

ПОГРУЖНОЙ МИКРОКРИОСТАТ РАСТВОРЕНИЯ
ДЛЯ СВЧ-СПЕКТРОСКОПИИ И МАГНИТНОГО РЕЗОНАНСА© 2022 г. А. И. Смирнов^а, Т. А. Солдатов^а, В. С. Эдельман^{а,*}^а Институт физических проблем им. П.Л. Капицы РАН
Россия, 119334, Москва, ул. Косыгина, 2

*e-mail: vsedelman@yandex.ru

Поступила в редакцию 02.03.2022 г.

После доработки 12.03.2022 г.

Принята к публикации 14.03.2022 г.

Описан автономный микрорефрижератор растворения, изготовленный в виде вставки в гелиевый криостат со сверхпроводящим магнитом. В этом рефрижераторе циркуляция ^3He по заполненному смесью ^3He – ^4He контуру (миксер–теплообменник–испаритель–конденсатор–теплообменник–миксер) достигается благодаря конденсации паров смеси на стенках конденсатора, охлаждаемого ванной ^3He , которая откачивается сорбционным насосом, и стеканию конденсата в миксер под действием силы тяжести. С миксером связан теплопроводом резонатор 8-миллиметрового диапазона с исследуемым образцом, расположенным в центре сверхпроводящего соленоида с полем до 80 кЭ. Излучение от генератора с помощью волноводов попадает в резонатор, а прошедший через резонатор сигнал – на детектор. Генератор и детектор находятся при комнатной температуре. Прибор предназначен для микроволновой спектроскопии магнитных материалов при температурах в диапазоне ~0.09–3 К. Время поддержания температуры на уровне ~0.1 К составляет 4–6 ч. Приведены результаты тестового эксперимента по наблюдению антиферромагнитного резонанса в монокристалле MnCO_3 .

DOI: 10.31857/S0032816222040255

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время велик интерес к освоению области температур много ниже 1 К. Это связано с перспективами развития и использования низкотемпературных технологий в области сверхчувствительного детектирования электромагнитных и корпускулярных излучений в астрономии и при космических исследованиях, для нужд квантовой электроники, включая квантовые компьютеры, и пр. В настоящее время рефрижераторы, основанные на охлаждении при растворении ^3He в ^4He и обеспечивающие достижение температур ниже 0.3 К, производятся в мире весьма ограниченно и имеют монопольно высокую стоимость, затрудняющую доступ к подобным приборам. Коммерческие приборы зачастую весьма громоздки, поскольку производители (Cryogenic, BlueFors и др.) стремятся достичь высокой холодопроизводительности, порядка 1 мВт, при 0.1 К. Чтобы добиться этого, необходимо обеспечить скорость циркуляции ^3He в цикле растворения на уровне 1 ммоль/с, что требует использования громоздких высокопроизводительных вакуумных насосов и вакуумных магистралей большого сечения. Реально такая высокая производительность нужна в технических областях, таких как охлаждение

многоэлементных приемников излучения или в квантовых компьютерах с матрицами в тысячи и десятки тысяч элементов, или при построении установок ядерного размагничивания для достижения температур ниже 1 мК.

Однако при низких температурах из-за очень плохого теплообмена нельзя рассеивать в образцах мощность даже порядка нескольких микроватт, поскольку зачастую уже мощность порядка нескольких нановатт вызывает недопустимый перегрев образца относительно холодной платформы. Поэтому при проведении научных исследований в большинстве случаев можно ограничиться требованием к производительности рефрижератора на уровне ~1 мкВт, что достаточно для получения температуры 0.1 К при малой рассеиваемой в образце мощности. Это делает актуальным построение автономных миниатюрных криостатов растворения. В них циркуляция ^3He осуществляется благодаря конденсации гелия, испаряющегося в нагреваемом испарителе, на стенке, охлаждаемой откачкой чистого ^3He криогенным сорбционным насосом до температуры 0.4–0.5 К. Из конденсатора жидкий ^3He через внутреннюю трубку в теплообменнике стекает в миксер, переходит через границу растворения в нижнюю фазу

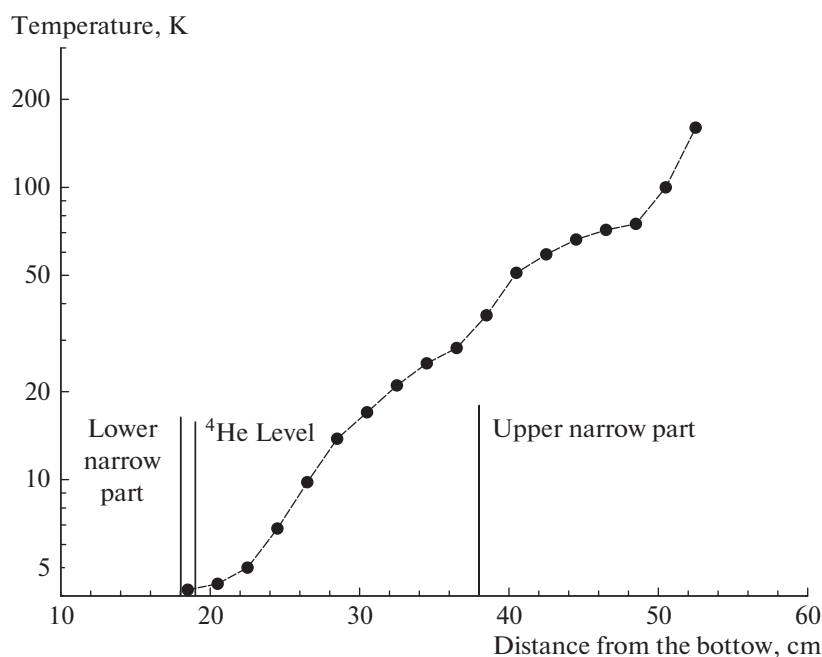


Рис. 1. Зависимость температуры в криостате с соленоидом от высоты над уровнем жидкого гелия в нем.

с преобладанием ^4He и, диффундируя через внешнюю трубку теплообменника, возвращается в испаритель, замыкая цикл. В результате температура около 0.1 К достигается без применения внешней откачки.

С использованием такой схемы созданы погружные рефрижераторы растворения периодического и непрерывного действия [1–3] и микрокриостат растворения с охлаждением рефрижератором с импульсной трубкой [4]. Приборы этого типа эксплуатируются более десяти лет, и с их использованием выполнены многочисленные исследования низкотемпературных детекторов на основе сверхпроводниковых структур при температурах в диапазоне ~0.1–1 К.

В развитие этих работ нами изготовлен в виде вставки в гелиевый криостат со сверхпроводящим магнитом автономный микрорефрижератор растворения, построенный по схеме, аналогичной описанной в работе [1]. Он предназначен для проведения исследований по микроволновой спектроскопии и электронному спиновому резонансу в диапазоне частот 25–140 ГГц и магнитных полей до 8 Тл при температурах диэлектрических образцов до 0.1 К.

КОНСТРУКЦИЯ ПРИБОРА

Основной объем используемого криостата, заливаемого жидким гелием, имеет форму цилиндра диаметром 25 см и высотой 20 см. От него вниз отходит хвостовик диаметром 10 см и высотой 18 см. В нижней части хвостовика размещен

соленоид, рассчитанный на поле ~80 кЭ. Диаметр отверстия соленоида 25 мм, длина соленоида 90 мм, его диаметр 80 мм. Вверх от основного объема отходит горловина диаметром 10 см и высотой 40 см. Вокруг горловины расположена торообразная ванна жидкого азота. От нее вниз идет экран, охватывающий гелиевую ванну и имеющий хороший тепловой контакт с горловиной примерно посередине ее высоты. Распределение температуры в гелиевом объеме для случая, когда уровень жидкости находится у дна широкой части, приведено на рис. 1. Исходя из этих данных определялась высота “холодной” части вставки, фотография которой приведена на рис. 2.

Вставка состоит из внутреннего блока и съемного чехла. Узлы внутреннего блока крепятся к его верхнему фланцу. На фланце установлены вентиль откачки объема вставки, герметичные разъемы с идущими от них проводами, волноводы 8-миллиметрового диапазона с уплотненными торцами и вентили, запирающие объемы 30, 30 и 15 см³ с рабочими газами ^4He , ^3He и смесью ~65% ^4He + 35% ^3He соответственно, расположенные под фланцем. От этих объемов идут капилляры к системам ^4He , ^3He и смеси. Фланец внутреннего блока стыкуется с верхним фланцем чехла с использованием индиевого уплотнения. Фланец чехла диаметром 120 мм позволяет уплотнять с помощью резинового уплотнения гелиевый объем криостата после помещения в него вставки.

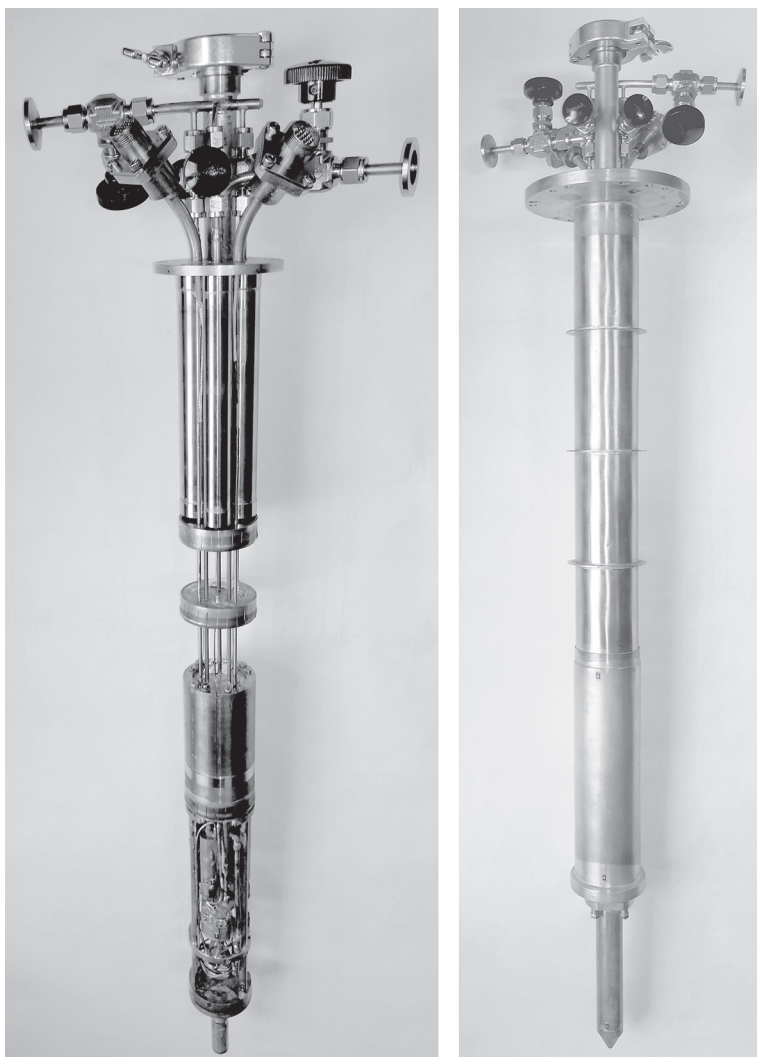


Рис. 2. Фотографии вставки: справа — в сборе, слева — со снятым вакуумным кожухом.

Упрощенная схема холодной части внутреннего блока показана на рис. 3. Она содержит следующие основные узлы.

— Сорберы ^4He (1) и ^3He (3). Они состоят из цилиндрических капсул из нержавеющей стали объемом $\sim 30 \text{ см}^3$, заполненных активированным углем. Такого количества угля достаточно для сорбции ~ 0.2 моль He. Поверх капсул по всей длине намотаны нагреватели из манганиновой проволоки $\varnothing 0.15 \text{ мм}$, проклеенные клеем БФ2. Полное сопротивление нагревателей 230 Ом . От сорберов вниз отходят тонкостенные трубки для откачки паров жидких ^4He и ^3He . Капсулы размещены в герметических контейнерах, находящихся в тепловом контакте с холодным внутренним каркасом 15. В крышки контейнеров впаяны пережимаемые медные трубки, предназначенные для заполнения полостей контейнеров теплообменным гелием до давления $\sim 10\text{--}20$ мбар (при

комнатной температуре), и тепловые ключи. Ключи состоят из трубок из нержавеющей стали $\varnothing 1 \times 0.25 \text{ мм}$ и длиной $\sim 1 \text{ см}$, на которые напаяны медные ампулы объемом $\sim 1 \text{ см}^3$ с активированным углем. На ампулы наклеены нагреватели — плоскостные резисторы $\sim 10 \text{ кОм}$ (на рис. 3 ключи и трубки для заполнения газами не показаны). При нагревании ампулы выделяют сорбированный теплообменный газ для управляемого охлаждения сорберов.

— Ванна ^4He (5) объемом $\sim 6 \text{ см}^3$. Объем ванны достаточен для заполнения 0.2 моль жидкого гелия. В крышку ванны впаян капилляр перелива гелия, конденсирующегося в объеме 18, омываемом жидким гелием в криостате.

— Ванна ^3He (7) с конденсатором 16 паров смеси, поступающих из испарителя 8 по трубке из нержавеющей стали $\varnothing 4 \times 0.2 \text{ мм}$ с диафрагмой 6 с отверстием $\sim 0.5 \text{ мм}$. Низ испарителя — медная

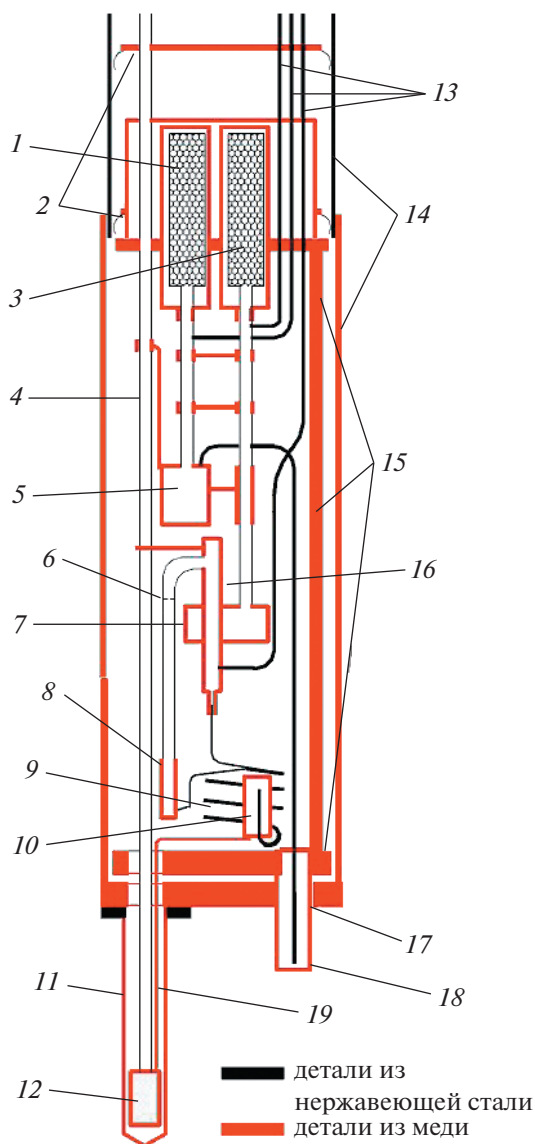


Рис. 3. Схема холодной части криостата растворения. 1, 3 — сорберы ^4He и ^3He ; 2 — радиационные экраны; 4 — волноводы; 5 — ванна ^4He ; 6 — трубка откачки испарителя с диафрагмой; 7 — ванна ^3He ; 8 — испаритель; 9 — теплообменник; 10 — миксер; 11 — чехол резонатора; 12 — резонатор; 13 — капилляры напуска газов; 14 — вакуумный чехол; 15 — каркас; 16 — конденсатор паров ^3He ; 17 — место пайки InSn ; 18 — ванна конденсации ^4He ; 19 — теплопровод к резонатору.

ампула, на стенку которой наклеен термометр. К ампуле также припаян вывод проволочного резистора ПТМН, служащего нагревателем испарителя. Диафрагма снижает поступление ^4He по сверхтекучей пленке в конденсатор. На трубке откачки ^3He сделана медная вставка, приведенная в контакт с ванной ^4He . На трубки откачки ^4He и ^3He напаяны медные кольца с перемычками для

теплообмена между потоками испаряющегося ^4He и конденсирующегося ^3He . Ванна ^3He объемом $\sim 8 \text{ см}^3$ сделана из меди. Для улучшения теплообмена между гелием и ванной на дне корпуса на искровом станке нарезаны ребра толщиной 0.5 мм с зазором между ними 1 мм и высотой 20 мм.

— Трубчатый теплообменник 9 и миксер 10 объемом $\sim 1 \text{ см}^3$. В миксере внутри нарезаны столбики сечением $0.5 \times 0.5 \text{ мм}^2$ на всю высоту для уменьшения сопротивления Капицы между гелием и стенками. От миксера к резонатору 12 отходит теплопровод 19 из двух отоженных медных проволок $\varnothing 0.7 \text{ мм}$. Теплообменник длиной $\sim 20 \text{ см}$ сделан из трубок из нержавеющей стали с размерами $\varnothing 1 \times 0.3 \text{ мм}$ (поток ^3He из конденсатора в миксер) и $\varnothing 3 \times 0.3 \text{ мм}$ (диффузионный поток ^3He из миксера в испаритель).

— Цилиндрический резонатор с внешним диаметром $\varnothing 16 \text{ мм}$ с медными стенками толщиной 0.5 мм. Резонатор имеет собственные частоты колебаний типа H_{01n} где $n = 1, 2, 3$, на частотах 27, 34 и 43 ГГц соответственно, а также и другие хорошо выраженные резонансные моды в диапазоне вплоть до 100 ГГц. Он включен на прохождение СВЧ-сигнала и прикреплен к двум отрезкам волноводов 4 из нержавеющей стали с прямоугольным сечением $7.2 \times 2 \text{ мм}^2$ и толщиной стенок 0.25 мм. Такая схема, по сравнению с регистрацией отраженного от резонатора сигнала, увеличивает вдвое паразитный теплоприток к резонатору по волноводам, но позволяет проводить измерения на нескольких частотах. Волноводы 4 проходят через всю вставку. Для снижения потока тепла по ним из комнаты к резонатору они соединены разнесенными по высоте медными перемычками с верхом холодного каркаса, с ванной ^4He и с ванной ^3He . Расстояние от нижней перемычки до резонатора 30 см. Расчетный поток тепла к резонатору равен примерно 0.5 мВт. Чтобы уменьшить поток теплового излучения из комнаты, внутрь волновода, в самом низу, а также в местах контактов с тепловыми перемычками и примерно посередине между теплым верхом и контактом с каркасом, вставлены с трением заглушки из пористого материала гортекса, рассеивающего инфракрасное излучение.

— Холодный каркас 15. Он состоит из основания, трех несущих медных стержней диаметром 8 мм и верхней пластины. Эти детали спаяны серебряным припоем в вакууме. В отверстие основания впаян конденсатор ^4He (18). В рабочем положении верхняя пластина каркаса расположена примерно на уровне нижнего края верхнего сужения криостата. К ней прижат экран 2, имеющий вид перевернутого стакана высотой 10 см, закрывающий корпуса сорберов от теплового излучения. Согласно рис. 1, окружающая его труба из

нержавеющей стали (чехол 14) имеет температуру не выше 70–80 К. Таким образом, теплоприток из-за излучения на боковую стенку экрана довольно мал. В нижней части на этот экран напаяна бронзовая муфта с пружинящими лепестками, касающимися стенок чехла. Это минимизирует поток излучения от более теплых стенок чехла в холодную зону. Той же цели служат еще три плоских экрана с аналогичными бронзовыми муфтами, один из которых показан на рис. 3, а другие расположены выше.

— Капилляры 13 из нержавеющей стали $\varnothing 1 \times 0.25$ мм для подачи рабочих газов.

— Вакуумный чехол 14. Его верхняя часть — труба из нержавеющей стали $\varnothing 56 \times 0.3$ мм, а нижняя — медная труба с медным дном. В дне имеются два отверстия. Одно из них — под конденсатор ^4He . Вакуумное уплотнение конденсатора и внутреннего объема вставки достигается пайкой низкотемпературным припоем InSn (17). Таким образом достигается достаточно эффективное охлаждение несущего каркаса при тепловых нагрузках порядка нескольких ватт при регенерации сорберов и их охлаждение до рабочих температур. В другое отверстие дна медной трубы проходят волноводы и теплопровод от миксера к резонатору 12. Теплопровод состоит из двух отрезков отожженной медной проволоки диаметром 0.7 мм и длиной ~15 см. К теплопроводу подпаян проводочный резистор. Пропуская ток через него, можно нагревать резонатор с миксером. Эта часть прибора закрывается медным чехлом 11 с индиевым уплотнением, что позволяет оперативно менять исследуемые образцы без распайки прибора. Медный чехол, как и довольно массивные медные донца, снижают тепловую нагрузку на резонатор и миксер при возможных быстрых изменениях магнитного поля в ходе измерений.

ИЗМЕРЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ И СБОР ДАННЫХ

Для контроля и управления работой криостата необходимо знать температуру в восьми точках. Это температуры: холодного каркаса, двух сорберов, ванн ^4He и ^3He , испарителя, миксера и резонатора. Таким образом, нужно иметь много термометров, объединенных в компьютерную систему сбора данных. Без этого оперативный контроль практически невозможен. Однако для всех точек, кроме резонатора, значения температур не требуется знать с высокой точностью. Это упрощает построение системы измерения.

Для измерения температур сорберов, изменяющихся в пределах $\approx 4\text{--}40$ К, используются предварительно откалиброванные дифференциальные термопары медь—константан с измерением термоэдс относительно медного блока корпуса

сорберов — “холодной земли”. Эти термометры малочувствительны в области 4–10 К, где точность измерений не лучше нескольких градусов. Но поскольку десорбция идет при больших температурах, когда дифференциальная термоэдс становится более 10 мкВ, использование термопар оказалось вполне оправданным.

Для измерения температур ниже 4 К и до десятков милликельвин используются промышленные плоскостные резисторы номиналом 1 кОм с пленочным резистивным элементом на основе оксида рутения, приклеенные на соответствующие блоки композитом Stycast 1266. Эти термометры, наоборот, малочувствительны при температурах выше 20 К, где их показания можно использовать лишь для качественного контроля процессов предварительного охлаждения. Более того, в области температур жидкого азота и ниже у использованных резисторов наблюдается минимум сопротивления. При мониторинговании температур на начальном этапе охлаждения холодным гелием, подаваемым во внешний криостат, их графики выглядят так, как будто происходит рост температуры, которая затем снижается при дальнейшем охлаждении (рис. 4). Термометры были прокалиброваны сравнением с термометром LakeShore в области температур 0.1–15 К.

Измерительные токи через термометры задаются от одного источника напряжения — 16-рядного цифроаналогового преобразователя (ЦАП) с максимальным выходным напряжением 10 В, последовательно с которым включены резисторы номиналом ~1 МОм. Чтобы уменьшить количество проводов, идущих от разъема, установленного на теплой крышке прибора, в холодную зону, к каждому резистору (за исключением установленных на миксере и резонаторе) от разъема идет только по одному проводу. Второй манганиновый потенциальный провод, общий для этой группы резисторов, идет от разъема к “холодной земле” — холодному каркасу. Измеряется суммарное падение напряжения на резисторе и подводящем проводе относительно “холодной земли” для исключения термоэдс. Сопротивление проводов из манганина практически не зависит от температуры, и его измеренное при комнатной температуре значение вычиталось из полного измеренного сопротивления. Ко второй контактной площадке резисторов припаян медный проводок $\varnothing 0.05$ мм, припаянный с другого конца к корпусу контролируемого узла.

Высокочастотные колебания техногенного происхождения и от управляющего компьютера, просачиваясь на термометры, приводят к их перегреву, что особенно заметно при измерении самых низких температур. Обычных мер экранирования оказалось недостаточно. Поэтому к термометру миксера провода, по которым задается ток

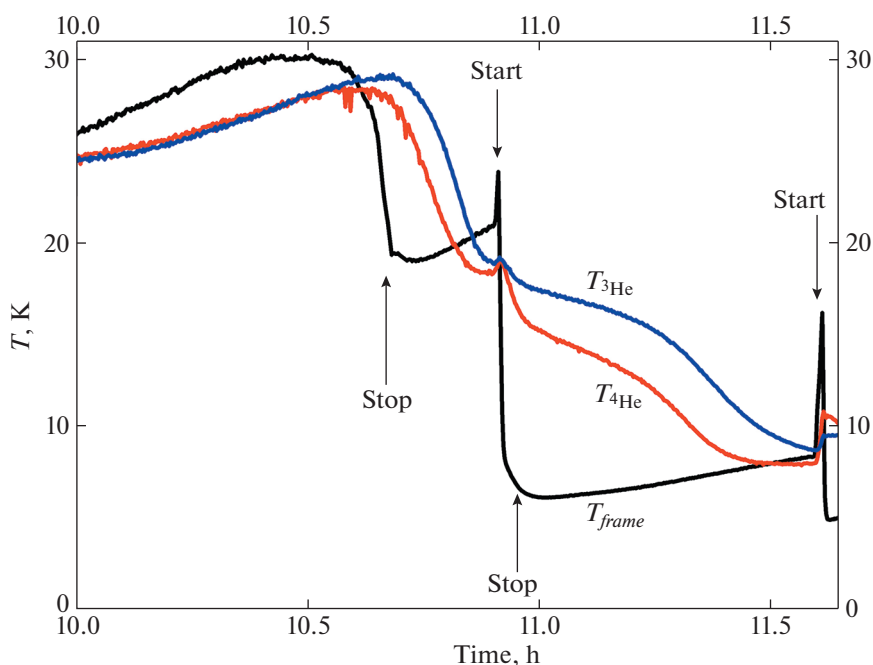


Рис. 4. Изменение температуры холодного каркаса T_{frame} и ванн ^4He и ^3He ($T_{^3\text{He}}$, $T_{^4\text{He}}$) в процессе заливки гелия в криостат с магнитом. Стрелки Stop и Start показывают моменты остановки и возобновления процесса заливки. Показания термометров соответствуют реальной температуре только при $T < \sim 15$ K.

и снимается напряжение, подключены через плоскостные резисторы номиналом ≈ 10 кОм, наклеенные на ванну ^3He .

Измерение сопротивления термометра резонатора с образцом осуществляется по схеме четырех точек без заземления с прохождением сигналов через четыре плоскостных сопротивления 2 кОм, наклеенные на волновод между резонатором и ванной ^3He . В качестве термометра используется резистор на основе оксида рутения из партии таких датчиков, для которых была получена типовая калибровка сравнением с образцовым термометром сопротивления фирмы Lakeshore.

Другая причина перегрева термометров — теплоприток по проводам. Для того чтобы снять теплопритоки по проводам, использовались целые или разрезанные на части керамические корпуса с впеченными в керамику металлическими ножками от логических микросхем памяти K581 РУ4А советского производства. Для этого с микросхемы удалялась металлическая крышка и собственно микросхема. Находящаяся под крышкой металлическая позолоченная рамка позволяет припаять корпус целиком или разделенный на части к узлам прибора. Чтобы оценить, насколько такие развязки снимают тепловые потоки по проводам, был измерен перегрев ножки, к которой подводилось тепло от электронагревателя. Было установлено, что зависимость теплопроводности от температуры не противоречит зависимости T^2 ,

характерной для многих материалов в градусной области. Теплосопротивление между соседними ножками при 1 K примерно 10 мкВт/К и примерно 2 мкВт/К при 0.4 K [1].

Все провода, идущие от разъемов (манганин $\varnothing 0.1$ мм в эмалированной изоляции), распаяны на ножки керамических развязок, припаянных на медные корпуса сорберов. Далее к термометрам идут провода ПЭШОМ $\varnothing 0.06$ мм сначала к элементам тепловой развязки, установленным на контролируемых узлах, а от них провода длиной в несколько сантиметров — к термометрам. Провода, идущие к миксеру и резонатору, дополнительно приведены в тепловой контакт с ванной ^3He и с волноводом в его середине между резонатором и ванной ^3He соответственно.

Для усиления сигналов датчиков температуры, их согласования с динамическим диапазоном измерительного 16-разрядного аналого-цифрового преобразователя (АЦП) и подавления синфазных помех применены дифференциальные усилители на основе прецизионных операционных усилителей OP177 производства “Analog Devices”. Кроме усилителей, в состав интерфейсного блока входят управляемые логическими сигналами ключи, предназначенные для подачи питания на нагреватели сорберов и тепловых ключей от источника 24 В. Для питания нагревателей испарителя (резистор ПТМН 10 кОм), миксера (резистор ПТМН 150 кОм) и задания измерительного тока через

термометры сопротивления служат три 16-разрядных ЦАП.

Сбор данных, их архивирование и управление работой вставки ведется под управлением компьютера с помощью разработанной для этих целей программы в операционной системе Windows с использованием АЦП/ЦАП-платы NI-6014 производства “National Instruments”. Цикл измерений организован следующим образом. Выходные сигналы операционных усилителей через мультиплексоры поочередно поступают на вход 16-разрядного АЦП с частотой опроса 10^5 с^{-1} . В каждом канале результаты усредняются за время 20 мс, что позволяет подавить сетевую помеху на частоте 50 Гц. После опроса всех датчиков температуры изменяется полярность тока через термометры с сохранением его величины, и процесс повторяется. Затем для термодпар результаты складываются, а для резисторов вычитаются, что позволяет исключить вклад термоэдс в результаты измерения сопротивления.

В соответствии с калибровками результаты пересчитываются в температуры и выводятся на монитор для оперативного контроля. Одновременно для возможности последующего контроля и анализа формируется 3 файла, в которые заносятся значения температур, измеренных сопротивлений, напряжений, выходные напряжения ЦАП и состояние управляющих логических сигналов.

Управлять работой вставки может оператор, используя мышь и выводимую на монитор схему вставки. Первоначальное охлаждение до температуры $\sim 0.5\text{--}0.7 \text{ К}$ ванны ^3He , миксера и резонатора можно проводить в автоматическом режиме. Как показывает опыт работы, управлять процессами при активации цикла растворения целесообразно в ручном режиме, так как по ходу эксперимента, как правило, требуется стабилизировать температуры при промежуточных значениях.

РАБОТА КРИОСТАТА РАСТВОРЕНИЯ

Собранная вставка откачивается до низкого давления с контролем герметичности гелиевым течеискателем. Затем в вакуумный объем подается теплообменный газ (примерно 1 см^3 неона). Вставка устанавливается в криостате, и в его азотный контейнер заливается жидкий азот. В течение нескольких часов (с вечера до утра) соленоид и внутренние узлы вставки остывают до температуры, близкой к температуре жидкого азота. После этого начинается охлаждение до более низких температур при заливке жидкого гелия в криостат. При этом приходится делать паузы, так как если уровень гелия в криостате подходит к вставке, то теплообменный неон вымерзает, и охлаждение внутренних узлов прекращается. После достижения внутренними узлами температуры $\sim 10 \text{ К}$

можно полностью заполнить криостат жидким гелием. Его расход при заливке составляет $15\text{--}17 \text{ л}$ жидкости, включая расход на охлаждение соленоида. Залитого гелия хватает примерно на 12 ч.

После охлаждения каркаса (поз. 15 на рис. 3) до температуры ниже 5 К включается процесс десорбции/сорбции при нагреве и охлаждении сорберов ^4He и ^3He (рис. 5). Для нагрева включаются нагреватели сорберов, для их охлаждения после выключения нагревателей нагреваются тепловые ключи. При их нагреве десорбируется гелий, и между сорберами и их контейнерами устанавливается хороший теплообмен. Как видно из рис. 5, каркас при этом кратковременно нагревается до 8 К . Из-за этого, а также из-за большого расхода тепла на охлаждение и конденсацию ^3He и смеси процесс десорбции/сорбции ^4He повторяется несколько раз. При достижении температуры $^3\text{He} \sim 1 \text{ К}$ включается его сорбционная откачка, и ванна ^3He остывает ниже 0.5 К , а миксер, резонатор и испаритель — до $0.5\text{--}0.6 \text{ К}$ (рис. 5 и 6).

После охлаждения миксера включается нагреватель испарителя и через несколько минут достигается устойчивый режим охлаждения (рис. 6). В ходе эксперимента можно замедлять изменение температуры миксера или стабилизировать ее на заданном уровне. Для этого включается нагреватель миксера и подбирается рассеиваемая в нем мощность. Для увеличения общего времени эксперимента можно на время нагрева миксера уменьшать мощность, подводимую к испарителю. Длительность поддержания низкой температуры определяется тем, что на полное испарение запасенного в ванне ^3He надо подвести примерно 4 Дж тепла. Соответственно, при мощности $P_{\text{still}} = 0.2 \text{ мВт}$, подводимой к испарителю от нагревателя, и с учетом $\sim 50\text{--}70 \text{ мкВт}$ тепла, подводимого по волноводу и сверхтекучей пленке в капилляре для заполнения миксера смесью ^3He и ^4He , длительность цикла растворения составляет около 4 ч.

Минимальная достигнутая температура миксера $T_{\text{mixer}} = 0.1 \text{ К}$ при $P_{\text{still}} = 0.1 \text{ мВт}$ и 0.085 К при $P_{\text{still}} = 0.2 \text{ мВт}$. Зависимость температуры миксера от мощности его нагрева P_{mixer} приведена на рис. 7. Она неплохо соответствует теоретической оценке производительности цикла растворения (сплошная кривая) по работе [5], если считать, что к миксеру дополнительно поступает $\sim 4 \text{ мкВт}$ тепла. Основной источник тепла, по-видимому, — это недостаточный теплообмен между потоками ^3He из конденсатора в миксер и из миксера в испаритель. Габариты вставки, к сожалению, не позволяют существенно (на порядок и более) увеличить площадь теплообмена и улучшить ситуацию.

Эксперименты с нагревом миксера позволяют оценить сопротивление Капицы между жидкостью и стенками миксера. В момент включения

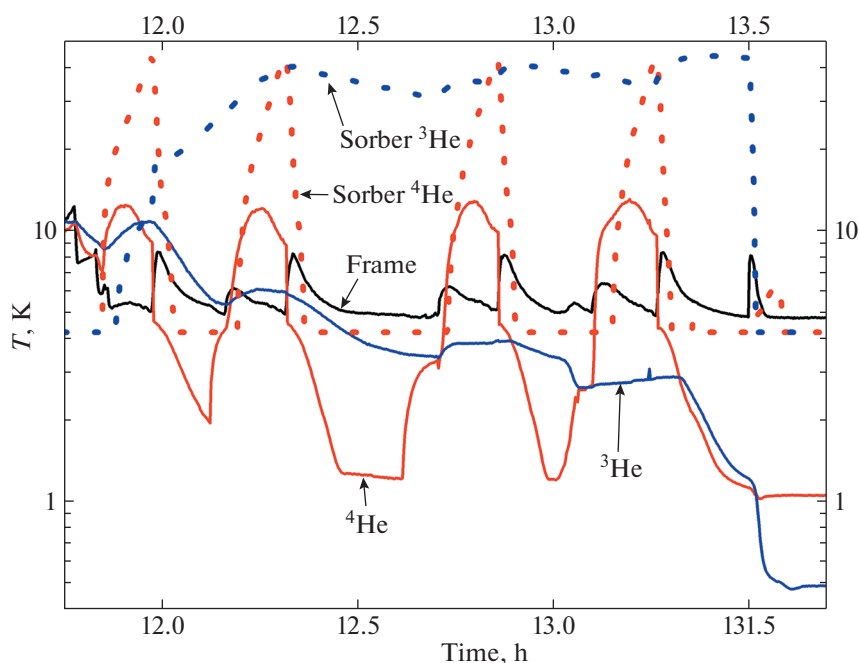


Рис. 5. Диаграмма процессов при охлаждении ванны ^3He до температуры ~ 0.5 K.

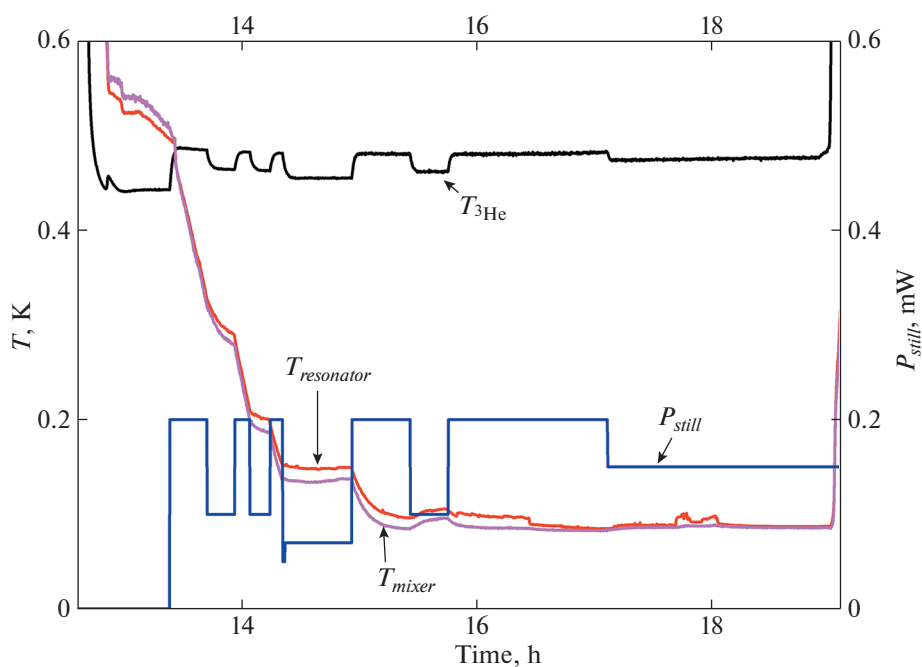


Рис. 6. Зависимости от времени температур ванны ^3He (T_{He}), резонатора ($T_{\text{resonator}}$) и миксера (T_{mixer}). Изменения температуры ванны ^3He связаны с изменением мощности P_{still} , подводимой к испарителю. На зависимости $T_{\text{resonator}}(t)$ видны участки с замедленным изменением температуры и плато при 0.15 K при уменьшении мощности нагрева с одновременным нагревом миксера.

нагревателя температура T_{mixer} быстро нарастает: при $P_{\text{mixer}} = 4$ мВт — на ~ 2 мК, после чего идет более медленный нагрев жидкости в миксере (рис. 8). Это

связано с тем, что жидкость имеет громадную по сравнению с корпусом миксера теплоемкость. При выключении нагрева происходит быстрый

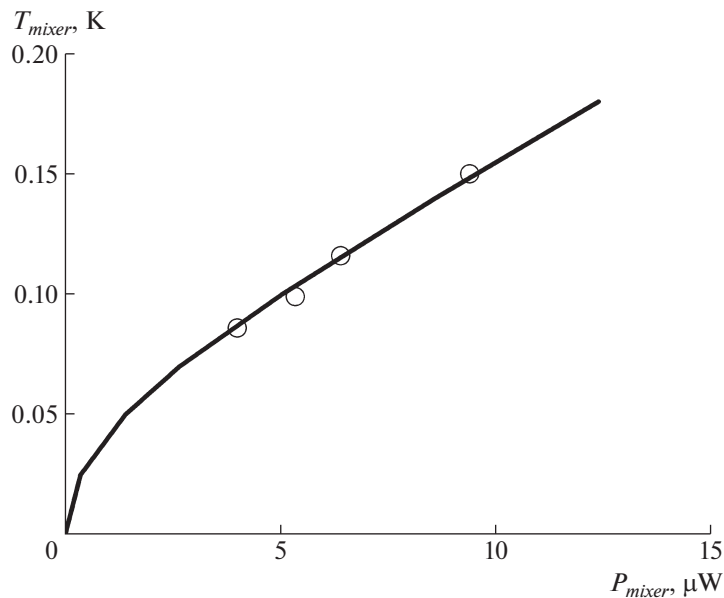


Рис. 7. Зависимость температуры миксера от мощности его нагрева при $P_{still} = 0.2$ мВт.

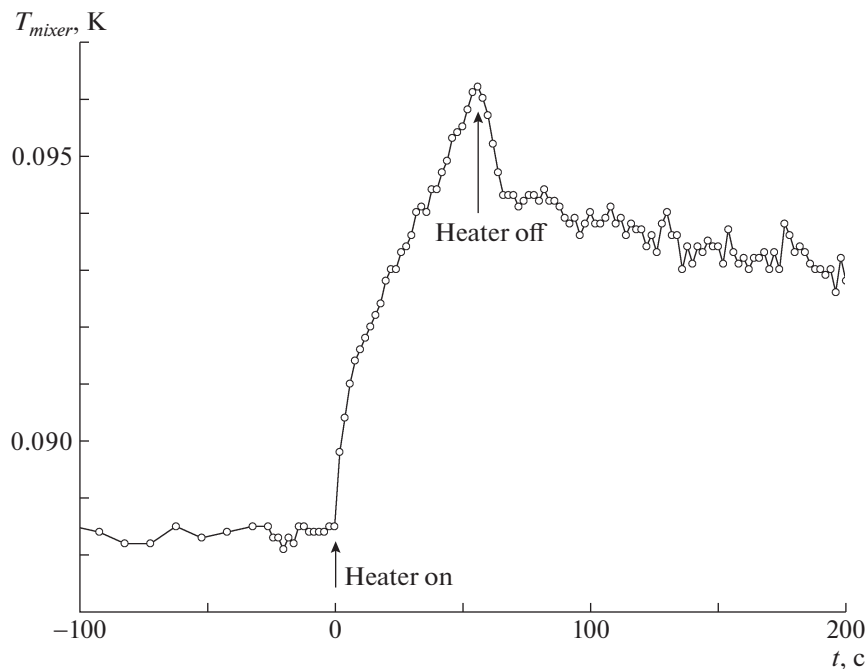


Рис. 8. Зависимость от времени температуры миксера при включении и выключении нагревателя. В установившемся режиме мощность нагрева 4 мВт.

спад температуры, сменяющийся более медленным охлаждением, обусловленным циркуляцией смеси. Длительность скачков составляет примерно 4–6 с и определяется, по-видимому, временем разогрева нагревателя — довольно большого резистора ПТМН, проволоочная намотка которого упакована в пластик с плохой теплопроводностью.

Время нагрева миксера и резонатора на 2 мК, по оценкам, составляет несколько десятых секунды. По величинам скачка можно оценить коэффициент $K_{boundary} \approx 0.7$ Вт/К⁴ в известной формуле, описывающей сопротивление Капицы:

$$P_{boundary} = K_{boundary}(T_1^4 - T_2^4).$$

На зависимости температуры резонатора от времени (см. рис. 6) заметны вариации температуры, вызываемые нагревом резонатора током через нагреватель, токами Фуко при изменении магнитного поля H и поглощением в резонаторе СВЧ-мощности при проведении экспериментов. Вариации температуры миксера выражены значительно слабее. Это объясняется тем, что есть падение температур вдоль теплопровода. Мощность, выделяемую токами Фуко, можно оценить по нагреву миксера. Она, очевидно, пропорциональна квадрату скорости изменения поля, и для используемого резонатора $P_{dH/dT} \approx 30(dH/dT)^2$ нВт/(кЭ/мин)². Аналогично можно оценить СВЧ-мощность, рассеиваемую в резонаторе, как $P_{HF} \sim 2$ нВт, при мощности, принимаемой детектором, равной 0.5 нВт, когда отношение сигнал/шум равно примерно 10. При этой мощности, принимаемой детектором, получены записи линий магнитного резонанса при наиболее низкой температуре резонатора 0.1 К, приведенные в разделе “Апробация в эксперименте.” Мощность на входном волноводном фланце вставки заведомо не превышала 1 мВт.

Для оценки мощности теплового излучения комнаты, просачивающегося по волноводам, к открытому торцу волновода подносили нагретую до ≈ 650 К электроплитку с массивным зачерненным нагревателем. При температуре резонатора 0.1 К не было замечено изменения его температуры при шуме ее измерения порядка 0.2 мК. С учетом приведенных выше результатов это означает, что в этом случае тепловой поток порядка 0.2 Вт ослабляется до уровня менее ~ 0.2 мВт. Если предположить, что до резонатора может просачиваться в основном длинноволновое излучение, мощность которого для черного тела при комнатной температуре вдвое меньше, чем при температуре 650 К, и степень черноты стенок волноводов из нержавеющей стали порядка 0.1, то в рабочих условиях до резонатора доходит не более 10–20 нВт теплового излучения комнаты.

АПРОБАЦИЯ В ЭКСПЕРИМЕНТЕ

Для тестовых исследований магнитного резонанса в области температур ниже 0.5 К были выбраны монокристаллы антиферромагнитного $MnCO_3$, испытывающего антиферромагнитный фазовый переход при температуре Нееля 32.4 К. Антиферромагнитный резонанс в этом веществе хорошо изучен и характерен тем, что его частота и резонансное поле сильно зависят от температуры, даже при температуре значительно ниже температуры упорядочения. Это связано с взаимодействием электронной спиновой подсистемы с подсистемой ядер ^{55}Mn , средний магнитный момент каждого из которых при температуре T является “парамагнитным”, т.е. обратно пропорцио-

нален температуре в условиях, когда полный момент ядерной подсистемы далек от насыщения. В результате зависимость частоты антиферромагнитного резонанса от магнитного поля, приложенного в легкой плоскости антиферромагнетизма, и от температуры, определяется соотношением:

$$(f/\gamma)^2 = H^2 + HH_D + 5.8/T + 0.3. \quad (1)$$

Здесь f , ГГц — частота микроволнового поля; H , кЭ — магнитное поле; $H_D = 4.4$ кЭ — поле Дзялошинского; T — температура; $\gamma = 2.8$ ГГц/кЭ — гиромагнитное отношение [6]. Зависимость резонансного поля от температуры для частоты 27 ГГц, полученная с помощью этой формулы, представлена на рис. 9 сплошной линией.

Таким образом, при фиксированной частоте микроволнового генератора по результатам измерений поля антиферромагнитного резонанса H можно определить температуру T образца. Строго говоря, таким образом определяется температура ядерной подсистемы образца, которая, как известно, может быть перегрета относительно решетки из-за весьма длительного времени релаксации. При температуре 0.1 К это время может достигать нескольких часов [7]. Для самых низких температур, т.е. существенно ниже 0.1 К, следует использовать более точное соотношение, в котором поляризация ядерной подсистемы описывается не парамагнитным законом Кюри, а функцией Бриллюэна для ядерного спина 5/2 (штриховая линия на рис. 9). Следует отметить, что низкую температуру образца $MnCO_3$ таким способом можно измерять в достаточно сильном поле, порядка 10 кЭ, в котором обычные парамагнетики оказываются почти полностью насыщенными и не показывают существенной зависимости интенсивности сигнала парамагнитного резонанса или магнитной восприимчивости от температуры в этом диапазоне.

Записи зависимости прошедшей через резонатор микроволновой мощности на частоте 27 ГГц от магнитного поля, полученные при различных температурах резонатора, измеренных с помощью термометра сопротивления, показаны на рис. 10. Эти записи были получены в условиях малой мощности и медленного прохождения линии резонанса. Достаточно малый уровень мощности подбирался экспериментально из условия, что при данной мощности, а также при мощности, уменьшенной в два раза, резонансное поле и форма линии должны быть одинаковыми. Скорость развертки поля выбиралась достаточно медленной (например, 0.8 кЭ/мин), чтобы перегрев резонатора токами Фуко в условиях развертки поля не превышал 2 мК. Медленная развертка и одновременно низкий уровень мощности нужны для того, чтобы не возникал эффект затягивания резонанса в область сильного поля. (При высокой мощности перегрев образца приводит к смеще-

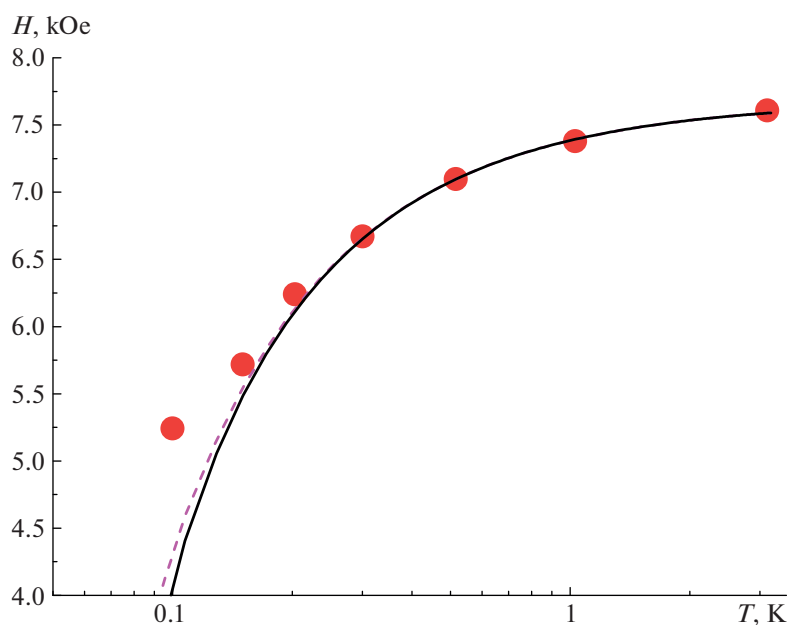


Рис 9. Зависимость поля антиферромагнитного резонанса на частоте 27 ГГц, измеренная в ходе тестовых экспериментов с кристаллом MnCO_3 (точки) и соответствующая формуле (1) (сплошная линия). Штриховая линия – расчет поля антиферромагнитного резонанса с учетом намагниченности ядер в соответствии с функцией Бриллюэна.

нию резонанса в область более сильного поля.) Скорость развертки и уровень мощности подбирались отдельно для каждой температуры. Таким образом, при более высокой температуре можно

было использовать более высокий уровень мощности, соответственно повышая отношение сигнал/шум. Контроль эффекта смещения резонансного поля и выбор малой мощности и мед-

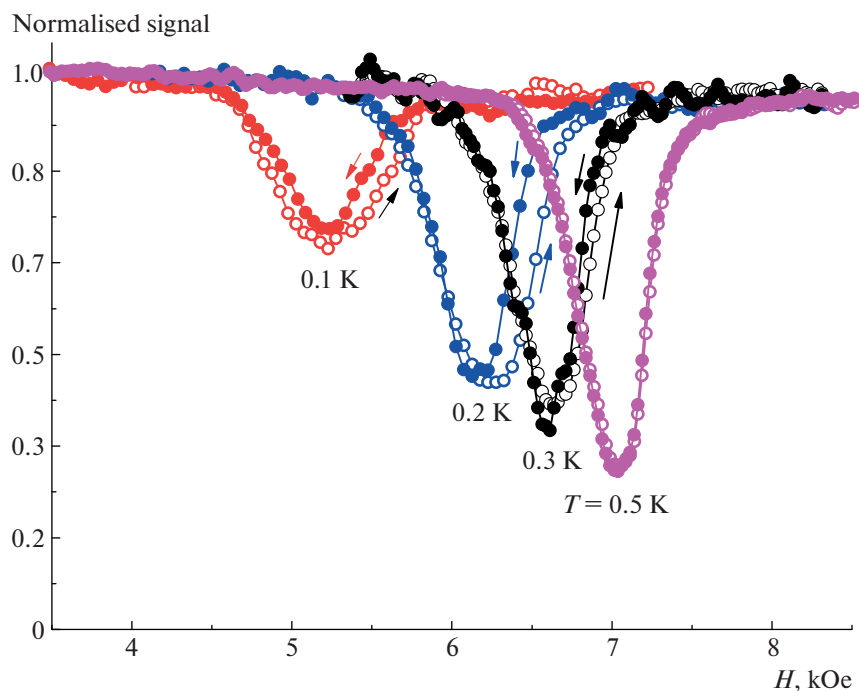


Рис 10. Записи зависимости проходящей СВЧ-мощности на частоте 27 ГГц от магнитного поля для образца MnCO_3 при различных значениях температуры резонатора. Стрелками обозначено направление развертки магнитного поля.

ленной скорости развертки позволяют быть уверенными, что образец не перегрет относительно дна резонатора из-за поглощения микроволновой мощности. Поскольку время реализации низкой температуры в данном приборе не превышает 4–6 ч, мы не могли выдержать образец при самой низкой температуре значительно дольше для достижения полной термализации ядерной подсистемы после охлаждения резонатора до температуры 0.1 К.

На рис. 9 точками показаны экспериментально полученные значения резонансного поля антиферромагнитного резонанса при различных температурах резонатора. Резонансные поля хорошо соответствуют теоретическим значениям для температур ≥ 0.2 К, когда время релаксации ядерной подсистемы не превышает десятков минут. Для температуры резонатора 0.1 К в соответствии с формулой (1) получаем температуру системы ядерных спинов 0.13 К, что является разумной величиной с учетом невозможности термализации ядер за время выдержки порядка 1 ч после охлаждения резонатора. При этом температура решетки образца, вероятно, была близкой к 0.1 К.

Таким образом, проведенные тестовые эксперименты показывают, что построенный микро-рефрижератор растворения при нагрузке на волноводный тракт и резонатор обеспечивает в условиях реального эксперимента по магнитному резонансу в диапазоне частот 27–50 ГГц темпера-

туру резонатора 0.1 К и диэлектрического образца вплоть до 0.1 ± 0.01 К.

БЛАГОДАРНОСТИ

Мы благодарны С.А. Васильеву за предоставление термометров сопротивления с типовой калибровкой, А.Б. Ермакову за участие в подготовке компьютерной программы, В.Е. Трофимову и Н.И. Тарасовой за тщательное и точное изготовление и монтаж деталей вставки, С.С. Сосину за участие в экспериментах по антиферромагнитному резонансу.

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Работа выполнена при поддержке грантов РНФ 17-12-01505 и 22-12-00259.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Herrmann R., Офицеров А.В., Хлюстиков И.Н., Эдельман В.С.* // ПТЭ. 2005. № 5. С. 142.
2. *Эдельман В.С.* // ПТЭ. 2009. № 2. С. 129.
3. *Эдельман В.С.* // ПТЭ. 2012. № 1. С. 154.
4. *Эдельман В.С., Якопов Г.В.* // ПТЭ. 2013. № 5. С. 129. <https://doi.org/10.7868/S0032816213050145>
5. *Radebaugh R.* NBC Technical Note 362. December, 1967.
6. *Боровик-Романов А.С., Крейнс Н.М., Прозорова Л.А.* // ЖЭТФ. 1964. Т. 45. Вып. 1. С. 64.
7. *Буньков Ю.М., Дмитриев В.В., Думеш Б.С., Мухарский Ю.М.* // ЖЭТФ. 1983. Т. 84. Вып. 1. С. 335.