МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

имени М.В. Ломоносова

физический факультет

кафедра низких температур и сверхпроводимости

Исследования А-подобной фазы ³Не в слабоанизотропном аэрогеле методами ядерного магнитного резонанса

дипломная работа студента 620 группы

Сенина Андрея Андреевича

Научный руководитель: член-корр. РАН, д.ф.-м.н. Дмитриев В. В.

Допущен к защите __ декабря 2009 г. Заведующий кафедрой физики низких температур и сверхпроводимости профессор Васильев А.Н. _____

Москва, 2009

Содержание

1	Введение	3
2	Сверхтекучий ³ Не	5
	2.1 Свойства сверхтекучего ³ Не	
	2.2 ³ Не в аэрогеле	9
3	Постановка научной задачи	11
	3.1 Литературный обзор	11
	3.2 Цель исследования	14
4	Экспериментальная установка	15
	4.1 Рефрижератор растворения	16
	4.2 Ступень ядерного размагничивания	17
	4.3 Экспериментальная ячейка	19
	4.4 ЯМР-спектрометры	21
5	Описание полученных данных	24
	5.1 Эксперименты в А-подобной фазе	24
	5.2 AB-переход	27
6	Заключение	29
7	Список литературы	30

1 Введение

Явление сверхтекучести связано с переходом в макроскопическое квантовое состояние — бозе-эйнштейновскую конденсацию. При этом все атомы бозе-конденсата находятся в одном квантовомеханическом состоянии и описываются одной волновой функцией. Бозе-конденсация происходит в системах бозонов, но может происходить и в системах фермионов. Это возможно благодаря куперовскому спариванию фермионов. В сверхтекучем ³Не образование куперовских пар происходит с орбитальным моментом и ядерным спином пары равными единице. Такое спаривание обусловливает сложный вид волновой функции и широкое разнообразие всевозможных свойств ³Не, возникающих в сверхтекучем состоянии.

Жидкий ³Не при сверхнизких температурах является очень чистым веществом, так как все примеси вымерзают на стенках сосуда, а изотоп ⁴Не уже практически не растворяется в нем. Представляет интерес изучение влияния примесей на такую чистую и сложную систему. Такая возможность появилась благодаря развитию технологии по получению аэрогелей высокой пористости (>97.5%). Аэрогель — это легкий высокопористый материал, обладающий рядом уникальных физических свойств, которые привлекают внимание исследователей, работающих в различных областях науки и техники. Аэрогель образован из сферических кластеров из SiO₂ диаметром ~ 30 Å (см. рис. 1), формирующих систему перепутанных нитей. Расстояние между нитями в десять и более раз превышают их диаметр. Корреляционная длина для



Рис. 1: Фотография, полученная с помощью электронного микроскопа (слева) и рисунок структуры аэрогеля (справа)

3

сверхтекучего ³Не составляет ~ 500 Å, то есть намного больше чем диаметр нитей. Это позволяет экспериментально исследовать влияние примесей на сверхтекучесть ³Не. При этом роль примесей играют нити аэрогеля. Это привело к появлению нового направления в исследованиях сверхтекучести ³Не.



Рис. 2: Внешний вид аэрогеля (выступает из кварцевой трубки)

2 Сверхтекучий ³Не

2.1 Свойства сверхтекучего ³Не

Сверхтекучесть ³Не связана с куперовским спариванием атомов ³Не в состояние с орбитальным моментом L = 1 и спином S = 1 [1, 2]. Спиновые состояния пары частиц строятся из состояний одной частицы, которые являются собственными функциями операторов квадрата спина и проекции спина на ось квантования:

$$a_{\lambda} = \begin{pmatrix} 1\\ 0 \end{pmatrix} = |\uparrow\rangle, \qquad b_{\lambda} = \begin{pmatrix} 0\\ 1 \end{pmatrix} = |\downarrow\rangle$$

Для спин-триплетного состояния пары (S = 1) волновые функции, соответствующие трем различным проекциям спина на ось квантования и симметричные относительно перестановки частиц имеют следующий вид:

$$a_{1\alpha}a_{2\beta} = |\uparrow\uparrow\rangle = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{pmatrix} \quad \text{при } S_z = 1$$
$$a_{1\alpha}b_{2\beta} + b_{1\alpha}a_{2\beta} = |\uparrow\downarrow\rangle + |\downarrow\uparrow\rangle = \begin{pmatrix} 0 & 1 \\ 1 & 0 \end{pmatrix} \quad \text{при } S_z = 0$$
$$b_{1\alpha}b_{2\beta} = |\downarrow\downarrow\rangle = \begin{pmatrix} 0 & 0 \\ 0 & 1 \end{pmatrix} \quad \text{при } S_z = -1$$

Полная волновая функция пары представляет собой линейную комбинацию этих состояний:

$$\Psi = \psi_1(\mathbf{k})|\uparrow\uparrow\rangle + \psi_2(\mathbf{k})(|\uparrow\downarrow\rangle + |\downarrow\uparrow\rangle) + \psi_3(\mathbf{k})|\downarrow\downarrow\rangle = \begin{pmatrix} \psi_1(\mathbf{k}) \ \psi_2(\mathbf{k}) \\ \psi_2(\mathbf{k}) \ \psi_3(\mathbf{k}) \end{pmatrix}$$

 ${f k}-$ вектор направления импульса квазичастиц пары.

Разложив Ψ по базису матриц $i\boldsymbol{\sigma}\sigma_y = (i\sigma_x\sigma_y, i\sigma_y\sigma_y, i\sigma_z\sigma_y)$, где $\sigma_x, \sigma_y, \sigma_z$ – матрицы Паули, можно записать Ψ в виде:

$$\Psi = i(\mathbf{d}(\mathbf{k}) \cdot \boldsymbol{\sigma})\sigma_y = \begin{pmatrix} -d_x(\mathbf{k}) + id_y(\mathbf{k}) & d_z(\mathbf{k}) \\ d_z(\mathbf{k}) & d_x(\mathbf{k}) + id_y(\mathbf{k}) \end{pmatrix}$$

Здесь d(k) — комплексный вектор в спиновом пространстве, называется векторным представлением параметра порядка.

 $\left| \mathbf{d}(\mathbf{k}) \right|^2$ передставляет собой распределение плотности куперовских пар в импульсном пространстве:

$$|\mathbf{d}(\mathbf{k})|^2 = \frac{1}{2} \mathrm{Tr}(\Psi^+(\mathbf{k})\Psi(\mathbf{k}))$$

Для состояний с L = 1 зависимость **d** от **k** представляет собой комбинацию сферических гармоник, которые, в свою очередь, линейно выражаются через компоненты вектора **k**. Поэтому можно записать:

$$d_i(\mathbf{k}) = A_{ij}\widehat{\mathbf{k}}_j$$

где комплексная матрица A_{ij} является еще одним представлением параметра порядка.

Триплетное куперовское спаривание в сверхтекучем ³Не позволяет построить несколько параметров порядка, обладающих различной симметрией. В отсутствие магнитного поля в ³Не реализуются две сверхтекучие фазы: при высоких давлениях и температурах — А-фаза с параметром порядка ABM (P.W. Anderson, W.F. Brinkman, P. Morel) [3], а в остальной области сверхтекучести на фазовой диаграмме — В-фаза с параметром порядка BW (R. Balian, N.R. Werthamer) [4]. На рис. 3 приведена фазовая диаграмма ³Не в слабых магнитных полях и сверхнизких температурах. В магнитном поле к ним добавляется так называемая фаза A₁, существующая в узком температурном диапазоне между фазой нормального ³Не и А-фазой. Фазовый переход из нормальной ферми-жидкости в А-фазу и В-фазу является фазовым переходом второго рода, а переход из А-фазы в В-фазу — первого рода.



Рис. 3: Фазовая диаграмма ³Не в слабых магнитных полях

Рассмотрим подробнее А-фазу, так как это понадобится в дальнейшем. А-фаза имеет анизотропный параметр порядка ABM:

$$\mathbf{d}(\mathbf{k}) = \Delta_0 \widehat{\mathbf{d}} (\widehat{\mathbf{k}} \cdot \widehat{\mathbf{m}} + i \widehat{\mathbf{k}} \cdot \widehat{\mathbf{n}}) \quad ,$$

здесь $\hat{\mathbf{d}}$ задаёт направление в спиновом пространстве, а $\hat{\mathbf{m}}$ и $\hat{\mathbf{n}}$ — взаимно ортогональные направления в орбитальном пространстве. В этом случае матрица параметра порядка имеет вид

$$A_{ij} = \Delta_0 \widehat{\mathbf{d}} (\widehat{\mathbf{m}}_{\mathbf{j}} + i \widehat{\mathbf{n}}_{\mathbf{j}})$$

и соответствующий тензор можно в случае ABM состояния разделить на орбитальную часть с выделенными направлениями $\hat{\mathbf{m}}$ и $\hat{\mathbf{n}}$ и спиновую часть с выделенным направлением $\hat{\mathbf{d}}$. Третье выделенное направление в орбитальном пространстве $\hat{\mathbf{l}} = \hat{\mathbf{m}} \times \hat{\mathbf{n}}$ совпадает с направлением среднего момента импульса пары. Наличие такого выделенного направления обусловливает анизотропный вид энергетической щели с двумя нулями в направлении $\hat{\mathbf{l}}$ (рис. 4).



Рис. 4: Схематический вид энергетической щели (заштрихованные области) в А-фазе

Волновая функция конденсата для А-фазы запишется в следующем виде

$$\Psi = (-k_x + ik_y)|\uparrow\uparrow\rangle + (k_x + ik_y)|\downarrow\downarrow\rangle$$

Если спин **S** куперовской пары направлен вдоль оси z, то вектор $\widehat{\mathbf{d}}$ лежит в плоскости xy. В состоянии ABM, как видно из вида волновой функции, отсутствуют пары с проекцией спина $S_z = 0$, поэтому магнитная восприимчивость в этой фазе, в отличие

от В-фазы, не меняется с температурой, и остаётся такой же, как и в нормальном состоянии.

Поскольку ядра ³Не имеют ненулевой ядерный момент, а бозе-конденсат описывается общей для атомов конденсата волновой функцией, сверхтекучий ³Не можно рассматривать как своеобразное магнитоупорядоченное вещество. Поэтому широкое применение для изучения сверхтекучих фаз ³Не получил метод ядерного магнитного резонанса (ЯМР) [5]. Этим методом были измерены многие величины, характеризующие ³Не, открыты сверхтекучие спиновые токи, идентифицированы параметры порядка сверхтекучих фаз.

Спиновая динамика сверхтекучего ³Не в А-фазе описывается уравнениями Леггетта:

$$\mathbf{M} = \gamma \mathbf{M} \times \mathbf{H} + \mathbf{R}_{\mathbf{d}}$$
$$\widehat{\mathbf{d}} = \gamma \widehat{\mathbf{d}} \times (\mathbf{H} - \frac{\gamma}{\chi} \mathbf{S})$$

где **М** – магнитный момент единицы объема, **H** – магнитное поле, $\gamma = 20378 \ (\Im \cdot c)^{-1}$ – гиромагнитное отношение ³He, χ – магнитная восприимчивость, $\mathbf{R}_{\mathbf{d}} = \Omega_A \frac{\chi}{\gamma} (\widehat{\mathbf{d}} \times \widehat{\mathbf{l}}) (\widehat{\mathbf{dl}})$ – дипольный момент, связанный с диполь-дипольным спин-орбитальным взаимодействием, а $\Omega_A = \Omega_A(T) \sim 600 \text{ рад/с}$ – так называемая леггеттовская частота A-фазы характеризующая силу дипольного взаимодействия спинов атомов в куперовской паре. Следует отметить, что $\widehat{\mathbf{l}}$ остается неподвижным при движениях **M** и $\widehat{\mathbf{d}}$ из-за орбитальной вязкости .

При непрерывном ЯМР в постоянном магнитном поле **H** под действием слабого переменного магнитного поля намагниченность ³He совершает малые колебания около положения равновесия. Резонансная частота линии ЯМР определяется ларморовской частотой $\omega_L = \gamma \mathbf{H}$ и добавочной $\Delta \omega$, возникающей из-за диполь-дипольного взаимодействия спинов в куперовской паре

$$\omega = \omega_L + \triangle \omega$$

Сдвиг частоты ЯМР А-фазы в объемном ³Не относительно ларморовской частоты

$$\Delta \omega = \frac{\Omega_A^2}{2\omega_L} \cos 2\varphi \quad , \tag{*}$$

где φ - угол между векторами $\hat{\mathbf{l}}$ и $\hat{\mathbf{d}}$. В объемном ³Не вектор $\hat{\mathbf{l}}$ не фиксирован, это приводит к $\varphi = 0$, так как этот случай отвечает минимуму дипольной энергии $(E_D \sim -(\hat{\mathbf{dl}})^2).$ При импульсном ЯМР в постоянном магнитном поле **H** импульсом отклоняют намагниченность ³He на большой угол. В таком случае частота свободной прецессии намагниченности:

$$\omega = \omega_L + \frac{\Omega_A^2}{8\omega_L} (1 + 3\cos\beta)$$

где β – угол отклонения намагниченности.

2.2 ³Не в аэрогеле

В ходе исследований в основном используется аэрогель с пористостью 98.2%. Таким образом, в образцах 1.8% пространства занято собственно нитями, а остальные 98.2% заполнены гелием. Такой аэрогель имеет плотность 37 мг/см³, а характерное среднее расстояние между нитями в нём \simeq 500 Å. Обнаружено [6, 7], что аэрогель малой плотности не подавляет сверхтекучесть, а приводит лишь к снижению температуры сверхтекучего перехода на 20-30% при давлениях 20-30 бар ($T_{ca} \approx 0, 7 \div 0, 85T_c$, $T_c = 2,3$ мK, где T_c - температура перехода в объемном ³He, а T_{ca} - температура сверхтекучего перехода в ³He в аэрогеле). Получившаяся фазовая диаграмма сверхтекучего ³He в аэрогеле (рис. 5) внешне похожа на фазовую диаграмму объемного ³He. Также как и в чистом сверхтекучем ³He, в ³He в аэрогеле в слабых магнитных



Рис. 5: Фазовая диаграмма ³He(сплошные линии) и ³He в аэрогеле(пунктирные линии) в слабых магнитных полях

полях реализуются две сверхтекучие фазы: при высоких температурах и давлениях наблюдается так называемая А-подобная фаза, а в остальной области фазовой диаграммы — В-подобная фаза. Установлено, что параметр порядка в В-подобной фазе аналогичен параметру порядка В-фазы чистого ³He. Однако количественные характеристики ³He–В изменяются при внесении примесей. Например, пространственное распределение параметра порядка (текстура) в ³He–В в аэрогеле сильно отличается от текстуры в чистом ³He–В. Ситуация с идентификацией А-подобной фазы несколько сложнее (см. следующую главу). Также следует отметить, что в отличие от объемного ³He, при нагреве из В-подобной фазы в А-подобную последняя наблюдается только в очень узком диапазоне температур вблизи T_{ca} , то есть в большом диапазоне температур А-подобная фаза переохлаждена. В этом состоит одно из существенных отличий с фазовой диаграммой чистого ³He, где А-фаза является равновесной в широком диапазоне температур.

Эксперименты по ЯМР ³Не в аэрогеле обычно проводятся в присутствии небольшого количества ⁴Не. Это делается потому, что в случае чистого ³Не на сигнал ядерного магнитного резонанса заметное влияние оказывает парамагнитный твердый ³Не. Он покрывает поверхность нитей аэрогеля двумя твердыми монослоями и имеет большую магнитную восприимчивость при сверхнизких температурах. В этом случае в районе сверхтекучего перехода сигнал ЯМР от твердых монослоев в несколько раз превышает сигнал от жидкого гелия, восприимчивость которого при T < 0, 1 К не зависит от температуры, что затрудняет интерпретацию экспериментов. При добавлении ⁴Не твердый ³Не замещается немагнитным ⁴Не и сигнал ЯМР полностью определяется жидким ³Не. Присутствие ⁴Не не меняет вид фазовой диаграммы, и внутренние свойства сверхтекучих фаз ³Не в аэрогеле также не меняются.

3 Постановка научной задачи

3.1 Литературный обзор

Предыдущие исследования показали, что анизотропия аэрогеля оказывает существенное влияние на свойства ЯМР А-подобной фазы. Анизотропный аэрогель легко получить, например, сжав образец вдоль какого-либо направления. Кроме этого, оказалось, что большинство производимых образцов аэрогеля анизотропны изначально, что, видимо, связано с процессом их изготовления. Установлено, что если анизотропия велика, то А-подобная фаза соответствует А-фазе объемного ³Не. В то же время остается неясной структура А-подобной фазы ³Не в изотропном аэрогеле.

Существуют несколько теорий, описывающих свойства А-подобной фазы ³Не в изотропном или слабоанизотропном аэрогеле. Одна из них принадлежит Г.Е. Воловику. В его теории [8] в зависимости от степени анизотропии возможны два сильно различающихся случая. В первом случае, при сильной анизотропии, сдвиг частоты тот же, что и в объемном ³Не с той разницей, что $\hat{1}$ ориентируется вдоль оси анизотропии (если анизотропия получена путем сжатия образца вдоль этой оси). Тогда, меняя направление поля, можно изменять φ и, соответственно, величину сдвига ЯМР. Во втором случае влияние примесей на параметр порядка должно приводить к эффекту Ларкина–Имри–Ма. Этот эффект заключается в разрушении дальнего порядка векторного параметра порядка с непрерывной симметрией слабым полем случайных неоднородностей. В этом случае исчезает выделенная ось, вдоль которой ориентируется вектор $\hat{1}$. Одним из параметров теории является характерная длина Имри-Ма (L_{LIM}). Она определяет размер доменов с однородной ориентацией $\hat{1}$, на которые разобьется объём Не–А под действием неоднородностей

$$L_{LIM} \sim \xi_a \frac{\xi_0^2}{\delta^2} \sim 10$$
 мкм ,

где ξ_a —среднее расстояние между нитями аэрогеля ($\simeq 500$ Å), ξ_0 — длина когерентности сверхтекучего Не (200-800Å в зависимости от давления), δ — характерный диаметр нитей аэрогеля (~ 30 Å).

Анизотропия образца аэрогеля, вызванная деформацией, создает выделенную ось, вдоль которой может ориентироваться вектор **î**. Критическая деформация, при которой такая ориентация станет энергетически выгодней, чем состояние Ларкина-

Имри-Ма равна

$$\left(\frac{|\triangle l|}{l}\right)_{crit} = \left(\frac{\xi_a}{L_{LIM}}\right)^{3/2}$$

При деформациях меньших критической должно возникнуть состояние Ларкина-Имри-Ма, а при деформациях больших критической должно возникнуть однородное пространственное распределение **î**, причем **î** ориентируется вдоль оси сжатия.

Для величины критической деформации оценки дают величину $(\Delta l/l)_{crit} \sim 10^{-3} - 10^{-2}$. Ранее было выяснено, что большинство из исследуемых нами образецов аэрогеля анизотропны. На рис. 6 показана форма линии ЯМР в одном из исследованных нами образцов анизотропного аэрогеля. Образец имеет цилиндрическую форму, причем ось образца совпадает с осью анизотропии. Внешнее магнитное поле **H** было ориентировано вдоль оси образца. Оказалось, что сдвиг частоты ЯМР в А-подобной фазе отрицателен. Согласно формуле (*) это значит, что ось анизотропии соответ-



Рис. 6: Сигнал непрерывного ЯМР в фазе А-типа в анизотропном аэрогеле. *f*≈1042.7 кГц, P=24 бар, T=0.81T_{ca}, где T_{ca} - температура сверхтекучего перехода в ³Не в аэрогеле. Максимум сигнала в нормальной фазе соответствует ларморовской частоте. Небольшой пик в районе ларморовской частоты в А-подобной фазе соответствует сигналу от объемной Вфазы гелия, находящегося в зазорах между стенками ячейки и образцом аэрогеля

ствует сжатию вдоль оси образца и $\varphi > 45^{\circ}$.

формулируется критерий устойчивости сверхтекучих фаз Не к разупорядочивающему действию нитей аэрогеля, при выполнении

В другой теории [9, 10], принадлежащей И.А. Фомину, рассматриваются различные параметры порядка сверхтекучих фаз, в которых добавка к свободной энергии в присутствии примесей в первом приближении равна нулю. Параметр порядка B-фазы удовлетворяет этому критерию, а параметр порядка А-фазы — нет. В качестве возможного параметра порядка А-подобной фазы автор рассматривает параметр порядка фазы «robust», который удовлетворяет критерию устойчивости. Свободная энергия сверхтекучего ³Не с таким параметром порядка согласно оценке немного больше, чем в А-фазе, но с добавлением примесей свободная энергия Афазы увеличивается за счёт сильных неоднородностей параметра порядка. Поэтому в ³Не в аэрогеле фаза «robust» может оказаться энергетически выгоднее А-фазы в состоянии Ларкина-Имри-Ма. Если же аэрогель сильно анизотропен, то, также как и в теории Воловика, параметр порядка равен параметру порядка А-фазы с вектором Î, ориентированным вдоль оси анизотропии.

Теория Воловика предсказывает, что при деформациях, меньших критической, сдвиг линии непрерывного ЯМР будет положителен и мал по сравнению с $\Omega_A^2/2\omega$. В импульсном ЯМР возможны два варианта в зависимости от характера разупорядочения. Сдвиг частоты от угла отклонения намагниченности в одном случае будет пропорционален $(1 + \cos \beta)$ и $(\cos \beta (\cos^2 \beta - \frac{1}{3}))$ в другом случае. В теории Фомина существуют две разновидности «robust»-фазы, которые отличаются внутреннем строением параметра порядка. В случае чистой «robust»-фазы в непрерывном ЯМР должен возникнуть большой положительный сдвиг линии ~ $\Omega_A^2/2\omega$, а зависимость частоты от угла отклонения намагниченности в импульсном ЯМР будет пропорциональна $(1 + \cos \beta)$. В случае метастабильной «robust»-фазы [11] теория предсказывает малый положительный сдвиг линии непрерывного ЯМР и пропорциональную ($\cos \beta$) зависимость частоты от угла отклонения намагниченности в импульсном ЯМР. Также следует отметить, что в случае деформаций, меньших критической, обе теории предсказывают изотропные свойства ЯМР в зависимости от направления магнитного поля **H**.

3.2 Цель исследования

Целью данной работы является исследование сверхтекучего ³Не в почти изотропном несжатом аэрогеле методами ЯМР. Как отмечено выше, что в А-подобной фазе ³Не в сжатом аэрогеле соответствует А-фазе объемного ³Не, но орбитальный вектор $\widehat{\mathbf{l}}$ фиксирован вдоль оси сжатия. Тогда, в зависимости от угла между $\widehat{\mathbf{l}}$ и магнитным полем Н. слвиг частоты ЯМР может быть положительным или отринательным. Максимальная абсолютная величина сдвига для нормальных условий (H ~ 300 Э, P ~ 30 бар) составляет порядка 1 КГц. Похожее поведение ЯМР наблюдается в большинстве несжатых образцов, что может быть связано с внутренней анизотропией, появляющейся в процессе подготовки аэрогеля. В этом случае сжатие часто пространственно неоднородно, но встречается, в основном, вдоль оси цилиндрических образцов. Тем не менее, в некоторых несжатых образцах А-подобная фаза ведет себя совсем по-другому: максимальный сдвиг частоты мал (~ 100 Гц), положителен и почти не зависит от ориентации Н относительно образца [12, 13]. Вполне возможно, что анизотропия этих образцов меньше критического значения, которое ожидается порядка 0.1% [8, 9], однако однозначно утверждать этого нельзя, так как измерений анизотропии таких образцов проведено не было.

По нашей просьбе Н. Малдерсом был изготовлен образец аэрогеля с минимально возможной анизотропией. Для этого была специально изменена технология выращивания и сушки аэрогеля. С помощью двулучепреломления была измерена величина анизотропии, которая оказалась меньше 0.1% (что являлось пределом разрешения метода) [14]. Таким образом, это первый образец, выращенный специально с целью получить его наиболее изотропным, и в котором измерена величина анизотропии. И главной задачей являлось исследование его свойств.

4 Экспериментальная установка

Изучение сверхтекучего ³Не связано с большими техническими трудностями, поскольку температура сверхтекучего перехода не превышает 2,5 мК. Все экспериментальные результаты, представленные в этой работе были получены на криостате ядерного размагничивания в ИФП им. П. Л. Капицы РАН [15]. На рис. 7 показана фотография криостата.



Рис. 7: Внешний вид криостата ядерного размагничивания

Для изоляции от электромагнитного излучения комната, в которой находится установка, экранирована медными листами толщиной 0,5÷1 мм, все коммуникации снабжены высокочастотными фильтрами. Для обеспечения виброизоляции криостата система откачки снабжена поворотными сильфонами с оттяжками, а сам криостат установлен на тяжелом маятнике с бетонным основанием массой 800 кг, подвешенным на тросах. Расстояние от точки подвеса до центра масс составляет ~6 м. Криостат смонтирован непосредственно на этом основании. В результате, вибрации с частотами ≳ 1 Гц эффективно гасятся.

4.1 Рефрижератор растворения

В качестве ступени предварительного охлаждения служит криостат растворения ³He в ⁴He. Он построен по классической схеме [16], особое внимание было уделено вопросам надежности, так как для обеспечения работы криостата ядерного размагничивания необходима длительная работа криостата растворения в непрерывном



Рис. 8: Криостат растворения ³Не в ⁴Не

режиме. ³Не из криостата растворения откачивается турбонасосом, затем двумя форвакуумными насосами (обычный режим насосной группы обеспечивает скорость циркуляции гелия 80 мкмоль/с). Затем гелий поступает в систему очистки, состоящей из двух автономных ловушек — азотной и гелиевой.

На рис. 8 показана низкотемпературная часть криостата растворения. Она помещена в гелиевый дьюар с азотным экраном. Из линии откачки ³Не проходит в гелиевой ванне через спеченый из медного порошка теплообменник, имеющий вид плоской таблетки. Такой же теплообменник расположен в градусной камере и служит для отвода тепла при конденсации ³Не. Далее ³Не проходит через дроссель с импедансом ~10¹¹ см⁻³, витой теплообменник, расположенный в камере испарения, дополнительный дроссель с импедансом $5 \cdot 10^9$ см⁻³, витой теплообменник типа «двойная спираль» и ступенчатые теплообменники. Далее ³Не попадает в камеру растворения, где, растворяясь в ⁴Не, поглощает тепло. ³Не из раствора диффундирует через теплообменники к камере испарения, из которой откачивается ³Не. В камере испарения расположен супрессор, который предохраняет трубку откачки от попадания пленки ⁴Не.

4.2 Ступень ядерного размагничивания

Криостат ядерного размагничивания состоит из трех основных частей: ядерной ступени, экспериментального фланца и хладопровода с тепловым ключом [17]. Ядерная ступень состоит из связки медных пластин, между которыми проложены тефлоновые прокладки толщиной 5 мкм. Это сделано для того, чтобы уменьшить разогрев, из-за возникающих при размагничивании токов Фуко. 33 пластины толщиной 1 мм из безкислородной меди вместе составляют цилиндрическую секцию диаметром 38 мм. Каждая пластина состоит из главной части длиной 240 мм и узкой части длиной 60 мм. Узкие части пластин сварены диффузионной сваркой к основанию экспериментального фланца. Наконец, для получения жесткой структуры пластины закреплены вместе с помощью двух тефлоновых болтов диаметром 2,5 мм. Суммарные массы меди и тефлона в ступени составляют 2,35 кг и 3 г соответственно, а фактор заполнения — приблизительно 98%. На рис. 9 приведена фотография криостата со снятой экспериментальной ячейкой.

Керамические стойки закреплены в четыре медных кронштейна эксперименталь-

ного фланца, который был изготовлен из цельного куска безкислородной меди. Хладопровод между фланцем и холодным концом сверхпроводящего теплового ключа сделан из медной фольги шириной 5 мм и толщиной 0.8 мм и состоит из двух лент, приваренных к одному из кронштейнов.

Для получения сверхнизких температур, необходимых для исследований, ступень ядерного размагничивания охлаждается криостатом растворения ³He в ⁴He в магнитном поле соленоида размагничивания до температур ~ 15 мK. При этом среднее значение поля в области ступени ядерного размагничивания составляет 6 Тл при токе





Рис. 9: Криостат ядерного размагничивания

в соленоиде 150 А. После намагничивания ступени на это требуется 1-2 суток. Затем ступень термически изолируется от рефрижератора растворения с помощью сверхпроводящего теплового ключа. Он находится внутри соленоида теплового ключа и представляет собой две свинцовые пластины, припаянные к камере растворения и к медному хладопроводу, идущему к ступени ядерного размагничивания. Если пренебречь неадиабатическими эффектами, то температура ступени при размагничивании прямо пропорциональна магнитному полю. Уменьшая ток соленоида размагничивания, можно достичь температур, существенно меньших, чем стартовая температура ступени. Размагничивание занимает 6-7 часов. В зависимости от величины паразитных теплопритоков и типа эксперимента один цикл размагничивания даёт возможность проводить исследования при температурах ~1 мК от 2 до 10 суток.

4.3 Экспериментальная ячейка

Экспериментальная камера крепится с помощью индиевого уплотнения к верхней части ступени ядерного размагничивания (рис. 10). В верхней части фланца расположен теплообменник (Е) экспериментальной ячейки из спеченого серебряного порошка с размером зерен ~100 нм общей площадью 40 м². Такая большая площадь необходима из-за теплового сопротивления Капицы на границе между ступенью и жидким гелием. Теплообменник обеспечивает тепловой контакт между ступенью и жидким гелием. Гелий заполняет экспериментальный объём через капилляр (С), припаянный к медному фланцу. В верхнюю часть фланца вклеена цилиндрическая камера, изготовленная из эпоксидной смолы «Stycast 1266». В камере находится кварцевый резонатор «fork» («вилка») (F), служащий основным термометром [18]. Под действием внешней накачки, он совершает колебания, затухающие главным образом из-за вязкости ³Не, которая сильно меняется с температурой. С помощью генератора DS345 и lock-in усилителя SR830 снимается частотная характеристика «вилки». Резонанс наблюдается на частотах около 31,8 кГц. Его ширина в интересующей нас интервале меняется от 140 до 500 Гц. «Вилка» калибруется по леггеттовской частоте в В-фазе. В камере также нахолится вибрирующая проволочка из сверхпроволящего сплава NbTi (W), служащая дополнительным термометром. В магнитном поле под действием переменного тока и собственной упругости проволочка колеблется, и добротность этих колебаний зависит от вязкости гелия. Также в камере находится



Рис. 10: Схема экспериментальной камеры: С – капилляр, W – вибрирующая проволочка, F – кварцевый резонатор, H – нагреватель, S – образец аэрогеля в ячейке, E – теплообменник, К – катушки ЯМР

нагреватель из манганиновой проволоки (H), с помощью которого можно изменять температуру в экспериментальных ячейках: мощности 2 ÷ 30 нВт достаточно для того, чтобы нагревателем относительно быстро перегреть гелий относительно ступени и так же быстро охладить его, выключив нагреватель. Возможность перегреть гелий относительно ступени обеспечивается скачком Капицы. Такая процедура гораздо проще и быстрее, чем намагничивание и размагничивание ступени. В этом случае не меняется также рассеянное поле соленоида размагничивания, что важно для экспериментов по ЯМР. Основная камера, содержащая термометр и нагреватель, соединяется с экспериментальной ячейкой узким каналом. Ячейка также изготовлена из эпоксидной смолы «Stycast 1266». Образец аэрогеля в ячейке (S) имеет форму цилиндра диаметром 6 мм и высотой 3 мм. Образец расположен в ячейке свободно, между стенками ячейки и поверхностью аэрогеля имеется зазор около 0,1 мм. Это сделано для того, чтобы не возникло деформации аэрогеля при охлаждении ячейки от комнатной температуры из-за разности коэффициентов теплового расширения эпоксидной смолы и аэрогеля. Двухсекционная катушка ЯМР (К) наматывается из медной проволоки Ø0.06 мм (40×2 витков). Катушка не касается ячейки и тепловим образом соединена с криостатом растворения. Это необходимо для того, чтобы избежать разогрева ячейки джоулевыми потерями в катушке.

4.4 ЯМР-спектрометры

Рассеянное поле основного соленоида размагничивания в области экспериментальной ячейки компенсируют специальные катушки, включенные последовательно с ним. Магнитное поле, необходимое для ЯМР экспериментов, создается отдельным соленоидом с однородностью поля ~10⁻⁵ в области ~2 см. Для компенсации остаточных градиентов магнитного поля используются дополнительные градиентные катушки. Ток в этих катушках подбирается таким образом, чтобы линия ЯМР в нормальной фазе ³Не была наиболее узкой. Ток через ЯМР-соленоид создается источником тока с внешним управлением. Прохождение линии непрерывного ЯМР осуществляется путём развертки поля при фиксированной частоте радиочастотной накачки. Ток источника управляется компьютером.

Для непрерывного поперечного ЯМР используется схема спектрометра, представленная на рис. 11. Генератор G1 соединяется через трансформатор, отвязывающий схему от земли, и разделительные конденсаторы C1 ёмкостью около 1 пФ, обеспечивающие работу генератора в режиме источника тока, с резонансным LC-контуром. Путём подбора конденсатора C контур настраивается на резонансную частоту, соответствующую ларморовской частоте ³Не в данном магнитном поле. Генератор G1 создаёт на катушке напряжение синусоидальной формы с частотой, равной резонансной частоте контура. Радиочастотное поле, возникающее внутри поперечной катушки, отклоняет намагниченность в образце на небольшой угол (обычно несколько десятых градуса), при этом типичная амплитуда радиочастотного поля составляет несколько тысячных эрстеда. Прецессируя, магнитный момент образца наводит дополнительное напряжение в катушке. Напряжение на контуре усиливается дифференциальным предусилителем P1 и подаётся на один из входов такого же предусилителя P2. На другой вход этого предусилителя подаётся напряжение с генератора G2



Рис. 11: Спектрометр для непрерывного ЯМР

той же частоты. Во время настройки генератора G2 поле ЯМР-соленоида уводится в нерезонансную область, а фаза и амплитуда напряжения подбираются так, чтобы сигнал на выходе P2 был как можно меньше. Таким образом, сигнал, не связанный с резонансом в ³He, компенсируется на выходе P2. Сигнал с предусилителя P2 подаётся на фазочувствительный синхронный усилитель "lock-in". Усилитель выделяет сигналы в фазе и в квадратуре с опорным сигналом от одного из генераторов. Зависимость обеих компонент сигнала от тока, текущего через соленоид ЯМР, записывается на компьютер через интерфейс GPIB. Используя эти зависимости, можно выделить сигналы поглощения и дисперсии (в фазе и в квадратуре с радиочастотным полем в катушке соответственно).

В схеме спектрометра для импульсного ЯМР (рис. 12) генератор G1 по команде с компьютера (триггер 1) подаёт на поперечные катушки РЧ импульс резонансной частоты, отклоняющий намагниченность на большие углы (обычно использовались импульсы длительностью в 200 периодов). Для защиты от перегрузки, на время подачи импульса входы дифференциального предусилителя Р1 отсоединяются при по-



Рис. 12: Спектрометр для импульсного ЯМР

мощи реле Blanking In, управляемого от компьютера триггерным сигналом с платы Data Translation (триггер 2). После отклонения РЧ импульсом сигнал от образца ³He с резонансного контура усиливается предусилителем Р1 и записывается цифровым осциллографом, с которого сигнал индукции передаётся на компьютер через интерфейс GPIB.

5 Описание полученных данных

5.1 Эксперименты в А-подобной фазе

Условия экспериментов: исследования проводились при давлениях P = 26,2 или 29,3 бар; и магнитных полях H = 407 или 416 Э (частота ЯМР 1,322 или 1,35 МГц).

На рис. 13 показаны линии поглощения при разных температурах. Сравнивая положение максимума линий со значением при $T/T_c \ge 1$ определялся сдвиг частоты линии ЯМР относительно ларморовской. Зависимости сдвига частоты линий ЯМР от температуры для двух разных давлений представлены на рис. 14, а на рис. 15 представлена зависимость сдвига частоты и ширины линий от температуры при давлении 29.3 бар. Видно, что для данного образца сдвиг частот непрерывного ЯМР в А-подобной фазе положителен, его значение мало (максимальное значение в точке начала перехода в В-подобную фазу ~ 50 Гц, а значение $\Omega_A^2/2\omega$ из предыдущих работ [13] составляет ~ 500 Гц). Полученный результат согласуется и с теорией Воловика, и с моделью метастабильной «robust»-фазы в теории Фомина.



Рис. 13: Линии поглощения непрерывного ЯМР в фазе А-типа при различных температурах. $f_L = \omega_L/2\pi = 1.35$ МГц, Р=29.3 бар, $T_{ca} = 0.82 T_c$, где T_{ca} - температура сверхтекучего перехода в ³Не в аэрогеле



Рис. 14: Сдвиг частоты линиий непрерывного ЯМР в фазе А-типа при давлениях P=26.2 и P=29.3 бар. $f_L = \omega_L/2\pi = 1.35$ МГц,



Рис. 15: Сдвиг частоты и ширина линиий непрерывного ЯМР в фазе А-типа. $f_L = \omega_L/2\pi = 1.35~{
m M}\Gamma$ ц, Р=29.3 бар

Методом импульсного резонанса была измерена зависимость частоты сигнала свободной индукции после отклонения намагниченности РЧ импульсом на угол β . На рис. 16 показан пример сигнала свободной индукции, записанный с цифрового осциллографа. При обработке этого сигнала время отсчитывалось от конца подачи возбуждающего импульса. Сигнал разбивался на отрезки, каждый из которых подгонялся синусоидой. Моменту времени в середине каждого из отрезков сигнала ставились в соответствие точки на зависимостях частоты и амплитуды сигнала от времени. Полученные зависимости частоты f и амплитуды A сигнала от времени экстраполировались начальным участком этих зависимостей к моменту времени, соответствующему концу подачи РЧ-импульса. На рис. 17 показана полученная таким образом зависимость сдвига частоты сигнала индукции от угла отклонения намагниченности β . Видно, что полученные данные хорошо подгоняются зависимостью вида $\Delta \omega(\beta) = \Delta \omega(0) \cdot \cos \beta$. Это не согласуется с теорией Воловика, но подходит для модели метастабильной «robust»-фазы в теории Фомина.



Рис. 16: Сигнал свободной индукции в импульсном ЯМР, записанный с осциллографа



Рис. 17: Зависимость сдвига частоты сигнала свободной индукции от начального угла отклонения намагниченности в импульсном ЯМР

5.2 АВ-переход

В вышеописанных экспериментах образец находился в А-подобной фазе. При дальнейшем охлаждении образец переходит в В-подобную фазу. На рис. 18 показана линия непрерывного ЯМР при охлаждении нашего образца ниже начала перехода в В-подобную фазу. Видно, что в этом случае линия расщепляется на две части. Одна часть (справа) соответствует линии в В-подобной фазе. Это подтверждается величиной сдвига и тем, что интеграл от всей линии уменьшился (в А-подобной фазе интеграл от линии постоянен). Другая часть (слева) соответствует линии в А-подобной фазе. При приложении градиента магнитного поля выяснилось, что эта линия соответствует двум областям, которые пространственно разделены вдоль оси *z* примерно на 3 мм. Скорее всего это области вблизи верха и низа образца, в которых аэрогель уплотнен и, возможно, деформирован при резке (аэрогель выращивался в виде длинного цилиндра и алмазной пилой отрезались дисковые образцы). Из амплитуды этого пика можно оценить, что область деформации простирается примерно на 0.2÷0.3 мм вглубь образца.



Рис. 18: Линии нормальной и А-подобной фазы непрерывного ЯМР, а также линия при температуре ниже АВ-перехода с двумя максимумами, соответствующими А-подобной (слева) и В-подобной (справа) фазам

.

6 Заключение

Впервые проведены ЯМР исследования ³Не в образце аэрогеля с очень малой анизотропией (менее 0,1%). Обнаружено, что сдвиг частоты непрерывного ЯМР для этого образца в А-подобной фазе оказался мал по сравнению с анизотропными образцами аэрогеля и положителен по величине. Сдвиг частоты в импульсном ЯМР оказался пропорционален $\cos \beta$, где β - угол наклона намагниченности. Полученные результаты наилучшим образом согласуются с моделью метастабильной «robust»фазы в теории Фомина, однако на данный момент этого нельзя точно утверждать. Требуются дальнейшие как теоретические так и экспериментальные исследования. В частности, следует провести измерения для различных ориентаций поля с целью выяснить, действительно ли изотропны свойства ЯМР (в наших экспериментах мы не могли менять направление **H** относительно оси образца) Такой эксперимент готовится настоящее время.

* * *

В заключении выражаю свою искреннюю благодарность моему научному руководителю Дмитриеву Владимиру Владимировичу за внимательное повседневное руководство моей научной деятельностью и большую поддержку в выполнении этой работы. Я благодарен сотрудникам лаборатории Алексею Юдину и Дмитрию Краснихину без участия которых эта работа не могла бы быть сделана. Отдельно хочу поблагодарить моего рецензента Холина Дмитрия Игоревича за анализ моей работы и необходимые замечания. Я благодарю всех сотрудников института за создание дружеской творческой атмосферы. Также я благодарю всех сотрудников и преподавателей кафедры низких температур и сверхпроводимости за их труд и приобретенные мной знания.

7 Список литературы

- D. Vollhradt, P. Woölfle. The Superfluid Phases of Helium Three.- London: Tailor & Francis, (1990)
- [2] С.С. Рожков, УФН **148** 2 (1986)
- [3] P.W. Anderson, P. Morel, Phys. Rev. **123** 1911 (1961)
- [4] R. Balian, N.R. Werthamer, Phys. Rev. **131** 1553 (1963)
- [5] А. Абрагам. Ядерный магнетизм.– Москва: ИИЛ, (1963)
- [6] J. V. Porto, J. M. Parpia, Phys. Ref. Lett. **74** 4667 (1995)
- [7] W. P. Halperin, D. T. Sprague et al., Phys. Ref. Lett. **75** 661 (1995)
- [8] G.E. Volovik, J. of Low Temp. Phys. **150**, 453 (2008)
- [9] E.V. Surovtsev, I.A. Fomin, J. of Low Temp. Phys. **150**, 487 (2008)
- [10] E.V. Surovtsev, I.A. Fomin, J. of Low Temp. Phys. **150**, 464 (2008)
- [11] I.A. Fomin, Pis'ma v JhETF **84** 740 (2006)
- [12] O. Ishikawa, R. Kado, H. Nakagawa et. al., AIPConf. Proc. 850, 235 (2006)
- [13] V.V. Dmitriev, D.A. Krasnikhin, N. Mulders et.al., JETP Lett. 86, 594 (2007)
- [14] P. Bhupathi, J. Hwang, R.M. Martin et. al., OpticsExpress 17, 10599 (2009)
- [15] А.С. Боровик-Романов, Ю.М. Буньков, В.В. Дмитриев и др., ПТЭ **3** 185(1983)
- [16] О.В. Лоунасмаа. Принципы и методы получения температур ниже 1К.– Москва: Мир, (1977)
- [17] V.V. Dmitriev, I.V. Kosarev et al., J. of Low Temp. Phys. **113** 5/6 (1998)
- [18] D.O. Clubb, O.V.L. Buu, R.M. Bowley et al., J. of Low Temp. Phys. 136 1 (2004)
- [19] В.В Дмитриев, В.В. Завьялов, Д.Е. Змеев и др., УФН 173 4 (2003)

[20] В.В. Дмитриев, В.В. Завьялов, Д.Е. Змеев, Н. Малдерс, Письма в ЖЭТФ 79 10
 (2004)