла: от точки во всех возможных направлениях надо отложить отрезки, пропорциональные поверхностной энергии для данной кристаллографической ориентации, и провести через их концы перпендикулярные плоскости. Огибающая семейства таких плоскостей определяет равновесную форму кристалла.

Математическое условие фазового равновесия выражается дифференциальным уравнением Херинга [11]

$$F + p + \frac{1}{R_1} \left(\alpha + \frac{\partial^2 \alpha}{\partial \theta_1^2} \right) + \frac{1}{R_2} \left(\alpha + \frac{\partial^2 \alpha}{\partial \theta_2^2} \right) = \frac{\mu}{v}, \quad (1)$$

где F — свободная энергия единицы объема кристалла, p — давление жидкости, μ — химический потенциал жидкости, v — атомный объем кристалла, R_1, R_2, θ_1 и θ_2 — главные радиусы кривизны поверхности в данной точке и соответствующие им кристаллографические направления. При произвольно выбранных координатах форма кристалла определяется тензором поверхностной жесткости $\tilde{\alpha}_{ij} = \alpha\delta_{ij} + \partial^2\alpha/\partial\theta_i\partial\theta_j$.

В случае, когда кристалл ограничен стенками камеры, около них будет фиксированный краевой угол, определяемый разностью поверхностной энергии жидкость-стенка и кристалл-стенка, а также поверхностной энергией кристалла. Профиль же между стенками описывается решением уравнения (1). В общем случае в уравнение дадут также свой вклад все внешние силы, действующие на кристалл, например, поле тяжести или электрическое поле.

Наличие плоского участка (атомногладкой грани) в равновесной форме кристалла связано с особенностью в поверхностной энергии, производная которой испытывает скачок в этом направлении. Этот факт был обнаружен еще Гиббсом [12]. Величина этого скачка согласно построению Вульфа определяет размер грани.

Форма кристалла зависит от температуры. Как было показано Ландау [13], при абсолютном нуле у классического кристалла должны присутствовать все возможные грани вплоть до самых высоких индексов Миллера. С повышением температуры появляются скругленные участки, количество граней уменьшается. Исчезновение грани называется фазовым переходом огранения (roughening transition) (Burton и Cabrera [14]) и сопровождается исчезновением особенности в поверхностной энергии. Атомногладкая грань превращается в атомношероховатую поверхность, существенно меняется механизм роста в этом направлении.

Для квантовых кристаллов набор кристаллографических ориентаций, соответствующих атомногладким граням, даже при самых низких температурах оказывается совсем небольшим. У ^4He обнаружены три перехода ограничения: (0001) с температурой 1,28 К ([6], Автон и др. [15]), $(10\bar{1}0)$ при 0,8 К (Landau и др. [16], Андреева и Кешишев [17]), и $(10\bar{1}1)$ при 0,365 К (Wolf и др. [18]).

1.2 Энергия вицинальной поверхности

Важным частным случаем поверхности кристалла является вицинальная поверхность, ориентация которой близка к ориентации атомногладкой основной грани (с небольшими индексами Миллера).

Рассмотрим участок поверхности кристалла, наклоненный на небольшой угол θ к плоскости грани. Атомы в кристалле расположены в упорядоченной решетке, поэтому на микроскопическом уровне такая поверхность будет представлять собой лестницу из плоских участков с высотой ступени в один атомный слой (см. рис. 1). Соответственно, энергия такой поверхности будет складываться из энергии плоских участков и энергии ступеней (Ландау [13]):

$$\alpha(\theta) = \alpha_0 \cos \theta + \frac{\beta}{h} |\sin \theta| + E_{int}, \quad (2)$$

где α_0 — поверхностная энергия грани, β — энергия ступени на единицу ее длины, h — высота ступени, E_{int} — энергия взаимодействия ступеней на единицу площади.

Первый член в этой сумме — энергия плоских участков, нормированная на единицу площади уже новой поверхности. Вторым членом — сумма энергий ступеней, количество которых на единицу длины грани равно $|\sin \theta|/h$. Именно эта математическая особенность ответственна за при-

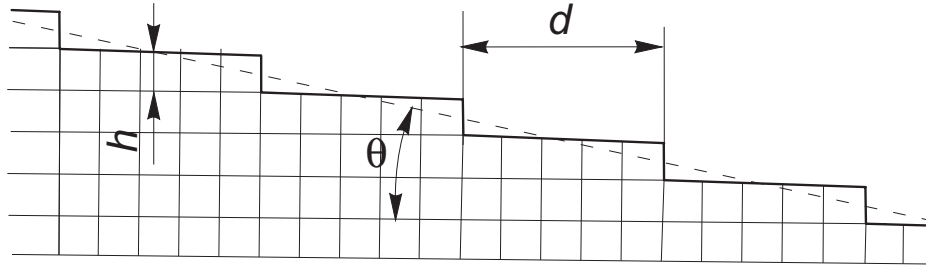


Рис. 1: Вициальная поверхность кристалла, наклоненная на угол θ к базовой грани. h — высота ступени, d — расстояние между ступенями.

существование в равновесной форме грани. Действительно, справа и слева от направления $\theta = 0$ производная $d\alpha/d\theta$ конечна и имеет разные знаки. Этот факт был известен еще Гиббсу, который в сноске на странице 311 в книге [12] отметил, что «производные от α по направляющим косинусам поверхности являются, по-видимому, разрывными функциями последних».

Третий член суммы не менее важен и отвечает за взаимодействие ступеней. Для определения E_{int} на вициальной поверхности ниже будут рассмотрены различные механизмы их взаимодействия.

Теоретически рассмотрено несколько принципиально разных механизмов взаимодействия ступеней. Основными являются упругое (Марченко и Паршин [19]), электростатическое (Воронков [20]) и энтропийное (конфигурационное) (Воронков [20], Gruber и Mullins [21]). Первое связано с упругими деформациями решетки, создаваемых ступенью. Второе связано с взаимодействием дипольных электрических моментов, сконцентрированных около ступени. Третье вызвано тем, что ступени не могут пересекаться, и длинноволновые флуктуации их формы «не умещаются» между соседними ступенями. Это взаимодействие появляется только в том случае, если первые два малы, иначе ступени не могут сближаться. Все эти механизмы приводят к взаимодействию между соседними ступе-

ниями, пропорциональному $1/d^2$, но с по-разному зависящими от температуры коэффициентами.

Вычислим вклад этих взаимодействий в поверхностную энергию. Количество ступеней на единице длины вицинальной грани равно $|\sin \theta|/h$, расстояние между ними $d = h/|\sin \theta|$. В итоге получаем

$$E_{int} \propto \frac{|\sin \theta|}{h} \left(\frac{h}{|\sin \theta|} \right)^{-2} \propto |\sin^3 \theta| \approx |\theta^3|,$$

откуда

$$\alpha(\theta) = \alpha_0 \cos \theta + \frac{\beta}{h} |\sin \theta| + \frac{\gamma}{6} |\theta|^3. \quad (3)$$

Здесь γ — константа взаимодействия между ступенями. Численный коэффициент 6 введен для удобства.

Такой вклад энергии взаимодействия ступеней в поверхностную энергию справедлив только до тех пор, пока угол наклона поверхности не слишком велик.

Наряду с перечисленными выше взаимодействиями в кристалле могут присутствовать другие механизмы, например, рассмотренное Ландау ван-дер-ваальсовское взаимодействие, приводящее к отталкиванию ступеней по закону $1/d^3$ [13], которое даст вклад в энергию поверхности более высокого порядка $\sim \theta^4$.

Рассмотрим подробнее основные механизмы взаимодействия.

Упругое взаимодействие ступеней.

Из теории упругости известно, что два точечных дефекта в твердом теле отталкиваются друг от друга, и их энергия взаимодействия ведет себя по закону $\sim 1/d^3$ (d — расстояние между ними) (см. например, Косевич [22]). Ступени на поверхности кристалла ведут себя как линейные дефекты, и их энергия взаимодействия будет пропорциональна $1/d^2$ [19].

Существенным отличием ступени от произвольного линейного дефекта будет наличие момента сил, сосредоточенного вблизи ступени. Вдали от нее поверхность однородна, и поверхностное натяжение равно некоторой величине ε (эта величина не равна поверхностной энергии α и в общем случае является тензором [19]). Силы поверхностного натяжения по разные стороны ступени равны, но приложены в разных плоскостях: $z = 0$ и $z = h$, что приводит к ненулевому моменту сил εh , действующий на ступень и направленный вдоль нее. Этот момент также создаст поле упругих деформаций в кристалле.

Марченко и Паршин [19] показали, что энергия взаимодействия двух ступеней в изотропном случае

$$E_{el} \propto \frac{1 - \sigma^2}{E} \frac{1}{d^2};$$

E — модуль Юнга кристалла, σ — коэффициент Пуассона. Данное выражение справедливо только для взаимодействия дефектов в изотропной теории упругости. В более сложных случаях, например, гексагональной плотноупакованной решетки кристалла ${}^4\text{He}$, результат качественно не должен измениться.

Электростатическое взаимодействие ступеней.

Наряду с упругим существует электростатическое дипольное взаимодействие ступеней, рассмотренное Воронковым [20]. Поверхность кристалла обладает двойным электрическим слоем. Каждая ступень, как дефект поверхности, будет иметь дополнительный дипольный момент. Положим его равным \mathbf{p} на единицу длины. Энергия взаимодействия диполей составляет $\sim \mathbf{p}^2/d^3$. После интегрирования по длине обеих ступеней получается энергия взаимодействия на единицу длины равная

$$E_{el} \propto \frac{\mathbf{p}^2}{d^2}.$$

В общем случае может наблюдаться как отталкивание, так и притяжение ступеней в зависимости от направления дипольного момента каждой ступени.

Энтропийное взаимодействие ступеней.

Данный механизм был рассмотрен Воронковым [20], а также Грубером и Мюлленсом [21].

При ненулевой температуре на классической ступени присутствуют изломы разных знаков, в результате она перестает быть прямой. Изломы могут перемещаться по ступени, изменяя ее форму, энтропия ступени возрастает.

Длинноволновые флуктуации ступеней имеют большую амплитуду и не умещаются между соседними ступенями. Подобные флуктуации становятся коллективными, ступени начинают колебаться вместе. Такое поведение ведет к уменьшению энтропии системы, увеличению свободной энергии, и, следовательно, к отталкиванию ступеней друг от друга. Этот механизм может быть нарушен достаточно сильным упругим или электростатическим отталкиванием ступеней, которое подавит индивидуальные флуктуации.

Аккуратный расчет, проведенный Покровским и Талаповым [23], приводит к выражению для энергии энтропийного взаимодействия ступеней

$$E_{ent} = \frac{\pi^2 (k_B T)^2}{6 \beta d^2}, \quad (4)$$

которое существенно зависит от температуры. Таким образом, энтропийное взаимодействие может проявиться только при достаточно высокой температуре, если оно превысит другие механизмы.

Как можно видеть, анализ температурной зависимости энергии взаимодействия ступеней позволяет выяснить характер этого взаимодействия.

Взаимодействие ступеней изучалось экспериментально в классических кристаллах. Wang и др. [24] измерили флуктуации расстояния между ближайшими ступенями в кристалле кремния на слегка наклоненном относительно грани (111) участке. Полученное распределение хорошо описывалось моделью, в которой энергия взаимодействия ступеней обратно пропорциональна d^2 , и оказалось гораздо уже, чем предсказанное для невзаимодействующих ступеней. Такая методика позволила измерить распределение расстояний между ступенями и в других кристаллах, см. например, Rousset и др. [25].

1.3 Рост грани кристалла

Для того, чтобы кристалл приобрел равновесную форму необходимо, чтобы скорость его роста во всех направлениях была отлична от нуля вплоть до самых маленьких значений передавления δP (на эту величину давление выше, чем на кривой плавления).

Атомношероховатые участки поверхности могут расти достаточно легко, присоединение новых атомов не меняет ее состояние. Вицинальные участки поверхности растут за счет перемещения ступеней. Для роста же атомногладкой грани, напротив, необходимо зарождать слой за слоем, что является существенным препятствием для ее роста. Таким образом в реальных кристаллах грань практически всегда находится в метастабильном состоянии, она не может дорасти до своего равновесного размера.

Рост грани (возникновение новых атомных слоев) возможен двумя разными способами: спонтанным образованием зародыша нового слоя, либо ростом, обусловленным наличием винтовых дислокаций.

Свободную энергию зародыша нового слоя радиуса R можно оценить

как

$$\Delta E(R) = 2\pi R\beta - \pi R^2 F. \quad (5)$$

F/h — разница свободной энергии кристалла и жидкости. F связано с передавлением как $F = h\delta P(\rho_C - \rho_L)/\rho_L$, где ρ_C и ρ_L — плотности кристалла и жидкости соответственно. Отсюда видно, что соответствующий энергетический барьер для роста будет равен $E_\uparrow = \Delta E(r_c) = \pi\beta^2/F$. Для плавления барьер будет точно такой же, только в этом случае необходимо зародить «ямки» в последнем слое.

Под действием небольшого передавления δP термоактивированным образом может появиться зародыш нового атомного слоя на поверхности грани. Скорость такого процесса будет составлять

$$v_{nucl} \sim \exp\left(-\frac{\pi\beta^2}{FT}\right) = \exp\left(-\frac{\pi\beta^2}{hT} \frac{\rho_L}{\rho_C - \rho_L} \frac{1}{\delta P}\right). \quad (6)$$

Таким образом грани кристалла очень трудно с помощью спонтанного зарождения достичь своего равновесного значения как в процессе плавления, так и при росте.

Однако вблизи перехода ограничения, когда величина энергии ступени мала, скорость роста значительно возрастает, и описанный выше механизм может стать основным. Такой рост был исследован Wolf с сотр. [26].

Рассмотрим другой механизм роста грани. Любой выход винтовой дислокации на поверхность создаст постоянно присутствующую ступень, заканчивающуюся либо на другой дислокации, либо на краю грани. Рост кристалла в этом случае происходит за счет смещения этой ступени, ее «вращения» вокруг дислокации, причем каждый виток дает новый атомный слой.

На поверхности кристалла могут присутствовать винтовые дислокации разного знака. Каждая такая пара, соединенная ступенью, называется

источником Франка-Рида.

Под действием избыточного давления ступень на поверхности кристалла изгибается с определенным радиусом. Если радиус изгиба ступени больше расстояния между дислокациями в источнике Франка-Рида, то такая ступень устойчива, и грань не растет. В противном случае ступени вокруг дислокации начинают «вращаться», образуя новые слои. Таким образом и для этого механизма роста грани существует барьер, препятствующий ее росту.

При относительно больших перепадах давления скорость роста, как показали Burton, Cabrera и Frank [27], квадратична по δP . Скорость роста грани с помощью этого механизма не зависит от числа дислокаций.

1.4 Минимизация полной энергии

Приведенные выше рассуждения показывают, что далеко не так просто вырастить даже кристалл ⁴Не равновесной формы, если в ней присутствует грань. И чем больше энергия ступени, тем тяжелее получить такую форму. Однако существует выделенный случай, рассмотренный Марченко и Паршиным [28], когда геометрия стенок задана так, что мениск справа и слева от грани загнут в разные стороны (вверх и вниз), как на рис. 2. При этом для роста грани не надо зарождать новый слой, он всегда присутствует около стенки, и вертикальный ее рост обеспечивается горизонтальным перемещением ступеней с одной стороны мениска к другой. Кристалл такой формы автоматически принимает равновесную форму. Описание такой ситуации приведено в работе [28], однако там опущены все промежуточные вычисления. Ввиду большого количества формул громоздкие выкладки вынесены из данного раздела в приложение к диссертации, ниже приведен лишь ход рассуждений и основные

результаты.

Для описания кристалла с горизонтальной гранью в гравитационном поле, ограниченного стенками камеры, введем, следуя работе [28], систему координат, как показано на рис. 2, ось Z направлена вертикально, x — вправо. Форму межфазной границы обозначим $Z(x)$. Наклон поверхности равен $\operatorname{tg} \theta = dZ/dx$. Для простоты будем считать, что размер кристалла в направлении, перпендикулярном рисунку (вдоль оси y) значительно больше капиллярной постоянной Λ , что позволяет рассматривать двумерную задачу. Кроме того все рассуждения будут проведены для правой стенки камеры, которая наклонена к нормали к грани кристалла на угол ψ . Уравнения для левой стенки получаются аналогично, если сделать замену $x \rightarrow -x$. Иными словами, левая стенка становится правой, если посмотреть на камеру с другой стороны, сзади. В приложении к диссертации рассмотрен общий случай.

Энергия кристалла E , зависящая от его формы, равна сумме поверхностной, гравитационной, а также поверхностных энергий кристалл-

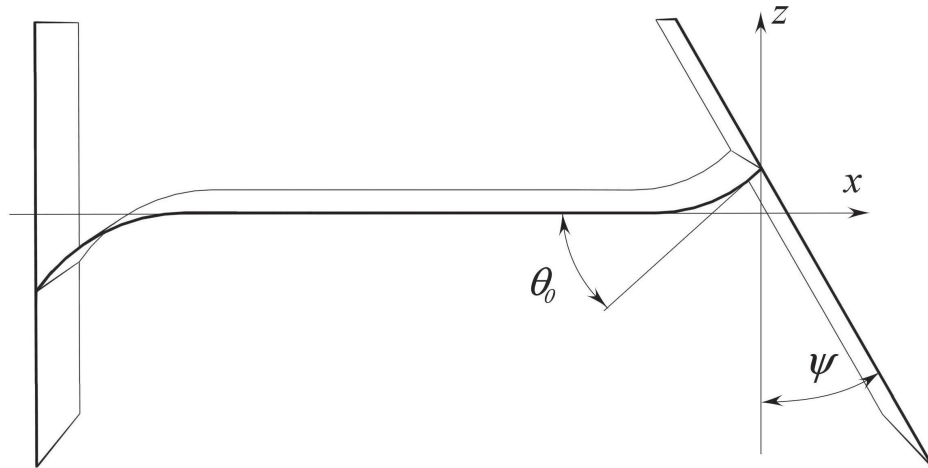


Рис. 2: Равновесная форма границы раздела кристалл-жидкость. При определенных наклонах стенок мениск будет загнут в разные стороны на левом и правом краю. θ_0 положителен, если мениск загнут вверх.

стенка и жидкость-стенка. Равновесная форма кристалла соответствует минимуму этой энергии при фиксированном его объеме. Это стандартная вариационная задача, ее решение представляет собой дифференциальное уравнение на форму поверхности $Z(x)$. Если отсчитывать высоту от уровня жидкости, где давление равно давлению равновесия плоской горизонтальной границы кристалл-жидкость, то уравнение выглядит следующим образом:

$$-(\alpha'' + \alpha) \cos \theta \frac{d\theta}{dx} + \Delta\rho g Z = 0. \quad (7)$$

При этом также возникают граничные условия (приведены для наклонной правой стенки):

$$\alpha' \cos(\psi - \theta_0) - \alpha \sin(\psi - \theta_0) + \Delta\varepsilon(\psi) = 0, \quad (8)$$

где $\Delta\varepsilon = \varepsilon_s - \varepsilon_l$ — разница поверхностных энергий кристалл-стенка и жидкость-стенка. θ_0 — угол наклона поверхности кристалла в точке контакта со стенкой. Краевой угол справа равен $\Omega_R = \psi - \theta_0 + \pi/2$, и (8) переписывается в виде

$$\alpha \cos \Omega_R + \alpha' \sin \Omega_R + \Delta\varepsilon(\psi) = 0. \quad (9)$$

Подставляя разложение поверхностной энергии $\alpha(\theta)$ (3) в граничное условие (8), можно для малых углов θ_0 после довольно объемных, но принципиально простых, вычислений получить выражение для зависимости угла θ_0 от угла наклона стенки ψ :

$$\theta_0 = \pm \sqrt{\frac{2}{\gamma \cos \psi} \left(\mp \Delta\varepsilon(\psi) \pm \alpha_0 \sin \psi - \frac{\beta}{h} \cos \psi \right)}. \quad (10)$$

Положительное (отрицательное) решение реализуется на правом (левом) краю мениска на рис. 2. В этой зависимости $\theta_0(\psi)$ (см. график штриховыми линиями на рис. 3) есть интересная особенность, связанная с

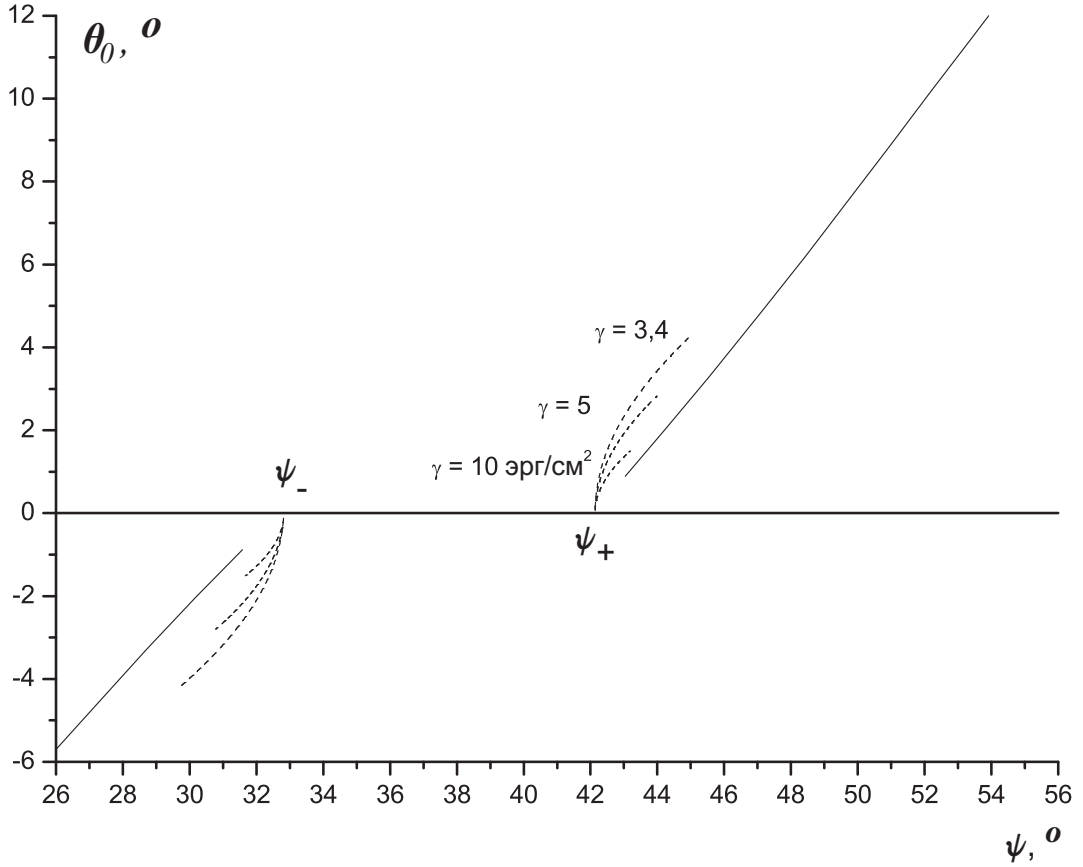


Рис. 3: График зависимости $\theta_0(\psi)$. Сплошной линией проведен результат расчета по формуле (13), данные $\alpha(\theta)$ взяты из работы (Андреева [29]). Штриховым линиям соответствует расчет (10) с параметрами $\alpha_0 = 0,172 \text{ эрг/см}^2$ (Андреева, Кешишев [30]), $\beta/h = 1,4 \text{ эрг/см}^2$ (Rolley и др. [31]), $\Delta\varepsilon = 0,105 \text{ эрг/см}^2$ для трех различных значений γ . Кривые остановлены при значениях угла θ , соответствующему ограничению (12).

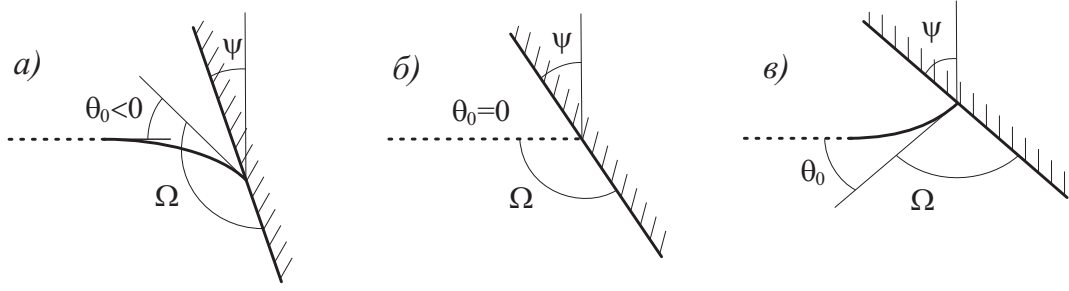


Рис. 4: Изменение профиля мениска при различных углах наклона стенки: (а) $\psi < \psi_-$, (б) $\psi_- < \psi < \psi_+$ и (в) $\psi_+ < \psi$. Пунктирной линией обозначена грань.

неаналитичностью функции $\alpha(\theta)$: подкоренное выражение для определенных углов наклона стенки становится меньше нуля. Здесь решение в виде мениска отсутствует, и грань должна непосредственно касаться стенки (угол $\theta_0 = 0$). Данное явление происходит в диапазоне углов наклона стенки $\psi_- < \psi < \psi_+$, границы которого определяются соотношением

$$\alpha_0 \sin \psi_{\pm} - \Delta\varepsilon(\psi_{\pm}) = \pm \frac{\beta}{h} \cos \psi_{\pm}. \quad (11)$$

Из (10) видно, что при увеличении угла наклона стенки мениск сначала загнут около нее вниз, затем в некотором диапазоне углов грань доходит до стенки, затем мениск начинает загибаться вверх. Наглядно такое поведение изображено на рис 4.

Также следует отметить, что вблизи границ этого интервала получается следующее поведение угла наклона: $\theta_0 \sim \sqrt{|\psi - \psi_{\pm}|}$.

Вышеприведенные результаты справедливы только при малых углах θ , в том случае, когда допустимо разложение (3). При этом поверхностная жесткость линейно зависит от угла, $\alpha + \alpha'' = \gamma\theta$. В то же время, из различных экспериментальных данных известно (см. ниже), что при температурах выше 0,4 К в диапазоне $2^\circ < \theta < 10^\circ$ жесткость слабо зависит от ориентации: $\tilde{\alpha} \approx 0,245$ эрг/см². Отсюда получается ограничение на верхнюю границу ориентаций, при которых имеет смысл говорить о разложении (3): угол θ не может быть таким, чтобы жесткость превысила

значение $0,245 \text{ эрг/см}^2$.

$$\theta < \theta_{lim} = \frac{0,245}{\gamma}. \quad (12)$$

При больших углах θ необходимо брать значение поверхностной энергии, а также значение ее производной, и решать уравнение (8) относительно θ_0 . Это можно сделать неявно, выразив ψ через θ_0 :

$$\psi = \theta_0 + \left[\arccos \frac{-\Delta\varepsilon}{\sqrt{\alpha(\theta_0)^2 + \alpha'(\theta_0)^2}} - \pi/2 \right] + \arcsin \frac{\alpha'(\theta_0)}{\sqrt{\alpha(\theta_0)^2 + \alpha'(\theta_0)^2}}. \quad (13)$$

Экспериментальные данные зависимости $\alpha(\theta)$ имеются в диссертации Андреевой [29]. Расчетный график зависимости $\theta(\psi)$ по формулам (13, 10) в предположении $\Delta\varepsilon = const$ приведен на рис. 3.

Уравнение (11) имеет очень важное следствие: если пренебречь зависимостью энергии кристалл-стенка от кристаллографической ориентации, считая, что $\Delta\varepsilon(\psi) = const$, можно получить выражение для энергии ступени, в которое, кроме граничных углов ψ_+ и ψ_- входят известные величины α_0 и h :

$$\beta = \alpha_0 h \operatorname{tg} \frac{\psi_+ - \psi_-}{2}. \quad (14)$$

Это выражение дает возможность из анализа макроскопической формы мениска определить энергию ступени β на грани кристалла.

Предыдущие выводы были сделаны, фактически, исходя только из граничных условий (8). Рассмотрим теперь уравнение (7), которое верно для скругленных участков поверхности. После его интегрирования получается

$$\alpha' \sin \theta - \alpha \cos \theta = \frac{\Delta\rho g}{2} Z^2 + C,$$

где C — произвольная константа интегрирования. Левая часть зависит только от кристаллографической ориентации θ , что дает возможность

выразить Z как функцию θ :

$$Z_{\pm}(\theta) = \pm \sqrt{\frac{2}{\Delta\rho g} (C + \alpha' \sin \theta - \alpha \cos \theta)}. \quad (15)$$

Разные знаки соответствуют изгибу мениска вверх или вниз.

В случае, когда в форме присутствует грань, необходимо, чтобы мениск подходил к ней касательно. Это следует из граничных условий, возникающих при варьировании системы, состоящей из грани и скругленного участка, и подробно рассмотрено в приложении.

Представим ситуацию, когда Z имеет разные знаки справа и слева, то есть мениск имеет S-образную форму как на рис. 2. В этом случае для согласования решений с двух сторон необходимо, чтобы $Z_{\pm}(0) = 0$. Это возможно, если константа C равна поверхностной энергии грани α_0 . Получается, что в случае S-образного мениска грань автоматически будет расположена на уровне $Z = 0$, то есть там, где давление жидкости равно давлению равновесия плоской горизонтальной границы кристалл-жидкость. Это принципиально отличается от случая, когда мениски с двух сторон загнуты в одну и ту же сторону, и даже в равновесии над такой гранью имеется передавление.

При малых углах θ , когда верно разложение (3), выражение (15) переписывается в виде

$$Z_{\pm}(\theta) = \pm \sqrt{\frac{2\gamma}{3\Delta\rho g}} |\theta|^{3/2}$$

Учитывая, что $\operatorname{tg} \theta = Z'(x)$, получаем [28]

$$Z_{\pm}(x) = \pm \frac{\Delta\rho g}{18\gamma} |x|^3. \quad (16)$$

Это значит, что профиль мениска в случае, изображенном на рис. 2, зависит при малых углах наклона поверхности кристалла, когда допустимо разложение (3), только от константы взаимодействия ступеней. Этот

профиль универсален как для обеих сторон мениска (загнутых в разные стороны!), так и для менисков разного размера. Таким образом, измерив этот профиль $Z(x)$ при очень малых углах наклона поверхности θ , можно определить γ .

При бóльших углах наклона поверхности $\tilde{\alpha} \approx 0,245$ эрг/см², и, если пренебречь отличием $\cos \theta$ от 1 в первом слагаемом выражения (7), уравнение легко интегрируется. Решение представляется в виде

$$Z = C_1 \exp\left(\frac{x}{\Lambda}\right) + C_2 \exp\left(-\frac{x}{\Lambda}\right),$$

или

$$Z = C \operatorname{sh}\left(\frac{x - x_0}{\Lambda}\right), \quad Z = C \operatorname{ch}\left(\frac{x - x_0}{\Lambda}\right), \quad (17)$$

в зависимости от знаков произвольных констант C_1 , C_2 . Капиллярная длина Λ равна 1,2 мм для твердого ⁴He. Точное численное решение уравнения (7) с учетом отличия члена $\cos \theta$ от 1, а также с учетом слабой анизотропии $\alpha(\theta)$, отличается от приближенного, описываемого формулами (17) на величину не более 0,5 мкм, если угол θ не превышает 0,15 рад. В подавляющем большинстве экспериментальных данных кристаллографическая ориентация θ не превышает 0,1 рад, поэтому в дальнейшем везде будет использоваться приближение малых углов.

1.5 Обзор экспериментальных результатов

Экспериментальное получение кристаллов равновесной формы является крайне трудной задачей. Пожалуй, единственными веществами, для которых есть свидетельства получения кристаллов равновесной формы, являются оба изотопа гелия. Эксперименты с ними возможны только в закрытых ячейках при высоком давлении и низких температурах.

Возможны два разных подхода к исследованию поверхностной энергии кристаллов ^4He . Первый, применяемый как к обоим изотопам гелия, так и к микроскопическим классическим кристаллам, основан на исследовании их равновесной формы. Для твердого гелия, кристаллы которого прозрачны, используется ряд интерференционных методов измерения формы, отличающиеся высокой точностью. Другой подход связан с динамическими явлениями: исследованием кристаллизационных волн.

Впервые границу кристалла ^4He увидел и сфотографировал Шальников в 1961 г. [32]. При этом использовался стеклянный дьюар, и смотреть на образец приходилось через ряд искривленных цилиндрических стекол. Впоследствии конструкция приборов для изучения этих кристаллов была усовершенствована, достигнуто высокое качество окон, и оптические эксперименты стали одним из основных методов исследования твердого гелия.

Необычные свойства кристаллического ^4He при температуре ниже 1,3 К были обнаружены Шальниковым и др. в 1973 г. [33] в процессе исследования твердости кристалла. В поверхность образца под действием контролируемой силы вдавливался стеклянный индентор. После его удаления образованная в кристалле ямка зарастала за времена порядка секунд, что нельзя было объяснить температурными градиентами в ячейке. Это явление дало начало исследованиям капиллярных свойств твердого ^4He .

Подтверждением наличия капиллярных эффектов в ^4He стало измерение поверхностной энергии макроскопического образца Балибаром и др. в 1979 г. [34]. Были проведены измерения α в закрытой ячейке (без визуального контроля) методом капиллярного поднятия уровня между обкладками медного конденсатора, а также методом отрыва «капли» кристалла. Точность этих результатов оказалась не слишком велика, порядок вели-

чины α оказался равен $0,1-1$ эрг/см². Впоследствии такой разброс значений был объяснен тем, что грань (0001) растущей «капли» мешала ее росту сквозь маленькое отверстие.

В этом же году Кешишевым, Паршиным и Бабкиным [5] были открыты ранее предсказанные [4] кристаллизационные волны на поверхности ⁴He при температуре ниже 0,6 К. Волны возбуждались электрическим полем около одной из стенок камеры. Из анализа спектра и затухания кристаллизационных волн были измерены поверхностная жесткость и коэффициент роста в большом диапазоне ориентаций поверхности ([6], Андреева и Кешишев [30]). Кроме того была измерена зависимость площади грани (0001) кристалла от температуры по отражению лазерного пучка, что позволило уточнить температуру перехода огранения (Бабкин и др. [35]). Тогда же были впервые обнаружены и сфотографированы две грани кристалла: (0001) и (10 $\bar{1}$ 0), ориентация второй была неясна до 1990 г [17].

В 1980 г. в работе [15] было уточнено значение поверхностной энергии из исследования равновесной формы образца ⁴He. Для улучшения качества изображения использовалась голографическая методика: из полученной фотографии кристалла вычиталась ранее записанная голограмма пустой ячейки. Граница кристалла проявлялась очень четко, плоские участки выглядели как набор прямых интерференционных полос. Как и ожидалось, в полученной равновесной форме кристалла одновременно присутствовали как скругленные, так и плоские участки. В этом же году в работе Landau и др. [16] была получена температура перехода огранения двух граней из измерения зависимости их площади от температуры.

Несколькими годами позже Балибар и др. [18] обнаружили у растущего кристалла ⁴He при температуре ниже 0,365 К плоские участки, похожие на третий тип граней. Измеряя высоту «капли» кристалла в зависи-

мости от передавления, они увидели скачок этой величины при температуре перехода. В процессе дальнейшего охлаждения кристалла до 70 мК никакие новые грани не были обнаружены. В итоге было достоверно установлено наличие трех переходов ограничения в твердом ${}^4\text{He}$.

В 1985 г. [26] удалось измерить зависимость скорости роста грани от передавления, создаваемого столбом жидкости. Было показано, что вблизи температуры ограничения основным механизмом роста грани является спонтанное термоактивированное образование зародыша нового слоя. Скорость роста в этом случае зависит экспоненциально от передавления и определяется энергией ступени. Полученные значения величины β позволили уточнить температуру перехода ограничения для грани (0001) 1,28 К (Gallet, Valibar, Rolley [36]).

Rolley и др. в 1995 г. [31] из исследования спектра кристаллизационных волн удалось измерить обе компоненты тензора поверхностной жесткости кристалла для близких ($\theta \sim 10^{-2}$ рад) к грани (0001) ориентаций поверхности. Из зависимости продольной и поперечной компоненты $\tilde{\alpha}$ от угла при низкой температуре ($\sim 0,1$ К) была измерена величина энергии ступени, оценена энергия взаимодействия ступеней. По их оценкам энтропийный и упругий механизмы сравниваются при температуре 0,66 мК. Таким образом при температурах существенно выше в ${}^4\text{He}$ должно преобладать энтропийное взаимодействие.

Фазовые переходы ограничения наблюдались и в кристаллах ${}^3\text{He}$ при температурах ниже 100 мК (Wagner и др. [37]), количество различных типов граней, согласно работе Alles и др. [38], превышает 11.

1.6 Экспериментальные данные по поверхностной жесткости ${}^4\text{He}$

Поверхностная жесткость в кристаллах ${}^4\text{He}$ впервые была оценена в упоминавшейся выше работе [34]. Данная методика не позволила получить точные результаты, и кроме того, не позволяет даже оценить анизотропию.

Основной метод измерения жесткости кристаллов ${}^4\text{He}$ связан с измерением спектра кристаллизационных волн. Он был впервые реализован Кешишевым, Паршиным и Бабкиным [6], и позже развит Андреевой и Кешишевым [39, 40], а также Rolley и др. [31]. Спектр кристаллизационных волн $\omega(k)$, в отсутствие затухания и при высоких частотах, когда можно пренебречь гравитацией, имеет вид [4]

$$\omega^2 = \frac{\rho_L}{(\rho_S - \rho_L)^2} \tilde{\alpha} k^3.$$

Волны возбуждались электрическим полем вблизи одной из стенок камеры, спектр измерялся по модуляции отраженного лазерного света от колеблющейся поверхности. Подойти близко к направлению грани не удалось из-за возрастания затухания.

На рис. 5, 6 приведены графики зависимости поверхностной жесткости от кристаллографической ориентации при разных температурах. При $T > 0,4\text{ К}$ и $\theta > 2^\circ$ все данные хорошо согласуются друг с другом, при этом жесткость до не слишком больших углов практически изотропна.

Основная неопределенность в результатах упомянутых выше экспериментов относится к ориентациям вблизи грани (0001) кристалла. Модель, используемая в работе [28], предполагает линейную зависимость жесткости поверхности от ее наклона: $\tilde{\alpha} = \gamma|\theta|$. На рис. 6 представлены все имеющиеся данные в диапазоне $0-6^\circ$. В работах [40, 29] не было обнаружено даже намека на уменьшение жесткости вблизи $\theta = 0$, правда,

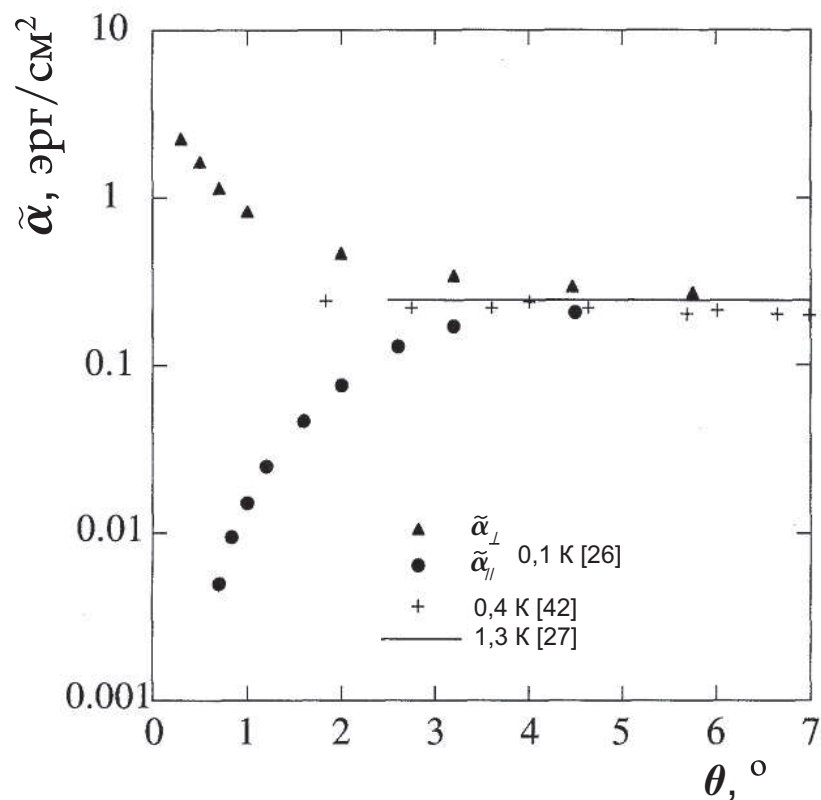


Рис. 5: Зависимость поверхностной жесткости от ориентации кристалла ⁴Не при разных температурах. Данные работ [40, 31, 26]. Рисунок взят из работы [31].

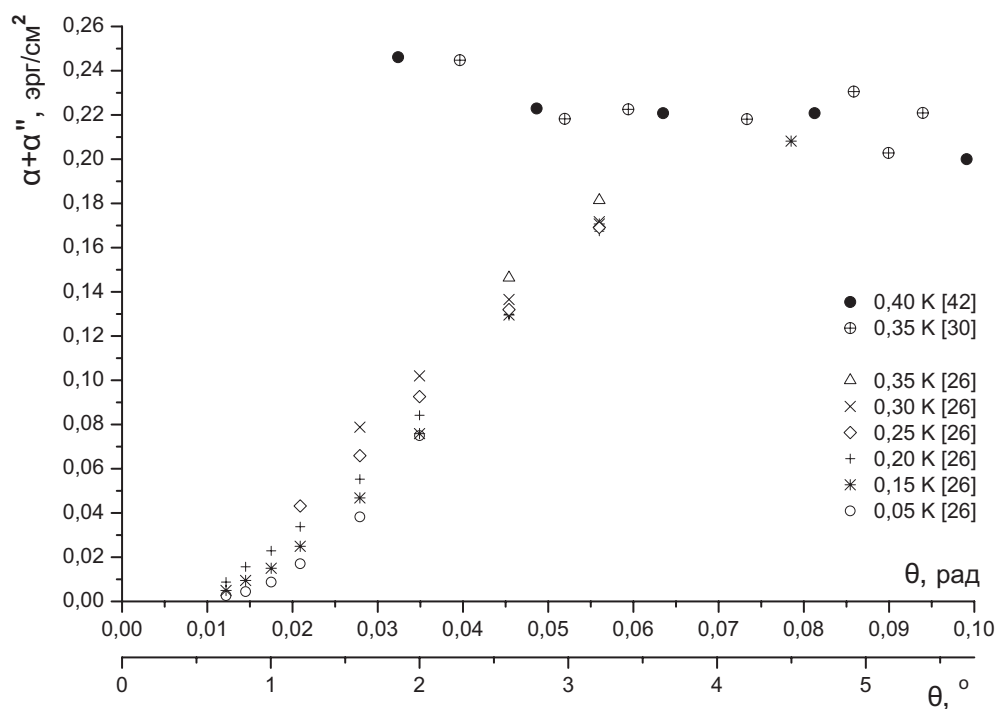


Рис. 6: Зависимость поверхностной жесткости от ориентации кристалла ⁴Не при малых углах наклона. Данные работ [29, 40, 31]

минимальный угол, при котором удалось измерить эту величину, равен $1,85^\circ$. В то же время, более низкотемпературные данные [31] свидетельствуют о монотонном уменьшении жесткости при уменьшении угла, и эта зависимость меняется от температуры.

При более высоких температурах кристаллизационные волны на поверхности кристаллов не наблюдаются. Поверхностная жесткость здесь была измерена Бабкиным, Копелиовичем, Паршиным при температуре 1,2 К [41], а также в работе [26] в диапазоне 1,18–1,41 К, из измерений равновесной формы кристалла.

Следует отметить эксперименты Бабкина и др. [42] по исследованию равновесной формы кристаллов вблизи грани (0001). В диапазоне температур 0,05–0,5 К был обнаружен скачок наклона поверхности на величину порядка $2 \cdot 10^{-3}$ рад. при ориентациях $2 \cdot 10^{-4}$ рад. При этом наблюдалось экспоненциальное поведение профиля при совсем малых углах, и степенное после скачка наклона. Такую форму кристаллов авторы связали с зависимостью жесткости от ориентации вида $\tilde{\alpha} \sim \theta^{-1}$ при совсем малых углах $\theta < 2 \cdot 10^{-4}$ рад.

Глава 2

Эксперимент

2.1 Экспериментальная установка

Предварительные результаты получены на оптическом криостате, созданном ранее [5, 29] для изучения различных свойств кристаллического гелия.

Для получения низких температур использовался оптический криостат, снабженный стандартным рефрижератором откачки ^3He с предельной температурой 0,3 К. Схематично его первоначальный вариант изображен на рис. 7. Внутри корпуса криостата (1) в вакууме был размещен объем с жидким азотом (2) с припаянным к нему медным экраном (2') толщиной 1 мм. Он защищал внутренность криостата от теплового комнатного излучения. Объем с гелием (3) был расположен в центре криостата. В процессе работы он откачивался до температуры 1,2 К и служил одновременно градусной камерой рефрижератора. В гелиевом объеме на фланце (4) с индиевым уплотнением была смонтирована вакуумная рубашка (5). В ней находилась камера откачки ^3He (6) и экспериментальная камера (7).

Данный криостат обладал рядом существенных недостатков.

Оптический тракт криостата проходил через шесть пар окон (наружные из стекла К-8 (9), в азотном экране — из сапфира (10), в гелиевом экране — из стекла С93-2 (11), в вакуумной рубашке — из стекла С93-2 (12) с дополнительными светофильтрами из сине-зеленых стекол СЗС-24 и СЗС-14), а также через два слоя сверхтекучего гелия. Подробно конструкция окон приведена в диссертации Андреевой [29]. На каждом

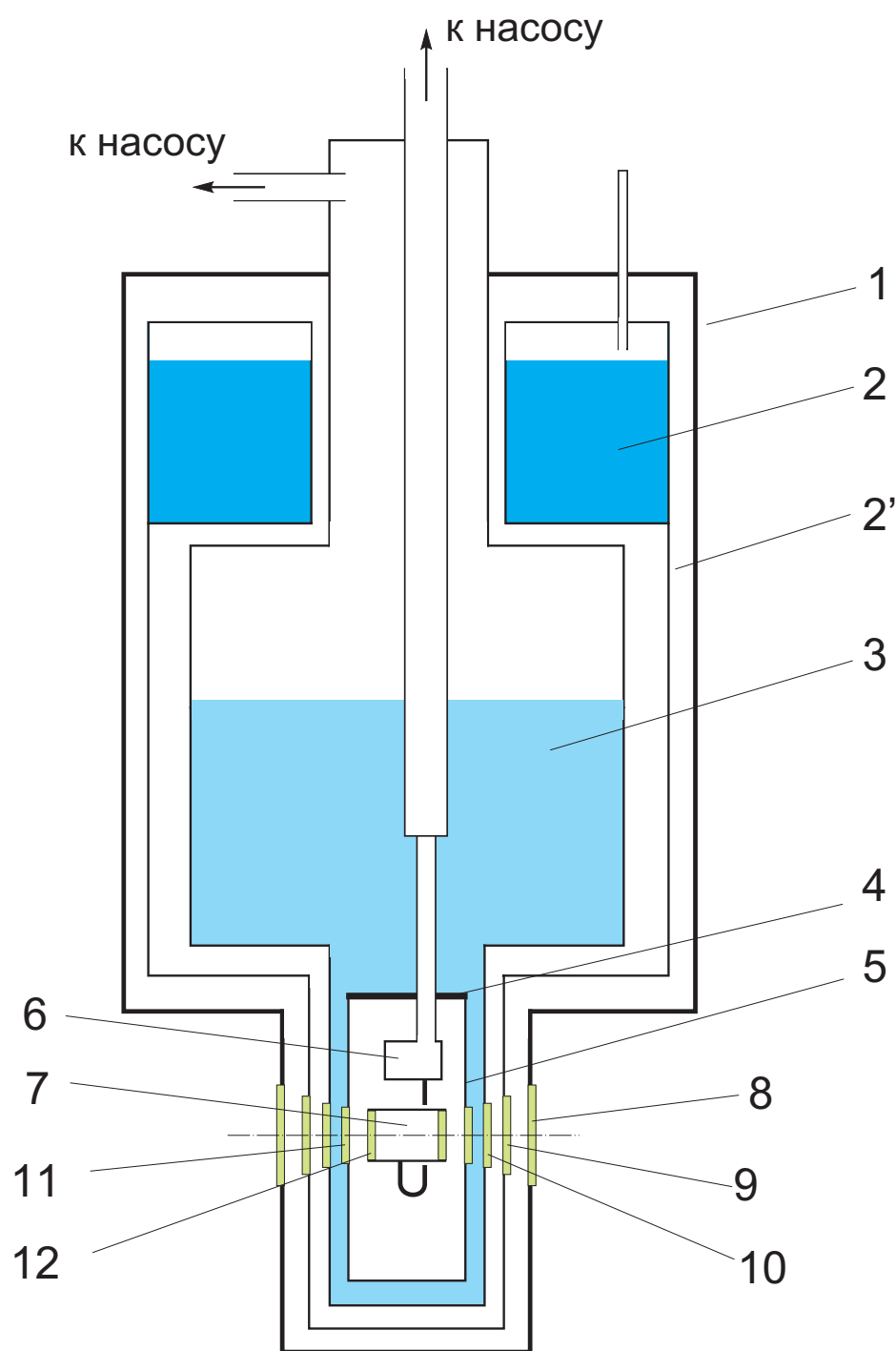


Рис. 7: Схема криостата до переделки. 1 — корпус криостата, 2 — жидкий азот, 2' — азотный экран, 3 — гелиевый объем, 4 — фланец с индиевым уплотнением, 5 — вакуумная рубашка, 6 — камера с жидким ^3He , 7 — экспериментальная камера, 8–12 — оптические окна.

стекле за все время эксплуатации криостата накопились частички пыли. Кроме того, в жидком гелии, через который приходилось смотреть, по-видимому, присутствовали частички замороженного воздуха. Все эти дефекты существенно повлияли на точность предварительных экспериментов. Конструкция криостата была неразборная, доступ к окнам был возможен только после распаивания ряда вакуумных фланцев большого диаметра. Еще одним существенным недостатком была невозможность продолжительной работы в непрерывном режиме, тогда как для экспериментов с кристаллами из-за необходимости их растить медленно требовалось иметь возможность поддерживать низкую температуру по нескольку суток. Подлить жидкий гелий в откачанный объем (3), не изменив условий в экспериментальной камере, было невозможно.

Для исправления перечисленных выше недостатков криостат был практически полностью переделан, см. рис. 8. Без изменений остались только экспериментальная камера, азотный объем, и верхняя часть гелиевого стакана. В новой конструкции камера (7) висит в общем для всей установки вакуумном объеме (5). Комнатный (1'), азотный (2') и гелиевый (3') экраны легко разнимаются по пунктирной линии на схеме на рис. 8. В такой конструкции основной объем гелия откачивать до 1 К не обязательно, хотя и возможно. Вместо этого была сделана градусная камера (13).

Во все экраны встроены плоскопараллельные окна из оптического стекла К-8 с помощью разборных винтовых соединений (см. чертеж на рис. 9). В такой конструкции возможно легко вынуть и промыть любое окно. В наружном экране, а также в экспериментальной камере окна уплотнены с помощью индия. В гелиевом и азотном экране стекла плотно вставлены в металлические обоймы (9'), (10') на рис. 9, затем щели проклеены эпок-

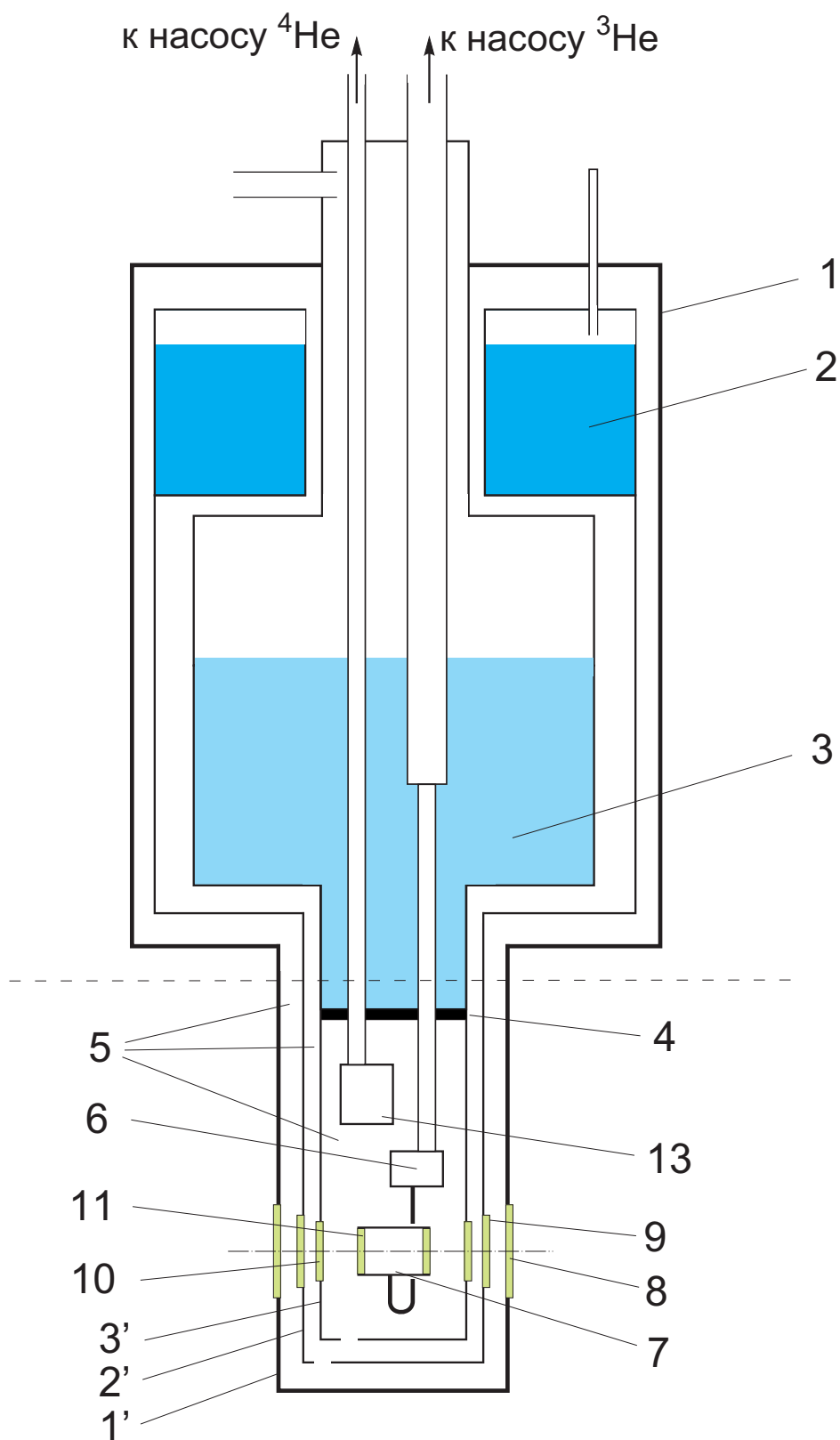


Рис. 8: Схема нового криостата. 1 — корпус криостата, 2 — жидкий азот, 2' — азотный экран, 3 — гелиевый объем, 3' — гелиевый экран, 4 — фланец с индиевым уплотнением, 5 — градусная камера, 6 — камера с жидким ^3He , 7 — экспериментальная камера, 8–11 — оптические окна.

сидной смолой Stycast-1266. Обоймы же винтами прижаты к экранам.

При изготовлении обоек были использованы различные конструкции и материалы. Из-за несогласованности коэффициентов теплового расширения стекла и доступных нам сплавов после охлаждения и отогрева стекла в собранной конструкции трескались. Первые обоймы были из меди с толщиной пояса 1 мм. Затем стенки были уменьшены вплоть до 0,3 мм, а сама обойма разрезана на манер пружины. Тем не менее, несмотря на отсутствие радиальных напряжений, приклеенные к боковой поверхности стекол площадки разрывали стекла касательными напряжениями. Расчетные силы давления, создающиеся при охлаждении, не превышали 1 кг/мм^2 , что существенно меньше предела прочности стекла. По-видимому, такое поведение связано с наличием микротрещин, оставшихся после обработки боковых (цилиндрических) поверхностей стекол, и разрушение происходит по этим трещинам.

В окончательном варианте оправки с толщиной стенки 0,5 мм изготавливались из феррохрома 47НХР, имеющего наиболее близкий коэффициент теплового расширения по отношению к стеклу К-8. Тем не менее, после первого рабочего цикла по краю стекол возникли небольшие трещины, причем они появились в процессе отогрева, при низкой температуре их не было. В процессе дальнейшей работы эти трещины практически не развились, и в поле зрения ничего не попало.

Пробные запуски криостата с болометром, расположенном вместо экспериментальной камеры, показали, что мощность теплового излучения от комнаты через окна не превышает 1–2 мкВт (предел чувствительности болометра). При проведении эксперимента влияние всех источников излучения было сведено к минимуму. Холодный источник света был диафрагмирован диаметром $\varnothing 0,2 \text{ мм}$. Остальное излучение экранировалось

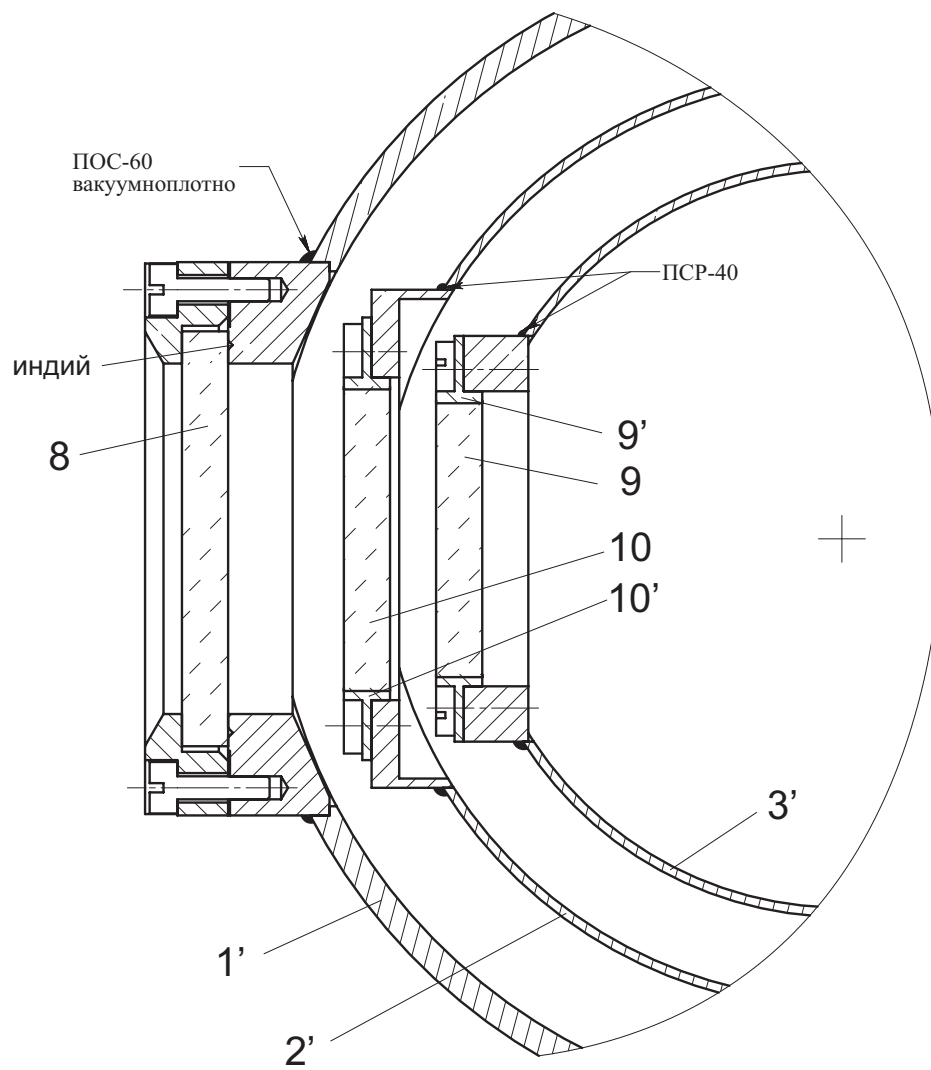


Рис. 9: Чертеж окон криостата. 1', 2', 3' — комнатный, азотный и гелиевый экраны, 8, 9, 10 — окна из К-8 на камере, гелиевом и азотном экранах, 9', 10' — металлические обоймы для окон.

кожухом из плотной ткани, окутывающим весь оптический тракт установки.

Экспериментальная камера представляет собой горизонтально расположенный цилиндр из феррохрома Н47ХБ длиной 29 мм и диаметром 19 мм (см. рис. 10). В торцы камеры с помощью разборного индиевого уплотнения вмонтированы оптические плоскопараллельные окна из К-8 (3) толщиной 3,5 мм. В нижнюю часть камеры вмонтировано медное плоское полированное дно (4), находящееся в тепловом контакте с рефрижератором посредством гибкого медного холодопровода, состоящего из 48 тонких медных полос толщиной 22 мкм (6). К холодопроводу припаян $1 \text{ к}\Omega$ RuO_2 термометр (8). Точно такой же термометр был поставлен на камеру откачки ^3He .

В отверстие в верхней части камеры впаян тонкий капилляр (9) $\varnothing 0,25 \times 0,08$, служащий для заполнения камеры рабочим веществом. Для уменьшения теплопритока по капилляру, заполненному сдвинутым сверхтекучим гелием, он был припаян оловянным припоем к камере откачки ^3He . Такая мера позволила существенно уменьшить теплоприток к экспериментальной камере.

Внутри камеры в верхней ее части расположен конденсатор (10), представляющий собой диэлектрический цилиндр $\varnothing 0,8$ мм, на который бифилярно в один слой намотаны два провода $\varnothing 30$ мкм в капроновой изоляции. При включении напряжения между проводами $\sim 1,2$ кВ напряженность поля между соседними витками составляет величину $\sim 10^6$ В/см. Такое поле использовалось для получения ориентированных образцов по ранее разработанной методике [6]. Провода введены в камеру через стеклянные изоляторы, тепловой коэффициент расширения которых согласован с коэффициентом феррохрома.

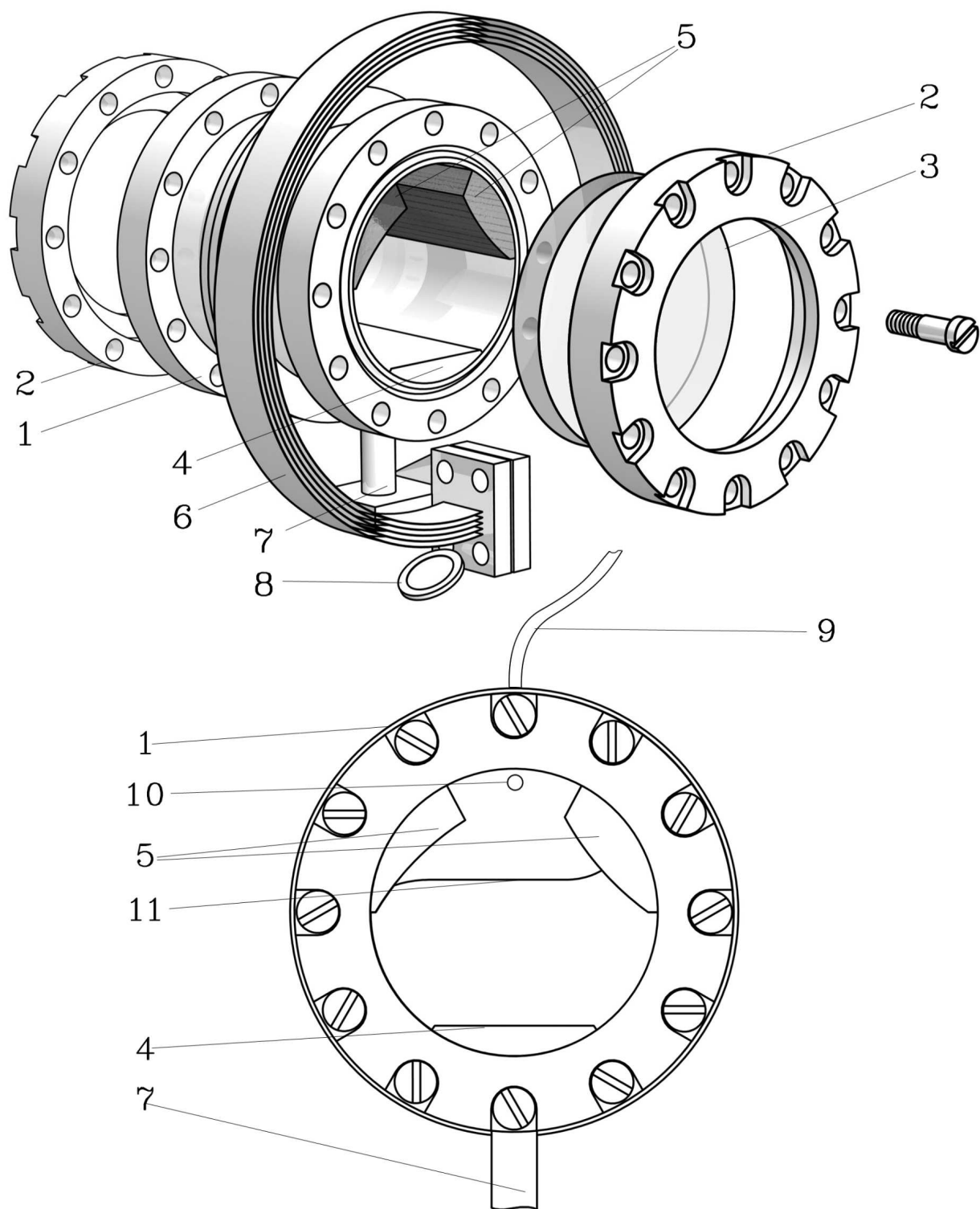


Рис. 10: Экспериментальная камера. 1 — корпус, 2 — фланец, 3 — окно, 4 — медное дно, 5 — стеклянные стенки, 6 — гибкий медный холодопровод, 7 — медный холодопровод, 8 — RuO₂ термометр, 9 — капилляр, 10 — конденсатор, 11 — поверхность раздела жидкой и твердой фаз.

Камера вставлена в обойму подшипника (на рис. 10 не показана) и связана с электромотором, находящимся при температура 1,2 К, при помощи тонкой кевларовой нити и пружины. Такая конструкция позволила вращать камеру в процессе эксперимента относительно ее горизонтальной оси в широком диапазоне углов. Большое передаточное отношение вращения мотора позволяло устанавливать нужный угол поворота камеры с большой точностью (методом последовательного приближения, контролируя поворот по фотографиям камеры, нам удавалось выставить нужный угол поворота с точностью не хуже $0,5 \cdot 10^{-3}$ рад).

К внутренней поверхности камеры в верхней ее части приклеены эпоксидным клеем STYCAST-1266 два стеклянных тела (5), основания которых примыкают к переднему и заднему окнам камеры и имеют форму, показанную на рис. 10, внизу. Поверхности тел, обращенные внутрь камеры и параллельные оптической оси, оптически полированы и тщательно вымыты для обеспечения однородных условий смачивания. Конфигурация стеклянных стенок выбрана таким образом, что с увеличением высоты угол наклона стенки ψ изменяется для левой стенки от 30° до 57° , а для правой — от 55° до 29° . Ожидалось, что во всем диапазоне высот мениск будет иметь S-образный профиль (см. рис. 2). В процессе эксперимента кристалл заполнял всю нижнюю часть камеры и вырастал до стеклянных стенок. Таким образом, подрачивая его или подплавляя, можно было изменять угол наклона стенки в точке касания мениска в указанных выше пределах. Такие углы наклона были выбраны исходя из опубликованных ранее приблизительных данных о краевом угле кристалла ${}^4\text{He}$, который составлял примерно 135° .

${}^4\text{He}$ кристаллизуется при низких температурах при давлении 25,3 бар. Для создания такого давления использовался газификатор (Ткаченко,

Филимонов, [43]), принцип действия которого основан на испарении жидкого гелия в ограниченный объем. Таким прибором нельзя поддерживать с хорошей точностью постоянное требуемое давление. В системе высокого давления имелась автоматика, поддерживающая постоянное давление в условиях потока вещества в камеру или из нее, вызванного ростом или плавлением кристалла. Основной ее частью были балластный объем в 300 см^3 с намотанным вокруг него нагревателем, а также датчик давления. Во время работы балластный объем нагревался до температуры $30\text{--}40^\circ \text{C}$. Для повышения давления температура поднималась увеличением тока через нагреватель. Давление с датчика считывалось цифровым вольтметром, из показаний которого вычиталось заранее выставленное реперное значение, соответствующее желаемому давлению в системе, и результат подавался на специальный электронный блок, управляющий нагревателем. Эта система позволяла поддерживать давление с точностью 10^{-3} бара, что позволяло растить и плавить кристалл с постоянной скоростью.

Температура измерялась $1 \text{ к}\Omega \text{ RuO}_2$ сопротивлениями, прокалиброванными по давлению паров ^3He , ^4He . Сопротивления измерялись мостом переменного тока SIM 921, выделяемая мощность не превышала 10^{-11} Вт. Значение температуры выводилось на компьютер. В процессе работы записывались температуры градусной камеры, объема с ^3He , а также экспериментальной камеры. Точность измерения составляла $2\text{--}3 \text{ мК}$.

Для выращивания кристаллов использовался предварительно очищенный через сверхтекучий фильтр ^4He . Концентрация примесей ^3He в нем не превышала $0,2 \text{ ppb}$.

Под криостатом находилась оптическая скамья, расположенная параллельно оптической оси с точностью $0,3 \cdot 10^{-3}$ рад., на которой размещались

все необходимые оптические приборы. Скамья выставлялась параллельно оси камеры. Образец рассматривался на просвет в параллельном свете с расходимостью не более $0,2 \cdot 10^{-3}$ рад. Расходимость была измерена с помощью телескопа, собирающего параллельные лучи в одну точку. В качестве источника «холодного» света был использован осветитель от микроскопа, дополненный системой линз и щелью. Изображение мениска фиксировалось фотоаппаратом, который крепился на скамье с помощью столика с градуированной микрометрической подачей в горизонтальной плоскости, а также с возможностью слегка менять наклон в двух направлениях.

Оптическая скамья была снабжена калиброванной микрометрической подачей, позволяющей вертикально перемещать один из ее концов. Это позволило выставлять оптическую ось системы параллельно грани кристалла. Камера с выращенным кристалл сначала поворачивался с помощью электромотора так, что грань в перпендикулярном оптической оси направлении становилась горизонтальной. Затем край оптической скамьи поднимался или опускался так, чтобы она стала параллельной грани кристалла.

Профиль кристалла фиксировался фотоаппаратом на просвет в параллельном свете. Такое освещение было выбрано для того, чтобы исключить влияние искривленных вблизи окон камеры участков мениска (см. оптическую схему на рис. 12). Фотоаппарат юстировался параллельно пучку света благодаря возможности объектива фокусироваться на бесконечность, собирать параллельный свет в точку, которая должна быть в центре изображения. Фотографирование производилось без дополнительных посторонних источников света, скамья накрывалась кожухом, чтобы внешний свет не создавал посторонних засветок и бликов. Пример

полученного изображения приведен на рис. 11. Границе раздела между кристаллом (прозрачной областью снизу) и жидкостью (областью сверху) соответствует верхний край темной полосы. Подробно все объекты на фотографии описаны в разделе диссертации, посвященном обработке изображения.

На рис. 12а приведен продольный разрез экспериментальной камеры с кристаллом и показан ход лучей. Параллельный свет, падающий выше и ниже искривленного около окон камеры мениска, проходит через камеру без отклонений и искажений, образуя на фотографии светлые области. Часть пучка света, попавшая на искривленный вниз участок поверхности кристалла сразу за окном камеры, преломляется, образуя отклоненные вниз сходящиеся лучи. Кроме того незначительная часть света ($\sim 1\%$) частично отражается от этой поверхности вверх. Все это приводит к перераспределению света на фотографии: сразу под поверхностью мениска видны темная, а под ней светлая полосы.

Кроме того на фотографиях вблизи поверхностей кристалла и цилиндрических стеклянных стенок видна дифракционная картина с характерным масштабом $\sim 0,1$ мм. Для точного определения положения мениска необходимо было ее «расшифровать», то есть с максимальной точностью определить положение геометрической тени. С этой целью была написана компьютерная программа, подробно рассмотренная ниже.

2.2 Калибровка и тестирование фотоаппарата

Для регистрации изображения мениска был использован цифровой фотоаппарат Canon 350D с объективом EF 180 f/3.5L, являющимся хорошим анастигматом. Внутри фотоаппарата свет, попавший на каждый пиксел матрицы, в зависимости от своей интенсивности преобразуется в

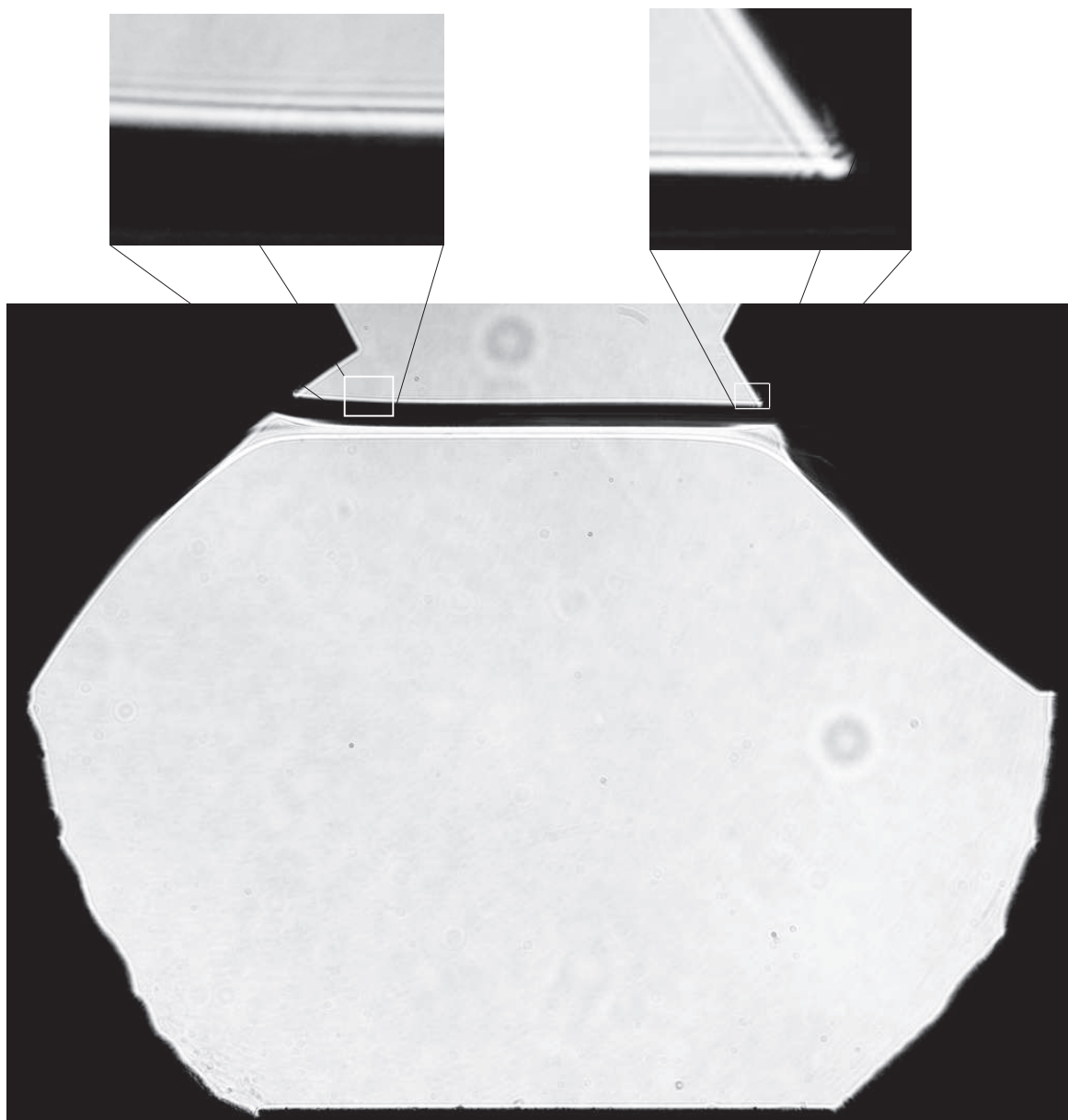


Рис. 11: Пример полученного изображения

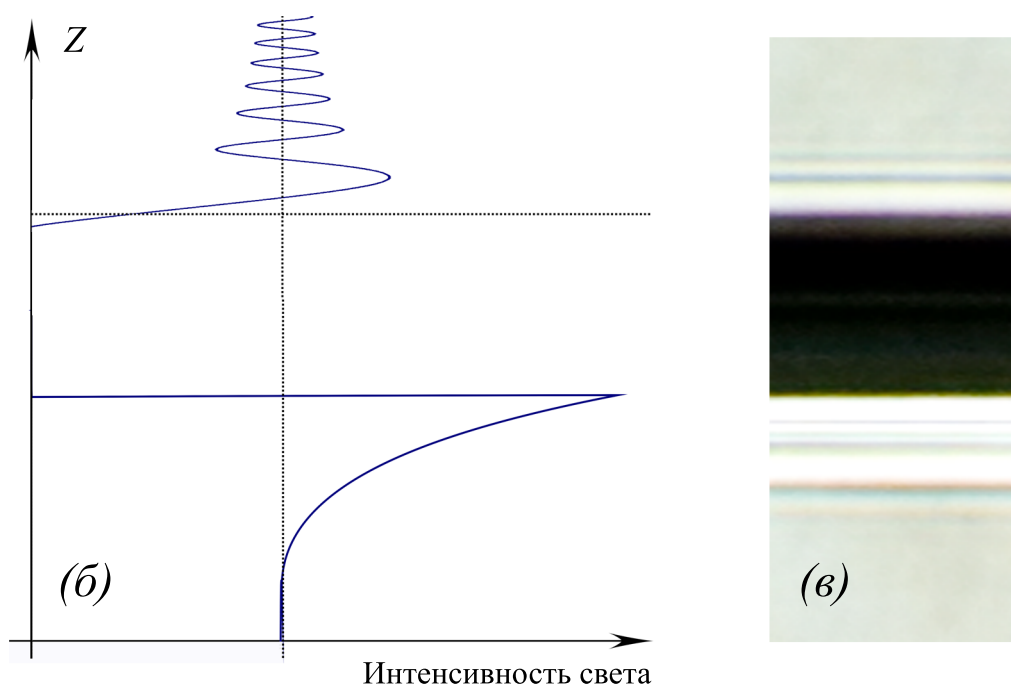
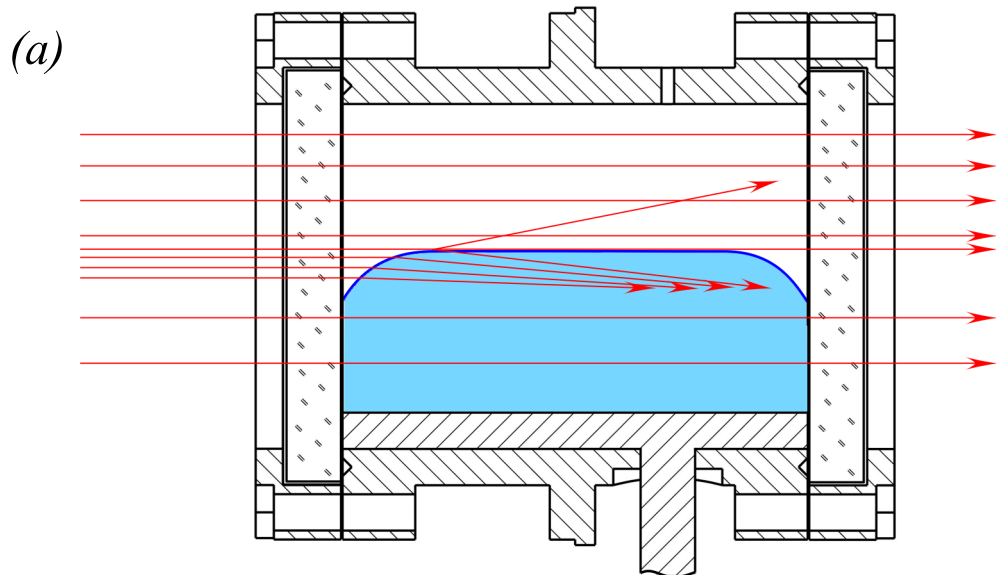


Рис. 12: *а)* Оптическая схема установки. Показан продольный разрез камеры. Параллельный свет, попав на мениск, отражается и преломляется на нем. *б)* Перераспределение света в результате преломления, отражения и дифракции. *в)* Фрагмент экспериментальной фотографии мениска.

целое числовое значение C , лежащее в диапазоне от 0 до $2^{12}=4096$, которое записывается в файл. Фотоаппарат позволяет сохранять данные со своей матрицы без каких-либо преобразований в формате RAW. Для проверки линейности полученного числа C от световой экспозиции пиксела (величины, определяемой произведением освещённости поверхности на длительность освещения) один и тот же источник света был сфотографирован с различными выдержками от 1/4000 до 30 с. Полученная зависимость, оказалось кусочно-линейной в рабочем диапазоне (рис. 13). Возможно, это сделано разработчиками камеры для расширения ее динамического диапазона. Для работы с такими данными достаточно сделать простое обратное преобразование в линейную функцию для всех $2500 < C < 4096$.

В эксперименте полезно было знать физический размер фотографируемого объекта. Увеличение объектива зависит только от расстояния от него до плоскости матрицы и максимально при наведении на резкость на как можно более близкий предмет. Используемый объектив можно фокусировать вручную, что позволяло его настраивать на резкость всегда на одно и то же расстояние, отстоящее примерно на 48 см от передней линзы. При этом, как заявлено в технических характеристиках, увеличение системы равно 1:1, то есть размер изображения объекта, создаваемого на матрице, равен размеру фотографируемого объекта. Таким образом, в кадр размером 3456 x 2304 пикселя попадает область 22,2 x 14,8 мм, что соответствует 156 пикселям, приходящимся на 1 мм матрицы.

Тем не менее, увеличение системы можно измерить экспериментально. Масштаб полученного изображения определялся фотографированием миры, представляющей собой сетку с шагом 1 мм. Точность расположения ее узлов была проверена на инструментальном микроскопе с разреше-

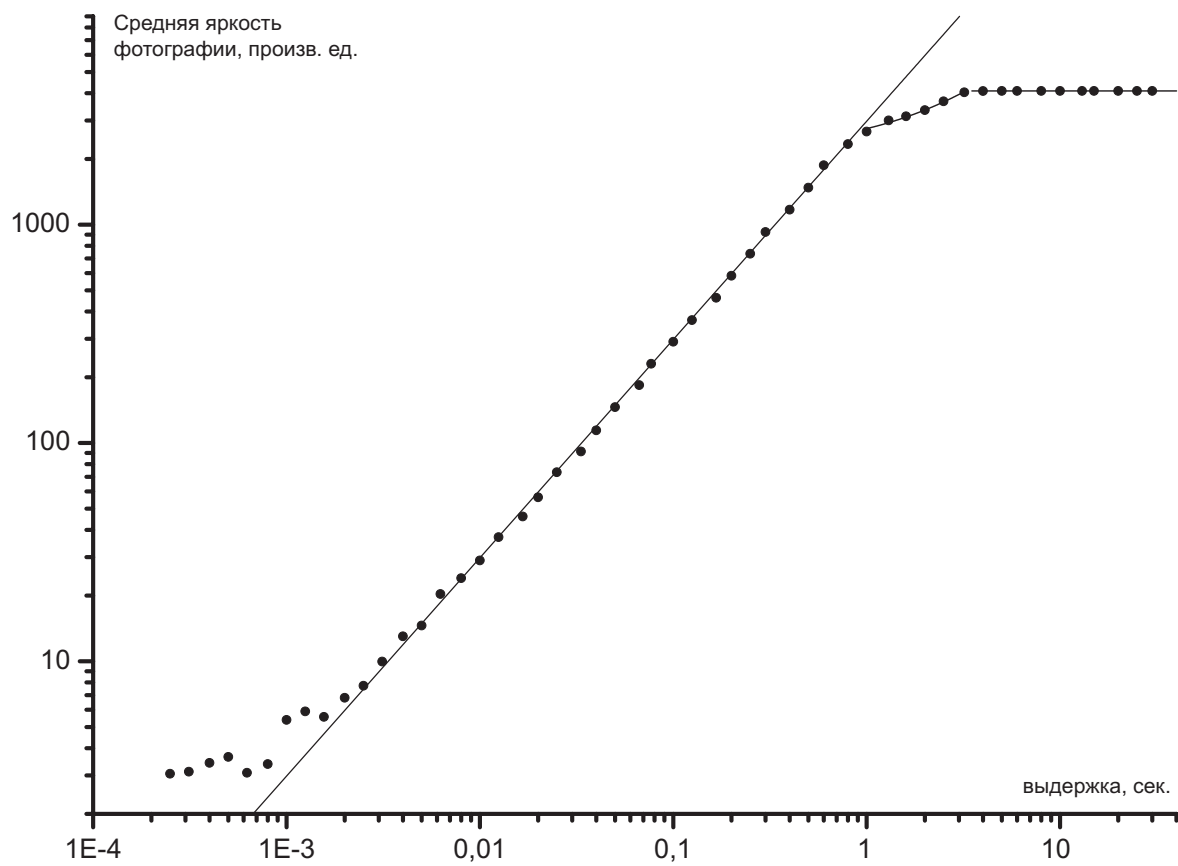


Рис. 13: Зависимость сигнала матрицы C от выдержки при постоянной интенсивности источника света (от световой экспозиции) в произвольных единицах. Диапазон сигнала матрицы находится в пределах от 0 до 4096.

нием 10 мкм. Мира фотографировалась на белом фоне, и на полученной фотографии с помощью компьютера были найдены все ее узлы (в деталях описание алгоритма программы см. ниже на стр. 65). Среднее расстояние между узлами составило $157,7 \pm 0,7$ пикселей. Таким образом увеличение объектива оказалось 1:1,015.

Максимальные отклонения полученной сетки от идеальной были в углах кадра и составили не более 3 пикселей, что соответствует относительной дисторсии порядка 0,2%. В результате максимальное отклонение линий сфотографированной сетки от идеальной составило у краев кадра не более $0,1^\circ$, в центре же оно гораздо меньше. Такая точность полностью удовлетворяет потребностям эксперимента.

2.3 Дифракционная картина

На полученных в результате эксперимента фотографиях (пример на рис. 11) отчетливо видны дифракционные полосы на границах камеры, стеклянных стенок, дна и мениска. Кроме дифракционных полос наблюдается, как этого и следовало ожидать, плавное уменьшение яркости в области тени по мере удаления от ее края, точное положение которого становится неочевидным. Для решения поставленной в работе задачи требовалось с высокой точностью установить положение этого края, ошибка в этом определении приведет к погрешности в измерении профиля мениска и, соответственно, контактного угла. Проблема в том, что дифракционная картина в нашей задаче сложна ввиду протяженности объекта, наличия объектива фотоаппарата, немонахромности света, и может существенно отличаться от известного распределения интенсивности в результате дифракции на тонком лезвии. Определить положение края можно только после экспериментов с модельными предметами. Единственными объек-

тами, координаты которых можно определить точно, являются положения максимумов и минимумов дифракции.

Тестовые измерения были проведены в три этапа. Сначала убедились в том, что измеренная интенсивность дифракции на тонком лезвии хорошо совпадает с расчетной. Затем был сфотографирован в тех же условиях протяженный стеклянный объект, дифракция на котором была сравнена с расчетной. И последним объектом стал мениск жидкого гелия в условиях, в точности соответствующих экспериментальным. Ниже эти шаги описаны подробно.

В эксперименте для получения изображения поверхности кристалла фотоаппарат фокусировался на середину камеры. Чтобы понять, каким образом объектив (являющийся практически идеальной линзой) влияет на дифракционную картину, возникающую на матрице фотоаппарата, рассмотрим рисунок 14. Пусть тонкое лезвие 1, освещенное параллельным светом, расположено на расстоянии b от плоскости 2 (пунктирная линия на рисунке), на которую сфокусирована линза 3. Известно (см., например, учебник Сивухина [44]), что в плоскости на расстоянии b за лезвием образуется дифракционная картина, координаты максимумов и минимумов которой с хорошей точностью описываются формулами

$$\begin{aligned}x_{\max} &= \frac{1}{2}\sqrt{\lambda b(8n - 5)}, \\x_{\min} &= \frac{1}{2}\sqrt{\lambda b(8n - 1)},\end{aligned}\tag{18}$$

где λ — длина волны света, n — номер полосы. Другими словами, в этой плоскости после прохождения лезвия сформировался соответствующий волновой фронт.

Согласно принципу Гюйгенса-Френеля, каждая точка полученного волнового фронта является вторичным источником световых волн. Таким

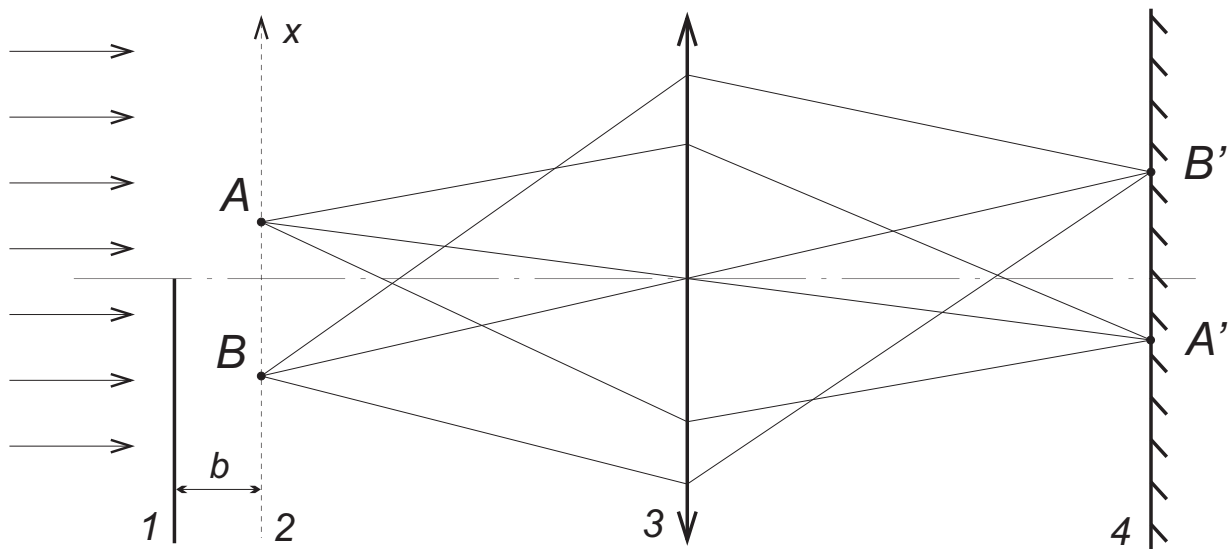


Рис. 14: Схема лучей при получении дифракционной картины с помощью линзы. Пунктиром обозначена плоскость 2, на которую сфокусирован объектив.

образом, все точки в данной плоскости можно рассматривать как независимые источники новых волн, в частности, точки A и B рисунка. Если пренебречь дифракцией на краю линзы, то есть эффектами порядка λ/D (D — диаметр линзы) ^{*)}, то все лучи, вышедшие из точки A и попавшие на линзу, соберутся в точке A' на матрице камеры 4. Более того, лучи, вышедшие из других точек, например, B , попадут на матрицу в другие, отличные от A' точки. Кроме того, идеальная линза обладает таким свойством, что оптические длины всех путей AA' равны. Таким образом, интенсивность света в точке A' будет пропорциональна интенсивности света в точке A . Получается, что с помощью линзы, сфокусированной на расстоянии b перед лезвием (см. рис. 14), можно увидеть дифракционную картину, образовавшуюся в этой плоскости.

В первом тестовом эксперименте в параллельном свете было сфотографировано лезвие бритвы, размещенное строго перпендикулярно оптической оси. Объектив фокусировался на различное контролируемое мик-

^{*)}Эти эффекты приведут к «размыванию» каждой точки в пятно диаметром порядка 0,4 мкм, что существенно меньше размера пиксела фотоаппарата (6,4 мкм).

рометрическим винтом расстояние за лезвием b_{real} . На полученных фотографиях была отчетливо видна дифракционная картина, зависящая от расстояния b_{real} . При этом зависимость квадрата координаты минимумов и максимумов дифракционной картины от их номера оказалась, как и следовало ожидать из закона (18), линейной (метод измерения этих координат на фотографиях подробно описан ниже в разделе «Обработка фотографий» следующей главы работы). Такая линейная зависимость позволяет вычислить b_{calc} и сравнить эту величину с выставленным с помощью микрометрического винта значением b_{real} . Полученные величины легли на прямую $b_{\text{calc}} = b_{\text{real}}$.

Картина дифракции от протяженного объекта, сложнее и требует отдельной экспериментальной проверки, однако в общих чертах похожа на описанную выше от тонкого лезвия. Теоретическое рассмотрение такой задачи сложно, а для целей поставленной задачи достаточно уметь определять положение края геометрической тени. Эта проблема была решена экспериментально.

Качественно понять отличие дифракции на протяженном объекте от дифракции на тонком лезвии можно следующим образом. Пусть у объекта верхняя поверхность зеркальна (см. рис. 15, справа). Рассмотрим точку экрана P . Согласно принципу Гюйгенса-Френеля, вектор амплитуды света в этой точке без учета отраженных от зеркала лучей равен вектору \overrightarrow{AC} спирали Корню (см. рис. 15, слева). $\xi(\nu)$ и $\eta(\nu)$ — безразмерные интегралы Френеля [44], $\nu = x\sqrt{2/\lambda b}$. Рассмотрим точку P' , симметричную P относительно зеркальной поверхности объекта. Если бы вместо зеркального объекта было лезвие, амплитуда света в точке P' была бы равна вектору $\overrightarrow{AC'}$ (точка C' симметрична точке C относительно начала координат), этот вектор равен \overrightarrow{CB} из симметрии. Значит, амплитуда

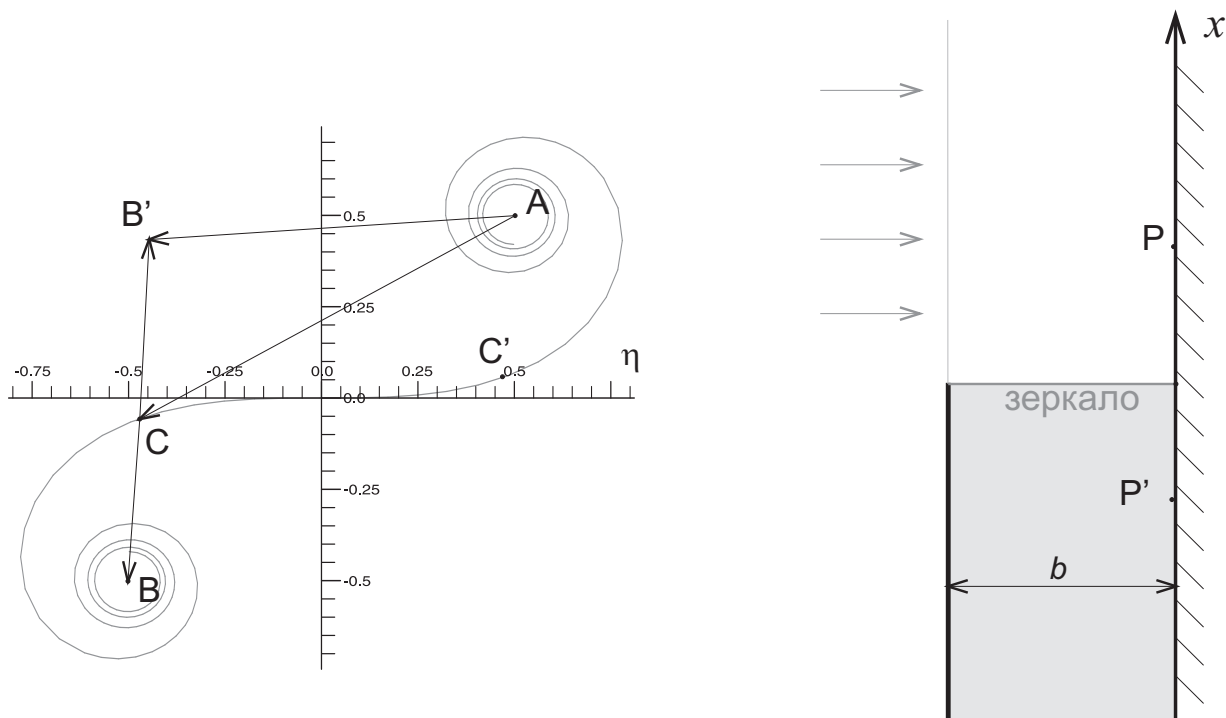


Рис. 15: К расчету дифракционной картины для протяженного зеркального объекта.

света в точке P , создаваемая отраженными от зеркала лучами, равна $-\vec{CB} = \vec{CB}'$ (знак минус из-за того, что при отражении добавляется фаза π). В итоге суммарная амплитуда в точке P составляет \vec{AB}' . Интенсивность света пропорциональна $|\vec{AB}'|^2$.

График построенной таким образом зависимости проведен на рис. 16 светлой линией. Темной линией для сравнения приведена расчетная картина дифракции на тонком лезвии. Видно, что наибольшее отличие у этих кривых появляется вблизи края геометрической тени, как раз в интересующем нас месте. Однако, положения максимумов на них совпадают. Данный факт позволяет привязать положение геометрической тени к положению максимумов на полученной экспериментально кривой.

Перед тем, как посмотреть реальную дифракцию в экспериментальной ячейке на реальном объекте (кристалле гелия), на оптической скамье была сфотографирована горизонтально лежащая стеклянная полированная пластинка длиной 29 мм со скругленными краями, имитирующая мениск

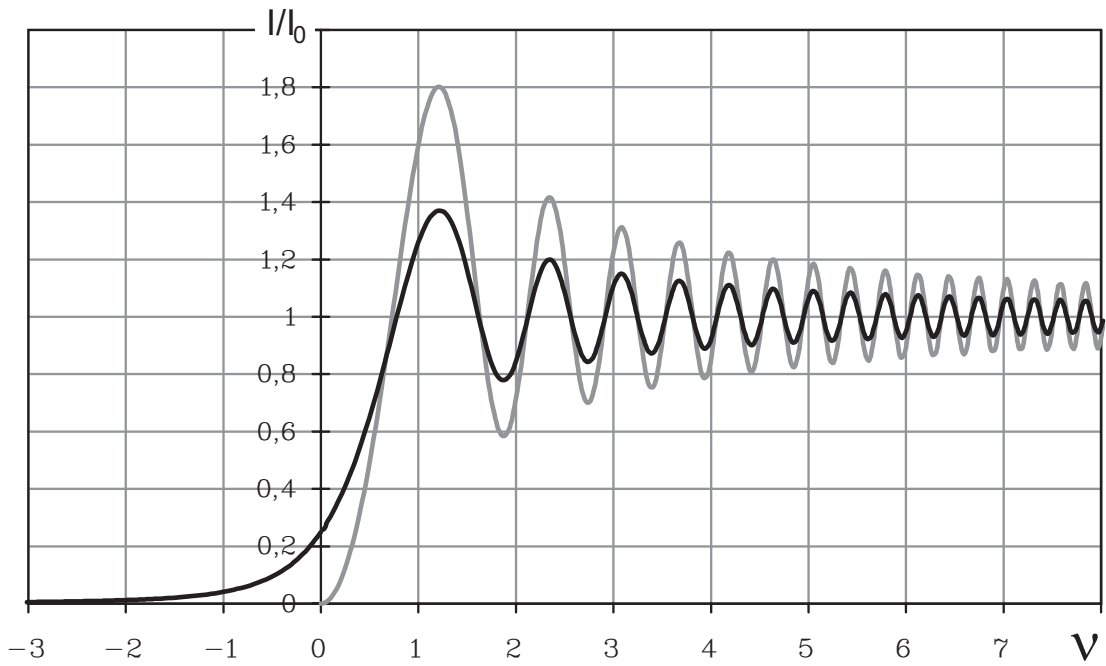


Рис. 16: Расчетная интенсивность дифракционной картины в параллельном свете для тонкого плоского экрана (темная линия) и для зеркального протяженного объекта (светлая линия).

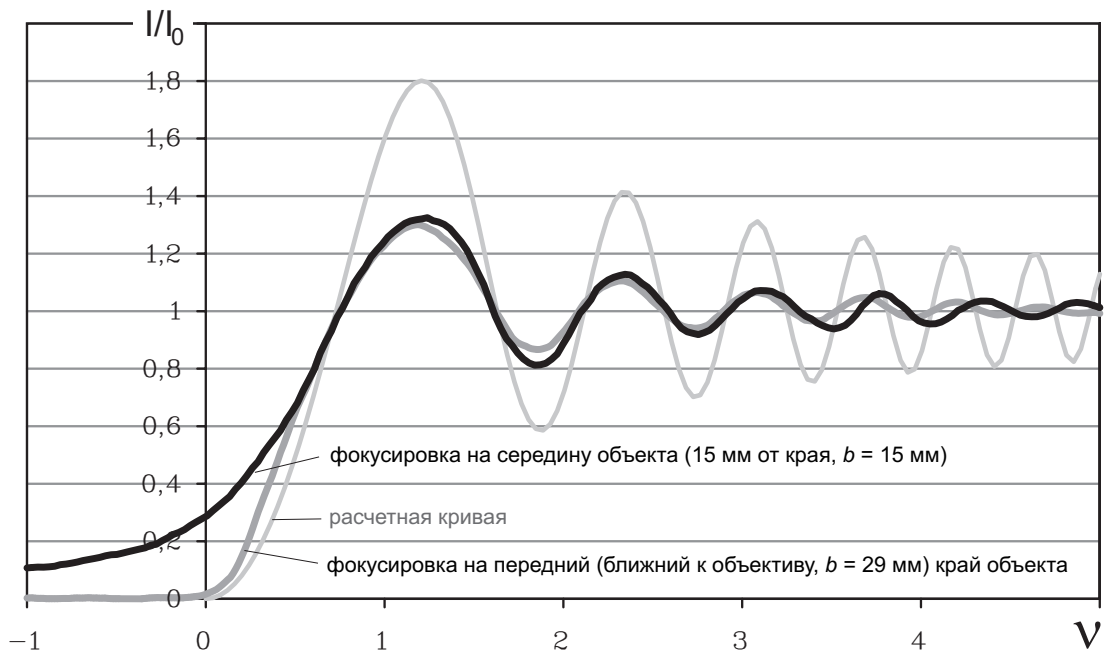


Рис. 17: Сравнение расчетной интенсивности дифракционной картины в параллельном свете (тонкая светлая линия) с полученной экспериментально с учетом аппаратной функции матрицы фотоаппарата для стеклянной пластины длиной 29 мм. По осям отложены безразмерные единицы.

кристалла. На рис. 17 приведены результаты измерений дифракционной картины на ней. На фоне проведенного серым цветом расчетного распределения интенсивности полос для описанного выше объекта с зеркальной плоскостью показаны две экспериментальные кривые, соответствующие различным положениям фокуса объектива. Обе кривые приведены в безразмерных параметрах ν и I/I_0 (отношение освещенности в интересующем месте и вдали от края), в реальности их масштаб различен. Получившаяся яркость в геометрической тени также различается у обеих кривых. В экспериментах с реальным кристаллом гелия камера фокусировалась на середину камеры, что соответствует самой темной кривой. При этом положению геометрической тени соответствует значение освещенности $0,31I_0$, которое использовалось для нахождения координаты мениска и стенок.

Последним, наиболее важным, тестовым объектом стал мениск жидкого гелия в экспериментальной камере, сфотографированный в условиях, в точности соответствующих дальнейшему эксперименту: тот же размер объекта, тот же оптический тракт, похожая форма ближней и дальней кромки, близкие коэффициенты преломления. При этом мениск жидкого гелия описывается хорошо гиперболическим косинусом (17). Дифракционная картина в этом случае ничем принципиально не отличалась от картины от стеклянной полированной пластины. Сама форма жидкого мениска приведена ниже на стр. 70.

Следует отметить, что расчетные кривые приведены для случая монохромного света, в экспериментах же использовался белый свет. Использование монохромного света примерно в четыре раза ухудшит разрешение фотоаппарата из-за особенностей строения матрицы — в ней каждый пиксел считывает только красный, зеленый или синий цвет. Недостающие

компоненты цвета интерполируются исходя из значений по соседству. В белом свете задействована вся матрица камеры. Положения же первых дифракционных максимумов в этом случае остается неизменным, и лишь ухудшается их контрастность, что хорошо видно на рис. 17.

2.4 Ход эксперимента

Эксперименты проводились при температуре $T \leq 1$ К. В этой области давление кристаллизации $P_{\text{cryst}} \simeq 25,3$ бар, и кристаллический ${}^4\text{He}$ имеет гексагональную плотноупакованную структуру.

Прежде, чем вырастить кристалл, в камеру конденсировалось небольшое количество жидкого гелия, и по уровню жидкости выставлялось горизонтальное положение гониометра: оптической трубы со встроенным в окуляр прибором, позволяющим измерять углы в плоскости xZ . Кроме того жидкость фотографировалась для юстировки горизонтали кадра фотоаппарата. По окончании эксперимента это делалось еще раз, чтобы убедиться в том, что горизонт фотоаппарата не был сбит.

Кристаллы выращивались методом, предложенным в работе [6]. Сначала камера наполнялась жидким гелием при давлении, близком к давлению кристаллизации, но ниже него. На конденсатор, расположенный в верхней ее части, подавалось напряжение $\approx 1,2$ кВ. Вблизи его витков напряженность поля составляла 10^6 В/см, и оно инициирует возникновение зародыша кристалла на поверхности конденсатора. При этом температура не должна быть ни слишком низкой, ни слишком высокой, тогда коэффициент роста грани (0001) практически равен нулю, в то время как в перпендикулярных направлениях он велик, и зародыш растет в виде тонкой пластинки. Наиболее удачной температурой для появления зародыша оказалась 0,82–0,84 К. После включения напряжения на кон-

денсаторе давление в системе медленно повышалось до тех пор, пока не появлялся висящий на конденсаторе зародыш размером 3–5 мм в форме ограниченной пластинки (рис. 18). После выключения поля он отрывался и планировал на горизонтальное дно камеры. Кинограмма такого процесса, приведенная в работе Бабкина, Копелиовича и Паршина [41], изображена на рис. 19. В результате такой процедуры грань (0001) образца с большой вероятностью ориентировалась горизонтально. В случае неудачного падения зародыш расплавлялся и процедура повторялась сначала. Для получения хорошо ориентированного образца порой требовалось 20–30 попыток.

Полученный зародыш, выращенный с большой скоростью, может содержать большое количество различных дефектов. Чтобы уменьшить их влияние кристалл плавился до минимального размера порядка 1 мм, который еще можно было контролировать визуально. Затем давление фиксировалось чуть выше давления кристаллизации, и образец начинал медленно расти. При температуре 0,9 К в равновесной форме кристалла ${}^4\text{He}$ присутствует грань (0001), скорость роста которой существенно меньше, чем у скругленных участков. Поэтому в процессе роста скругленные участки быстро разрастаются до стенок камеры, и грань (0001) занимает всю доступную площадь. В этот момент определялась ориентация грани.

После падения зародыша его ось C_6 не обязательно направлена строго вертикально, и необходимо определить ее направление. Поворотом камеры вокруг ее оси с помощью «холодного» мотора добивались того, что в плоскости, перпендикулярной оптической оси, наклон грани к горизонтали составлял не более $5 \cdot 10^{-4}$ рад. Угол контролировался гониометром, точность отсчета угла которого равна $3 \cdot 10^{-4}$ рад. В продольном направлении наклон грани определялся по отражению от нее слегка наклоненного

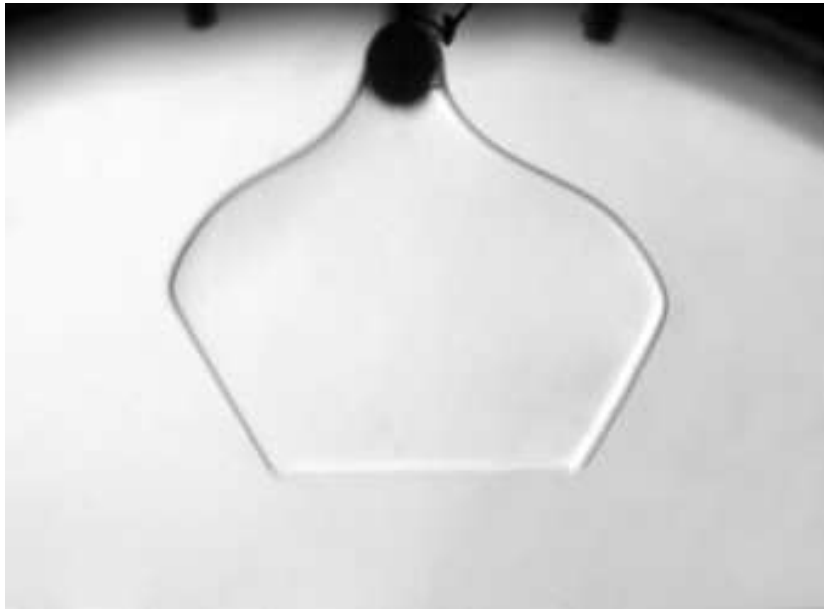


Рис. 18: Фотография висящего на конденсаторе зародыша кристалла He^4 непосредственно перед падением. Зародыш имеет форму тонкой ограненной пластинки «диаметром» 4–5 мм.

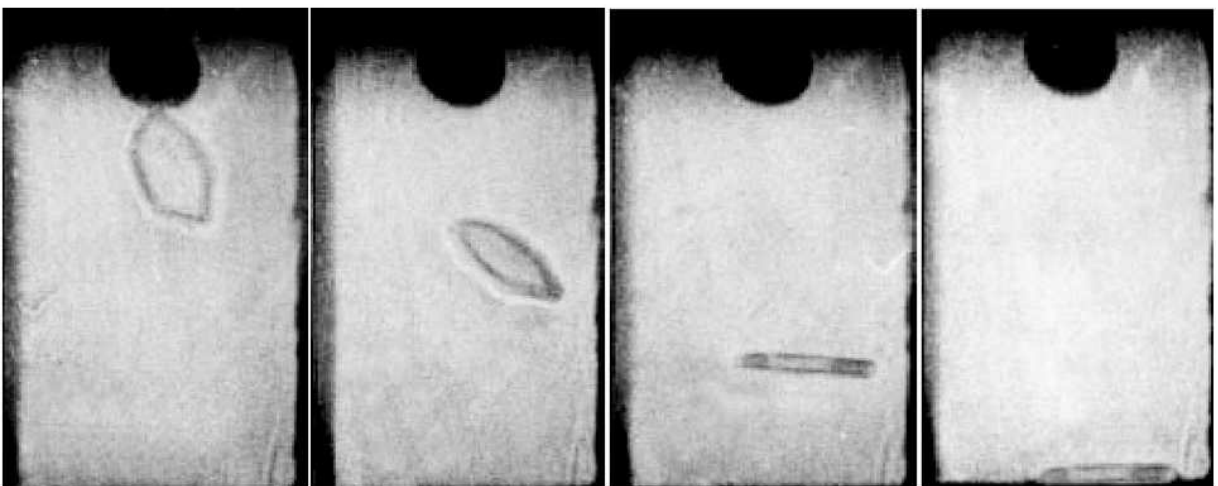


Рис. 19: Кинограмма падения зародыша кристалла. Взята из работы [41].

пучка параллельного света, как показано на рис. 20. Пучок направлялся одновременно на грань кристалла и на строго горизонтальное зеркало, находящееся вне криостата. Оба отраженных луча попадали в коллиматор, который собирает все параллельные лучи в одну точку, положение которой зависит от их направления. С помощью специального механизма один из краев оптической скамьи поднимался или опускался до тех пор, пока отражение от параллельного скамье зеркала и отражение от грани растущего кристалла не совпадали в окуляре телескопа, что означало параллельность этих пучков. Таким образом скамья выставилась параллельно грани с точностью $3 \cdot 10^{-4}$ рад. Образец признавался удачным, если отклонение грани от горизонтали не превышало 10^{-3} рад.

После этого ориентация грани в плоскости xZ с высокой точностью определялась по фотографии растущей грани. Точность определения угла наклона составила $2 \cdot 10^{-4}$ рад.

Положение горизонта в эксперименте было крайне важно, поэтому на протяжении всей работы с кристаллом, длящейся по несколько дней и сопровождающейся установкой-снятием фотоаппарата на скамью, фотографировали кристалл в процессе роста, когда его форма была представлена только гранью. На каждой фотографии проверялось, что наклон

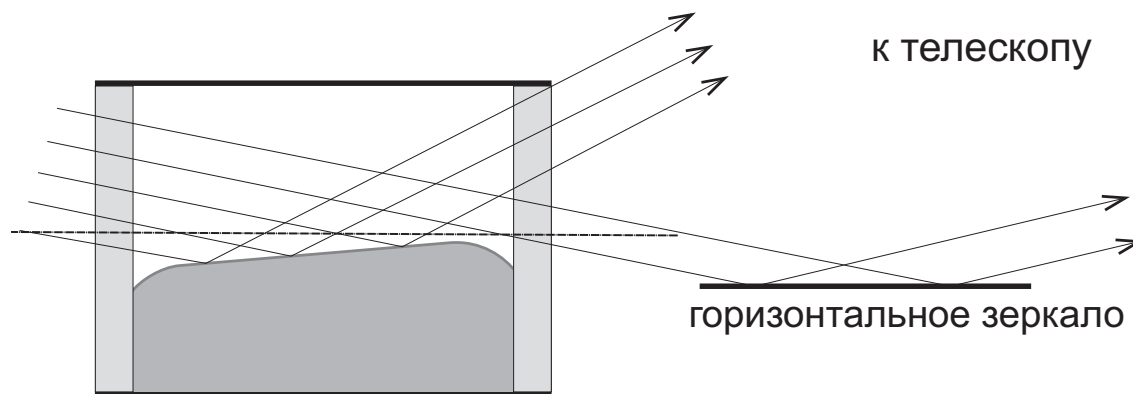


Рис. 20: Схема измерения наклона грани в направлении вдоль оптической оси.

границы относительно кадра неизменен с точностью $1-2 \cdot 10^{-4}$ рад. Помимо этого, дополнительно, контролировался наклон дна на каждом кадре.

Удачный образец медленно, с характерной скоростью 30 мкм/мин выращивался до необходимой высоты между стеклянными стенками камеры при температуре, соответствующей минимуму на кривой правления. После этого заперся вентиль, находящийся снаружи криостата. Запертый кристалл выдерживался от 10 минут до 10–11 часов, его профиль фиксировался фотоаппаратом. Было замечено, что, будучи запертым, кристалл растет со скоростью 0,3 мкм/мин. Такое поведение объясняется тем, что уровень гелия в 4-градусном объеме постепенно уменьшается, что приводит к разогреву находящихся над его поверхностью капилляра заполнения ячейки. Это, в свою очередь, обеспечивает поток вещества в ячейку. Кроме того, при закрытом «теплом» вентиле гелиевой линии, на уровень кристалла влияла подливка градусной камеры (разогрев участка капилляра с 1,05 до 1,5 К), приводящая к подплавлению кристалла на ~ 40 мкм, а затем возвращению к прежнему объему. Существенно большее влияние, опять же за счет капилляра заполнения, оказывала подливка основного объема гелия, но эту процедуру можно было проводить раз в двое суток.

После достижения необходимого уровня и установления равновесия фотографировался профиль кристалла. Затем открывался теплый вентиль, соединяющий экспериментальный объем с балластным, содержащим гелий при давлении чуть выше либо чуть ниже давления плавления, и кристалл медленно рос либо плавился до следующего уровня, где выдерживался очередные 20, затем 40 минут. И так далее. В итоге получалась серия профилей с шагом 0,3–0,5 мм с различными углами наклона стенки.

Глава 3

Обработка результатов и обсуждение

3.1 Обработка фотографий

Полученные фотографии кристалла обрабатывались с помощью специально разработанной компьютерной программы, позволяющей найти профиль мениска кристалла на всей его ширине от одной стенки камеры до другой, измерять углы наклона стенки в месте касания и углы наклона поверхности кристалла относительно направления грани. В программе реализованы алгоритмы, определяющие положение мениска с точностью, существенно превышающей пиксель изображения, что возможно благодаря различным усреднениям по группе соседних точек. В этом разделе подробно описана работа программы.

Программа написана на языке C++. При ее разработке были использованы процедуры, описанные Press и William [45]. Кроме того использовался пакет программ «fitpack», реализующий сглаживание набора данных с помощью B-сплайнов (см., например, Dierckx [46]).

С точки зрения компьютера каждая фотография представляет собой таблицу значений яркости пикселей. Автоматически определить в таком массиве интересующие объекты сложно. Задача обработки изображения существенно облегчилась благодаря практически неизменной геометрии всех кадров. От одной серии снимков к другой может меняться общий наклон кадра относительно горизонтали, смещение рабочей области кадра в любом направлении, измениться общий масштаб картинка. Кроме того сама камера может быть повернута с помощью встроенного мотора, в том числе и в процессе эксперимента. Поэтому в программу нельзя

изначально заложить положение дна и стеклянных стенок с необходимой точностью. Тем не менее, по характерным объектам на фотографии возможно сделать начальную, довольно грубую привязку системы координат, связанной с камерой, то есть найти положения ее центра и наклон дна относительно кадра. Масштаб (количество пикселей в 1 мм) не меняется в процессе работы.

На рис. 21 отмечены все существенные объекты на полученных фотографиях. Кристалл ${}^4\text{He}$ занимает нижнюю часть камеры 1, жидкость — верхнюю. Граница мениска проходит по верхнему краю темной полосы, расположенной между ними (объяснение происхождения этой полосы см. выше на стр. 40). На окружности камеры виден выступивший из уплотнения окон по ее границе индий. Слева и справа от мениска расположены стеклянные стенки камеры 2 и 3. Их торцы матированы, поэтому выглядят на фотографиях в параллельном свете черными. Снизу находится дно 4. Сразу под мениском в полосе, выделенной красным цветом, картина стенок искажена преломлением света вблизи окон камеры, это место необходимо исключить из рассмотрения. В объеме кристалла и жидкости видны шумы, связанные в основном с неоднородностью линзы-коллиматора, а также объектива.

Кратко последовательные стадии работы программы проиллюстрированы на рис. 22. Программа сначала отыскивает границу между «светлой» и «темной» областями фотографии (*а*). Затем определяются «гладкие» участки границы, такие, где радиус кривизны в каждой точке не слишком мал. Таким образом исключаются из рассмотрения места, испорченные шумом, а также различные углы (например, между мениском и боковой стенкой) (*б*). После этого весьма приблизительно проводятся окружность камеры и боковых стенок (*в*), каждый «гладкий» уча-



Рис. 21: Полученная фотография с обозначенными основными объектами:

1 — стенки камеры диаметром 19 мм.

2, 3 (заштрихованные области) — вклеенные стеклянные стенки

4 — медное дно камеры

5 (верхняя часть темной полосы) — положение границы раздела.

окрашенная красным область — исключенная из обработки зона

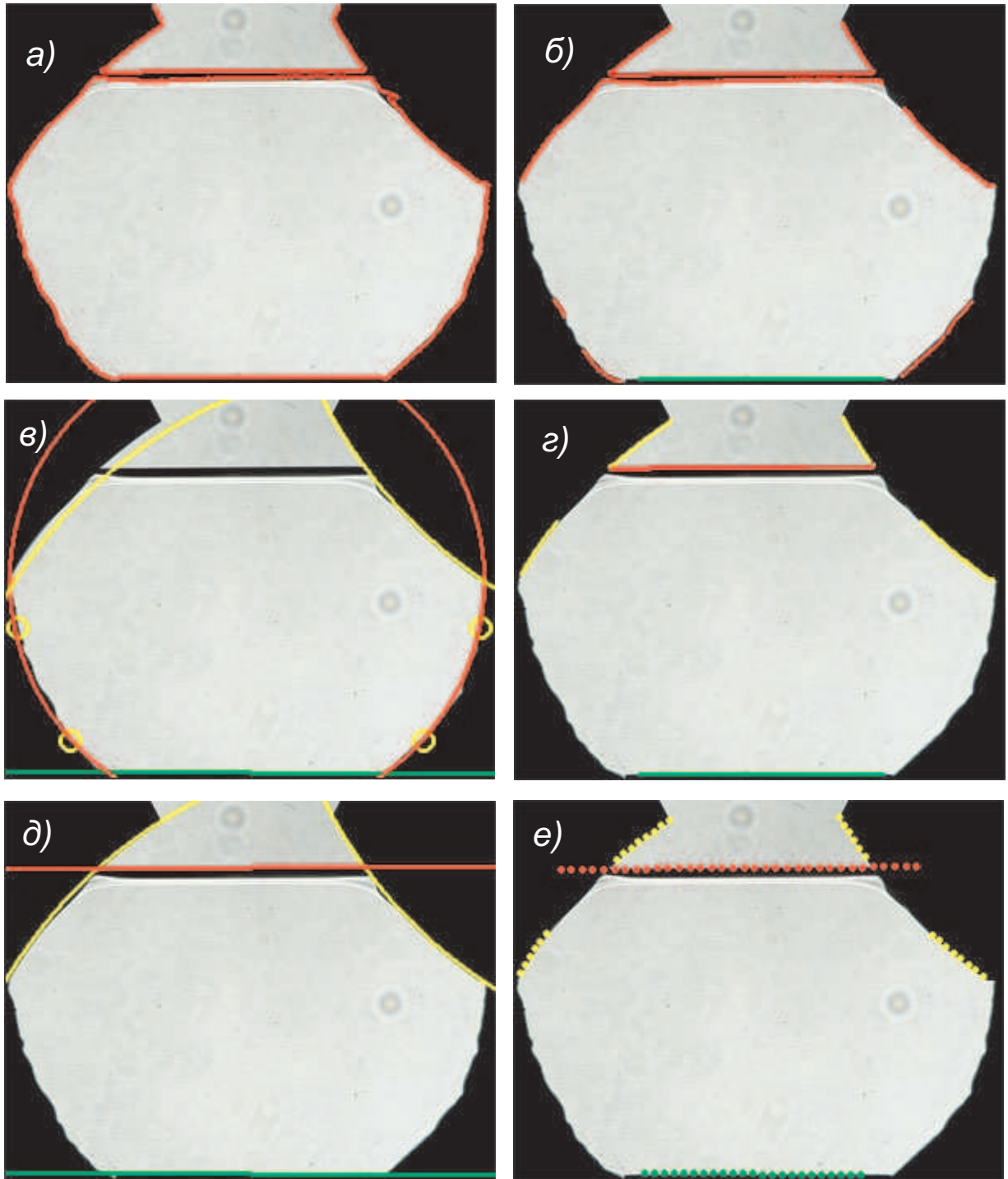


Рис. 22: Последовательные стадии обработки фотографии компьютерной программой. *а)* Выделены границы «светлой» и «темной» областей. *б)* Выделены «гладкие» участки границ. *в)* Нулевое приближение геометрии. *г)* «Гладкие» участки границ ассоциированы с окружностями стенок (желтые), мениском (красные) и дном (зеленые). *д)* Первое приближение геометрии. *е)* Места, где программа ищет дифракционную картину (желтые точки — стенки, зеленые — дно, красные — мениск)

сток границы ассоциировался либо с дном, либо с боковыми стеклянными стенками, либо с мениском (2). По определенным таким образом точкам проводилась прямая дна и окружности стенок (∂). И наконец, положение стенок и мениска уточняется с учетом дифракционной картины, причем поиск велся только вблизи определенных на предыдущих шагах объектов.

Разделение изображения на «абсолютно белую» и «абсолютно черную» области производилось следующим образом. Точка считалась «абсолютно белой», если ее яркость больше некоторого порогового значения, в противном случае «абсолютно черной». Выбор программой этого порогового значения яркости является важной задачей. Каждая фотография по сути состоит из двух светлых частей — кристалла и жидкости, остальные участки практически черные. Поэтому гистограмма (то есть распределение пикселей по яркостям) всего изображения будет состоять из двух больших пиков, соответствующих светлым и темным областям фотографии. Пороговое значение должно лежать между этими пиками, в минимуме. На рис. 23 приведен пример гистограмм, а также фрагменты изображения с проведенными границами, соответствующие различным значениям пороговой яркости. Видно (рис. 23а), что темная линия под мениском чуть менее контрастная, чем стенки камеры, поэтому нельзя выбрать пороговое значение яркости слишком темным. Слишком большое же значение выделит все пятна на светлых участках (рис. 23в).

После этого шага в программе установлены все границы между темной и светлой областями. При этом выделены не только важные в дальнейшем участки, но также места, испорченные шумом (например, попадающие на пятно от пыли), нижняя кромка мениска, верхняя часть боковых стеклянных стенок и т. п. Необходимо автоматически разбить всю гра-

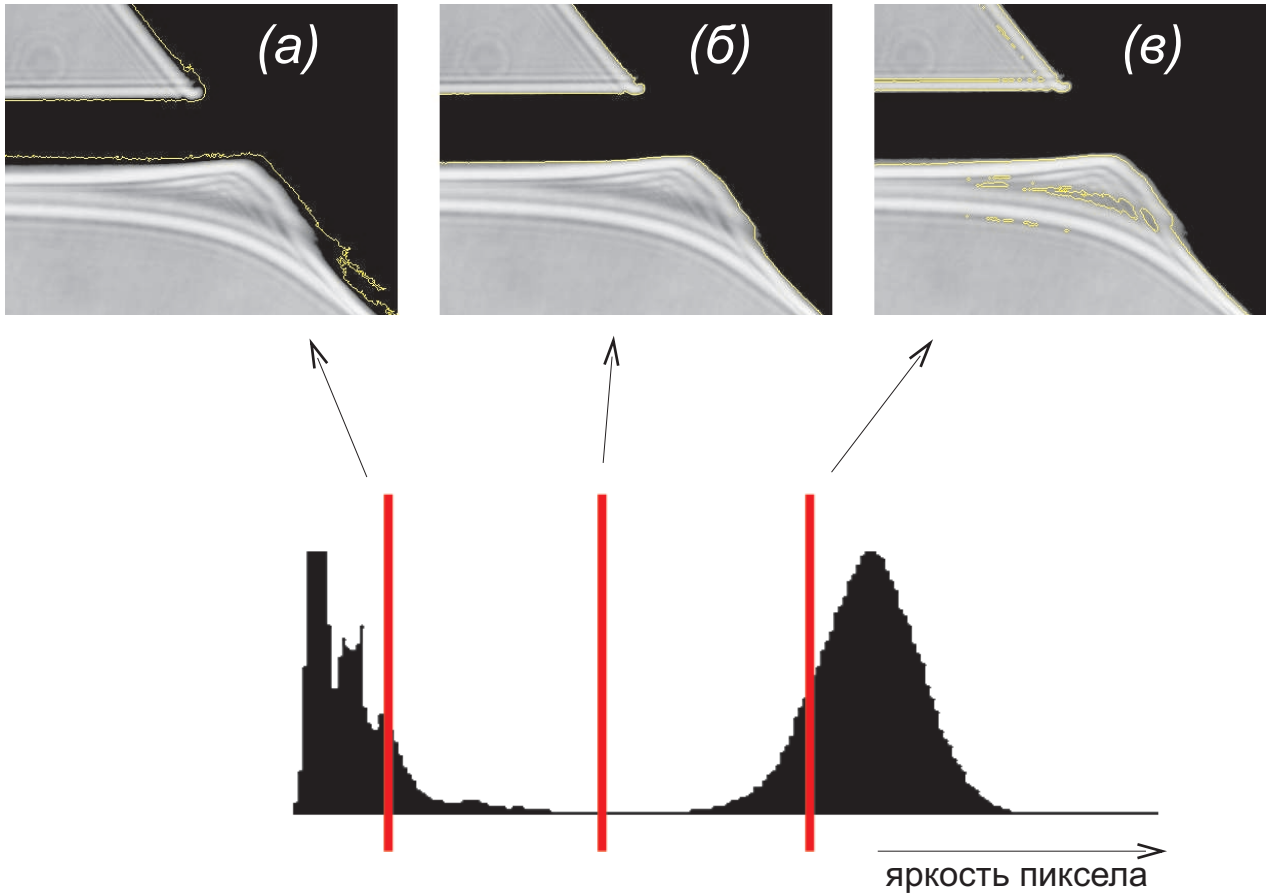


Рис. 23: Границы яркой и темной областей, проведенные для трех разных значений пороговой яркости, отмеченных на гистограмме изображения снизу.

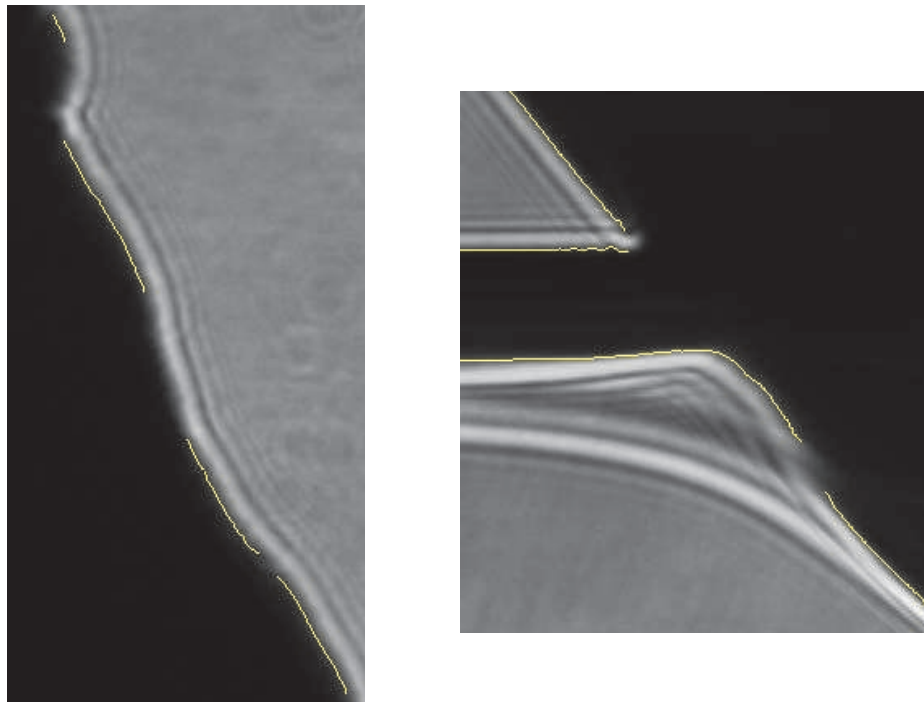


Рис. 24: Фрагменты изображения с отмеченными «гладкими» участками, определенными программой.

ницу на участки, каждый из которых не содержит много шума, а также принадлежит только одному объекту, назовем их «гладкими». Затем их расклассифицировать по принадлежности боковым стенкам, мениску, дну, и на другие.

Задача разбиения всей границы на «гладкие» участки решалась следующим образом. Набор точек считался достаточно гладким, если расстояния от проведенных «хорд» не слишком большой длины (менее 20 пикселей) до точек границы не превосходит критического значения 0,85 пиксела (см. рис. 25). Эти значения были подобраны в результате визуального контроля большого количества изображений. Пример полученных в результате участков границы приведен на рис. 24. Фактически, из рассмотрения исключались участки границы, где радиус кривизны достаточно мал. Границы, оставшиеся после такой процедуры, приведены на рис. 22б.

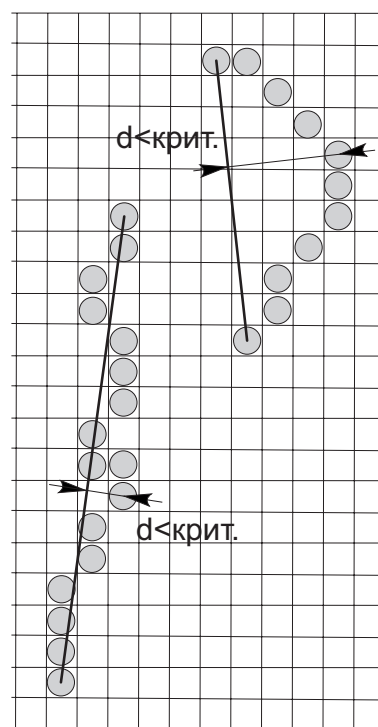


Рис. 25: Поиск «гладких» участков.

На всех фотографиях граница раздела кристалла и жидкости контактирует с боковыми стеклянными стенками, а в нижнем полукруге кроме границ камеры (с выступающим индием) и дна отсутствуют какие-либо объекты. Данный факт позволяет грубо провести окружность, соответствующую корпусу камеры: для этого достаточно в нижней части кадра выбрать произвольно три точки на границе, например как показано на рис. 22в. Теперь, имея в качестве репера радиус и положение центра камеры, можно с точностью до общего поворота кадра относительно горизонтали (который довольно мал) провести, тоже грубо, окружности

вклеенных стеклянных стенок, а также дно. Построенные таким образом окружности могут отклоняться от истинного положения до сотни пикселей, однако для классификации «гладких» участков границы, полученных на предыдущем шаге, такой точности достаточно.

На следующем этапе каждый «гладкий» участок границы ассоциировался программой с одним из следующих объектов: левой или правой стенками и дном. Положение мениска будет определено позже. Критерием принадлежности тому или иному объекту было хорошее соответствие средней нормали участка границы с нормалью объекта в совокупности с не слишком большим удалением от него.

Положение мениска не так хорошо фиксировано, как положение дна или стенок камеры. На разных фотографиях он находится на разной высоте. У участков мениска есть важная особенность: они расположены выше центра изображения а также горизонтальны относительно кадра (наклон меньше $0,2$ рад). Тут есть нюанс, связанный с нижней границей темной полосы на изображении (область, залитая красным цветом на рис. 21), разделяющей кристалл и жидкость. Она не содержит никакой полезной информации и в то же время искажает изображение стеклянных стенок вблизи нее. К счастью, мениск разделяет светлую область фотографии на две: верхнюю и нижнюю (кристалл и жидкость), и достаточно исключить из рассмотрения все точки границы, которые находятся на 200 и менее пикселей ниже нижней кромки прозрачной области жидкости (всю залитую красным цветом область). Таким образом после определения дна и стенок камеры, единственными горизонтальными относительно кадра участками может быть мениск кристалла, и все такие участки ассоциировались с ним.

По набору точек границы, принадлежащих боковым стенкам, проводи-

лась оптимальная окружность, по точкам, принадлежащим дну — прямая линия. В полученном приближении не учитывается истинное положение геометрической тени, и это приближение недостаточно для определения контактных углов. Полученная точность не превышает нескольких пикселей.

Для вычисления окружности с центром (x_c, y_c) и радиусом R , наиболее точно описывающей полученный набор из N точек с координатами (x_i, y_i) , методом сопряженных градиентов минимизировалась функция [47]

$$\left| NR^2 - \sum_{i=1}^N [(x_i - x_c)^2 + (y_i - y_c)^2] \right|. \quad (19)$$

Оптимальная прямая по набору точек проводилась методом наименьших квадратов [45].

Все предыдущие шаги были направлены на то, чтобы определить на фотографии точки, находящиеся вблизи интересующих границ (в пределах 5–10 пикселей), а также нормаль к ним. Следующим, и, пожалуй, самым важным шагом, является расшифровка дифракционной картины в указанных местах фотографии.

Рассмотрим точку O на рис. 26а, положение которой необходимо уточнить. Проведем через нее ось ζ так, чтобы она была перпендикулярна дифракционным полосам. Проведем вокруг O прямоугольник $ABCD$ с двумя сторонами, параллельными ζ . Выделим внутри тонкую полоску $MNKL$ небольшой ширины (меньше пикселя, применялась полоска шириной 0,14) так, что MN пересекает ось ζ в точке ζ_i . Посчитаем среднюю яркость этой полоски: каждый пересекаемый ею пиксел даст пропорциональный своему значению и отсеченной площади вклад. Пройдя с фиксированным шагом по всей оси ζ и усреднив таким образом зна-

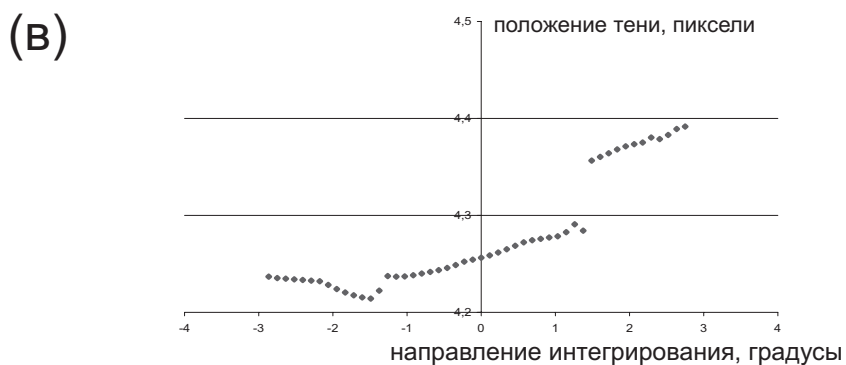
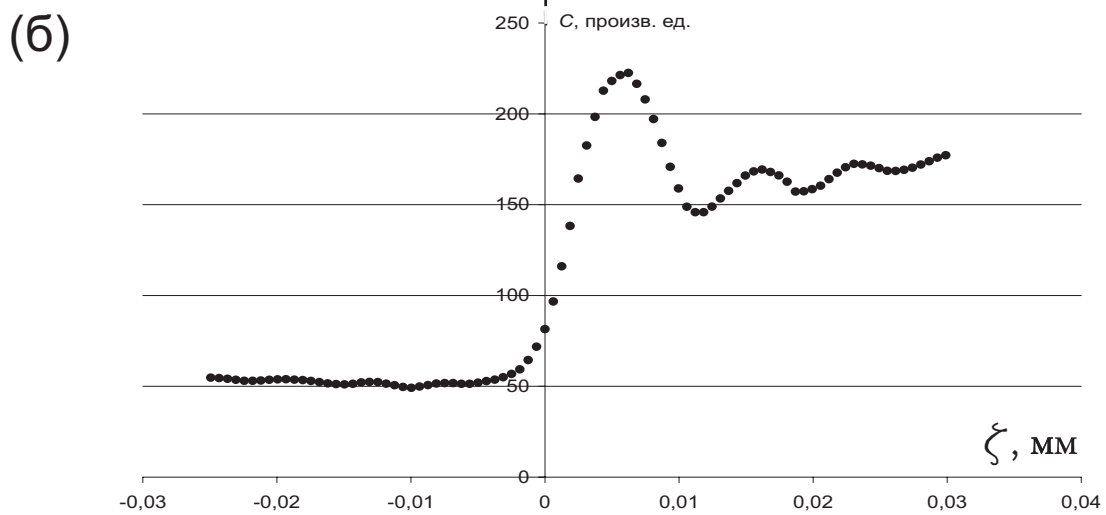
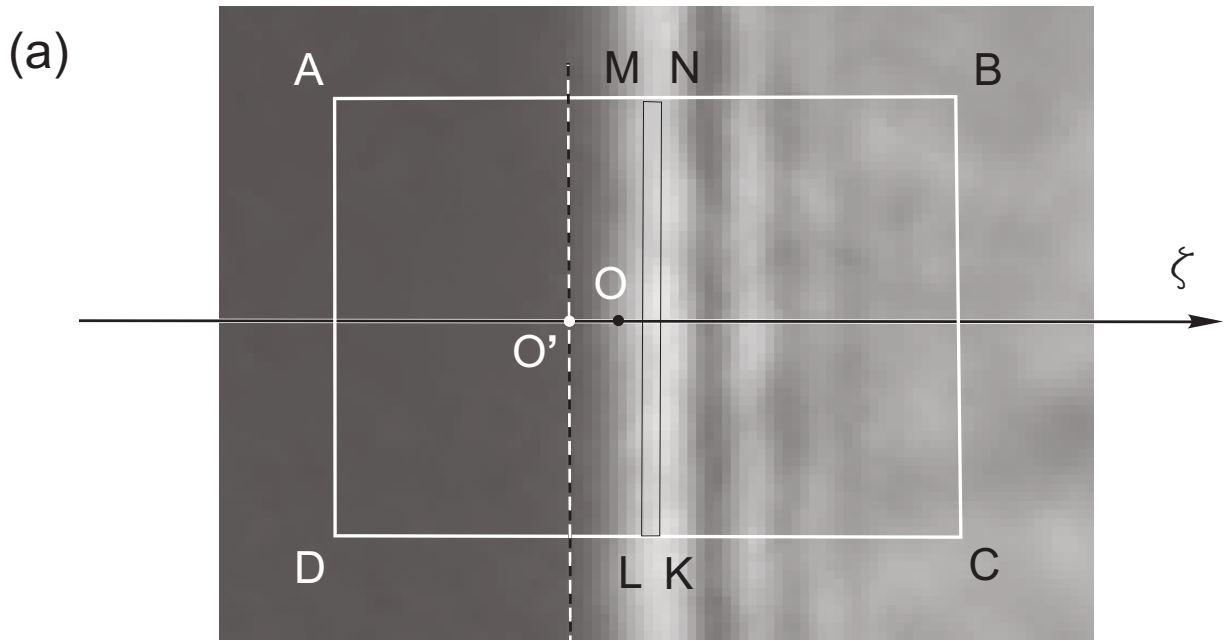


Рис. 26: К пояснению алгоритма обработки дифракции. *a)* Увеличенный фрагмент фотографии. *б)* Зависимость усредненной по полоскам $KLMN$ интенсивности (в произвольных единицах) вдоль оси ζ_0 . *в)* Зависимость определенного алгоритмом положения края геометрической тени (в пикселях) от ошибки в направлении дифракционных полос.

чения средней яркости в каждой полоске $MNKL$, мы можем построить фактически дифракционную картину с разрешением гораздо выше одного пиксела (см. рис. 26б). Зная яркость края геометрической тени, из этой зависимости получаем соответствующую ей координату ζ_0 (равную 0 на рис. 26б), откуда легко определяется искомая точка O' на исходном изображении. Эта точка имеет нецелочисленные координаты. Подобная процедура также была применена во время калибровки фотоаппарата.

Следует отметить, что данный метод слабо чувствителен к ошибке в определении перпендикуляра к дифракционным полосам. На рис. 26в приведен график зависимости координаты полученной точки от ошибки затравочного направления. При отклонении порядка 0,02 радиан ($\approx 1^\circ$) ошибка не превосходит 0,1 пиксела ($=0,6$ мкм). Полученное немонотонное поведение связано с дискретностью исходной картинки. Тем не менее, большое внимание, уделенное точному предварительному определению геометрии, оправдано, это позволяет быть уверенным, что данная процедура ищет границу именно там, где надо.

С помощью описанной выше процедуры проходились с небольшим шагом (10^{-3} рад) боковые стеклянные стенки. По новым точкам, как и прежде, проводилась наилучшая окружность, типичное значение среднеквадратичного отклонения составляло 0,15 пиксела, при количестве точек порядка 200.

Наклон камеры относительно кадра определялся исходя из направления дна. Само полированное дно камеры слегка завалено по краям (на несколько мкм). Поэтому прямая, проведенная через точки, принадлежащие дну, будет проходить не идеально параллельно ему, и, кроме того, зависеть от положения тех точек, на которые опирается искомая прямая. В связи с этим необходимо было искать координаты точек дна, расшиф-

ровывая дифракционную картину, в одних и тех же местах дна на разных кадрах. Положение этих точек рассчитывались, опираясь на уже определенное положение боковых стенок, а также на предварительно проведенную прямую дна. Таким образом направление дна, точнее, в средний его наклон, устанавливалось с точностью $1-2 \cdot 10^{-4}$ рад.

После того, как определено положение обеих стенок и дна, строился профиль мениска. На этом этапе уже известно, где он примерно расположен: с мениском ассоциированы «гладкие» участки границы между темной и светлой областью. Теперь достаточно пройти весь мениск с небольшим шагом 1,1 пиксела^{*)} от одной стенки до другой, в каждой точке расшифровывая дифракционную картину. Для этой процедуры в каждой точке необходимо приблизительно задать еще нормаль к дифракционным полосам, в качестве которой можно взять усредненный по небольшому окну перпендикуляр к ассоциированным с мениском точкам границы.

Подойти на расстояние ближе, чем 20–30 пикселей (0,1–0,2 мм) к стенкам не удастся. Во-первых, дифракционная картина внутри острого угла существенно отличается от получаемой от лезвия, в углу наблюдается светлое пятно (см. врезку на рис. 11). И во-вторых, мешает сама стенка, попадающая в прямоугольник $ABCD$ (см. рис. 26), в котором восстанавливается положение геометрической тени.

Для удобства все конечные результаты приводятся в одной и той же системе координат с центром, расположенном посередине камеры на расстоянии 10,3 мм от плоскости дна. Ось Z вертикальна, ось x горизонтальна. При этом мениск имеет координаты (x, Z) от $(-9 \text{ мм}; -3 \text{ мм})$ до $(+9 \text{ мм}; -3 \text{ мм})$ внизу стекол и от $(-4 \text{ мм}; +3 \text{ мм})$ до $(+4 \text{ мм}; +3 \text{ мм})$ свер-

^{*)} Нецелое значение взято намеренно, чтобы уменьшить влияние существующей естественной «сетки» в 1 пиксел.

ху.

Во время калибровки фотоаппарата было выяснено, что точность определения положения края геометрической тени составляет ± 5 мкм, что равно примерно ± 1 пиксел. Этот факт не противоречит разрешению профиля мениска гораздо лучше одного пиксела. Дело в том, что профиль мениска и боковых стенок проводится по фотографии в том месте, где яркость ее пикселей C соответствует яркости на краю геометрической тени C_{shadow} . Ошибка в определении этой величины C_{shadow} скажется на общем смещении всего профиля в ту или другую сторону без изменения его внутренней структуры. В конечном счете такая ошибка в C_{shadow} приводит к систематической ошибке определения искомых углов не более, чем $1/1500$ рад = $0,04^\circ$, в то время как шум профиля амплитудой всего 0,5 пиксела сказывается гораздо сильнее из-за необходимости экстраполяции профиля на 20–30 пикселей до соприкосновения со стенкой.

Полученные экспериментальные точки не доходят 0,1–0,2 мм до боковых стенок. Поэтому для измерения угла наклона поверхности в точке касания можно только с помощью экстраполяции профиля. Из-за наличия шума в исходных данных, вычисление производной и ее экстраполяция на достаточно далекое расстояние оказалось неточной.

Ситуация существенно улучшается, если для вычисления производной использовать какие-либо гладкие функции, проведенные по экспериментальным точкам. Теоретически известно, что при достаточно больших углах наклона поверхности ($\theta \gtrsim 0,01$ – $0,02$ рад.) профиль должен описываться гиперболическим синусом (17), при малых — кубической функцией (16). Как оказалось, лучше всего указанным выше критериям подошли гиперболические. Для каждого профиля выбор функции контролировался визуально. Пример невязки при экстраполяции приведен на рис. 27.

Окончательная проверка работы программы была выполнена в реальных условиях на двух объектах, про которых все известно: жидкий гелий и растущая грань кристалла.

На рис. 28а серой линией приведена форма мениска жидкого гелия, заполняющего нижнюю часть камеры, при температуре $T = 2,3$ К. Черным цветом

проведена теоретическая зависимость формы $Z^* = A \operatorname{ch} \frac{x-x_0}{\Lambda}$, где значение капиллярной длины $\Lambda = 0,44$ мм, что соответствует значению поверхностного натяжения жидкого гелия $\alpha_l = 0,28$ эрг/см² [48]. Ниже представлен график отклонения экспериментальной кривой от расчетной. Во всем диапазоне значений, как на плоском участке, так и на искривленных частях мениска, эта величина укладывается в ± 2 мкм, среднеквадратичное отклонение составляет 0,96 мкм.

Вторым тестовым объектом, сфотографированным в экспериментальной камере, профиль которого также хорошо известен, стала растущая при температуре 0,88 К грань (0001) кристалла, занимающая всю его поверхность. На рис. 28б также серой и красной линиями проведены экспериментальные данные и функция $Z^* = A + Bx$. Снизу (рис. 28) график полученной ошибки. Так же, как и для жидкого мениска, ошибки не превышают ± 2 мкм, среднеквадратичное отклонение равно 0,88 мкм.

Полученные результаты позволяют говорить о достигнутом разрешении определения координаты профиля на фотографии в ± 2 мкм ($\pm 1/3$ пиксела).

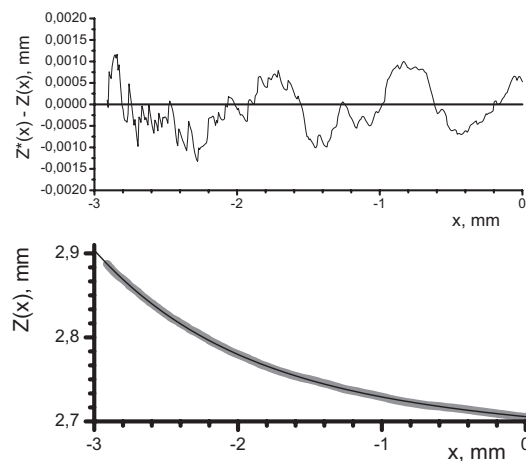


Рис. 27: Пример экстраполяции.

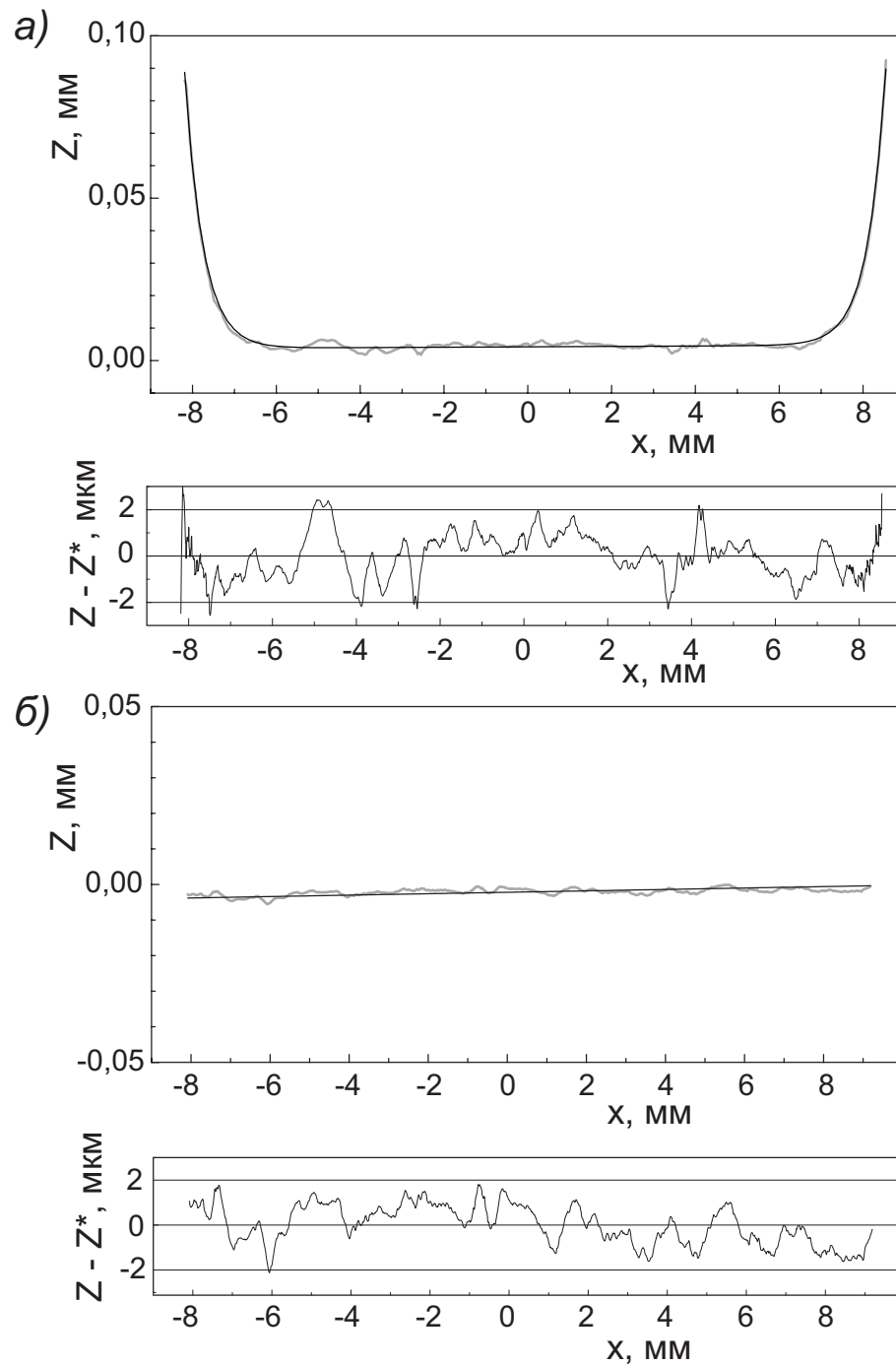


Рис. 28: Тестовые объекты: а) мениск жидкого ^4He , б) грань растущего кристалла. Серой линией проведены экспериментальные данные, тонкой черной — теоретическая кривая. Под каждым рисунком имеется график отклонения экспериментальной линии от расчетной.

3.2 Результаты

Результаты предварительных экспериментов были опубликованы в работах [7, 8]. Была получена зависимость $\theta_0(\psi)$ при температуре 0,75 К в процессе плавления кристалла, приведенная на рис. 29. Разброс экспериментальных точек не позволил сделать однозначные выводы о поведении этой зависимости вблизи $\theta_0 = 0$, а также точно измерить ширину плато. Тем не менее, оценка энергии ступени на грани (0001) была сделана: $\beta/h = 1,3 \cdot 10^{-2}$ эрг/см².

Все последующие эксперименты были проведены на переделанной установке. Полученные результаты опубликованы в работе [9]. На рис. 30 приведены примеры профилей мениска, полученные до и после переделки прибора. У нового профиля интенсивность шумов в несколько раз меньше.

Основные результаты были получены на двух образцах. У первого образца базисная плоскость была наклонена в поперечном направлении (относительно оси x) на угол $2 \cdot 10^{-4}$ рад, и в продольном направлении (относительно оси y) на угол $1,2 \cdot 10^{-3}$ рад. Для второго образца поперечный наклон составлял $8 \cdot 10^{-4}$ рад, а продольный — $6 \cdot 10^{-4}$ рад.

Первый образец фотографировался в ходе постепенного подплавления, второй последовательно подращивался. В обоих случаях для контроля релаксации поверхности фотографирование производилось спустя 20 мин, а затем 40 мин после запираания камеры с помощью вентиля. В случае первого образца были получены две серии фотографий, соответствующие двум температурам: 0,89 К, 0,61 К, для второго — три серии при температурах 0,9 К, 0,72 К, 0,53 К.

Результаты обработки двух из пяти серий представлены на рис. 31

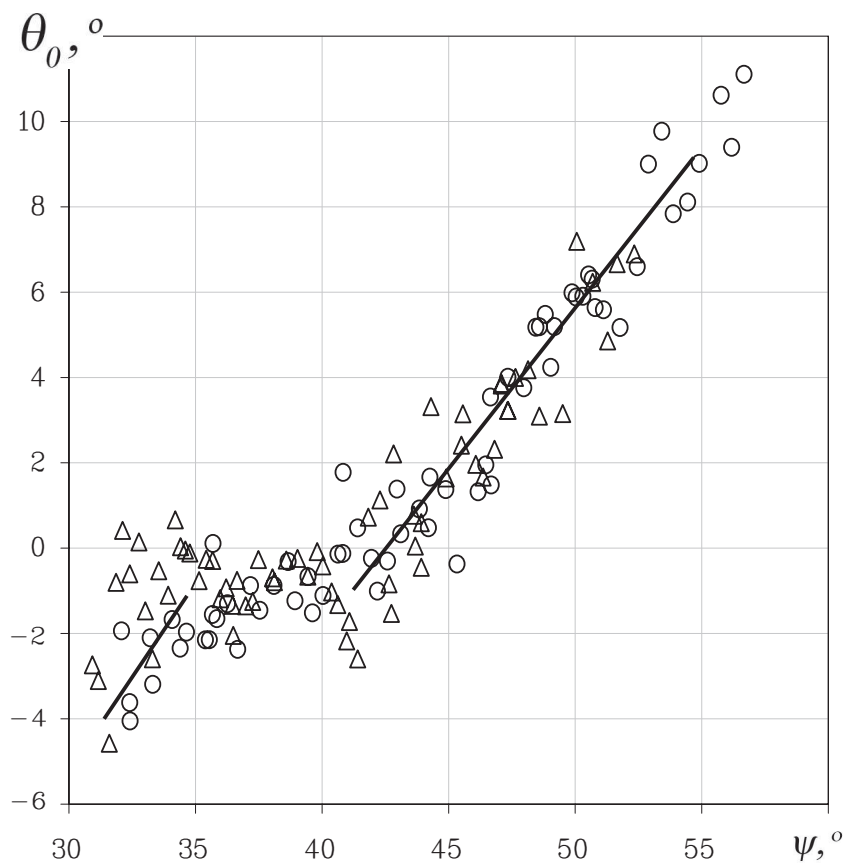


Рис. 29: Зависимость угла наклона кристалла от угла наклона стенки. Предварительные данные, полученные на кристате до его переделки [7]. Треугольниками и кружками обозначены данные с правой и левой сторон мениска.

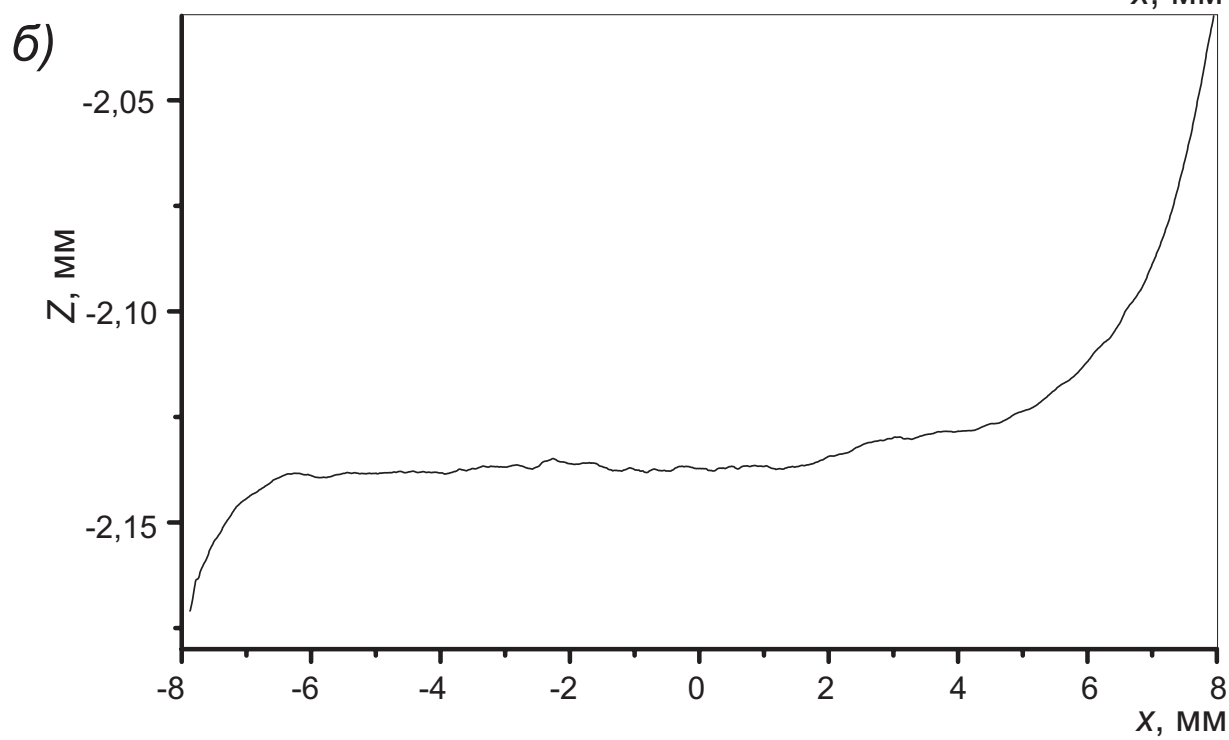
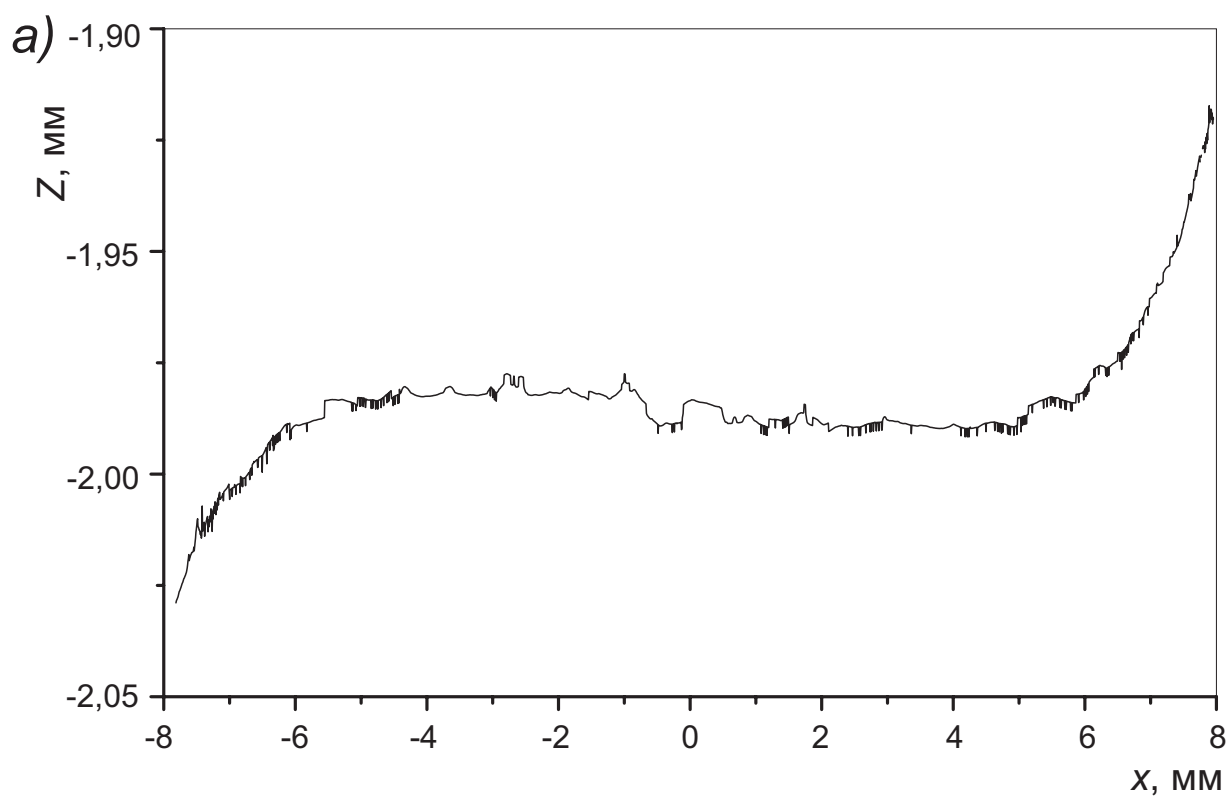


Рис. 30: Два примера профиля мениска кристалла до переделки прибора *a)* и после *б)*.

(первый образец, $T = 0,61$ К) и на рис. 32 (второй образец, $T = 0,9$ К). Масштаб по оси ординат более чем в 60 раз превышает масштаб вдоль оси абсцисс. Все кривые максимально приближены друг к другу. Реальное расстояние по вертикали между серединами верхнего и нижнего профилей составляет ~ 5 мм. Штриховой линией проведено направление грани, измеренное по фотографии растущего кристалла.

При углах $\theta \lesssim 10^{-2}$ рад. с точки зрения равновесности поверхностей, наблюдаемых во всех сериях, картина выглядит весьма неоднозначно. Здесь часто возникают немонотонные профили, что свидетельствует об отсутствии равновесия (см. рис. 32, 31). Протяженность таких участков вдоль оси x меняется в пределах нескольких миллиметров, а нерегулярные отклонения по вертикали составляют 10–20 мкм. Обычно подобные явления связываются с дефектностью кристалла, прежде всего с присутствием дислокаций, и мы не можем исключить подобного объяснения. Можно лишь напомнить, что кристаллы выращивались с соблюдением всех необходимых в таких случаях мер предосторожности. Вместе с тем, в ряде случаев форма отдельных фрагментов поверхности вряд ли может быть объяснена наличием дислокаций. Так, например, профиль N 23 (рис. 32) в средней своей части содержит прямолинейный, с нашей точностью, участок протяженностью ~ 4 мм и наклоненный относительно грани (0001) на угол 0,003 рад. На следующем кадре (профиль N 24) наблюдается плоский участок с выходом на левую стенку, наклоненный в противоположную сторону на угол 0,01 рад. Наличие столь протяженных плоских участков поверхности трудно, на наш взгляд, связать с присутствием дефектов в объеме кристалла. К сожалению, у нас нет каких-либо конкретных соображений по поводу природы наблюдаемых метастабильных состояний. Сделать какие-либо количественные заключения о равновес-

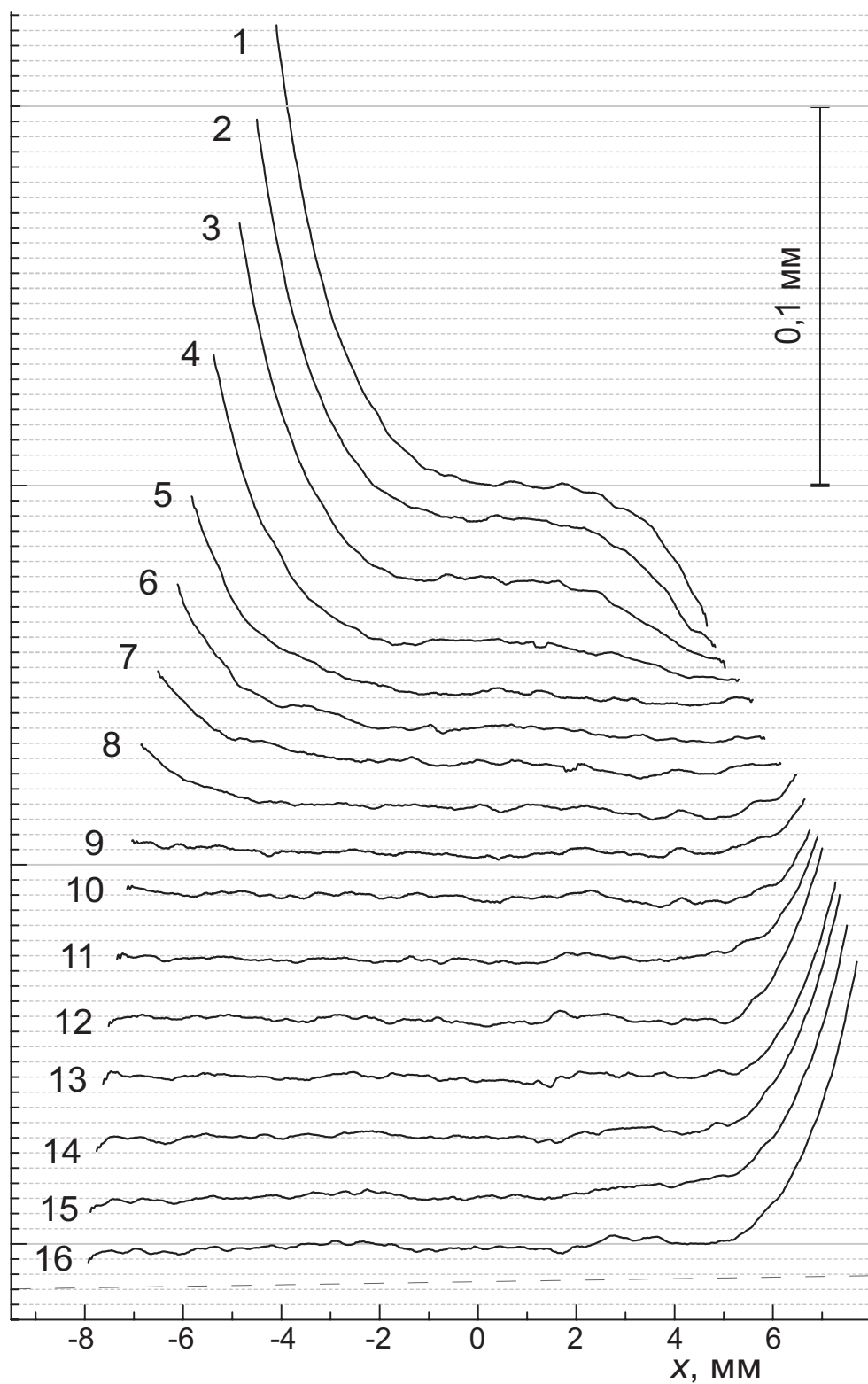


Рис. 31: Серия менисков кристалла при $T = 0,61$ К. Штриховой линией проведено направление грани. Фотографии сделаны в процессе плавления. Сетка проведена через 4 мкм, что грубо соответствует коридору ошибок.

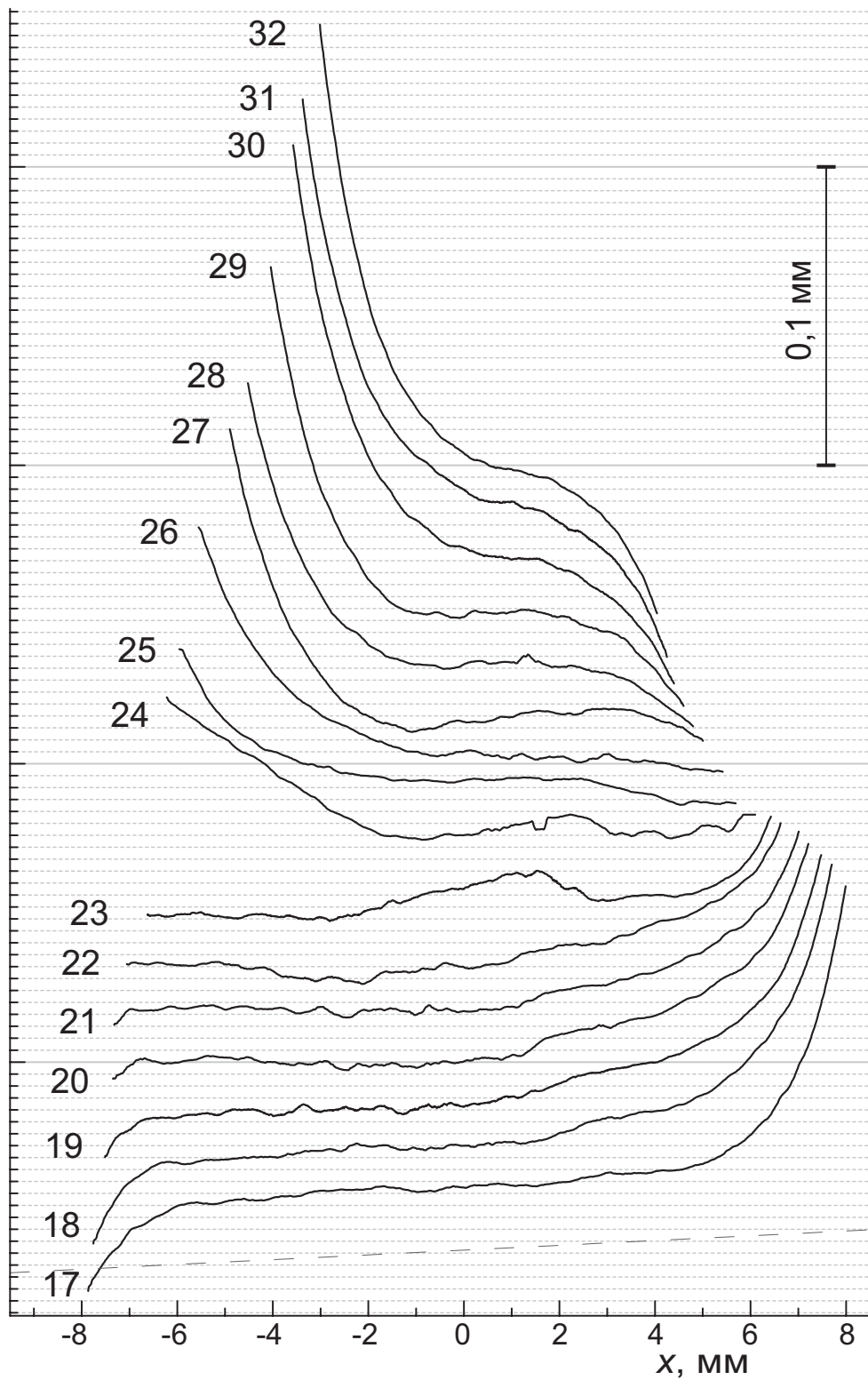


Рис. 32: Серия менисков кристалла при $T = 0,9 \text{ K}$. Штриховой линией проведено направление грани. Фотографии сделаны в процессе роста. Сетка проведена через 4 мкм , что грубо соответствует коридору ошибок.

ной форме менисков (и краевом угле) при малых углах, и, соответственно, об угловой зависимости поверхностной жёсткости в таких условиях затруднительно.

Что касается области бóльших углов, там ситуация гораздо яснее. Как видно из рис. 5, при углах $\theta > 0,02$ рад и температуре $T > 0,4$ К, все экспериментальные данные по измерению поверхностной жесткости согласуются между собой, при этом сама величина жесткости изотропна до не слишком больших углов наклона $\theta \lesssim 10^{-1}$. Мениск, находящийся в равновесии, должен представлять собой гиперболический синус либо косинус, см. формулы (17) на стр. 22.

Действительно, практически все полученные профили при достаточно больших углах с нашей точностью аппроксимировались гиперболическими функциями (17). Для всех данных использовано значение капиллярной длины $\Lambda = 1,2$ мм, которое согласуется со значением поверхностной жесткости, измеренной в других экспериментах. На рис. 33 представлено два характерных примера. Штриховой линией отмечено направление грани. В ряде случаев участки профиля с большими углами слева и справа разделены достаточно пологим участком, как на рис. 33б. При этом аппроксимация слева и справа должна быть различна, и отличаться только на величину x_0 , то есть это две одинаковых кривые, раздвинутые на некоторое расстояние по горизонтали друг от друга. Стоит подчеркнуть, что и справа, и слева одинаковы амплитуды синусов (коэффициенты C в выражении (17)), а также одинакова Z -координата точки перегиба.

Таким образом, можно утверждать, что при не слишком малых углах $10^{-2} \lesssim \theta \lesssim 10^{-1}$ поверхность находится в равновесном состоянии. Этот факт существенно облегчил задачу нахождения угла наклона поверхности вблизи стенки, так как аппроксимировать мениск для экстраполяции

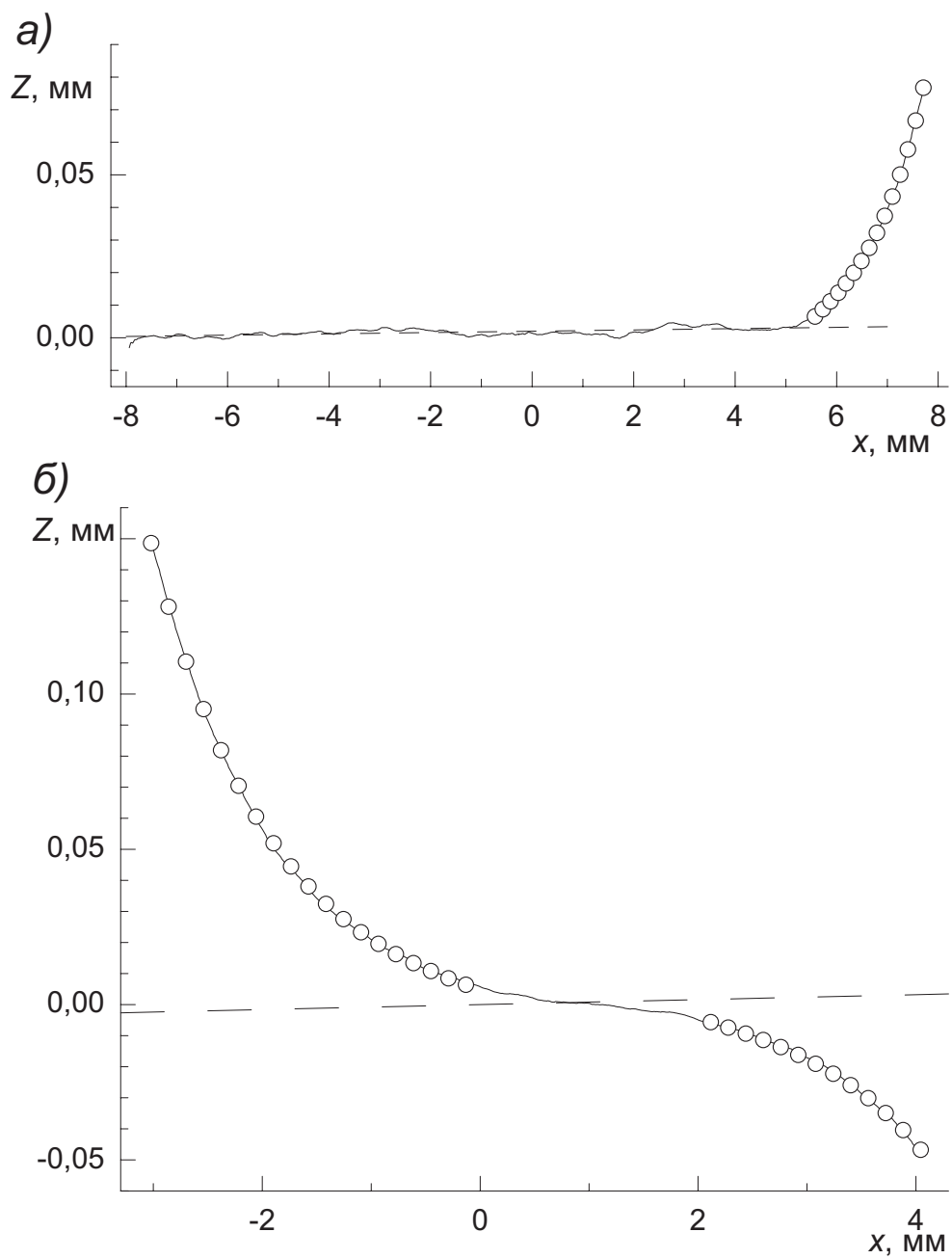


Рис. 33: Два примера мениска: а) $N 95$, б) $N 16$. Кругами проведена аппроксимация гиперболическими синусом, штриховая линия соответствует направлению грани.

до пересечения со стенкой приходится уже не неизвестной гладкой функцией, а по формулам (17).

На рис. 34 приведены графики зависимости угла наклона поверхности вблизи стенки от угла наклона стенки $\theta_0(\psi)$. Несмотря на имеющийся разброс экспериментальных точек на некоторых графиках, можно утверждать о наличии плато ($\theta_0 = 0$), ширина которого меняется с температурой. Предсказанного корневого поведения графика при $\psi \rightarrow \psi_{\pm}$ не наблюдается. Вместо этого, здесь имеется линейная зависимость с различными наклонами слева и справа. Кроме того, наблюдается заметное отклонение правой ветви от прямой линии при достаточно больших углах.

Следует отметить, что мениски, соответствующие «выпавшим» из общей зависимости точкам (например, светлый значок на рис. 34б при $T = 0,9$ К при $\psi \approx 37^\circ$), не описываются гиперболическим синусом.

Для интерпретации поведения полученных графиков $\theta_0(\psi)$ в области углов, где поверхностная жесткость изотропна, поверхностную энергию можно разложить при малых углах θ до второго члена в виде

$$\alpha = \alpha_0 + \frac{\beta}{h}|\theta| + (\tilde{\alpha}_0 - \alpha_0)\frac{\theta^2}{2}, \quad (20)$$

где $\tilde{\alpha}_0 = 0,245$ эрг/см² — значение поверхностной жесткости, $\alpha_0 = 0,172$ эрг/см² — поверхностная энергия грани (0001) [30].

Далее, подставив это разложение (20) в выражение (13), полученное из граничных условий, можно, задавшись всего двумя неизвестными величинами β и $\Delta\varepsilon$ (при этом пренебречь зависимостью $\Delta\varepsilon$ от ориентации кристалла), построить график $\theta_0(\psi)$. Рассчитанная таким образом зависимость плохо ложится на экспериментальные точки. Наибольшее расхождение при $\psi > 50^\circ$, где расчетная кривая проходит существенно выше. Это расхождение можно ликвидировать, если предположить, что

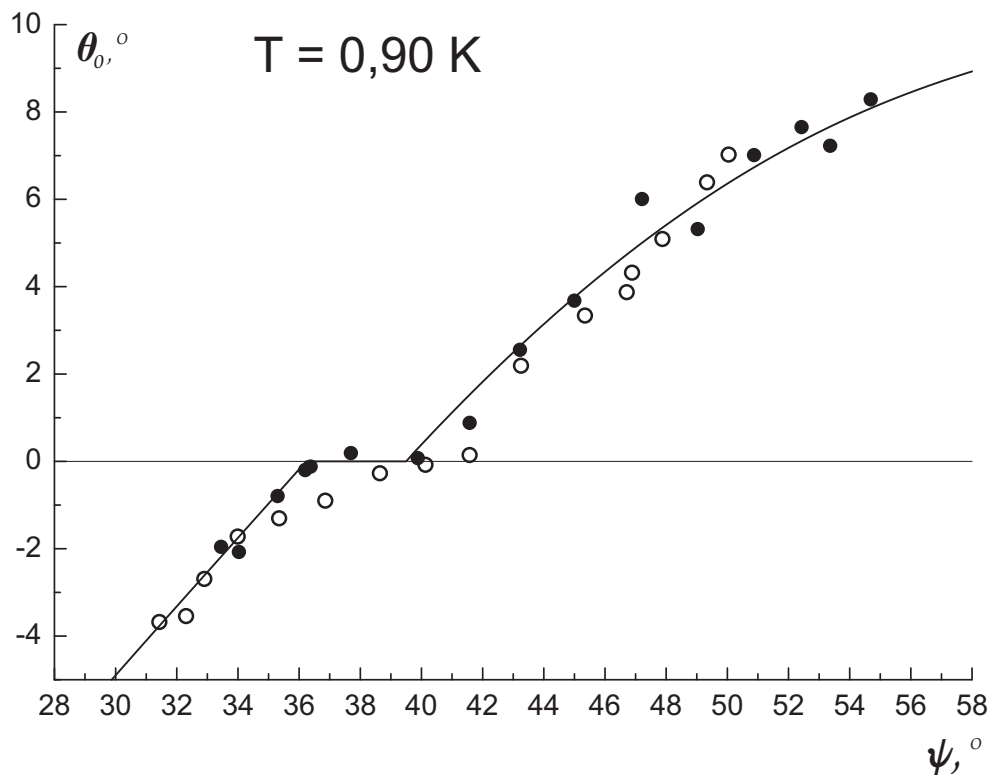
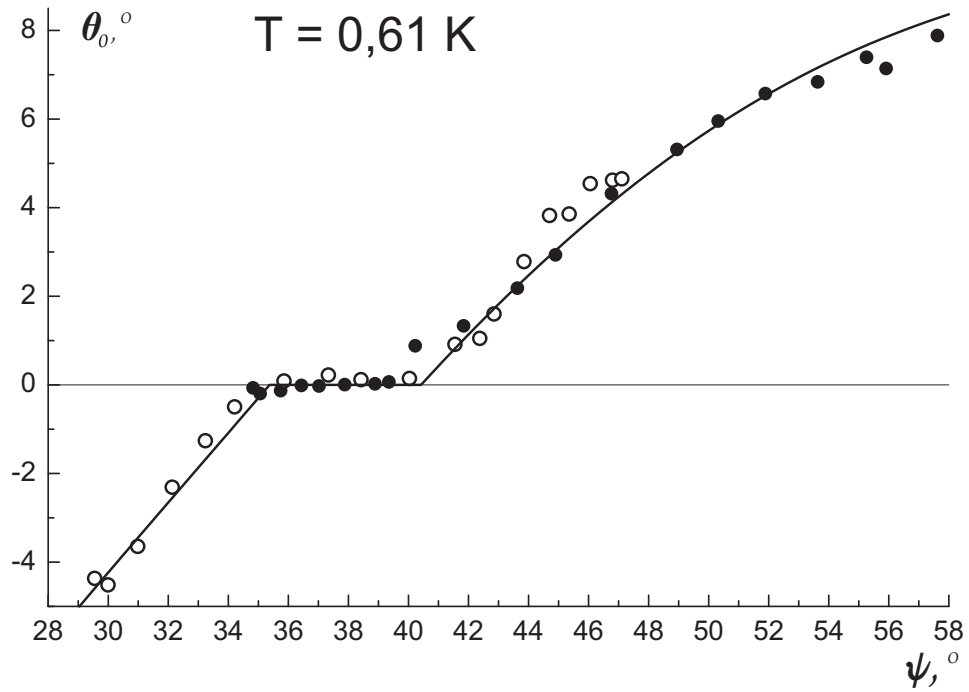


Рис. 34: Зависимость $\theta_0(\psi)$ для двух серий профилей: а) $T = 0,61$ К и б) $T = 0,9$ К. Светлые и темные символы соответствуют правой и левой сторонам мениска. Сплошной линией проведен результат расчета (см. текст). Светлыми и темными символами обозначены точки, полученные на правой и левой сторонах мениска соответственно.

энергия кристалл-стенка ε_s анизотропна, то есть зависит от угла наклона стенки (который отсчитывается от оси C_6 кристалла).

График $\Delta\varepsilon(\psi)$ можно построить из графика $\theta_0(\psi)$ всего с одной неизвестной величиной β , которая зависит от температуры. Для этого достаточно подставить в граничное условие (8) разложение (20), а также экспериментальные данные.

Полученная зависимость $\Delta\varepsilon(\psi)$ для точек графика серии при 0,61 К (рис. 34а) в предположении $\beta = 0$ имеет скачок вблизи $\psi \approx 40^\circ$, который исчезает при $\beta/h = 0,0085$ эрг/см². Для другой серии, полученной в процессе роста при 0,9 К, также удалось подобрать такое значение β , чтобы исчез скачок в $\Delta\varepsilon(\psi)$, и кроме того, обе эти зависимости легли в пределах имеющегося разброса на одну кривую. Эта кривая была параметризована как

$$\Delta\varepsilon(\psi) = 0,128 - 0,013 \cos 2\psi + 0,022 \cos 4\psi \quad (21)$$

в единицах эрг/см². Полученный график приведен на рис. 35. Тот факт, что две различные серии, полученные для двух различных кристаллов при разных температурах, легли на одну кривую, свидетельствует о том, что величина $\Delta\varepsilon$ уже достигла своего значения при нуле температуры.

С помощью полученной параметризации были вычислены значения параметра β для всех экспериментальных серий. Для этого минимизировалось среднеквадратичное отклонение точек $\theta_0(\psi)$ от расчетного значения. Полученные расчетные кривые проведены сплошными линиями на рис. 34. Следует отметить, что, несмотря на небольшую величину анизотропии энергии кристалл-стенка, полученные значения β отличаются от оцененных из ширины плато $\psi_+ - \psi_-$ на $\sim 30\%$ в меньшую сторону.

На рис. 36 представлен график температурной зависимости вычисленного параметра β (сплошными кружками). Крестиком обозначена точка,

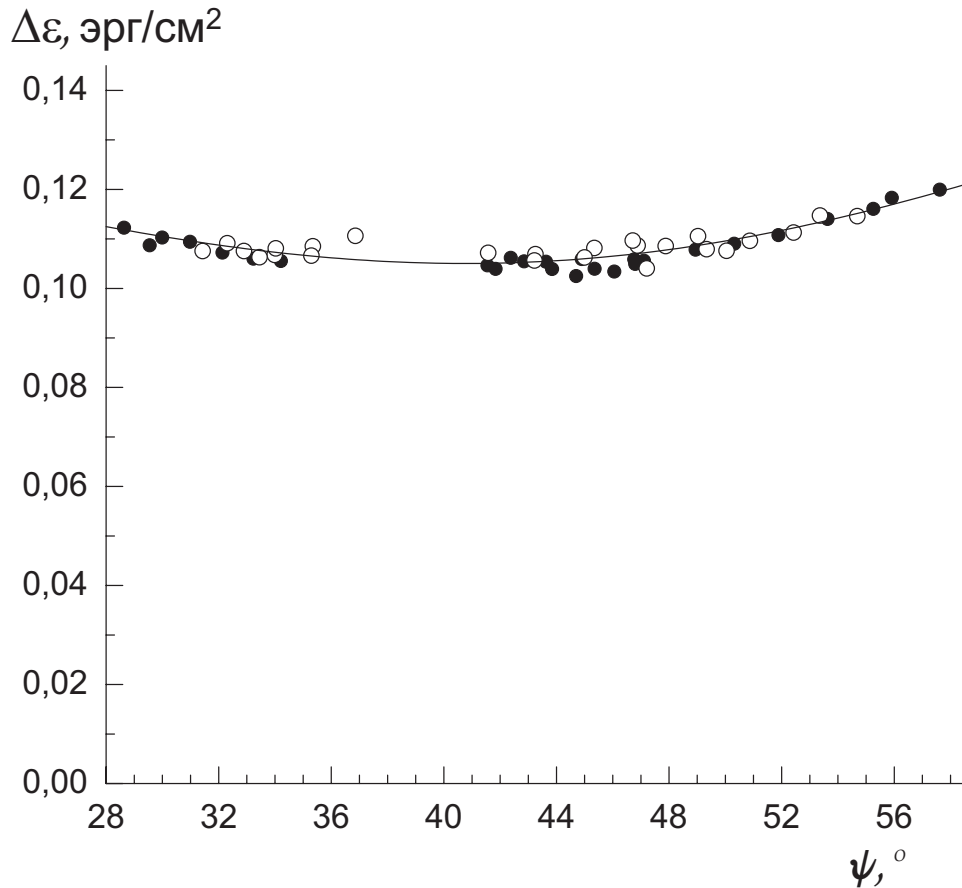


Рис. 35: Зависимость $\Delta\varepsilon$ разницы энергии кристалл-стенка и жидкость-стенка от кристаллографической ориентации ψ . Светлыми и темными кружками обозначены данные 0,90 К и 0,61 К соответственно.

полученная нами ранее [7, 8] на криостате до переделки. На тот же график нанесены данные работы [31], полученные в температурном диапазоне 50÷250 мК из измерения спектра кристаллизационных волн, а также данные [26], полученные из анализа кинетики роста грани (0001) при температурах близких к переходу ограничения. Следует отметить, что нами был измерен коэффициент при линейном члене ($|\theta|$) в разложении поверхностной энергии в той области углов, где поверхностная жесткость уже практически не зависит от кристаллографической ориентации.

Таким образом, наши данные о величине β , характеризующие поверхностную энергию при углах $0,01 < \theta \lesssim 0,1$ рад, вполне согласуются с данными работы [31], полученными при $\theta \lesssim 0,01$ рад. Однако, в то время как

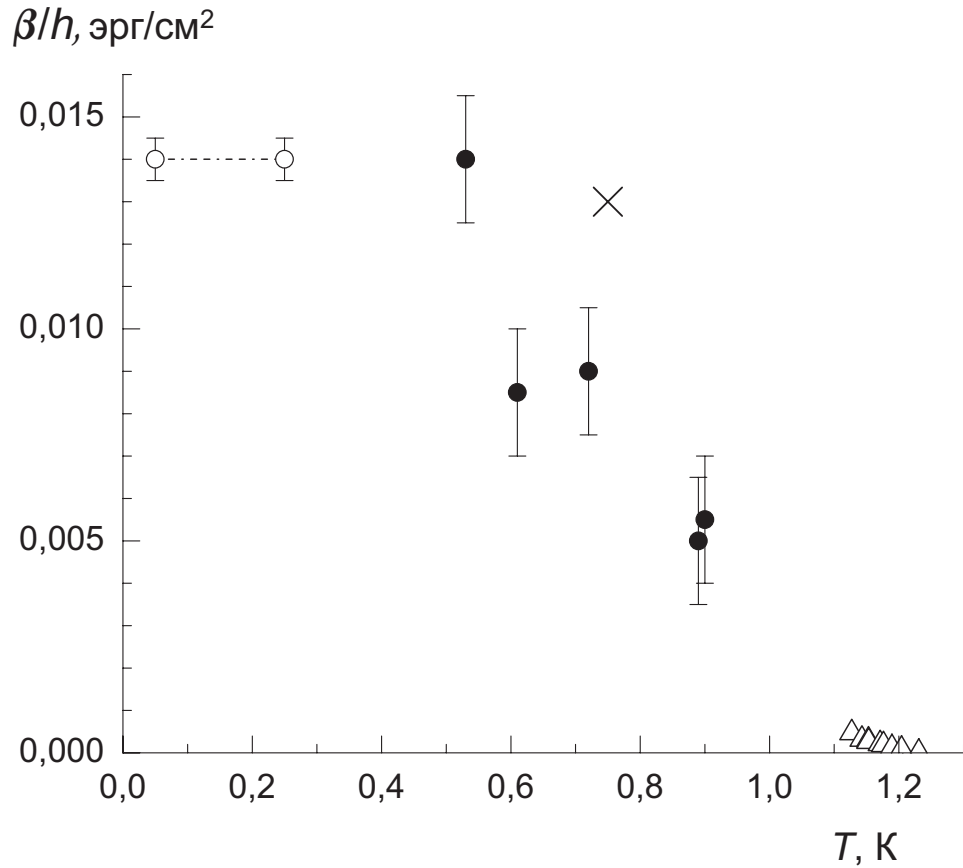


Рис. 36: Зависимость $\beta(T)/h$. Темные кружки — данные диссертации, крестик — предварительный результат [7, 8], светлые кружки и треугольники — значение энергии ступени, измеренные в работах [31] и [26] соответственно.

при температурах меньших 0,25 К и углах $\theta \lesssim 0,01$ рад в работе [31] наблюдается резкое уменьшение $\tilde{\alpha}$, что согласуется с теоретическими представлениями о вицинальных поверхностях, мы обнаружили присутствие неаналитического вклада $\beta|\theta|/h$ в поверхностную энергию в области углов $0,01 < \theta \lesssim 0,1$ рад, что не имеет теоретического объяснения при наличии конечной и практически не зависящей от температуры величины $\tilde{\alpha}$.

Приложение

В приложении приведена вся процедура варьирования энергии кристалла в случае, когда в равновесной форме присутствует грань. Пусть грань кристалла горизонтальна. Рассмотрим кристалл, ограниченный наклонными стенками. Для простоты будем считать, что левая стенка вертикальна, а правая наклонена на угол ψ к вертикали, как на рис. 37. Пусть камера такова, что размер кристалла в направлении, перпендикулярном рисунку, значительно больше капиллярной постоянной Λ , что позволяет рассматривать двумерную задачу.

В системе координат, приведенной на рисунке 37, форму межфазной границы обозначим $Z(x)$. x_0 — координата правого края мениска. θ_L , θ_R — углы наклона поверхности кристалла вблизи стенок справа и слева. Энергия кристалла E , зависящая от формы его поверхности, равна сумме поверхностной (первый член в выражении ниже), гравитационной (второй и третий члены; третий учитывает объем кристалла «под» стенкой), а также поверхностной энергии, связанной с разницей энергий $\Delta\varepsilon$

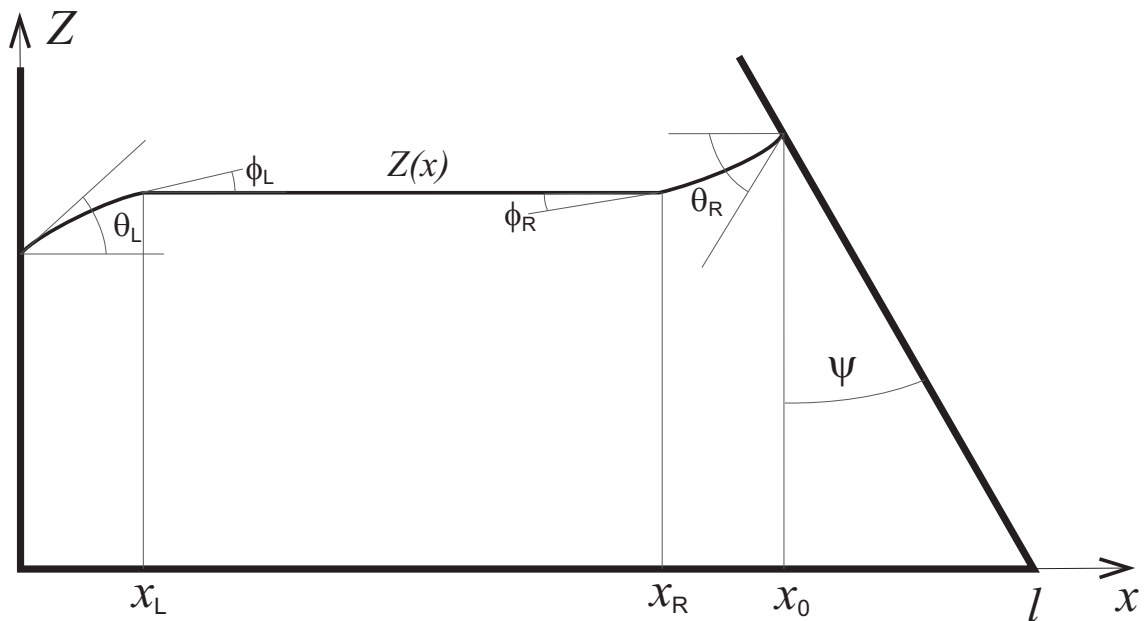


Рис. 37: Обозначение переменных.

кристалл-стенка и жидкость-стенка (последние два члена):

$$E = Z(0)\Delta\varepsilon(0) + \int_0^{x_0} \frac{\alpha(\theta)}{\cos\theta} dx + \int_0^{x_0} \frac{1}{2}\Delta\rho g Z^2 dx +$$

$$\int_{x_0}^l \int_0^{\frac{l-x}{\operatorname{tg}\psi}} \Delta\rho g Z dZ dx + \frac{l-x_0}{\sin\psi} \Delta\varepsilon(\psi), \quad (22)$$

где $\Delta\rho$ — разница плотностей кристалла и жидкости, а угол θ определен как

$$\operatorname{tg}\theta = dZ/dx. \quad (23)$$

Из-за того, что поверхностная энергия кристалла не является аналитической функцией, разобьем поверхность кристалла на три части: грань в середине мениска, ограниченную координатами x_L и x_R , и два загнутых участка справа и слева. $H = Z(x_L) = Z(x_R)$ — высота грани кристалла. Выражение (22) переписется в виде

$$E = Z(0)\Delta\varepsilon(0) + \int_0^{x_L} \frac{\alpha(\theta)}{\cos\theta} dx + \alpha_0(x_R - x_L) + \int_{x_R}^{x_0} \frac{\alpha(\theta)}{\cos\theta} dx +$$

$$\int_0^{x_L} \frac{1}{2}\Delta\rho g Z^2 dx + (x_R - x_L)\Delta\rho g H^2 + \int_{x_R}^{x_0} \frac{1}{2}\Delta\rho g Z^2 dx +$$

$$\int_{x_0}^l \int_0^{\frac{l-x}{\operatorname{tg}\psi}} \Delta\rho g Z dZ dx + \frac{l-x_0}{\sin\psi} \Delta\varepsilon(\psi), \quad (24)$$

Объем кристалла равен

$$V = \int_0^{x_L} Z dx + (x_R - x_L)H + \int_{x_R}^{x_0} Z dx + \int_{x_0}^l \int_0^{\frac{l-x}{\operatorname{tg}\psi}} dZ dx. \quad (25)$$

Задача сводится к минимизации энергии E при фиксированном объеме кристалла V_0 . Для этого надо проварьировать интеграл $I = E - \lambda(V - V_0)$.

Для удобства записи вариация выражения (24) будет записана в виде суммы вариаций слагаемых: $\delta E = \sum \delta I_i$. В качестве переменных будут служить δZ , $\delta \theta$, $\delta Z(0)$, δx_L , δx_R , δH , $\delta Z(x_0)$, δx_0 , связь между двумя последними будет установлена ниже. Из определения угла θ (23) следует, что

$$\delta \theta = \cos^2 \theta \frac{d\delta Z}{dx}.$$

В выражениях ниже штрих обозначает производную по θ . ϕ_L и ϕ_R — углы наклона поверхности кристалла слева и справа соответственно вблизи грани, определяемые как

$$\phi_L = \lim_{x \rightarrow x_L - 0} \theta(x),$$

$$\phi_R = \lim_{x \rightarrow x_R + 0} \theta(x).$$

Вариации слагаемых выражения (24) выглядят следующим образом:

$$\begin{aligned} \delta I_1 &= \varepsilon(0) \delta Z(0), \\ \delta I_2 &= \int_0^{x_L} \left[\frac{\alpha'}{\cos \theta} + \frac{\alpha \sin \theta}{\cos^2 \theta} \right] \cos^2 \theta \frac{d\delta Z}{dx} dx + \frac{\alpha(\phi_L)}{\cos \phi_L} \delta x_L = \\ &= \int_0^{x_L} \frac{d}{dx} [\delta Z (\alpha' \cos \theta + \alpha \sin \theta)] dx - \int_0^{x_L} (\alpha'' + \alpha) \cos \theta \frac{d\theta}{dx} \delta Z dx + \frac{\alpha(\phi_L)}{\cos \phi_L} \delta x_L = \\ &= [\alpha'(\phi_L) \cos \phi_L + \alpha(\phi_L) \sin \phi_L] \delta H - [\alpha'(\theta_L) \cos \theta_L + \alpha(\theta_L) \sin \theta_L] \delta Z(0) + \\ &+ \frac{\alpha(\phi_L)}{\cos \phi_L} \delta x_L - \int_0^{x_L} (\alpha'' + \alpha) \cos \theta \frac{d\theta}{dx} \delta Z dx, \\ \delta I_3 &= \alpha_0 \delta x_R - \alpha_0 \delta x_L, \\ \delta I_4 &= [\alpha'(\theta_R) \cos \theta_R + \alpha(\theta_R) \sin \theta_R] \delta Z(x_0) - \\ &- [\alpha'(\phi_R) \cos \phi_R + \alpha(\phi_R) \sin \phi_R] \delta H - \\ &- \frac{\alpha(\phi_R)}{\cos \phi_R} \delta x_R - \int_{x_R}^{x_0} (\alpha'' + \alpha) \cos \theta \frac{d\theta}{dx} \delta Z dx, \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\delta I_5 &= \int_0^{x_L} \Delta \rho g Z \delta Z dx + \frac{1}{2} \Delta \rho g H^2 \delta x_L, \\ \delta I_6 &= \Delta \rho g H^2 \delta x_R - \Delta \rho g H^2 \delta x_L + \Delta \rho g H (x_R - x_L) \delta H, \\ \delta I_7 &= \int_{x_R}^{x_0} \Delta \rho g Z \delta Z dx + \frac{1}{2} \Delta \rho g H^2 \delta x_R, \\ \delta I_8 &= -\frac{1}{2} \Delta \rho g \frac{(l - x_0)^2}{\operatorname{tg}^2 \psi} \delta x_0, \\ \delta I_9 &= -\frac{\Delta \varepsilon(\psi)}{\sin \psi} \delta x_0.\end{aligned}$$

Производные $\alpha'(\phi_L)$ и $\alpha'(\phi_R)$ надо понимать как предел слева или справа соответственно следующего вида: $\alpha'(\phi_L) = \lim_{x \rightarrow x_L - 0} \alpha'(\theta(x))$.

Вариация объема кристалла (25) после сокращения одинаковых членов в тех же переменных будет равна

$$\delta V = \int_0^{x_L} \delta Z dx + (x_R - x_L) \delta H + \int_{x_R}^{x_0} \delta Z dx + Z(x_0) \delta x_0 + \frac{l - x_0}{\operatorname{tg} \psi} \delta x_0.$$

В вариации $\delta I = \delta E - \lambda \delta V$ сгруппируем члены следующим образом:

$$\begin{aligned}\delta I &= \int_0^{x_L} \left[-(\alpha'' + \alpha) \cos \theta \frac{d\theta}{dx} + \Delta \rho g Z - \lambda \right] \delta Z dx + \left[\frac{\alpha(\phi_L)}{\cos \phi_L} - \alpha_0 \right] \delta x_L + \\ &\int_{x_R}^{x_0} \left[-(\alpha'' + \alpha) \cos \theta \frac{d\theta}{dx} + \Delta \rho g Z - \lambda \right] \delta Z dx - \left[\frac{\alpha(\phi_R)}{\cos \phi_R} - \alpha_0 \right] \delta x_R - \\ &[\alpha'(\phi_L) \cos \phi_L + \alpha(\phi_L) \sin \phi_L - \alpha'(\phi_R) \cos \phi_R - \alpha(\phi_R) \sin \phi_R] \delta H + \\ &[\Delta \rho g H (x_R - x_L) - \lambda (x_R - x_L)] \delta H - \\ &[\alpha'(\theta_L) \cos \theta_L + \alpha(\theta_L) \sin \theta_L - \Delta \varepsilon(0)] \delta Z(0) + \\ &[\alpha'(\theta_R) \cos \theta_R + \alpha(\theta_R) \sin \theta_R] \delta Z(x_0) - \\ &\left[\frac{\Delta \varepsilon(\psi)}{\sin \psi} - \frac{\alpha(\theta_R)}{\cos \theta_R} \right] \delta x_0\end{aligned}$$

В скобке, стоящей перед множителем δx_0 , были взаимно сокращены одинаковые члены, так как

$$Z(x_0) = \frac{l - x_0}{\operatorname{tg}\psi}.$$

Вариация должна быть равна нулю при любых малых изменениях независимых переменных, то есть равны нулю множители перед каждой вариацией независимых переменных:

$$\delta Z(x) : \quad -(\alpha'' + \alpha) \cos \theta \frac{d\theta}{dx} + \Delta\rho g Z - \lambda = 0, \quad (26)$$

$$\delta x_L : \quad \frac{\alpha(\phi_L)}{\cos \phi_L} - \alpha_0 = 0, \quad (27)$$

$$\delta x_R : \quad \frac{\alpha(\phi_R)}{\cos \phi_R} - \alpha_0 = 0, \quad (28)$$

$$\delta Z(0) : \quad \alpha'(\theta_L) \cos \theta_L + \alpha(\theta_L) \sin \theta_L - \Delta\varepsilon(0) = 0. \quad (29)$$

Решением уравнений (28) и (27) будет

$$\phi_L = \phi_R = 0,$$

то есть скругленные участки переходят в грань без излома. Подставив это решение в вариацию при δH , получаем еще одно уравнение, позволяющее определить лагранжев множитель λ :

$$\begin{aligned} \delta H : \quad & \alpha'(-0) - \alpha'(0+) + \\ & + \Delta\rho g H(x_R - x_L) - \lambda(x_R - x_L) = 0. \end{aligned} \quad (30)$$

Для связи $\delta Z(x_0)$ и δx_0 рассмотрим рис. 38. δx_0 по определению — величина, на которую сместится координата x точки касания поверхностью кристалла стенки в результате небольших отклонений ее формы, то есть отрезок $A'B$. $\delta Z(x_0)$ — величина, на которую изменится высота профиля в точке x_0 , она равна отрезку AO , только со знаком «-». Из

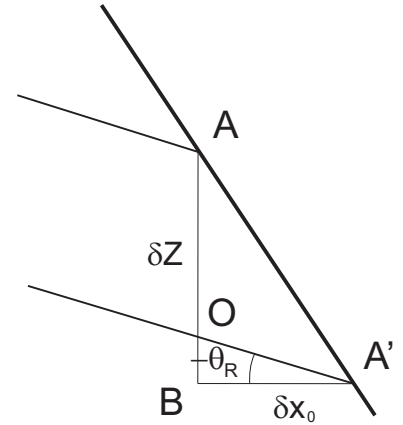


Рис. 38: Связь $\delta Z(x_0)$ и δx_0 .

треугольника ABA' очевидно, что

$$\begin{aligned} \operatorname{tg} \psi &= \frac{\delta x_0}{-\delta Z - \delta x_0 \operatorname{tg} \theta_R} \\ \delta Z(x_0) &= -\delta x_0 \frac{1 + \operatorname{tg} \psi \operatorname{tg} \theta_R}{\operatorname{tg} \psi} = -\delta x_0 \frac{\cos(\psi - \theta_R)}{\sin \psi \cos \theta_R} \end{aligned} \quad (31)$$

После подстановки (31) в выражение для δI получаем последнее соотношение

$$\delta x_0 : \frac{(\alpha' \cos \theta_R + \alpha \sin \theta_R) \cos(\psi - \theta_R)}{\sin \psi \cos \theta_R} + \frac{\Delta \varepsilon(\psi)}{\sin \psi} - \frac{\alpha}{\cos \theta_R} = 0,$$

или

$$\alpha' \cos \theta_R \cos(\psi - \theta_R) + \alpha \sin \theta_R \cos(\psi - \theta_R) + \Delta \varepsilon(\psi) \cos \theta_R - \alpha \sin \psi = 0.$$

Используя тождество

$$\begin{aligned} \sin \theta_R \cos(\psi - \theta_R) - \sin \psi &= \\ \sin \theta_R \cos \psi \cos \theta_R + \sin \theta_R \sin \psi \sin \theta_R - \sin \psi &= \\ \sin \theta_R \cos \psi \cos \theta_R + (1 - \cos^2 \theta_R) \sin \psi - \sin \psi &= \\ \cos \theta_R (\sin \theta_R \cos \psi - \sin \psi \cos \theta_R) = \cos \theta_R \sin(\theta_R - \psi), \end{aligned}$$

получаем

$$\alpha' \cos(\psi - \theta_R) - \alpha \sin(\psi - \theta_R) + \Delta \varepsilon(\psi) = 0. \quad (32)$$

Краевой угол слева равен $\Omega_L = \pi/2 + \theta_L$, и (29) переписывается в виде

$$\alpha \cos \Omega_L - \alpha' \sin \Omega_L + \Delta \varepsilon(0) = 0. \quad (33)$$

Краевой угол справа равен $\Omega_R = \psi - \theta_R + \pi/2$, тогда (32) переписывается в виде

$$\alpha \cos \Omega_R + \alpha' \sin \Omega_R + \Delta \varepsilon(\psi) = 0. \quad (34)$$

Граничные условия (33) и (34) для левой и правой стенки различаются.

В случае, когда мениск имеет S -образную форму, как на рис. 2, производные поверхностной энергии слева и справа будут равны: $\alpha'(\phi_L) = \alpha'(\phi_R) = \beta/h$, так как $\theta(x)$ имеет одинаковые знаки справа и слева от грани. Если выбрать систему координат так, чтобы грань соответствовала линии $Z = 0$, то H тоже становится равно нулю, и из уравнения (30) следует, что лагранжев множитель λ зануляется. Этот же результат следует из условия непрерывности $Z(x)$.

Основные результаты диссертационной работы опубликованы в следующих работах:

1. К.О. Кешишев, В.Н. Сорокин, Д.Б. Шемятихин. Критическое поведение мениска в кристаллах гелия-4. Письма в ЖЭТФ, т. 85, с. 213–215 (2007).
2. К. О. Keshishev, D. B. Shemyatikhin, Contact Angle Singularity in ^4He Crystals. J. Low Temp. Phys., т. 150, с. 282, (2008).
3. К.О. Кешишев, В.И. Марченко, Д.Б. Шемятихин. Исследование поверхности кристаллов ^4He . ЖЭТФ, т. 143, с. 674 (2013).

Кроме того результаты докладывались на конференциях:

1. 49-я конференция МФТИ, Москва, ноябрь 2006. Доклад: К. О. Кешишев, Д. Б. Шемятихин, Капиллярные явления в кристаллах ^4He .
2. 34-е совещание по физике низких температур, Сочи, сентябрь 2006. Стендовый доклад: К. О. Кешишев, Д. Б. Шемятихин, Капиллярные явления в кристаллах ^4He .
3. Международная конференция QFS-2007, Казань, август 2007, содокладчик. Доклад: К. О. Кешишев, Д. Б. Шемятихин, Contact Angle Singularity in ^4He Crystals.
4. 50-я конференция МФТИ, Москва, ноябрь 2007. Доклад: К. О. Кешишев, Д. Б. Шемятихин, Капиллярные явления в кристаллах ^4He .
5. Международная конференция LT-25, Амстердам, август 2008. Доклад: К. О. Кешишев, Д. Б. Шемятихин, Contact Angle Singularity in ^4He Crystals.

6. Международная студенческая конференция CryoConference-2008, Мадрид, сентябрь 2008. Стендовый доклад К. О. Кешишев, Д. Б. Шемятихин, Contact Angle Singularity in ^4He Crystals.

В заключение хочу выразить благодарность моему научному руководителю К. О. Кешишеву за повседневное внимание и неоценимый вклад в данную работу, В. И. Марченко за постоянный интерес, проявляемый к работе, за многочисленные обсуждения и советы, Е. Р. Подоляку и А. Я. Паршину за полезные обсуждения и советы.

Список литературы

1. Клия М. О., *О механизме преобразования дендритных кристаллов.* // Кристаллография, **1**, 577 (1956).
2. Métois J. J. and Heyraud J. C., *Mechanisms of morphological change during the establishment of the equilibrium shape; Lead on graphite.* // J. of Crystal Growth, **57**, 487, (1982).
3. Jackson K. A., Miller C. E., *Experimental observation of the surface roughening transition in vapor phase growth.* // J. Crystal Growth, **40**, 169 (1977).
4. Андреев А., Ф., Паршин А. Я., *О равновесной форме и колебаниях поверхности квантовых кристаллов* // ЖЭТФ, **75**, 1511 (1978).
5. Кешишев К. О., Паршин А. Я., Бабкин А. В., *Экспериментальное обнаружение кристаллизационных волны в ^4He* // Письма в ЖЭТФ, **30**, 63 (1979).
6. Кешишев К. О., Паршин А. Я., Бабкин А. В., *Кристаллизационные волны в ^4He* // ЖЭТФ, **80**, 716 (1981).
7. Кешишев К. О., Сорокин В. Н., Шемятихин Д. Б., *Критическое поведение мениска в кристаллах гелия-4.* // Письма в ЖЭТФ, **85**, 213 (2007).
8. Keshishev K. O., Shemyatikhin D. B., *Contact Angle Singularity in ^4He Crystals.* // J. Low Temp. Phys., **150**, 282, (2008).
9. Кешишев К. О., Марченко В. И., Шемятихин Д. Б., *Исследование поверхности кристаллов ^4He .* // ЖЭТФ, **143**, 674 (2013).

10. Wulff G., *Zur frage der geschwindigkeit des wachstums und der auflösung der kristallflächen.* // Zeits. f. Kristallog., **34**, 449 (1901).
11. Hering C., *The Use of Classical Macroscopic Concepts in Surface Energy Problems.* // Structure and Properties of Solid Surfaces, ed. by R. Gomer and C. S. Smith, (1953).
12. Гиббс Дж. В., *Термодинамика. Статистическая механика.* // М., Наука, с. 311 (1982).
13. Ландау Л. Д., *О равновесной форме кристаллов.* // Собрание трудов, т.2. — М., Наука, с. 119 (1969).
14. Burton W. K., Cabrera N., *Crystal growth and surface structure.* // Disc. Faraday Soc., **5**, 33 (1949).
15. Avron J. E., Balfour L. S., Kuper C. G., Landau J., Lipson S. G., and Schulman L. S., *Roughening Transition in the ^4He Solid-Superfluid Interface.* // Phys. Rev. Lett. **45**, 814 (1980).
16. Landau J., Lipson S. G., Maattanen L. M., Balfour L. S., and Edwards D. O., *Interface between Superfluid and Solid ^4He .* // Phys. Rev. Lett. **45**, 31 (1980).
17. Andreeva O. A., and Keshishev K. O., *Идентификация граней кристаллов ^4He .* // Pis'ma Zh. Eksp. Teor. Fiz. **52**, 799 (1990).
18. Wolf P. E., Balibar S., and Gallet F., *Experimental Observation of a Third Roughening Transition on hcp ^4He Crystals.* // Phys. Rev. Lett. **51**, 1366 (1983).
19. Марченко В. И., Паршин А. Я., *Об упругих свойствах поверхности кристаллов.* // ЖЭТФ **79**, 257 (1980).

20. Воронков В. В., *Об угловой зависимости свободной поверхностной энергии кристалла.* // Кристаллография, **12**, 831 (1967).
21. Gruber E. E. and Mullins W. W., *On the theory of anisotropy of crystalline surface tension.* // Journal of Physics and Chemistry of Solids. **28**, 875 (1967).
22. Косевич А. М., *Основы механики кристаллической решетки.* // М., Наука, (1972).
23. Покровский В. Л., Талапов А. Л., *Теория двумерных несоизмеримых кристаллов.* // ЖЭТФ, **78**, 269 (1980).
24. Wang X.-S., Goldberg J. L., Bartelt N. C., Einstein T. L., and Williams E. D., *Terrace-width distributions on vicinal Si(111).* // Phys. Rev. Lett. **65**, 2430 (1990).
25. Rousset S., Gauthier S., Siboulet O., Girard J. C., S. de Cheveigne, Huerta-Garnica M., Sacks W., Belin M. and Klein J., *Step-step interactions on copper vicinal surfaces.* // Ultramicroscopy, **42–44**, 515 (1992).
26. Wolf P. E., Gallet F., Balibar S., Rolley E., Nozières P., *Crystal growth and crystal curvature near roughening transitions in hcp ^4He .* // Journal de Physique **46**, 1987 (1985).
27. Burton W. K., Cabrera N., Frank F. C., *The Growth of Crystals and the Equilibrium Structure of their Surfaces.* // Philosophical Transactions of the Royal Society of London, **243**, 299 (1951).
28. Марченко В. И., Паршин А. Я., *New possibilities in crystal morphology.* // Письма в ЖЭТФ, **83**, 485 (2006).

29. Андреева О. А., Кандидатская диссертация, *Термодинамика и кинетика поверхности кристаллического ^4He* . // Москва (1990).
30. Andreeva O. A., Keshishev K. O., *Solid-Superfluid ^4He Interface*. // Physica Scripta, **T39**, 352 (1991).
31. Rolley E., Guthmann C., Chevalier E., and Balibar S., *The Static and Dynamic Properties of Vicinal Surfaces on ^4He Crystals*. // Journal of Low Temp. Phys. **99**, 851 (1995).
32. Шальников А. И., *Некоторые наблюдения над твердым гелием*. // ЖЭТФ, **41**, 1056 (1961).
33. Кешишев К. О., Межов-Деглин Л. П., Шальников А. И., *К вопросу о «тердости» кристаллического гелия*. // Письма в ЖЭТФ, **17**, 296 (1973).
34. Balibar S., Edwards D. O., Laroche C., *Surface tension of solid ^4He* . // Phys. Rev. Lett. **42**, 782 (1979).
35. Бабкин А. В., Кешишев К. О., Копелиович Д. Б., Паршин А. Я, *Исследование равновесной формы кристаллов гелия в окрестности фазовых переходов ограничения*. // Письма в ЖЭТФ, **T39**, 519 (1984).
36. Gallet F., Balibar S. and Rolley E., *The roughening transition of crystal surfaces. II. Experiments on static and dynamic properties near the first roughening transition of hcp ^4He* . // Journal de Physique, **48**, 369 (1987).
37. Wagner R., Steel S. C., Andreeva O. A., Jochemsen R., Frossati G., *First Observation of (100) and (211) Facets on ^3He Crystals* //, Phys. Rev. Lett. **76**, 263 (1996).

38. Alles H., Babkin A., Jochemsen R., Parshin A. Ya., Todoshchenko I. A. and Tsepelin V., *Faceting and growth kinetics of ^3He crystals*. // Physica B: Condensed Matter, **329–333**, 360 (2003).
39. Андреева О. А., Кешишев К. О., *Анизотропия поверхностной жесткости кристаллов ^4He* . // Письма в ЖЭТФ, **46**, 160 (1987)
40. Андреева О. А., Кешишев К. О., Осипьян С. Ю., *Анизотропия коэффициента роста и поверхностной жесткости кристаллов ^4He* . // Письма в ЖЭТФ, **49**, 661 (1989)
41. Babkin A. V., Kopeliovich D. B., Parshin A. Ya., *An experimental investigation of roughening phase transitions in ^4He crystals*. // ЖЭТФ, **89**, 2288 (1985).
42. Babkin A. V., Alles H., Hakonen P. J., Parshin A. Ya., Ruutu J. P., and Saramäki J. P., *Observation of a New Surface State on ^4He Crystal Interfaces*. // Phys. Rev. Lett. **75**, 3324 (1995).
43. Ткаченко В. К., Филимонов А. И., *Газификатор для получения давлений до 100 атм. с использованием жидкого гелия*. // ПТЭ, **5**, 203 (1961).
44. Сивухин Д. В., *Общий курс физики, т. 4. Оптика*. // М.: ФИЗМАТЛИТ (2002).
45. Press I., William H., *Numerical Recipes in C: The Art of Scientific Computing*. // Cambridge University Press, New York (1988).
46. Dierckx P., *Curve and Surface Fitting with Splines*. // Oxford University Press (1993).

47. Maisonobe L., *Circle fitting*. <http://www.spaceroots.org/documents/circle/circle-fitting.pdf>
48. Allen J.F, Misener A.D., *The surface tension of liquid helium*. // Mathematical Proceedings of the Cambridge Philosophical Society, **34**, 299 (1938)