

САМООХЛАЖДЕНИЕ СЛАБЫХ РАСТВОРОВ ${}^3\text{He}$ В ${}^4\text{He}$ ПРИ АДИАБАТИЧЕСКОМ ПЛАВЛЕНИИ

А.П.Себедаш¹⁾

Институт физических проблем им.П.Л.Капицы РАН
117334 Москва, Россия

Физический институт им.П.Н.Лебедева РАН
117924 Москва, Россия

Поступила в редакцию 27 декабря 1996г.

Для экспериментов по самоохлаждению слабых растворов предложен новый метод регулирования давления в измерительной камере. Приведены предварительные результаты для растворов с концентрацией 2% и 7%. В диапазоне стартовых температур $40 \div 140$ мК наблюдалось охлаждение в $1.5 \div 2$ раза.

PACS: 67.60.Hr

Возможность охлаждения растворов ${}^3\text{He}$ в ${}^4\text{He}$ при адиабатическом плавлении была предсказана в [1, 2] на основании ряда предположений об особенностях фазового равновесия кристалл–жидкость ниже 0.1 К, подтвержденных впоследствии в измерениях [3, 4] и в вычислениях [5] фазовых диаграмм. Наиболее существенная особенность: равновесная концентрация ${}^3\text{He}$ в твердой фазе (x_s) при этих температурах пренебрежимо мала [6, 7]. Поэтому в процессе кристаллизации раствора концентрация жидкой фазы непрерывно возрастает до $\sim 8\%$, когда возникает вторая жидкая фаза – практически чистый ${}^3\text{He}$. В этой точке система выходит на тройную линию, при этом концентрации всех трех фаз и давление зависят только от температуры. Дальнейший рост кристалла ${}^4\text{He}$ приводит к полному исчезновению разбавленного раствора, и в камере остаются только пространственно разделенные ${}^4\text{He}$ (кристалл) и ${}^3\text{He}$ (жидкость). При плавлении твердого ${}^4\text{He}$ единственным существенным тепловым процессом в системе является растворение ${}^3\text{He}$ в ${}^4\text{He}$, так как фононные энтропии ${}^4\text{He}$ как в жидкой, так и в твердой фазах, а также энтропия ${}^3\text{He}$ в твердой фазе ($S_3 = x_s R \ln 2$) пренебрежимо малы. Термодинамически этот процесс аналогичен одноразовому растворению при нулевом давлении, экспериментально изучавшемуся в [8] в интервале температур $100 \div 5.7$ мК. При разбавлении ${}^3\text{He}$ жидким ${}^4\text{He}$ через сверхтекучий фильтр до конечной концентрации 6.6% были получены степени охлаждения η , равные 3.6, при теоретически максимальном значении 4.56 ($\eta = T_i/T_f$, где T_i и T_f — начальная и конечная температуры процесса). При адиабатическом плавлении раствора с начальной концентрацией 2% можно получить (аналогично [8]) для степени охлаждения $\eta = T_F(100\%)/T_F(2\%) = 7.3$, где $T_F(x)$ — температура Ферми для раствора с концентрацией x (для чистого ${}^3\text{He}$ — $T_F(100\%) = 1.2$ К при $P = 2.5$ МПа).

Оба метода наиболее перспективны для охлаждения растворов до предельно низких температур, что актуально в связи с поисками сверхтекучего перехода примесной компоненты растворов. Действительно, если $T_i < T_c$,

¹⁾e-mail: sebedash@kapitza.ras.ru

где T_c — температура сверхтекучего перехода ^3He (равная 2.4 мК при давлении 2.5 МПа), степень охлаждения значительно возрастает. По оценкам, при адиабатическом плавлении раствора с концентрацией 1% со стартовой температуры $T_i = 1$ мК степень охлаждения составит $\eta \approx 70$ и конечная температура $T_f \approx 15$ мК. При этом источником холода является сам раствор, тогда как эффективность охлаждения ядерным размагничиванием резко падает из-за большого скачка Капицы. Минимальная достигнутая на сегодняшний день температура растворов составляет примерно 100 мК [9, 10].

Практическое наблюдение адиабатического плавления растворов ограничивается двумя попытками в работе [3]. При начальных температурах 57 и 217 мК конечные равнялись 55 и 184 мК, а после повторной кристаллизации возросли до 80 и 221 мК, соответственно. Авторы заключили, что при понижении температуры холодопроизводительность, которая падает как T^2 , быстро станет меньше, чем тепловыделение за счет необратимых процессов. В самом деле, традиционно применяемые для кристаллизации ^3He камеры Померанчука [11] в случае растворов приводят к диссипации за счет пластической деформации и трения кристаллов друг о друга, так как уже в начале процесса доля твердой фазы близка к единице, а объем камеры должен увеличиться на 10% для полного расплавления кристалла. В данной работе для кристаллизации и плавления растворов при низких температурах удалось применить камеру с неизменяемой геометрией. Это стало возможным благодаря дополнительной линии наполнения камеры, снабженной сверхтекучим фильтром (СФ). При давлениях, когда обычная линия наполнения блокировалась твердой фазой, СФ обеспечивал возможность транспортировки жидкого ^4He в камеру и из нее ²⁾. В порах СФ давление кристаллизации ^4He значительно выше, чем в объеме жидкости (см., например, [12] — $\Delta P \sim 0.2 \div 0.3$ МПа для $d \sim 1$ мкм). Использование камеры со СФ вместо камеры Померанчука не только упрощает конструкцию низкотемпературной части прибора, но и снимает проблему тепловыделений при изменении геометрии.

Эксперименты осуществлялись в камере (рис.1) объемом 3.3 см³. Сверхтекучий фильтр представлял собой мельхиоровый капилляр, плотно забитый мелким порошком Fe_2O_3 (крокусом). В специальных экспериментах было проверено, что СФ не забивается твердым ^4He по крайней мере до 2.8 МПа. Один конец СФ находился в экспериментальной камере и имел на конце насадку (*sp*) из спеченного серебряного порошка для увеличения геометрической площади, через которую передается давление в камеру. Температура второго конца СФ в месте его соединения с капилляром, идущим к вентилю на капке дьюара, поддерживалась в интервале $T_m < T < T_\lambda$, где T_m и T_λ — температуры кристаллизации и λ -точки ^4He при рабочем давлении. Первое условие — в капилляре не образуется твердый ^4He , второе условие — в порошке находится HeII. Теплообменники (*he*) из ультрадисперсного серебряного порошка, напеченного на медную фольгу, имели эффективную площадь (расчет) порядка 1 м². Температура измерялась по восприимчивости порошкообразного церий-магниевого нитрата, на 50% разбавленного лантаном (*LCMN*), спрессованного в виде цилиндра ($D = 5.5$ мм, $H = 5.5$ мм) с коэффициентом заполнения 90%. Рабочая частота генератора равнялась примерно 227 кГц. Чувствительность при $T = 0.1$ К равнялась $dT/df = 0.5$ мК/Гц.

²⁾ На такую возможность автору указал Ю.Д.Ануфриев.

Термометр *LCMN* калибровался по термометру (*t*) Speer номиналом 100 Ом, находившемуся в камере растворения (*mc*) и служившему чувствительным элементом электронного стабилизатора температуры. Измерительная катушка (*c*), входившая в резонансный контур генератора, крепилась к камере на трех тонких стайкастовых палочках (*b*). Для снятия тепловыделений в катушке на нее были наклеены медные изолированные проволочки (50 мкм) (*cs*). Давление в камере измерялось через капилляр наполнения (*ft*) с помощью емкостного датчика давления (*pg*) с чувствительностью 2.9 кГц/атм, установленного на камере растворения. Сверхпроводящий тепловой ключ состоял из кадмиевого стерженька (*Cd*) ($D = 1.5$ мм, $L = 9$ мм), помещенного в поле сверхпроводящего соленоида (*s*). После конденсации смеси через капилляр наполнения эта линия отсекалась вентилем на капке от внешних коммуникаций и давление в камере повышалось с помощью баллона высокого давления ^4He через СФ. Концентрация исследуемой смеси вычислялась по данным о молярных объемах [13] и по известным концентрации исходной смеси, объемам камеры, линий наполнения и СФ. После достижения стартовой температуры в камере выращивался кристалл за время порядка 30 мин, а выделявшееся при этом тепло отводилось в камеру растворения. При разомкнутом тепловом ключе давление понижалось с помощью вентиля тонкой регулировки. Избыточный ^4He (примерно 0.3 см^3 жидкости) собирался в баллоне объемом $V = 1.50$ л, по давлению в котором контролировалось количество расплавившегося кристалла.

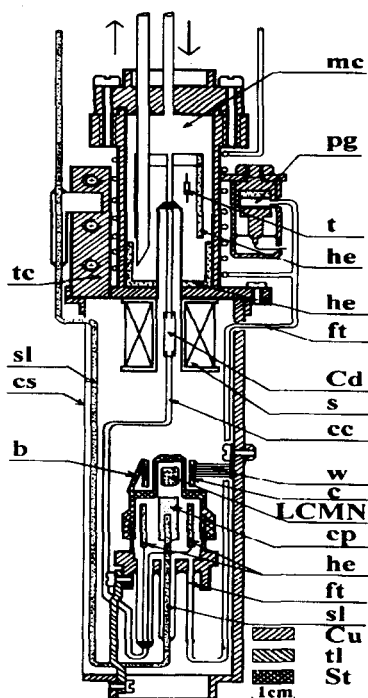


Рис.1. Низкотемпературная часть прибора: *Cu* – медь, *tl* – текстолит, *St* – стайкаст, *cc* – хладопровод, *ft* – капилляр наполнения, *cs* – медный экран, *tc* – тиски для теплового контакта СФ на камеру растворения, остальные обозначения в тексте

Результаты нескольких охлаждений для растворов с концентрациями 2% и 7% при разных скоростях плавления и стартовых температурах представлены в таблице (x_3 – концентрация раствора, n_3 – количество молей ^3He в камере, \dot{n}_L – скорость образования жидкого раствора, δt – время плавления

кристалла, T_i – начальная температура, T_f – конечная температура, η_e – экспериментальная степень охлаждения, η_t – теоретическая степень охлаждения)

x_3 , %	$T_p(x)$, К	n_3 , ммоль	\dot{n}_L , ммоль/с	δt , мин	T_i , мК	T_f , мК	η_e	η_t
2	0.16	3.4	1.1	~ 2	142	70	2	7.3
			0.56	4	95	50.3	1.9	
			0.056	41	100	61	1.6	
			0.39	6	56	43	1.3	
			—	—	42	29	1.4	
7	0.37	12	0.36	6.5	57	39	1.5	3.1
			0.51	4.6	55	36	1.5	

Данные имеют сугубо предварительный характер, поскольку в первых же экспериментах была обнаружена сильная тепловая связь экспериментальной камеры с камерой растворения. По данным специальных измерений, тепловое сопротивление между ними при разомкнутом тепловом ключе было на два порядка ниже расчетного, что связано, по всей вероятности, с неполным переходом кадмия в сверхпроводящее состояние. Тем не менее, эффект охлаждения был значительно большим, чем наблюдалось в [3]: в диапазоне $40 \div 140$ мК степень охлаждения составила $1.3 \div 2$. По данным таблицы для $x = 2\%$ прослеживается явная тенденция к уменьшению η при понижении начальной температуры. Менее однозначна связь η со скоростью плавления кристалла: для 2% раствора (2-я и 3-я строки таблицы) десятикратное снижение \dot{n}_L привело лишь к небольшому уменьшению η (с 1.9 до 1.6), а для $x = 7\%$ увеличение \dot{n}_L в 1.4 раза вообще не отразилось на значении η . Эти качественные особенности не удается объяснить влиянием постоянного во времени (либо однозначно зависящего от температур камеры растворения и экспериментальной камеры) теплопритока; возможно, теплоприток менялся случайным образом от раза к разу. Нельзя исключить также вероятность нарушения адиабатичности условий, связанного с самим процессом плавления кристалла. На рис.2 показаны характерные зависимости температуры от времени для двух охлаждений при стартовой температуре порядка 0.1 К. Первая стрелка соответствует размыканию теплового ключа. Резкий скачок производной температуры соответствует началу плавления. Вторая стрелка указывает момент, когда в камере исчезла третья фаза (чистый жидкий ^3He). Этому соответствует расплавление кристалла в 1/4 части объема камеры. На кривых видно, что в этот момент происходит снижение темпа охлаждения (рис.2а) или даже охлаждение сменяется отогревом (2b). Качественно это объясняется тем, что в трехфазной системе холодопроизводительность не зависит от концентрации, в то же время в двухфазной системе холодопроизводительность падает как $\dot{q} \sim x_L^{1/3} T^2$ [14], где x_L — концентрация ^3He в разбавленной фазе. Когда весь кристалл расплавился (третья стрелка), о чем можно судить по показаниям датчика давления, система начинает отогреваться за счет паразитного теплоподвода.

В заключение следует сказать, что использование СФ позволяет проводить эксперименты с растворами при температурах ниже минимума на кривых кристаллизации. Кроме того, данная конструкция технически значительно проще традиционно используемых камер Померанчука. На данном этапе невозможно судить о наличии внутренних источников диссипации, присущих самому процессу плавления. Тем не менее, можно ожидать, что в адиабатических

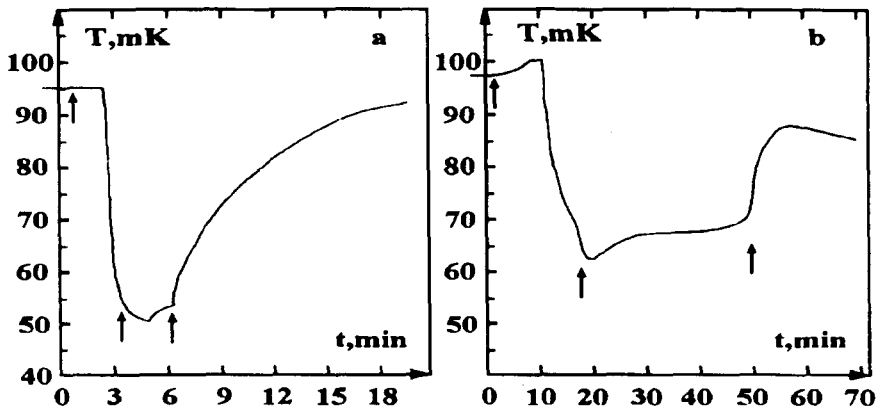


Рис.2. Зависимость температуры от времени при адиабатическом плавлении с концентрацией $x = 2\%$: а) $T_i = 100$ мК, б) $T_i = 95$ мК

условиях используемая методика позволит приблизиться к теоретическим степеням охлаждения.

Автор благодарен руководству ИФП РАН и К.Н.Зиновьевой за предоставление возможности выполнить работу, Ю.Д.Ануфриеву за постановку задачи, С.Т.Болдареву за полезные обсуждения и советы.

1. A.S.Greenberg, V.Hebral, M.Papoular et al., J. de Physique **41**, C7-79 (1980).
2. B.Castaing, A.S.Greenberg, and M.Papoular, JLTП **47**, 191 (1982).
3. B. van den Brandt, W.Griffioen, G.Frossati et al., Physica **114B**, 295 (1982).
4. Ю.Д.Ануфриев, В.Н.Лопатик, А.П.Себедаш, Письма в ЖЭТФ **37**, 38 (1983) [Sov. Phys. JETP Lett. **37**, 45 (1983)]. В.Н.Лопатик, ЖЭТФ **86**, 487 (1984) [Sov. Phys. JETP **59**, 284 (1984)].
5. D.O.Edwards and S.Balibar, Phys. Rev. B **39**, 4083 (1989).
6. P.M.Tedrow and D.M.Lee, Phys. Rev. **181**, 399 (1969).
7. В.Л.Введенский, Письма в ЖЭТФ **24**, 152 (1976) [JETP Lett. **24**, 133 (1976)].
8. A.P.J.Voncken and A.T.A.M. de Waele, JLTП **100**, 463 (1995).
9. R.König, A.Betat, and F.Pobell, JLTП **97**, 311 (1994).
10. G.-H.Oh, Y.Ishimoto, T.Kawae et al., JLTП **95**, 525 (1994).
11. О.В.Лоунасмаа, Принципы и методы получения температур ниже 1 К, М.: Мир, 1977, с.92.
12. E.N.Smith, D.F.Brewer, J.D.Reppy et al., Physica **107B**, 585 (1981).
13. Б.Н.Есельсон, В.Г.Иванцов, В.А.Коваль и др., Свойства жидкого и твердого гелия: Растворы ^3He - ^4He . Киев: Наукдумка, 1982.
14. R.Radebaugh, NBS (US) Tech. Note No. 362 (1967).