

НОВЫЕ ПРИБОРЫ И МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ

536.48

ОБ ИЗМЕРЕНИИ СВЕРХНИЗКИХ ТЕМПЕРАТУР

В. П. Пешков

Измерение низких температур с большой точностью достаточно просто осуществляется по упругости паров жидкого He^4 по шкале 1958 г. ¹ и жидкого He^3 по шкале 1962 г. ² Однако эти шкалы охватывают температуры только от 0,3 до 5,2 °К. Существует международное соглашение об определении температуры по сопротивлению платины ³. Оно дает значения температуры с точностью до 0,01° и доведено до 13,81 °К. В последнее время широкое распространение получили германиевые термометры сопротивления⁴⁻⁷. Зависимость германиевого термометра фирмы «Solitron» ⁵ от температуры приведена на рис. 1, а. Повторяемость градуировок для хороших германиевых термометров даже через два года оказывается не хуже 0,001 °⁷, чувствительность может быть доведена до 10^{-5} °К ⁶, а нижним пределом измерения температуры при $W = 10^{-12}$ *вт* указывается 10^{-2} °К ⁷. Однако германиевый термометр должен быть предварительно отградуирован во всей области температур, в которой его собираются применять. Очень стабильными и удобными в работе являются термометры сопротивления из сверхпроводящих сплавов — фосфористой бронзы ⁸ и свинцовистой латуни ⁹ (см. рис. 1, а). Точность воспроизведения температуры у них составляет около $2 \cdot 10^{-5}$ °К, но они работают в узкой области температур и весьма чувствительны к магнитному полю и измерительному току, их сопротивление увеличивается на 20% при увеличении тока от 1 до 5 *ма*.

Для измерения разности температур можно использовать термопары из хромеля и золота с небольшими добавками железа.

На рис. 1, а приведена чувствительность одной из таких термопар ¹⁰ при нулевом магнитном поле и при поле 15 *кэ*. Термопары обладают неплохой чувствительностью, но так как изготовлены они почти из чистого золота, по ним идет большой паразитный поток тепла, что ограничивает область их применения. В области самых низких температур, главным образом в качестве индикаторов, нашли широкое применение угольные сопротивления. Угольные сопротивления фирмы «Allen-Bredley» употребляются для температур выше 1 °К. Ниже 1 °К их сопротивление быстро становится выше мегаомов, и ниже 0,6 °К они практически применяться не могут ¹¹. Широко используются сопротивления фирмы «Speer». Для них проведены подробные градуировки ¹² в области от 4 до 0,02—0,03 °К, но разные партии сопротивлений имеют различные градуировки.

В ИФП АН СССР разработаны ¹³ чувствительные вплоть до 0,006 °К угольные термометры, однако они меняют свое сопротивление после отогрева до комнатной температуры. Зависимость от температуры сопротивлений «Speer» и ИФП приведена на рис. 1, а. Сопротивление угольных

термометров слабо зависит от магнитного поля¹⁴: при $T = 1,75^\circ\text{K}$ сопротивление увеличивается на 20% при $H = 150$ кэс.

Сопротивление германиевых и угольных термометров почти не зависит от величины внешнего давления¹⁵, $\Delta R/R\Delta p = -2 \cdot 10^{-4} \text{ атм}^{-1}$. Следует заметить, что из-за плохой теплопроводности и скачка температуры на границе на угольных сопротивлениях, используемых при $T < 0,1^\circ\text{K}$, должны выделяться очень малые мощности $W < 10^{-12} \text{ вт}$, и тем меньшие, чем ниже температура. В области температур ниже 1°K одним из основных методов определения температуры по шкале, мало отличающейся от термодинамической, является использование закона Кюри для парамагнитных солей или ядер металлов. Если парамагнитный образец обладает низкой

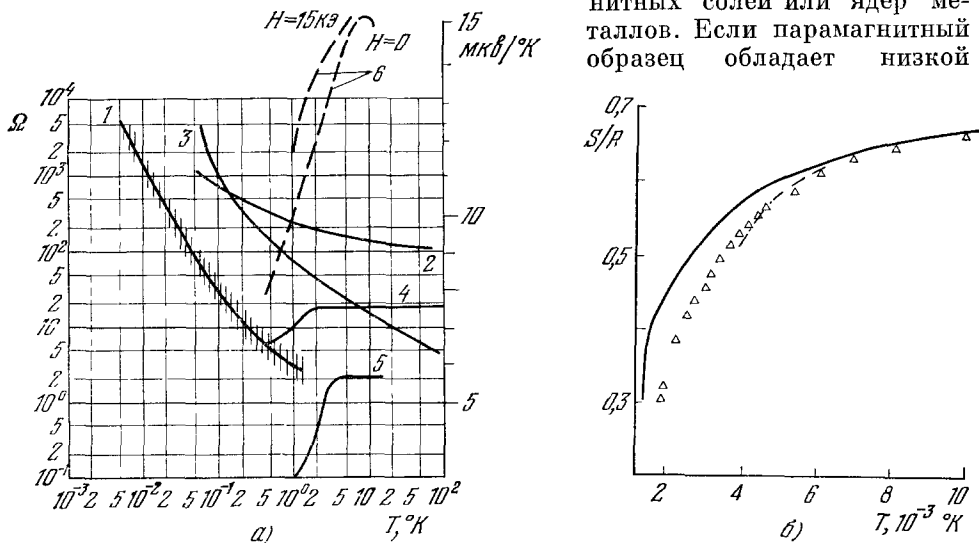


Рис. 1. а) Зависимость сопротивления Ω от температуры угольных термометров ИФП (1) и «Среет» (2), германиевого термометра «Solitron» (3), термометров из фосфористой бронзы $\varnothing 30$ мкм (4) и свинцовистой латуни $\varnothing 50$ мкм (5) и зависимость от температуры чувствительности золото ($\text{Au} + 0,03\% \text{ Fe}$)-хромелевой термопары (6); б) энтропия монокристалла ЦМН как функция температуры из опытов с нагревом γ -лучами (кривая) по анизотропии γ -излучения Ce^{137} (значки) и расчет по формуле $\Delta S/R = \ln 2 - (S/R) = 2,88 \cdot 10^{-6} T^{-2}$ (штриховая кривая).

температурой Кюри или Нееля T_K , то в области $T \gg T_K$ магнитный момент равен $M = AH/T$, где A — константа, а H — магнитное поле. Для церий-магниевого нитрата (ЦМН) с точностью до 3% можно считать, что закон Кюри соблюдается при $T > 0,006^\circ\text{K}$. Для ядерных термометров (во всяком случае, до 10^{-4}°K) вопрос о невыполнении закона Кюри не возникает.

При температурах, когда поле, создаваемое магнитными моментами образца, становится сравнимым с внешним полем, необходимо учитывать различие внешнего магнитного поля от действующего. Это обстоятельство, а также и другие возможные отклонения от закона Кюри привели к тому, что была введена так называемая магнитная температура $T^* = AH/M$. Если знать T^* и экспериментальные данные о теплоемкости образца $d'Q^*/dT^* = C^* = C^*(T^*)$, где $d'Q^*$ — количество тепла для нагрева образца на $d'T^*$, и данные об энтропии $S^*(T^*)$, полученные размагничиванием от высокой температуры T_1^* , где энтропия $S^*(T_1^*)$ известна до низкой T^* при условии, что $S^*(T_1^*) = S^*(T^*)$, можно определить и термодинамическую температуру, ибо

$$T = C (\partial S / \partial T)^{-1} = C^* (\partial S^* / \partial T^*)^{-1}, \quad (1)$$

так как $\partial Q/\partial T = C = (\partial Q^*/\partial T^*) (\partial T^*/\partial T) = C^* (\partial T^*/\partial T)$, а $\partial S/\partial T = (\partial S^*/\partial T^*) = dT^*/dT$. На рис. 1, б представлена зависимость энтропии монокристалла ЦМН от температуры, определенной по формуле (1) на основе экспериментов с нагреванием γ -лучами (сплошная кривая по ¹⁶) и при определении температуры по анизотропии γ -излучения ядер Ce^{137} , помещенных в ЦМН (значки по ¹⁷). Штриховая кривая рассчитана на основе закона Кюри и соответствует $\Delta S/R = \ln 2 - (S/R) = 2,88 \cdot 10^{-6} T^{-2}$. Как видно, до 0,006 °К все кривые совпадают, а ниже наблюдается расхождение.

На рис. 2 представлена приведенная в работе Месса и др. ¹⁸ зависимость магнитной температуры для монокристаллов ЦМН от термодинамической абсолютной температуры по данным разных авторов ¹⁶⁻¹⁹. Как видно из рисунка, ниже 0,006 °К согласия между разными авторами нет.

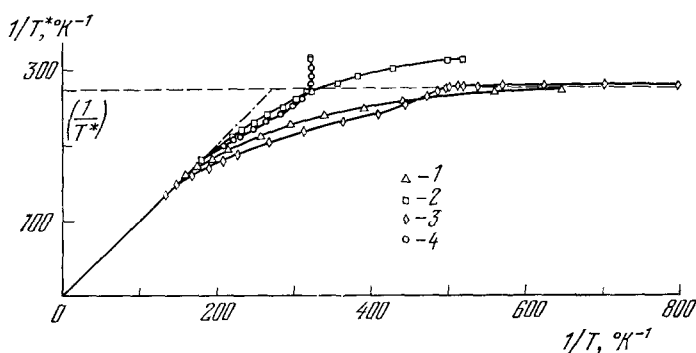


Рис. 2. Связь магнитной (T^*) и абсолютной (T) температур для сферических образцов ЦМН по данным работ: ¹⁶ (1), ¹⁷ (2), ¹⁸ (3) и ¹⁹ (4) (штрих-пунктирная кривая — закон Кюри; штриховая кривая — для $(1/T^*)_{\text{сфера}}$).

Следует заметить, что у монокристаллической сферы из ЦМН радиуса $r = 1 \text{ см}$, помещенной в жидкий гелий, из-за скачка температуры на границе время установления теплового равновесия с гелием будет при $T = 0,01 \text{ °К}$ равно нескольким часам, и оно будет возрастать с понижением температуры как T^{-5} . Ясно, что такая сфера не может быть термометром в гелии при температурах ниже 0,01 °К.

Для уменьшения времени установления теплового равновесия ряд авторов употребляли в качестве термометра образцы, спрессованные из мелких кристалликов ЦМН, однако в настоящий момент результаты измерений с ЦМН в области $T < 0,006 \text{ °К}$ едва ли можно признать убедительными. Таким образом, с помощью термометра из ЦМН можно измерять температуру от 0,006 и до 1 °К с точностью 1—2%.

Другим видом парамагнитных термометров являются обладающие магнитными моментами ядра металлов меди, платины и др. Но ядерный магнитный момент почти в 2000 раз меньше электронного, поэтому методы измерения парамагнетизма ядер намного сложнее. Если для измерения магнитного момента ЦМН достаточно чувствительности баллистического гальванометра или низкочастотного мостика, то для измерения магнитного момента, создаваемого ядрами, необходимо использовать методы ядерного магнитного резонанса или сверхпроводящий квантовый интерферометр (SQUID — от superconducting quantum interference device). Поскольку в области миллиградусов ядерные термометры являются сейчас единственными, у которых магнитная шкала должна совпадать с термодинамической, на методике измерения температуры с их помощью остановим-

ся несколько подробнее. Впервые температуру порядка микроградусов по величине магнитного момента ядер определяли Курти и др.²⁰, а подробно метод описан Вальстедтом и др.²¹. Суть метода заключается в том, что ядерные спины, помещенные в однородное магнитное поле H_0 , прецессируют вокруг него с вполне определенной частотой $\nu = \gamma H_0$, где γ — гиромагнитное отношение.

Если поместить образец в виде цилиндра, набранного из пластинок платиновой фольги, как показано на рис. 3, в постоянное магнитное поле

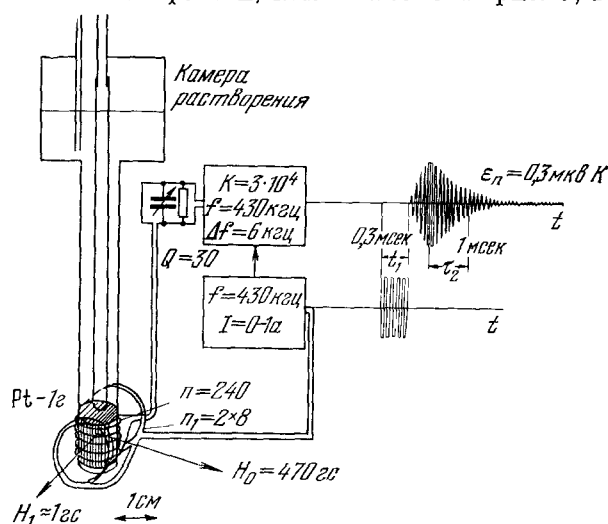


Рис. 3. Схема платинового ядерного термометра.

переменного поля H_1 и длительностью t , то средний магнитный момент повернется от поля H_0 на угол $\theta = \pi \gamma H_1 t$, а затем будет прецессировать вокруг него с частотой ν . Теперь приемные катушки зафиксированы относительно сигнала, пропорционального $\nu M \theta$, т. е. $\epsilon \sim \nu H_0 H_1 t / T \sim \gamma H_0^2 H_1 t / T$. Этот сигнал, амплитуда которого пропорциональна обратной температуре, будет затухать со временем релаксации ядерных спинов τ_2 (для Pt $\tau_2 = 0,001$ сек).

Снимки²² усиленных и поданных на запоминающий осциллограф сигналов от ядер Pt¹⁹⁵ представлены на рис. 4, а (вверху при $T = 2^\circ \text{K}$, внизу — при $T = 0,01^\circ \text{K}$). Таким образом, определяется температура, которая была в системе ядерных спинов в момент начала измерения. Это является большим преимуществом данного метода. В процессе измерения ядра, хотя и получают всего 10^{-4} эрг, но их теплоемкость очень мала и они при этом заметно перегреваются (20% при $0,03^\circ \text{K}$). Поэтому следующее измерение можно делать только после установления в системе теплового равновесия, т. е. через время, заметно превышающее τ_1 — время спин-решеточной релаксации. Следует заметить, что нагрев спинов пропорционален $H_1^2 t$, а сигнал пропорционален $H_1 t$, поэтому выгодно брать t порядка τ_2 , времени релаксации ядерных спинов. Ядерный термометр весьма чувствителен к парамагнитным примесям. Термометр из технически чистой платины нечувствителен в области сверхнизких температур, поэтому для ядерных термометров употребляют платину и медь высокой чистоты. На рис. 4, б представлена градуировка платинового термометра, изготовленного из фольги толщиной 20 мкм с $R_{300^\circ \text{K}} / R_{1,2^\circ \text{K}} = 1000$.

Для ядер время спин-решеточной релаксации τ_1 вплоть до $T \approx \approx \mu H / k \sim 10^{-5}^\circ \text{K}$, согласно правилу Корринги²³, обратно пропорционально температуре. Для платины $K = \tau_1 T = 0,03$ сек·град.

При использовании правила Корринги можно, измерив время τ_1 , определить температуру $T = K/\tau_1$. Такое определение хотя и не обладает высокой точностью (около 5—10%), но дает новый, независимый метод проверки правильности температурной шкалы ядерного термометра.

Наинизшая температура, которую получили и измерили в образце из медных проволок Берглунд и др.²⁴, была 0,0006 °К. Они в течение

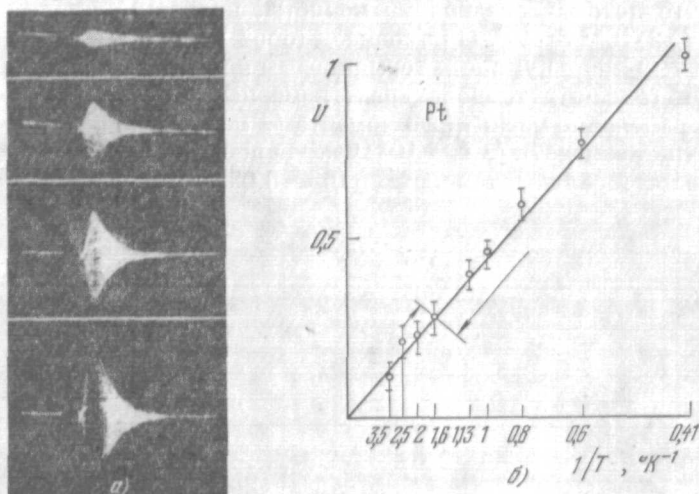


Рис. 4. а) Фотографии сигналов с экрана запоминающего осциллографа; б) зависимость ядерного сигнала от обратной температуры.

7,5 часа размагничивали образец от 0,016 °К и $H = 46$ кэ до $H = 700$ э и достигали температуры 0,0006 °К. Далее температура оставалась ниже 0,001 °К около 4 часов. Температура измерялась импульсным ядерным

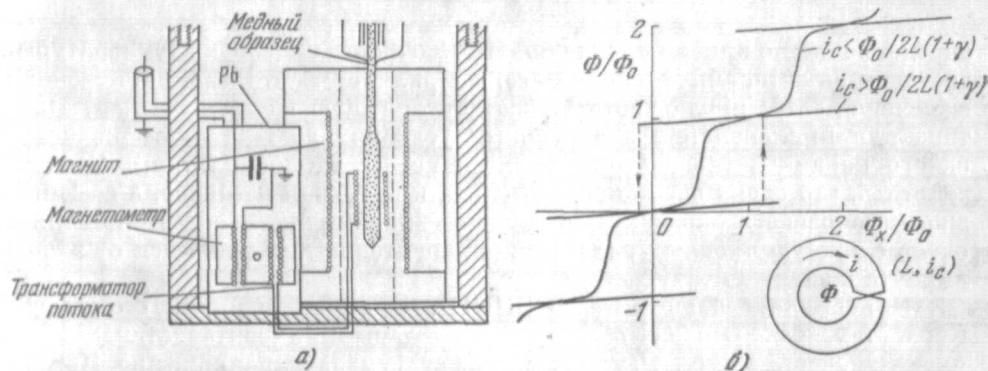


Рис. 5. а) Схема квантового магнетометра²⁵; б) характеристика сверхпроводящего контура с джозефсоновским контактом²⁶.

резонансом на конце медных проволок, находящихся вне объема размагничивания. Следует заметить, что при $T = 6 \cdot 10^{-4}$ °К время τ_1 по правилу Корринги для меди будет равно 0,5 часа, т. е. при определении температуры с точностью до 25% можно производить лишь одно измерение в час.

Имеется еще один весьма чувствительный и точный, но методически очень сложный способ измерения температуры по намагниченности ядер²⁵ квантовым магнетометром.

На рис. 5, а изображена схема квантового магнетометра. В сверхпроводящем магните со строго постоянным полем находится медный образец.

При изменении температуры из-за изменения магнитного момента меди меняется магнитный поток через катушку, охватывающую образец, что приводит к изменению потока в магнетометре. Сам магнетометр представляет сверхпроводящий контур, замыкаемый контактом, через который электроны проходят туннелированием (джозефсоновский контакт).

Характеристика такого контура представлена на рис. 5, б. Из рисунка видно, что поток через контур меняется квантами, причем величина кванта $\Phi_0 = 2 \cdot 10^{-7} \text{ гс} \cdot \text{см}^2$. С помощью второй катушки и весьма чувствительной схемы с малопшумящим германиевым полевым транзистором, работающим при гелиевых температурах, измеряется число квантов потока, а по нему и изменение магнитного момента M медного образца. В принципе схема позволяет замечать $\Delta\Phi = 10^{-3} \Phi_0$. На рис. 6, а представлены результаты измерений в области температур $0,5-0,055 \text{ }^\circ\text{К}$ в зависимости от T^{-1} ,

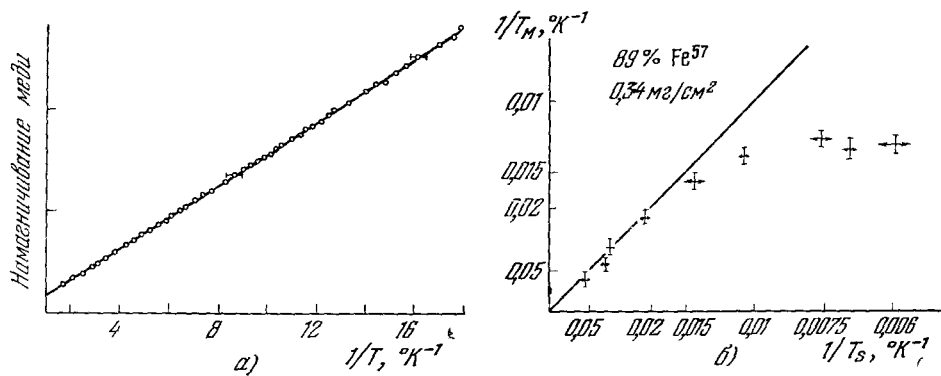


Рис. 6. а) Температурная зависимость намагниченности меди ²⁵; б) зависимость $1/T_M$, вычисленной на основе анизотропии поглощения двумя уровнями мессбауэровских γ -квантов, от обратной температуры $1/T_s$, определенной по ЦМН.

определяемой по кривой плавления He^3 . Точность измерения температуры, достигнутая авторами ²⁵ в поле 10 гс , составляла $0,5\%$. Медь, примененная в эксперименте, имела чистоту, соответствующую шести девяткам. Платина для применения в аналогичных условиях должна иметь не более одного парамагнитного атома примеси на 10^7 атомов платины. Следует заметить, что схема очень чувствительна к наводкам и тряске, а создание джозефсоновского контакта с нужной характеристикой представляет очень сложную проблему, к тому же характеристики меняются от эксперимента к эксперименту.

Прибор такого типа — это SQUID. Принцип действия его описан в работах ^{26, 27}. Прибор обладает уникальными характеристиками. Он имеет уровень шумов 10^{-22} вт и может измерять напряжение $10^{-15} - 10^{-16} \text{ в}$, изменения индуктивности на 10^{-13} гн и изменения сопротивления на $10^{-7} - 10^{-8} \text{ ом}$ при токе в 10 мка .

Для сверхнизких температур весьма существенным является вопрос об установлении теплового равновесия между средой и термометром. Если средой будет жидкий He^3 или раствор He^3 в He^4 , то при $T < 0,1 \text{ }^\circ\text{К}$ их теплоемкости, как и теплоемкость металлов, прямо пропорциональны температуре, однако объемная теплоемкость металлов в сотни раз меньше объемной теплоемкости жидкостей. Поэтому время установления равновесия τ будет зависеть только от теплоемкости металла и будет равно $\tau = RC\delta/2$, где R — скачок Капицы на границе металл — жидкость, C — теплоемкость металла и δ — толщина пластин металла. По измерениям Зиновьевой ²⁸ при $T < 0,4 \text{ }^\circ\text{К}$ $R = 50/T^3 \text{ град} \cdot \text{см/вт}$, $C \approx T \cdot 10^{-4} \text{ дж/см}^3 \cdot \text{град}$,

$\delta = 20$ мкм и $T = 0,003$ °К $\tau \sim 1$ сек, а при более высоких температурах еще меньше, ибо $\tau \sim 1/T^2$.

Таким образом, ядерные термометры из чистых металлов — платины, меди и др. — пригодны для измерения температуры в области от миллиградусов до градусов, однако методика весьма сложна и измерения можно проводить только при наличии постоянного магнитного поля.

Существует еще возможность измерять сверхнизкие температуры с помощью γ -лучей. Если атом, поглощающий или излучающий γ -лучи, находится в сильном магнитном поле, создаваемом соседними атомами, то появляется зеемановское расщепление уровней, величина которого для железа $\Delta = k \cdot 2,2 \cdot 10^{-3}$ °К. Населенность нижних уровней будет больше, чем верхних, а отношение населенности уровней $N_1/N_2 = e^{\Delta/kT}$. Если температура близка к Δ/k , то N_1/N_2 будет заметно отличаться от единицы, и температуру можно определить как $T = \Delta/k \ln(N_1/N_2)$. Отношение N_1/N_2 можно определить по анизотропии радиоактивного γ -излучения или методом Мёссбауэра, если измерять поглощение γ -квантов. Известно¹⁷, что анизотропия Ce^{137m} , закристаллизованного изоморфно в решетку ЦМН, изменяется до наименьших, получаемых размагничиванием ЦМН, температур, которые по величине анизотропии были оценены в $1,9 \cdot 10^{-3}$ °К.

В то же время измерение N_1/N_2 по разности поглощений мёссбауэровских линий дает иные результаты. Так, измерения, проведенные в ИФП АН СССР²⁹ на микронной фольге из обогащенного изотопом Fe⁵⁷ железа, помещенной в камеру растворения He³ в He⁴, показали, что при неизменной форме мёссбауэровского спектра, начиная с $T \sim 0,015$ °К, разность поглощений с понижением температуры почти не увеличивается. Машина растворения работала в разовом режиме, а температура измерялась по восприимчивости ЦМН. На рис. 6, б представлена зависимость $1/T_m$, вычисленной на основе анизотропии поглощения в железе двумя уровнями мёссбауэровских γ -квантов, от обратной температуры $1/T_s$, определенной по магнитной восприимчивости сферы из спрессованных кристалликов ЦМН.

При $0,01$ ° для железа $\mu H/kT \approx 0,11$, т. е. наблюдается заметная намагниченность ядер, поэтому возможно, что такое явление вызывается появлением обмена между ядерными спинами различных доменов через спиновые волны. Однако этот вопрос требует более подробных исследований.

Резюмируя, можно сказать, что определение сверхнизкой температуры, близкой к термодинамической, при $T > 0,006$ °К в настоящий момент обеспечивается термометрами из ЦМН и ядерными термометрами. Для установления температурной шкалы ниже $0,006$ °К требуются дополнительные эксперименты.

Институт физических проблем
АН СССР

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. F. G. Brickwedde et al., J. NBS A64, 1 (1960).
2. T. R. Roberts, et al., Progr. Low. Temp. Phys. 4, 480 (1964).
3. М. П. Орлова, ЖФХ 45, 209 (1971); Metrologia 5, 35 (1969).
4. Д. Н. Астров, Канд. диссертация; Изв. тех., № 12, 33 (1970).
5. R. Rosenbaum, Rev. Sci. Inst. 41, 37 (1970).
6. T. Alesalo et al., Phys. Rev. Lett. 22, 1281 (1969).
7. Cryophys. Newslett., No. 10, November 1970.
8. В. П. Пешков, ЖЭТФ 16, 1000 (1946).
9. Н. Н. Михайлов, А. Я. Говор, ПТЭ, № 2, 180 (1962).
10. R. Verma et al., Phys. Lett. A27, 464 (1968); Cryophys. Newslett., No. 9, May 1970.

11. R. S. Blewer et al., Phys. Rev. **174**, 700 (1968).
12. W. C. Black et al., Rev. Sci. Instr. **35**, 587 (1964).
13. Н. Н. Михайлов, А. Я. Кагановский, ПТЭ, № 3, 194 (1961).
14. K. I. Neuringer, G. Sharira, Rev. Sci. Instr. **40**, 1314 (1969).
15. J. W. Dean, R. G. Richards, Adv. Cryogen. Eng. **13**, 505 (1968).
16. R. P. Hudson, R. S. Kaeser, Physics **3**, 95 (1967).
17. R. B. Frankel et al., Phys. Rev. **A140**, 1020 (1965); **143**, 334 (1966).
18. K. W. Mess et al., Physica **41**, 260 (1969).
19. J. M. Daniels, F. N. H. Robinson, Phil. Mag. **44**, 630 (1953).
20. N. Kurti et al., Nature **178**, 450 (1956).
21. R. E. Walstedt et al., Proc. Roy. Soc. **A284**, 499 (1965).
22. Ю. Д. Ануфриев, В. П. Пешков, ЖЭТФ **61**, 345 (1971).
23. J. Korringa, Physica **16**, 601 (1960).
24. P. M. Berglund et al., Proc. of the 12th Intern. Conference on Low Temperature Physics, Kyoto, Japan, 1970, p. 719.
25. R. A. Buhman et al., *ibid*, p. 831.
26. J. E. Zimmermann et al., J. Appl. Phys. **41**, 1572 (1970).
27. J. M. Goodkind, D. L. Stolfi, Rev. Sci. Instr. **41**, 799 (1970).
28. К. Н. Зиновьева, ЖЭТФ **60**, 2243 (1971).
29. А. Я. Паршин, В. П. Пешков и др., Письма ЖЭТФ **15**, 44 (1972).