

Спин-решеточная релаксация в ОЦК фазе расслоившихся твердых растворов ${}^3\text{He}$ – ${}^4\text{He}$

Н. П. Михин, В. А. Майданов, А. В. Полев

*Физико-технический институт низких температур им. Б.И. Веркина НАН Украины
пр. Ленина, 47, г. Харьков, 61103, Украина
E-mail: mikhin@ilt.kharkov.ua*

Статья поступила в редакцию 7 декабря 2001 г.

Методом импульсного ЯМР проведены измерения времени спин-решеточной релаксации в двух образцах твердых растворов ${}^3\text{He}$ – ${}^4\text{He}$ с исходным содержанием 0,5 % ${}^3\text{He}$ в ${}^4\text{He}$ и 0,5% ${}^4\text{He}$ в ${}^3\text{He}$. В результате фазового расслоения в обоих случаях образуются двухфазные кристаллы с одинаковым содержанием гелия в концентрированной ОЦК фазе. Однако в первом образце ОЦК фаза образуется в виде малых включений в ГПУ матрице, а во втором образце ОЦК фаза является матрицей. Установлено, что во втором случае спин-решеточная релаксация осуществляется так же, как в массивном чистом ${}^3\text{He}$, в то время как в первом случае наблюдается аномальное поведение времени спин-решеточной релаксации при низких температурах. Эксперименты показали, что эта аномалия связана не с возможным влиянием малых примесей ${}^4\text{He}$, а с малыми размерами включений ОЦК фазы. В этом случае основной вклад в релаксацию, по-видимому, вносят дефекты, образованные на границах ОЦК включений и ГПУ матрицы.

Методом імпульсного ЯМР проведено вимірювання часу спин-решеточної релаксації у двох зразках твердих розчинів ${}^3\text{He}$ – ${}^4\text{He}$ з існуючим вмістом 0,5 % ${}^3\text{He}$ у ${}^4\text{He}$ та 0,5% ${}^4\text{He}$ у ${}^3\text{He}$. Внаслідок фазового розшарування в обох випадках утворюються двофазні кристали з однаковим вмістом гелію у концентрованій ОЦК фазі. Втім в першому зразку ОЦК фаза утворюється у вигляді малих включень у ГПУ матриці, а у другому зразку ОЦК фаза є матрицею. Встановлено, що у другому випадку спин-решеточна релаксація здійснюється так само, як у масивному чистому ${}^3\text{He}$, в той час як у першому випадку спостерігається аномальна поведінка часу спин-решеточної релаксації при низьких температурах. Експерименти показали, що ця аномалія пов'язана не з можливим впливом малих домішок ${}^4\text{He}$, а з малими розмірами включень ОЦК фазы. У цьому випадку основний вклад у релаксацію, мабуть, вносять дефекти, які утворені на межі ОЦК включень та ГПУ матриці.

PACS: 67.80.Jd

1. Введение

Спин-решеточная релаксация в твердом гелии была подробно изучена экспериментально и теоретически лишь для массивного твердого ${}^3\text{He}$ [1,2]. Обнаруженная при этом температурная зависимость времени спин-решеточной релаксации T_1 хорошо объяснялась в рамках развитой модели Гарвина–Ландесмана, которая описывает процесс переноса энергии от ядерных спинов к решетке через многосвязанные подсистемы — зе-

мановскую, обменную (${}^3\text{He}$ – ${}^3\text{He}$), вакансионную, а при наличии примесей, обменную ${}^4\text{He}$ – ${}^3\text{He}$.

Развитие экспериментальной техники позволило расширить температурную область исследований до диапазона, где однородные твердые растворы изотопов гелия претерпевают фазовый переход первого рода, распадаясь на две дочерние фазы с различным содержанием ${}^3\text{He}$. Образующиеся при этом двухфазные кристаллы являются интересной квантовой системой. Так, разбавлен-

ный твердый раствор ${}^3\text{He}$ в ${}^4\text{He}$ после расслоения при достаточно низких температурах представляет собой дисперсные включения почти чистого ${}^3\text{He}$ с ОЦК решеткой, внедренные в ГПУ матрицу практически чистого ${}^4\text{He}$. Исследования спин-решеточной релаксации в таких системах показали [3–5], что свойства матрицы не отличаются от свойств однородных твердых растворов соответствующей концентрации. Но в отличие от массивного ${}^3\text{He}$, T_1 в дисперсной концентрированной фазе не зависит от температуры вплоть до температур порядка 1 мК [3], а величина T_1 соответствует области «обменного плато ${}^3\text{He}-{}^3\text{He}$ » для массивного ${}^3\text{He}$ соответствующей плотности. Следует отметить, что в массивном ${}^3\text{He}$ указанная область обменного плато наблюдается только при температурах выше ~ 200 мК. При охлаждении ниже этой температуры время T_1 в массивном ${}^3\text{He}$ растет экспоненциально из-за нарушения равновесия обменной системы с решеткой вследствие уменьшения количества вакансий, а затем, при наличии примесей ${}^4\text{He}$, растет по степенному закону T^{-9} . Столь сильные различия в поведении T_1 в массивном образце и мелкодисперсной фазе можно объяснить следующими основными причинами.

1. Известно [1,2,6], что наличие примесей ${}^4\text{He}$ эффективно подавляет рост T_1 в массивном ${}^3\text{He}$; такая же ситуация может быть во включениях ${}^3\text{He}$ после фазового расслоения.

2. Малые размеры включений (1–3 мкм) также могут влиять на величину T_1 . При этом основным местом столь быстрой релаксации становятся границы между ОЦК включениями и ГПУ матрицей, которые могут служить источником большого количества дефектов.

Целью настоящей работы является исследование влияния этих факторов на температурную зависимость времени спин-решеточной релаксации в твердом ${}^3\text{He}$. При этом удобно исследовать два образца, соответствующие левой и правой части диаграммы с такими исходными концентрациями, чтобы после фазового расслоения концентрация в матрице одного образца практически совпадала с концентрацией во включениях другого образца для одного вещества.

2. Методика эксперимента

Исходя из поставленной задачи в настоящей работе были исследованы образцы твердых растворов ${}^3\text{He}-{}^4\text{He}$ с двумя исходными концентрациями: 0,5 % ${}^3\text{He}$ и 0,5 % ${}^4\text{He}$. Для простоты будем их называть соответственно образцами А и В. При охлаждении ниже температуры фазового

расслоения в образцах А и В образуются две дочерние фазы: с высокой (ОЦК фаза) и низкой (ГПУ фаза) концентрацией ${}^3\text{He}$. В образце А фаза с высокой концентрацией ${}^3\text{He}$ представляет собой мелкодисперсные ОЦК включения почти чистого ${}^3\text{He}$ размером 1–3 мкм [5,8,9], окруженные массивной ГПУ матрицей почти чистого ${}^4\text{He}$. А в образце В — ГПУ включения ${}^4\text{He}$, окруженные ОЦК матрицей почти чистого ${}^3\text{He}$. Важным моментом является то, что после расслоения содержание ${}^4\text{He}$ в дочерней ОЦК фазе (как и содержание ${}^3\text{He}$ в дочерней ГПУ фазе) при одной и той же температуре совпадают для обоих типов образцов, поскольку процесс расслоения идет в соответствии с одной и той же фазовой диаграммой. Сравнение результатов экспериментов, проведенных с образцами таких «симметричных» исходных концентраций, позволяет выделить вклад спин-решеточной релаксации, связанный с малыми размерами твердых включений ${}^3\text{He}$.

Образцы выращивали в описанной в работе [8] ячейке методом блокировки капилляра. Конечное давление в однородных образцах, отожженных при предплавильной температуре, было около 32 атм, что соответствовало молярным объемам $V_m^m = (20,55 \pm 0,05) \text{ см}^3/\text{моль}$ для образца А и $V_m^m = (24,6 \pm 0,05) \text{ см}^3/\text{моль}$ для образца В.

Изменение давления в образцах в результате фазового расслоения, по оценкам, не превышало нескольких сотых долей атмосферы, что меньше реального разброса давления в готовых образцах после отжига. Поэтому в пределах точности эксперимента можно считать, что даже параметры, сильно зависящие от давления (температура Дебая, обменный интеграл, коэффициент диффузии), одинаковы для соответствующих фаз в расслоившихся образцах обоих типов.

Ячейка образца находилась в хорошем тепловом контакте с камерой растворения рефрижератора [8]. Время спин-решеточной релаксации измеряли методом импульсного ЯМР с использованием стандартной импульсной методики $90^\circ-\tau-180^\circ-\tau-\text{эхо}1-\Delta T-90^\circ-\tau-180^\circ-\tau-\text{эхо}2$. Поскольку $\tau = 200 \text{ мкс} \ll \Delta t$, амплитуда эхо-сигнала h оказалась пропорциональна намагниченности, восстановленной за время Δt :

$$\frac{h}{h_0} = 1 - \exp\left(-\frac{\Delta t}{T_1}\right), \quad (1)$$

где h_0 — амплитуда эхо-сигнала при $\Delta t \gg T_1$.

3. Результаты эксперимента и их обсуждение

На рис. 1 приведены типичные данные измерений, полученные в эксперименте с образцом В (0,5% ^4He в ^3He). При достаточно высоких температурах (110 мК, кривая 1) результаты хорошо описываются одноэкспоненциальной функцией вида (1). Поскольку ниже температуры 88 мК твердый ^3He при 32 атм начинает плавиться, и при 60 мК жидкость составляет уже около 40% образца, восстановление намагниченности можно описать двумя экспонентами, соответствующими релаксации в жидкости и кристалле (см. рис. 1, кривая 2).

Данные измерений для образца А качественно подобны описанным для образца В. Однако малое содержание ^3He в них уменьшает соотношение «сигнал–шум» и увеличивает разброс значений h , что не позволяет уверенно говорить, например, об особенностях, аналогичных наблюдаемым на кривой 2 (рис. 1). Что касается жидкой фазы с высоким содержанием ^3He , то регулярных измерений T_1 в ней не проводили. Укажем лишь, что при 60 мК значения T_1 в жидкости лежат от 10 до 20 с в образцах обоих типов. Эти значения согласуются с результатами работ [4,9] для образцов соответствующей плотности.

Температурная зависимость T_1 , полученная для образцов типа А, представлена на рис. 2. Следует сразу отметить, что качественно эта зависимость подобна полученным ранее на частоте 250 кГц [3] и 1 МГц [4,5] на аналогичных образцах. Она имеет три ветви, соответствующие исходному однородному образцу с ГПУ структурой и двум дочерним фазам расслоившегося раствора – разбавленной ГПУ матрице и концентрированной ОЦК мелкодисперсной фазе. В исходном однородном образце T_1^0 не изменяется при охлаждении, величина его совпадает с известными из

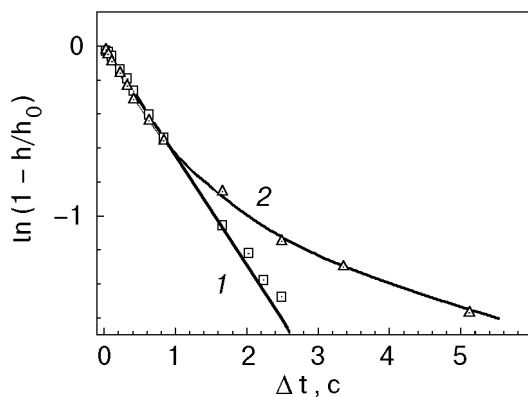


Рис. 1. Восстановление равновесной намагниченности образца В: $T = 110$ мК (1); $T = 60$ мК (2).

литературы данными для T_1 в соответствующих условиях [10] и с расчетами по теории Торри [1] (область «обменного плато»). Ниже температуры фазового расслоения T_{ps} наблюдаются два значения T_1 , соответствующие фазам с большим T_1^c и меньшим T_1^d содержанием ^3He . Уменьшение концентрации ^3He в разбавленной ГПУ фазе в соответствии с диаграммой расслоения приводит к росту T_1^d при охлаждении [10]. Именно эти две причины – рост T_1^d и уменьшение содержания ^3He в ГПУ фазе ведут к тому, что ниже 150 мК даже при выжидании в течение нескольких часов эхо-сигнал от разбавленной фазы трудно различить на фоне приборного шума. Столь большая длительность Δt затрудняет измерения и понижает их точность. Отметим, что при низкочастотных измерениях [3], когда T_1^d не превышает 1 мин, благодаря усреднению значений h , полученных при нескольких десятках измерений, время спин-решеточной релаксации в разбавленной фазе удалось измерить до температуры 100 мК.

С другой стороны, большие T_1^d в настоящей работе позволяют, выбрав интервал между измерениями около 1 мин, получать сигнал только от концентрированной фазы, поскольку намагниченность разбавленной ГПУ фазы в момент измерений, а значит, и вклад от нее в спин-эхо практически равны нулю.

Как видно на рис. 2, время T_1^c в концентрированной фазе практически не зависит от температуры, совпадая по величине как со значениями T_1 в массивном твердом ^3He при соответствующих условиях, полученными в экспериментах, так и с теоретическими расчетами [1] для так называемой температурной области «обменного

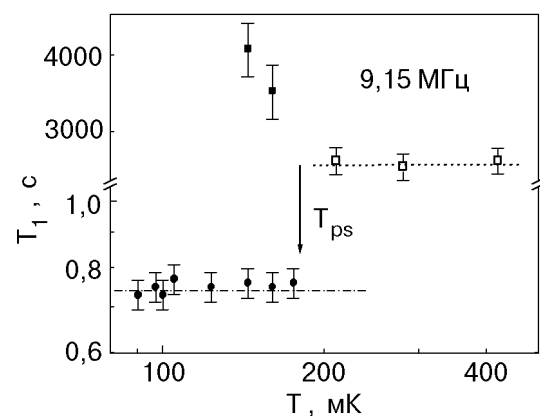


Рис. 2. Температурная зависимость времени спин-решеточной релаксации в образце А: \square – T_1^0 ; \bullet – T_1^c ; \blacktriangle – T_1^d . Стрелка показывает температуру фазового расслоения. Штриховая линия – расчет T_1^0 ; штрихпунктирная – расчет T_1^c для «обменного плато» в твердом ^3He .

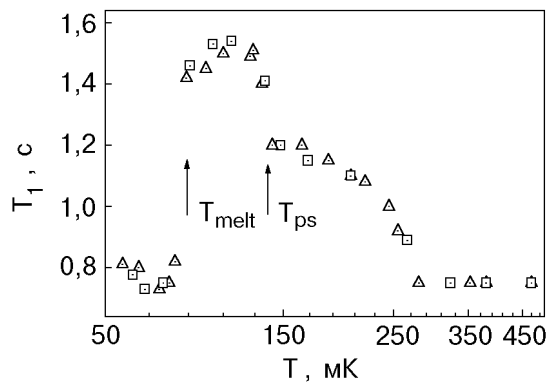


Рис. 3. Температурная зависимость T_1 в образце В: данные, полученные при охлаждении (Δ) и при отогреве (\square). Стрелками указаны температуры фазового расслоения T_{ps} и плавления T_{melt} .

плато», когда T_1 определяется в основном релаксацией зеемановской подсистемы к обменной (${}^3\text{He}-{}^3\text{He}$). Наблюдаемое на рис. 2 отклонение T_1^c от расчетных значений не превышает ошибки измерений.

Результаты измерений для образца В представлены на рис. 3. Во-первых, отметим, что как малое количество разбавленной фазы, так и малое содержание ${}^3\text{He}$ в ней не позволяют выделить вклад разбавленной фазы в амплитуду сигнала. Отсутствие заметного гистерезиса при охлаждении и отогреве свидетельствует о том, что выжидание в течение получаса после изменения температуры на 5–10 мК достаточно для приведения фаз, сосуществующих в образце, в равновесие. При высоких температурах наблюдается плато с $T_1 = 0,75$ с. Совпадение этого значения с известными данными [1] для чистого ${}^3\text{He}$ в области «обменного плато» так же, как совпадение температурной области, где это плато существует, позволяет утверждать, что в данном случае связь зеемановской и обменной подсистем является «узким местом» на пути перетекания энергии от зеемановской подсистемы к решетке. Температура ~ 260 мК, ниже которой наблюдается заметный рост T_1 , также совпадает с данными [1,2,7]. В соответствии с представлениями теории Гарвина–Ландесмана [1] этот рост связан с переходом роли «узкого места» к вакансион-обменному механизму релаксации из-за уменьшения числа вакансий при охлаждении. При этом $T_1 \propto \exp(E_v/T)$, где E_v — энергия активации вакансий. Из экспериментальных данных можно не только оценить E_v , но даже отличить экспоненциальный рост от степенного ($T_1 \propto T^{-9}$ для ОЦК решетки), связанного с последующим появлением еще одного возможного пути релаксации через механизм обмена

${}^4\text{He}-{}^3\text{He}$ [1]. Плавный выход роста T_1 на насыщение при дальнейшем охлаждении, по-видимому, аналогичен наблюдавшемуся в работе [6] для массивного твердого ${}^3\text{He}$ с примесью 0,5% ${}^4\text{He}$ при высоких давлениях. Ниже $T_{ps} = 144$ мК, обозначенной на рис. 3 стрелкой, в соответствии с фазовой диаграммой происходит расслоение образца и наблюдается рост T_1 .

Наконец, ниже ~ 88 мК, когда твердый ${}^3\text{He}$ при давлении около 32 атм начинает плавиться, наблюдается резкое уменьшение T_1 (см. рис. 3). По-видимому, это связано с механизмом стеночной релаксации, эффективно работающим в жидкости: жидкий ${}^3\text{He}$ в этой температурной области уже является вырожденной ферми-жидкостью с коэффициентом спиновой диффузии $D_s \propto T^{-2}$, обеспечивающим достаточно быстрый перенос ${}^3\text{He}$ к стенке.

Таким образом, в настоящей работе показано, что в мелкодисперсной дочерней ОЦК фазе расслоившегося разбавленного твердого раствора ${}^3\text{He}$ в ${}^4\text{He}$ (образцы А) T_1^c не зависит от температуры. В то же время на температурной зависимости T_1 в образцах с исходным содержанием ${}^4\text{He}$ 0,5% (образцы В) в аналогичных условиях проявляются практически все известные ранее особенности, связанные с различными механизмами спин-решеточной релаксации в твердом массивном ${}^3\text{He}$. Сравнение двух полученных результатов (см. рис. 2 и 3) позволяет сделать вывод, что независимость T_1^c от температуры (в случае с образцом А) не связана непосредственно с примесями ${}^4\text{He}$, а определяется именно малыми размерами включений фазы, богатой ${}^3\text{He}$.

В заключение авторы выражают благодарность В. Н. Григорьеву и Э. Я. Рудавскому за интерес к работе и стимулирующие дискуссии.

Работа была поддержана Государственным фондом фундаментальных исследований Украины 02.07/00391 (проект Ф7/286-2001) и выполнена в рамках проекта молодых ученых ФМ12-1.

1. R. A. Guyer, R. C. Richardson, and L. I. Zane, *Rev. Mod. Phys.* **43**, 532 (1971).
2. M. Bernier and G. Guerrier, *Physica* **121B**, 202 (1983).
3. Н. П. Михин, А. В. Полев, Э. Я. Рудавский, В. А. Шварц, *ФНТ* **23**, 807 (1997).
4. S. C. J. Kingsley, I. Kosarev, L. Roobol, V. Mайданов, J. Sauters, and B. Cowan, *J. Low Temp. Phys.* **110**, 34 (1998).
5. S. C. J. Kingsley, V. Mайданов, J. Sauters, and B. Cowan, *J. Low Temp. Phys.* **113**, 1017 (1998).
6. M. Bernier and G. Deville, *J. Low Temp. Phys.* **16**, 349 (1974).

7. M. Chapellier, M. Basson, M. Devort, J. M. Delrien, and N. S. Sullivan, *J. Low Temp. Phys.* **59**, 45 (1985).
8. В. А. Михеев, В. А. Майданов, Н. П. Михин, С. Е. Кальной, Н. Ф. Омелаенко, *ФНТ* **14**, 564 (1988).
9. N. Alikasem, *Ph. D. Thesis*, University of Sussex (1989).
10. Y. Hirayoshi, T. Mizusaki, S. Maekava, and A. Hirai, *J. Low Temp. Phys.* **30**, 137 (1978).

Spin-lattice relaxation in the bcc phase
of separated ^3He – ^4He solid mixtures

N. P. Mikhin, V. A Maidanov, and A. V. Polev

The spin-lattice relaxation time of ^3He – ^4He solid mixtures with an initial concentration of 0,5% ^3He in ^4He and 0,5% ^4He in ^3He was

investigated by the pulsed NMR technique. In both cases two phase crystals with the same percentage of helium in the concentrated bcc phase are formed. But in the first case the bcc phase is small inclusions in the hcp matrix and in the second case the bcc phase is a matrix. It is found that in the second case the spin-lattice relaxation is realized as in bulk pure ^3He , while in the first case an anomalous behaviour of spin-lattice relaxation is observed at low temperatures. The experiments showed, that this anomaly was connected not with the influence of small amount of ^4He , but with small sizes of the bcc phase inclusions. In this case the main contribution to the relaxation is apparently made by the defects formed at the bcc inclusion – hcp matrix boundary.