

НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ  
ФІЗИКО-ТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ НИЗЬКИХ ТЕМПЕРАТУР  
ім. Б. І. Веркіна

БІРЧЕНКО Олександр Петрович

УДК 538.941

ОСОБЛИВОСТІ КІНЕТИКИ МЕТАСТАБІЛЬНИХ ФАЗ У СЛАБКОМУ  
ТВЕРДОМУ РОЗЧИНІ  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$

01.04.09 – фізика низьких температур

**Автореферат**  
дисертації на здобуття наукового ступеня  
кандидата фізико-математичних наук

Харків – 2016

Дисертацією є рукопис.

Робота виконана у Фізико-технічному інституті низьких температур ім. Б. І. Веркіна НАН України, м. Харків.

**Науковий керівник:** доктор фізико-математичних наук,  
старший науковий співробітник  
**Міхін Микола Петрович,**  
Фізико-технічний інститут низьких температур  
ім. Б. І. Веркіна НАН України,  
провідний науковий співробітник відділу  
квантових рідин та кристалів.

**Офіційні опоненти:** член-кореспондент НАН України,  
доктор фізико-математичних наук, професор  
**Тарапов Сергій Іванович,**  
Інститут радіофізики та електроніки  
ім. О.Я. Усикова НАН України,  
завідувач відділу радіоспектроскопії;

доктор фізико-математичних наук, професор  
**Немченко Костянтин Едуардович,**  
Харківський національний університет  
ім. В.Н. Каразіна МОН України,  
декан фізико-енергетичного факультету.

Захист відбудеться « 17 » травня 2016 року о 15<sup>00</sup> годині на засіданні спеціалізованої вченої ради Д 64.175.02 при Фізико-технічному інституті низьких температур ім. Б. І. Веркіна НАН України за адресою: 61103, м. Харків, пр. Науки, 47.

З дисертацією можна ознайомитися у бібліотеці Фізико-технічного інституту низьких температур ім. Б. І. Веркіна НАН України за адресою: 61103, м. Харків, пр. Науки, 47.

Автореферат розісланий « 14 » квітня 2016 року.

Вчений секретар  
спеціалізованої вченої ради Д 64.175.02,  
доктор фізико-математичних наук

 Богдан М.М.

## ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

**Актуальність теми.** Інтерес до кінетичних властивостей метастабільних конденсованих фаз гелію обумовлений тим, що твердий і рідкий гелій представляють квантові системи. В них у макроскопічних масштабах спостерігалися і детально досліджені такі квантові ефекти, як надплинність і масова квантова дифузія, що не мають аналогів в конденсованих речовинах. Разом з тим, твердий і рідкий гелій є простими і зручними модельними об'єктами для експериментального дослідження процесів, що супроводжують, фазові переходи.

В даний час кінетика ОЦК–ГЦП переходу в твердому гелії залишається мало вивченою. Відомо, що перехід з ГЦП в ОЦК фазу притаманний не тільки твердому гелію, а і деяким металам і молекулярним кристалом. Однак, в металах розуміння механізму ОЦК–ГЦП переходу значно ускладнюється через вплив колективізованих електронів провідності, а в молекулярних кристалах – наявністю лібрацій і широкого спектру ступенів свободи у складних молекул, тоді як у твердому гелії перераховані чинники відсутні, а властивості системи визначаються в основному фононами і вакансіями. Експериментальні дослідження особливостей кінетики ОЦК–ГЦП переходу в твердому <sup>4</sup>Не показали, що такий перехід може відбуватися шляхом переплавлення вихідної фази і супроводжується низкою аномалій в релаксації тиску і температури. У ряді експериментів були отримані дані, що свідчать про наявність неупорядкованих структур на границі ОЦК і ГЦП фаз. Однак, надійних даних щодо фазової приналежності зазначених структур отримано не було. Залишалися відкритими питання про умови прояву вищевказаних аномалій. Крім того, залишався недослідженим вплив малих домішок <sup>3</sup>Не як на кінетику ОЦК–ГЦП переходу, так і на вигляд фазової діаграми в цілому.

Інше актуальне коло питань пов'язано з початковими умовами ОЦК–ГЦП переходу, зокрема етапом утворення стійких зародків нової фази. Було показано, що в кристалах гелію можлива реалізація гомогенного зародкоутворення при низькотемпературному фазовому розшаруванні твердих розчинів <sup>3</sup>Не-<sup>4</sup>Не, де також спостерігається ОЦК–ГЦП перехід. У випадку чистого твердого <sup>4</sup>Не була виявлена можливість значного переохолодження ОЦК фази, що дозволило отримати дані про максимально досяжне переохолодження ОЦК фази і описати їх за допомогою формул теорії гомогенного зародкоутворення. Таким чином, фазова Р–Т діаграма твердого <sup>4</sup>Не була доповнена лінією максимально досяжних переохолоджень ОЦК фази. При цьому умови реалізації та ключові параметри гетерогенного зародкоутворення у твердому <sup>4</sup>Не не були визначені. Також залишалася недослідженою кінетика зародкоутворення при ОЦК–ГЦП переході в твердих розчинах гелію з малим відсотковим вмістом домішок атомів <sup>3</sup>Не.

Невдовзі після виявлення Е. Кімом і М. Чаном (2004) ефекту незалучення частини маси зразка в торсіонні коливання експериментальної комірки стало зрозуміло, що цей ефект не є наслідком передбаченої А.Ф. Андрєєвим і І.М. Ліфшицем (1969) «надплинності» твердого гелію. У цьому сенсі цікавими

видаються результати групи С. Балібара (2008), яка візуально виявила включення неупорядкованої, можливо рідкої, фази в кристалах чистого  $^4\text{He}$ . Тим не менш, рідинний характер вказаних об'єктів не був однозначно доведений. Згодом було показано, що ефект втрати інерційних властивостей посилюється в деформованих або швидко охолоджених зразках, тобто в кристалах з великою концентрацією дефектів, що знаходяться у нерівноважному стані. Дослідження термодинамічних властивостей швидко вирощених кристалів гелію методом прецизійного вимірювання тиску при наднизьких температурах, що були проведені у ФГІНТ ім. Б.І. Веркіна НАН України (В.А. Майданов та ін., 2007), показали значний вміст неупорядкованої фази в таких зразках, яка давала квадратичний внесок у залежність тиску від температури, характерний для склоподібної фази. Однозначне визначення фазової приналежності неупорядкованих включень, що можуть існувати в деформованих кристалах гелію є актуальним завданням, оскільки питання стосовно природи безладу в них лишається дискусійним. Додаток в зразки малої кількості  $^3\text{He}$  дозволяє реалізувати методики ЯМР вимірювань, які безальтернативно визначають фазовий склад зразка «*in situ*».

Наявність перерахованих вище невіршених питань робить важливим проведення систематичних експериментальних досліджень кінетичних властивостей метастабільних конденсованих фаз гелію при низьких температурах. Цим визначається тема даної дисертаційної роботи і її безсумнівна **актуальність**

#### **Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами.**

Робота виконана у відділі квантових рідин та кристалів Фізико-технічного інституту низьких температур ім. Б. І. Веркіна НАН України відповідно до відомчих тематик: «Нові ефекти у квантових рідинах та кристалах при низьких та наднизьких температурах» (номер державної реєстрації 0106U002557, термін виконання 2006 – 2010 рр.) та «Об'ємні та поверхневі наносистеми у квантових рідинах та кристалах» (номер державної реєстрації 0110U007894, термін виконання 2011 – 2015 рр.), а також у відповідності з робочими планами спільного наукового проекту НАН України та Російського фонду фундаментальних досліджень «Метастабільні стани простих конденсованих систем» (номер державної реєстрації 0112U003554, термін виконання 2012 – 2013 рр.). Робота також частково проводилася в межах проектів Українського науково-технологічного центру (УНТЦ) «Нейтральні та заряджені наноструктури в рідкому та твердому гелії» (№ 3718, 2008–2010 рр.), «Пошук та моделювання нових наносистем у конденсованому гелії» (№ 5211, 2010–2012 рр.).

**Мета і завдання дослідження.** Метою є експериментальне виявлення особливостей метастабільних фаз і встановлення їх кінетичних характеристик у слабкому твердому розчині  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$  при низьких температурах.

Для досягнення поставленої в роботі мети необхідно було вирішити наступні **задачі**:

– експериментально дослідити кінетику та особливості механізму фазового ОЦК-ГЦП переходу у твердому розчині 1%  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  та побудувати фазову

P–T діаграму даного розчину;

- визначити механізми зародкоутворення при ОЦК–ГЦП переході в кристалах гелію і провести їх кількісний опис у рамках сучасної теорії нуклеації;
- вивчити вплив дефектів та домішок  $^3\text{He}$  на кінетику зародкоутворення;
- розробити ЯМР методику для дослідження процесів дифузії та магнітної релаксації в багатокомпонентних системах – зразках твердого гелію, що містять включення метастабільних неупорядкованих фаз;
- вивчити умови утворення і властивості метастабільного неупорядкованого стану в кристалах гелію, а також вплив умов росту кристала і відпалу;
- дослідити дифузію і процеси магнітної релаксації в кристалах гелію при низьких температурах.

**Об'єкт дослідження:** кінетичні процеси при фазових перетвореннях у твердому гелії.

**Предмет дослідження:** механізми фазових перетворень і еволюції гетерофазних структур у твердих розчинах  $^3\text{He}$  –  $^4\text{He}$  і особливості кінетики фазового ОЦК–ГЦП переходу в чистому  $^4\text{He}$  і слабких твердих розчинах  $^3\text{He}$  –  $^4\text{He}$ .

**Методи дослідження.** Для дослідження фазових перетворень в твердому гелії були використані наступні методи: метод імпульсного ядерного магнітного резонансу (ЯМР), заснований на застосуванні послідовностей радіочастотних імпульсів до досліджуваної системи; метод прецизійного вимірювання тиску твердого гелію при постійному об'ємі, заснований на використанні ємнісних датчиків тиску Страті-Адамса; метод вирощування деформованих кристалів гелію шляхом їх швидкого охолодження в умовах постійного об'єму.

#### **Наукова новизна отриманих результатів.**

У ході виконання дисертаційної роботи отримано низку нових наукових результатів, що мають пріоритетний характер:

1. Вперше експериментально виявлено кінетичне явище – гістерезис на фазовій діаграмі твердого розчину  $^3\text{He}$  в кристалічній ґратці  $^4\text{He}$  та встановлено його зв'язок з деформацією цієї ґратки атомами  $^3\text{He}$  при ОЦК–ГЦП переході.
2. Встановлено, що в чистому  $^4\text{He}$  реалізуються як гомогенний, так і гетерогенний механізми зародкоутворення, а в слабкому твердому розчині  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$  домінує режим гетерогенного зародкоутворення. Вперше проведено кількісний опис механізмів зародкоутворення при ОЦК–ГЦП переході у твердому гелії. Одержано значення енергії активації для гомогенного і гетерогенного зародкоутворення та показано, що його частота чутлива до якості кристалів гелію.
3. Вперше виявлено, що загартовані ГЦП кристали слабого твердого розчину  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$  містять включення метастабільної та нерівноважної рідкої фази, які були ідентифіковані за значенням коефіцієнта дифузії і характерними часами магнітної релаксації. Показано, що відпалені ГЦП кристали гелію не містять в собі таких включень.
4. Вперше визначено часи спін-спінової і спін-ґраткової магнітної релаксації в рідких метастабільних включеннях у твердому розчині гелію. Показано, що

спін-спінова релаксація відбувається в них таким же чином, як в об'ємній рідині гелію, а час спін-граткової релаксації визначається швидкістю релаксації спінів безпосередньо на ГЦП матриці твердого гелію.

5. Вперше виявлено структурний перехід метастабільних рідких включень у твердий неупорядкований стан, що супроводжується суттєвим зменшенням швидкості спін-спінової релаксації та коефіцієнта дифузії.

**Практичне значення отриманих результатів.** Отримані в роботі результати носять фундаментальний характер і розширюють уявлення про природу нерівноважних метастабільних станів у таких системах, як квантові кристали гелію. Нові дані про умови формування і властивості неупорядкованих метастабільних включень у кристалах гелію можуть скласти фізичну основу для розробки методів і умов отримання такого роду структур в інших системах, зокрема у фізиці металів і напівпровідників. Вони дозволяють з'ясувати умови спостереження аналогічних ефектів у класичних кристалах і кріокристалах, а також у неупорядкованих склоподібних середовищах. Експериментально виявлені в роботі перехід метастабільних рідких включень у кристалах гелію в твердий некристалічний стан і ефект гістерезиса ОЦК–ГЦП перетворення є принципово новими науковими результатами для розуміння кінетичних процесів, що відбуваються у квантових кристалах. Розроблена ЯМР методика, яка дозволяє вимірювати дифузію і магнітну релаксацію в гетерофазних зразках гелію, може бути використана і в інших фізичних системах, де можливе співіснування рідких і твердих фаз. Запропоновані в роботі оригінальні рішення при створенні системи автоматизації, збору і обробки експериментальних даних можуть бути використані для вивчення кінетики фазових перетворень в різноманітних конденсованих системах при низьких і наднизьких температурах.

**Особистий внесок здобувача.** Всі результати, узагальнені в дисертаційній роботі, отримані в співавторстві за безпосередньої участі автора. Автор брав активну участь на всіх етапах наукового дослідження: у постановці завдання, налаштуванні низькотемпературного експериментального обладнання і проведенні експерименту, розробці та впровадженні системи автоматизації експерименту, обробці та інтерпретації отриманих результатів, формулюванні висновків і написанні статей. Автором самостійно створено експериментальні комірки для ЯМР досліджень твердого гелію. Здобувачем вперше експериментально виявлено кінетичне явище – гістерезис на фазовій діаграмі твердого розчину  $^3\text{He}$  в кристалічній гратці  $^4\text{He}$ . Дисертантом особисто встановлено, що в загартованих зразках твердого гелію можуть міститися метастабільні включення рідкої фази, які згодом переходять у твердий неупорядкований стан. Автором виявлено, що в чистому  $^4\text{He}$  реалізуються як гомогенний, так і гетерогенний механізми зародкоутворення, а у слабкому твердому розчині  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$  домінує режим гетерогенного зародкоутворення. Дисертантом самостійно виконано обробку й аналіз основних експериментальних даних і одержано значення енергії активації для гомогенного і гетерогенного зародкоутворення. Таким чином, особистий внесок автора є визначальним.



**Апробація результатів дисертації.** Основні результати роботи доповідались на таких національних та міжнародних наукових конференціях:

- Всеукраїнська наукова конференція молодих вчених «Фізика низьких температур», 20 – 23 травня, 2008, Харків, Україна;
- 7th International Conference on Cryocrystals and Quantum Crystals, July 31st -August 5th, 2008, Wroclaw, Poland;
- 25th International Conference on Low Temperature Physics, August 6–13, 2008, Amsterdam, The Netherlands;
- International Conference on Ultra Low Temperature Physics ULT 2008, August 13 – 17, 2008, London, UK;
- Всеукраїнська наукова конференція молодих вчених «Фізика низьких температур», 1 – 5 червня, 2009, Харків, Україна;
- 35 Совещание по физике низких температур (НТ-35), 29 сентября – 2 октября, 2009, Черногловка, Россия;
- International Symposium on Quantum Fluids and Solids QFS2009, August 5–11, 2009, Evanston, USA;
- 1st International Conference for Young Scientists «Low Temperature Physics», June 7–11, 2010, Kharkiv, Ukraine;
- International Symposium on Quantum Fluids and Solids QFS2010, August 1–7, 2010, Grenoble, France;
- 8th International Conference on Cryocrystals and Quantum Crystals, July 26–31, 2010, Chernogolovka, Russia;
- International Conference «Cryoconference 2010», September 9 – 15, 2010, Kosice, Slovakia;
- 2nd International Conference for Young Scientists «Low Temperature Physics», June 6–10, 2011, Kharkiv, Ukraine;
- 26th International Conference on Low Temperature Physics, August 10–17, 2011, Beijin, China;
- 3rd International Conference on Quantum Electrodynamics and Statistical Physics, QEDSP2011, August 29–September 02, 2011, Kharkov, Ukraine;
- International Conference on Ultra Low Temperature Physics ULT 2011, August 29 – September 2, 2011, Daejeon, Republic of Korea;
- 3rd International Conference for Young Scientists «Low Temperature Physics», May 14–18, 2012, Kharkiv, Ukraine;
- 9th International Conference on Cryocrystals and Quantum Crystals, September 2–8, 2012, Odessa, Ukraine;
- International Symposium on Quantum Fluids and Solids QFS2012, August 15–21, 2012, Lancaster, UK;
- 4th International Conference for Young Scientists «Low Temperature Physics», June 3–7, 2013, Kharkiv, Ukraine;
- International Symposium on Quantum Fluids and Solids QFS2013, August 1–6, 2013, Kunibiki Messe, Japan;

- Конференция с международным участием «VIII ВСЕРОССИЙСКИЙ СЕМИНАР ВУЗОВ ПО ТЕПЛОФИЗИКЕ И ЭНЕРГЕТИКЕ», 12–14 ноября, 2013, Екатеринбург, Россия;
- 5th International Conference for Young Scientists «Low Temperature Physics», June 2–6, 2014, Kharkiv, Ukraine.

**Публікації.** Результати дисертації опубліковано у 7 статтях у провідних фахових вітчизняних та зарубіжних наукових виданнях [1–7] та в 22 тезах доповідей наукових конференцій [8–22].

**Структура та обсяг дисертації.** Дисертаційна робота складається з вступу, п'яти розділів, висновків, списку використаних джерел. Повний обсяг дисертації становить 164 сторінки. Вона містить 70 рисунків, 1 таблицю та список використаних джерел з 133 найменувань на 14 сторінках.

## ОСНОВНИЙ ЗМІСТ ДИСЕРТАЦІЇ

У **вступі** викладено загальну характеристику роботи, сформульовано мету, основні завдання та прикладне значення проведених досліджень, названо об'єкти та методи досліджень. Крім цього, обґрунтовано актуальність обраної тематики, наукову новизну і практичне значення. Наведено дані про особистий внесок дисертанта, подані відомості про апробацію роботи та публікації. Описано структуру дисертаційної роботи.

**Перший розділ**, «Експериментальне дослідження фазових перетворень у твердому гелії (огляд)», що містить огляд літератури за темою дисертації, присвячено аналізу сучасного стану вивчення кінетичних та термодинамічних властивостей твердого гелію при низьких температурах. Наведено довідкову інформацію про фазові діаграми твердого гелію. В розділі аналізуються експериментальні роботи, присвячені дослідженню особливостей кінетики ОЦК–ГЦП перетворення, зокрема роботи, в яких були досліджені особливості кінетики зародкоутворення при ОЦК–ГЦП переході в гелії. Особлива увага була приділена аналізу експериментальних робіт, в яких спостерігалися ознаки наявності метастабільних неупорядкованих включень у кристалах гелію. У кінці розділу обґрунтовується вибір напрямку досліджень, формулюються висновки та завдання дисертаційної роботи.

У **другому розділі** «Методика та техніка експерименту» описані експериментальні методики по дослідженню кінетичних та термодинамічних властивостей твердого гелію при наднизьких температурах, а саме, методика прецизійного вимірювання тиску та метод імпульсного ЯМР. Для досліджень при низьких температурах використовувався автоматизований комплекс для фізичних досліджень квантових кристалів. Комплекс включає в себе рефрижератор випаровування  $^4\text{He}$ , який дозволяє проводити дослідження в інтервалі температур 1.3 – 2.0 К, ЯМР спектрометр та систему збору та обробки експериментальних даних. Описана система низькотемпературної термометрії та спеціально розроблена система автоматизації, яка дозволила вивчати як рівноважні, так і нерівноважні процеси, які відбувались у зразках.

У **третьому розділі** «Фазова діаграма твердого розчину 1%  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$ . Кінетика ОЦК–ГЦП переходу і зародкоутворення в слабкому твердому розчині



$^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$ » викладені результати систематичних експериментальних досліджень кінетики ОЦК–ГЦП переходу, процесів зародкоутворення ГЦП фази і гістерезисних ефектів в області суміші ОЦК і ГЦП фаз у твердому розчині 1%  $^3\text{He}$ – $^4\text{He}$ . Дослідження проводилися за допомогою методики прецизійного вимірювання тиску в добре відпалених зразках.

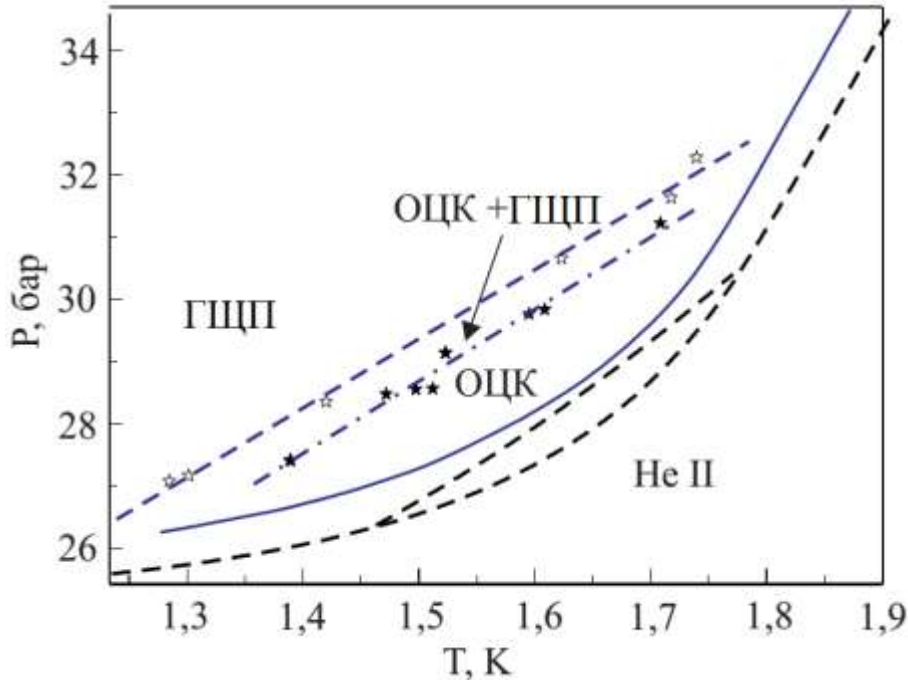


Рис. 1. Фазова  $P$ - $T$ -діаграма, отримана для зразків 1% розчину  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$  в області ОЦК-ГЦП переходу: суцільна лінія – крива плавлення; штрих-пунктирна і пунктирна лінії – лінійна апроксимація даних, відповідно, для початку і завершення ОЦК–ГЦП переходу; штрихові лінії – аналогічна діаграма для чистого  $^4\text{He}$  (наведена для порівняння).

Було побудовано фазову  $P$ - $T$  діаграму для твердого розчину 1%  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$  (рис. 1) в області співіснування ОЦК і ГЦП фаз та спостережено ефекти гістерезису ОЦК–ГЦП перетворення (рис. 2). На цій основі дана інтерпретація підсистеми домішок в розчинах  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  як джерела формування в матриці розчину специфічної полідоменної надструктури, що не спостерігається в чистих кристалах  $^3\text{He}$  і  $^4\text{He}$ .

Також було виявлено, що експериментальні дані з кінетики зміни тиску при ступінчастому охолодженні і нагріванні двофазного ОЦК / ГЦП зразка 1% розчину  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  можуть бути апроксимовані суперпозицією двох експоненційних функцій:

$$P(t) = P_0 \pm \Delta P \left[ \alpha \cdot \exp\left(-\frac{t}{\tau_1}\right) + (1-\alpha) \exp\left(-\frac{t}{\tau_2}\right) \right] \quad (1)$$

де  $P_0$  – кінцевий тиск;  $\Delta P$  – повна зміна тиску; знак (+) відповідає охолодженню системи; (-) – нагріванню;  $\alpha$  і  $(1-\alpha)$  – вагові множники, що відображають питомі вклади кожного експоненціального процесу;  $\tau_1$  і  $\tau_2$  – постійні часу релаксації тиску для обох процесів;  $t$  – час.

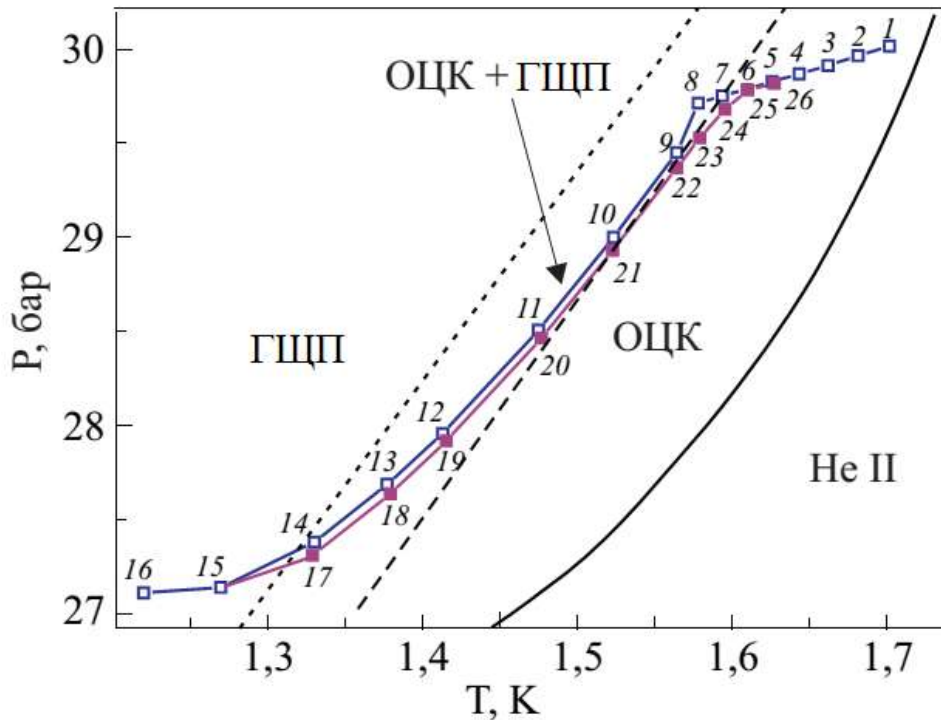


Рис. 2. Охолодження і нагрівання всередині ОЦК–ГЦП області. Нумерація точок відповідає послідовності температурних сходинок.

Дослідження ОЦК-ГЦП переходу в слабкому твердому розчині  ${}^3\text{He}$ - ${}^4\text{He}$  проводилося при різних постійних молярних об'ємах (20.86 – 21.09 см<sup>3</sup>/моль) досліджуваних зразків в інтервалі температур 1.3 – 1.8 К. Для цього здійснювали одночасне вимірювання тиску і температури досліджуваної системи.

Типовий хід експерименту показаний на рис. 2. Точки 1–16 відповідають східчастому охолодженню, точки 17–26 – східчастому нагріванню зразка. Кожна зазначена точка відповідає рівноважному стану системи, коли тиск і температура не змінюються в часі. Початковий стан зразка відповідає точці 1, де кристал знаходиться в ОЦК фазі. Потім до точки 8 кристал охолоджується в межах ОЦК області, після чого спостерігається різке падіння тиску (точка 9), що пов'язано з початком ОЦК–ГЦП переходу. Таким чином, в точці 8 ОЦК фаза є переохолодженою і знаходиться метастабільному стані. Подальше охолодження (точки 9–14) супроводжується фазовим ОЦК–ГЦП переходом, який завершується між точками 14 і 15 (точки 15 і 16 - чиста ГЦП фаза). Таким чином, в області між точками 9–14 співіснують ОЦК і ГЦП фази. Потім здійснюється нагрів досліджуваного кристала: точки 17–24 відповідають зворотньому ГЦП–ОЦК переходу, а точки 25 і 26 – чистій ОЦК фазі. Стосовно зворотнього фазового переходу з ГЦП в ОЦК фазу, зазначимо, що в розчині не спостерігається помітного перегріву ГЦП фази. Видно, що лінія нагріву, де відбувається фазовий перехід, лежить помітно нижче лінії охолодження, в той час як лінії нагріву і охолодження однофазних областей збігаються, тобто в однофазних областях гістерезис відсутній.

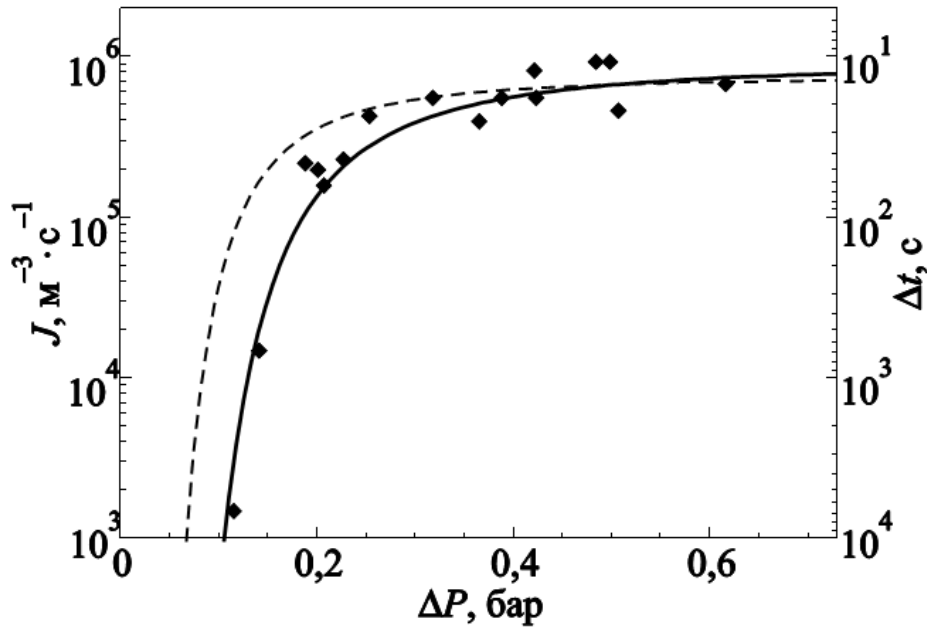


Рис. 3. Залежність питомої частоти зародкоутворення від надлишкового тиску при ОЦК–ГЦП переході в слабкому розчині  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  ( $V_m = 20.98 \text{ см}^3 / \text{ моль}$ ). Суцільна лінія – розрахунок за формулою (2), штрихова лінія – дані для переохолоджених відпалених зразків ОЦК фази чистого  $^4\text{He}$  при тому ж молярному об'ємі.

Проведена серія експериментів по дослідженню кінетики зародкоутворення при ОЦК–ГЦП переході у твердому гелії показала, що у випадку слабкого твердого розчину  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$  (1%  $^3\text{He}$ ) зменшується величина максимально досяжного переохолодження, оскільки домішки  $^3\text{He}$  є деформаційними центрами зародкоутворення. При цьому не вдається реалізувати режим гомогенного зародкоутворення, а режим гетерогенного зародкоутворення, як показано на рис. 3, можна апроксимувати функцією виду:

$$J(\Delta P) = a_3 \exp(-W_3/\Delta P^2), \quad (2)$$

де предекспоненціальний множник  $a_3 = 9 \cdot 10^5 \text{ м}^{-3} \text{ с}^{-1}$  і активаційний параметр  $W_3 = 7.6 \cdot 10^{-2} \text{ бар}^2$  є малі і порівняні по величині з аналогічними параметрами для чистого  $^4\text{He}$  при гетерогенному зародкоутворенні.

У **четвертому розділі** «Нерівноважні рідкі включення у твердому гелії» наведено результати експериментів з вивчення швидкості спін-граткової, спін-спінової релаксації, а також процесів дифузії у зразках твердого розчину  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$  з концентрацією 1%  $^3\text{He}$ , вирощених методом блокування капіляра.

Досліджувані ГЦП кристали відповідали тиску ( $35 \pm 0.2$ ) бар (молярний об'єм ( $20,2 \pm 0,1$ )  $\text{см}^3 / \text{ моль}$ ), тобто були вирощені з нормальної рідини вище верхньої потрійної точки ОЦК–ГЦП–He I. Кристали, вирощені таким чином, можна умовно поділити на два типи. Перший тип кристалів отримували шляхом швидкого (зі швидкістю  $\sim 2 - 8 \text{ мК/с}$ ) охолодження від кривої плавлення до  $T = 1.3 \text{ К}$  для створення в них великої кількості дефектів. Саме в таких зразках було виявлено макроскопічні нерівноважні рідкі включення, що були ідентифіковані як по характерному значенню коефіцієнта дифузії (рис. 4), так і за часами спін-

спінової (рис. 5) та спін-граткової (рис. 6) релаксації. Таким чином, досліджувані зразки представляли собою систему, що складалася з двох фаз: ГЦП матриці і метастабільних рідких включень, що в ній знаходились.

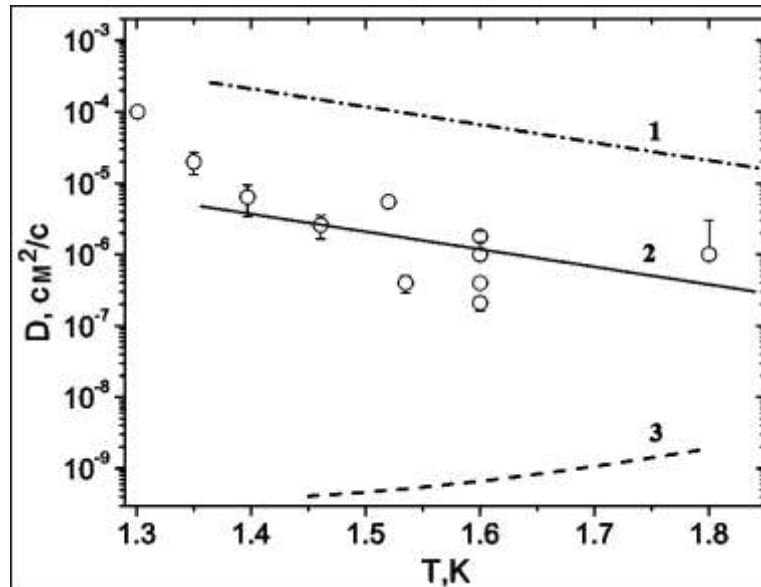


Рис. 4. Температурна залежність коефіцієнта дифузії  $D$  в метастабільних рідких включеннях ( $\circ$ ). Лінія 1 і лінія 3 нанесені для порівняння і відповідають значенням коефіцієнтів дифузії у масивній рідині при  $P = 25$  бар і відпаленому ГЦП зразку при  $P = 35$  бар. Лінія 2 – усереднення експериментальних даних для метастабільних рідких включень.

Існування рідких включень в ГЦП матриці при температурах 1.3–1.8 К надає змогу припустити, що тиск в них відповідає умовам кривої плавлення-кристалізації, оскільки виміряне значення коефіцієнту дифузії рідких включень не розходиться істотно з даними, отриманими для масивної рідини при  $P \sim 25$  бар і існуючими в літературі (R.L. Garwin, 1959) для  $P \sim 19$  бар, а самі включення можна вважати метастабільними (нерівноважними). Слід зазначити, що рідкі включення містилися у всіх досліджуваних ГПУ зразках, які охолоджувалися зі швидкостями понад 1 мк/с.

Зменшення величини  $D$  в метастабільних рідких включеннях з підвищенням температури (рис. 4) можна пояснити зменшенням їх розмірів з плином часу (явище просторово обмеженої дифузії). Про це свідчать і отримані дані про коефіцієнт дифузії в рідких включеннях, коли двофазна система витримувалася протягом 12 годин при температурі 1.5 К. При цьому, коефіцієнт дифузії в рідких включеннях зменшувався з плином часу, що є непрямим свідченням початку їх поступового затвердіння.

Другий тип кристалів отримували шляхом повільного (зі швидкістю менше 1 мк/с) охолодження від кривої плавлення до  $T = 1.3$  К. У таких кристалах не було виявлено жодних ознак наявності метастабільних рідких включень.

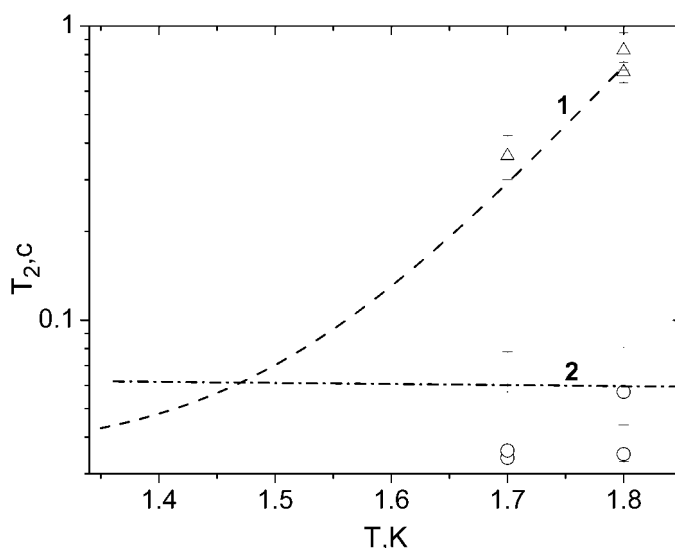


Рис. 5 Температурна залежність часу спін-спінової релаксації  $T_2$  в: ( $\circ$ ) – метастабільних рідких включеннях; ( $\Delta$ ) – ГЦП фази, за умов наявності метастабільних рідких включень. Лінія 1 – дані для однофазного ГЦП зразка при  $P \sim 35$  бар, лінія 2 – дані для масивної рідини при  $P \sim 25$  бар.

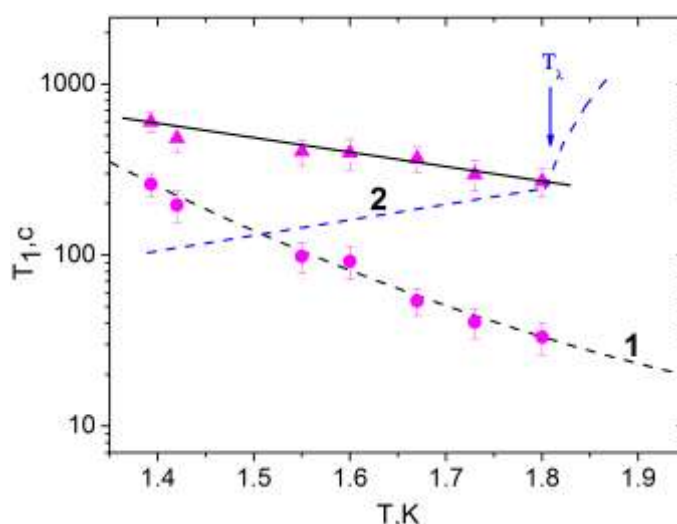


Рис. 6. Температурна залежність часу спін-граткової релаксації  $T_1$  у зразку, що представляє ГЦП матрицю із метастабільними рідкими включеннями.  $\bullet$  – ГЦП матриця,  $\blacktriangle$  – метастабільні рідкі включення. Суцільна лінія – усереднення експериментальних даних для метастабільних рідких включень. Штрихові лінії відповідають значенням  $T_1$ , отриманим у контрольних експериментах з однофазними системами: 1 - ГЦП кристал, 2 – об'ємна рідина.

У п'ятому розділі «Еволюція двофазної системи: ГЦП матриця і рідкі включення» представлені результати дослідження еволюції надплинних включень у твердий неупорядкований стан. Дослідження ядерної магнітної релаксації в надплинних включеннях, утворених у ГЦП матриці, дозволило виявити ще один ефект – спонтанну різку зміну часів релаксації під час ізотермічної витримки системи. Було спостережено різке зменшення часу спін-спінової релаксації  $T_2$  (майже на порядок) у метастабільних надплинних

включеннях (рис. 7), що вказувало на затвердіння рідких включень у некристалічний стан. Для порівняння на рис. 7 наведено також експериментальні дані для однофазних станів системи - масивної рідини і ГЦП фази, отримані в даній роботі в спеціальному експерименті. Також, розроблена в даній роботі методика виміру часу спін-граткової релаксації  $T_1$  в надплинних включеннях дала можливість з'ясувати, що і час спін-граткової релаксації виявляє аномалію при такому переході. Значення часів релаксації  $T_1$  у надплинних включеннях до і після переходу в новий стан при різних температурах показані на рис. 8 (відповідно криві 1 і 2). Для порівняння на рис. 8 представлені також одержані в роботі дані про час  $T_2$  в нерівноважних метастабільних включеннях до (лінія 3) та після (лінія 4) переходу.

Для надплинних включень, що знаходяться в ГЦП матриці, часи спін-спінової релаксації в інтервалі температур 1.4 – 1.6 К є дуже близькими для обох співіснуючих фаз. З цієї причини при  $T < 1,7$  К не були отримані надійні значення часу  $T_2$  для надплинних включень, і на рис. 8 показані два значення, знайдені з меншою достовірністю.

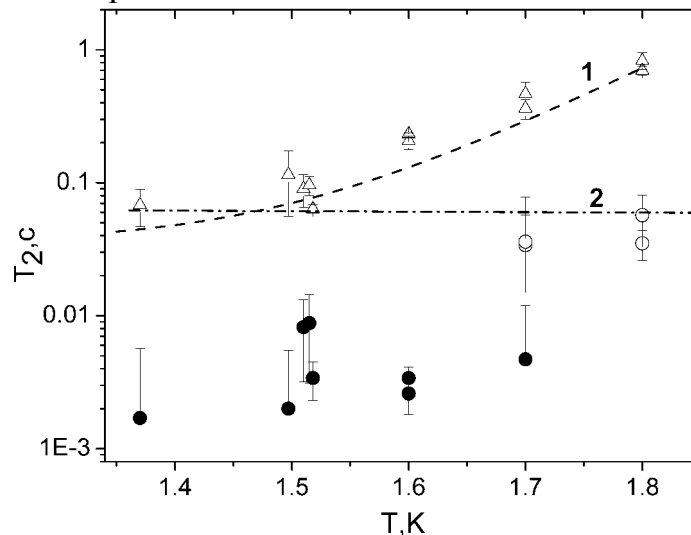


Рис. 7. Температурна залежність часу спін-спінової релаксації  $T_2$  в: (○) – метастабільних рідких включеннях; (●) – твердих неупорядкованих включеннях; (Δ) – ГЦП фази у присутності метастабільних рідких і неупорядкованих твердих включень. Штрихова лінія (1) – дані для ГЦП кристалу при  $P \sim 35$  бар, штрих-пунктирна лінія (2) – дані для масивної рідини при  $P \sim 25$  бар.

Що стосується ідентифікації нового стану включень у ГЦП матриці, то проведений аналіз величин часів  $T_1$  і  $T_2$  дозволив надійно встановити, що це метастабільний довгоіснуючий стан, який зникає після відпаду поблизу кривої плавлення протягом декількох годин. Відповідно до моделі, розробленої Н. Блюмбергом, Е.М. Парселлом та Р. Паундом (модель БПП, 1948), зменшення часу спін-спінової релаксації при переході рідких включень у новий стан означає зниження частоти спінових обмінів, що повинно призводити до зменшення коефіцієнта дифузії  $D$  та збільшення часу  $T_1$ , що й було спостережено в експерименті.



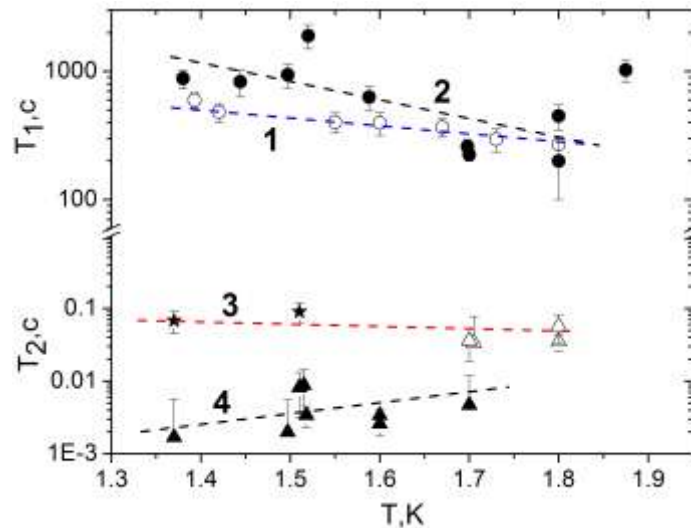


Рис. 8. Температурна залежність часів ядерної магнітної релаксації в двофазному зразку. Час спін-граткової релаксації: для рідких включень до (○) і після (●) переходу в твердий неупорядкований стан, відповідно. Час спін-спінової релаксації: для рідких включень до (△) і після (▲) переходу (нанесені для порівняння). Точки (★) були отримані з меншою достовірністю. Штрихові лінії 1–4 проведені по експериментальним точкам.

З огляду на те, що діапазон температур у проведених експериментах становив від 1.3 – 1.8 К, було розглянуто можливість утворення включень ОЦК фази, яка існує як раз у зазначеному діапазоні температур. Дійсно, аналіз результатів серії експериментів з вимірювання часу  $T_1$  показав, що затвердіння надплинних включень могло відбуватися також і шляхом утворення проміжної ОЦК фази, але лише в тому діапазоні температур, який відповідав її існуванню на рівноважній фазовій P–T діаграмі.

## ВИСНОВКИ

В дисертаційній роботі вирішено важливу задачу в області фізики низьких температур, а саме: експериментально виявлено особливості метастабільних фаз і встановлено їх кінетичні характеристики у слабкому твердому розчині  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$  при низьких температурах. Серед фізичних результатів, отриманих у ході виконання роботи, найбільш суттєвими є такі:

1. Вперше виявлено, що в загартованих ГЦП кристалах слабого твердого розчину  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$  утворюються рідкі метастабільні включення, які були ідентифіковані як за величиною коефіцієнта дифузії, так і за характерними для рідкого гелію значеннями часів магнітної релаксації.
2. Встановлено, що утворення метастабільних рідких включень в ГЦП кристалах залежить від швидкості охолодження при кристалізації. Вказані включення не спостерігаються в повільно вирощених кристалах, а в разі швидко охолоджених ГЦП кристалів зникають лише після ретельного відпалу.
3. Експериментально виявлено перехід рідких включень, що містяться в кристалічній матриці твердого гелію в новий стан. Проведений аналіз

- вимірних значень часів поздовжньої і поперечної ядерної магнітної релаксації і коефіцієнта дифузії в новому стані дозволив зробити висновок про затвердіння рідких включень у некристалічний стан.
4. Вперше досліджена кінетика фазового переходу ОЦК–ГЦП в слабкому твердому розчині  ${}^3\text{He}$  в  ${}^4\text{He}$ . Побудовано фазову  $P$ – $T$  діаграму для твердого розчину 1%  ${}^3\text{He}$  в  ${}^4\text{He}$  і встановлено межі області співіснування суміші ОЦК і ГЦП фаз. В межах вказаної області при охолодженні і нагріванні зразка виявлено кінетичний гістерезис, який пов'язаний з впливом домішок  ${}^3\text{He}$  на механізм перебудови кристалічної ґратки. Висунуто припущення про те, що домішки  ${}^3\text{He}$  можуть служити центрами дилатації кристалічної ґратки, на яких відбувається зародження нової фази при фазовому ОЦК–ГЦП переході.
  5. Експериментально досліджено кінетику зародкоутворення при ОЦК–ГЦП переході в чистому  ${}^4\text{He}$  і у слабкому твердому розчині  ${}^3\text{He}$  в  ${}^4\text{He}$ . Встановлено, що в чистому  ${}^4\text{He}$  реалізуються як гомогенний, так і гетерогенний механізми зародкоутворення, а в твердому розчині  ${}^3\text{He}$  в  ${}^4\text{He}$  домінує гетерогенне зародкоутворення. Вперше проведено кількісний опис механізмів зародкоутворення при ОЦК–ГЦП переході у твердому гелії та отримано значення енергії активації для гомогенного і гетерогенного зародкоутворення.
  6. Виявлено, що частота зародкоутворення сильно залежить від якості кристалів гелію. У щойно вирощених кристалах завжди спостерігався великий розкид значень частоти нуклеації  $J$  на залежності  $J(\Delta P)$ . Характер залежності змінювався в перших термоциклах при відпалі, а повна відтворюваність результатів досягалася лише після застосування спеціальної процедури відпалу кристалів.

## СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ РОБІТ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

1. Гистерезис ОЦК-ГПУ перехода в твердом растворе  ${}^3\text{He}$  в  ${}^4\text{He}$  / **А.П. Бирченко**, Е.О. Вехов, Н.П. Михин, К.А. Чишко. // ФНТ. — 2009. — Т. 35, № 12. — С. 1177 – 1186.
2. Fast Diffusion Process in Quenched hcp Dilute Solid  ${}^3\text{He}$  -  ${}^4\text{He}$  Mixture / Ye.O. Vekhov, **A.P. Birchenko**, N.P. Mikhin, E.Ya. Rudavskii. // J. Low Temp. Phys. — 2010. — V. 158, №3/4. — P. 496 – 501.
3. Effect of Crystal Growth Rate on Liquid-like Droplets Formation in the hcp Solid Helium / N. Mikhin, **A. Birchenko**, A. Neoneta, E. Rudavskii, Ye. Vekhov. // J. Phys.: LT26 Journal of Physics: Conference Series. — 2012. — V.400, Part 1. — P. 012049-1 – 012049-4.
4. NMR Study of Disordered Inclusions in the Quenched Solid Helium / **A.P. Birchenko**, Ye.O. Vekhov, N.P. Mikhin, E.Ya. Rudavskii. // J. Low Temp. Phys. — 2012. — V. 169, №3/4. — P. 208 – 217.
5. Кинетика зародышеобразования при структурном ОЦК-ГПУ переходе в твердом гелии / **А.П. Бирченко**, Е.О. Вехов, Н.П. Михин, Э.Я. Рудавский, В.Г. Байдаков. // ФНТ. — 2013. — Т. 39, № 6. — С. 627 – 634.

6. Спин-решеточная релаксация в сверхтекучих включениях, образованных в матрице твердого гелия / **А.П. Бирченко**, Е.О. Вехов, Н.П. Михин, Э.Я. Рудаковский. // ФНТ. — 2013. — Т. 39, № 9. — С. 1031 – 1040.
7. Vitrification of Liquid Inclusions in hcp  $^3\text{He}$  -  $^4\text{He}$  Crystal: the Role of an Intermediate bcc Phase / **A.P. Birchenko**, N.P. Mikhin, A.S. Neoneta, E.Ya. Rudavskii, V.G. Baidakov. // J. Low Temp. Phys. — 2014. — V. 175, №1/2. — P.154 – 159.
8. **Бирченко А.П.** Кинетика ОЦК-ГПУ перехода в 1% твёрдом растворе  $^3\text{He}$  -  $^4\text{He}$  / А.П. Бирченко, Е.О. Вехов. // Конференція молодих вчених „Фізика низьких температур”, травень 20–23 2008: тези доп. – Україна, Харків, 2008. – С. 81.
9. Effect of  $^3\text{He}$  impurities on the bcc-hcp phase transition kinetics in  $^4\text{He}$  crystals / **A.P. Birchenko**, Ye. Vekhov, N. Mikhin, E. Rudavskii. // 7th International Conference on Cryocrystals and Quantum Crystals, July 31st -August 5th 2008: book of abstracts. – Poland, Wroclaw, 2008. – P. 94.
10. Oscillations of Coherent bcc – hcp Boundary in  $^4\text{He}$  Quantum Crystal / Ye. Vekhov, N. Mikhin, **A. Birchenko**, E. Rudavskii. // 25th International Conference on Low Temperature Physics, August 6-13 2008: book of abstracts. – The Netherlands, Amsterdam, 2008. – P. 77.
11. Bcc-hcp phase coexisting range in dilute  $^3\text{He}$  -  $^4\text{He}$  solid mixture / Ye. Vekhov, N. Mikhin, **A. Birchenko**. // ULT 2008 frontiers of low temperature physics, August 13 – 17 2008: book of abstracts. – UK, London, Royal Holloway University, 2008. – P.45.
12. **Бирченко А.П.** Особенности кинетики ОЦК–ГПУ перехода в слабых твердых растворах  $^3\text{He}$  -  $^4\text{He}$  / А.П. Бирченко, Н.П. Михин, Е. О. Вехов. // Конференція молодих вчених „Фізика низьких температур”, червень 1 – 5 2009: тези доп. – Україна, Харків, 2009. – С.130.
13. Зародышеобразование при ОЦК-ГПУ переходе в твердом гелии / Н.П. Михин, **А.П. Бирченко**, Е.О. Вехов, Э.Я. Рудаковский. // 35-е совещание по физике низких температур (НТ-35), 29 сентября - 2 октября 2009: тезисы докл. – Россия, Черногоровка, 2009. – С. 60.
14. The Hysteresis of bcc-hcp Transition in Solid  $^3\text{He}$  -  $^4\text{He}$  Mixture / N. Mikhin, **A. Birchenko**, Ye. Vekhov, K. Chishko. // International Symposium on Quantum Fluids and Solids QFS2009, August 5-11 2009: book of abstracts. – USA, Illinois, 2009. – P. 32.
15. **Бирченко А.П.** Обнаружение жидкоподобных включений в быстро охлажденных ГПУ кристаллах твердого раствора 1%  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$  / А.П. Бирченко, Ye. Vekhov, N. Mikhin. // 1<sup>st</sup> International Conference for Young Scientists Low Temperature Physics, June 7-11 2010: book of abstracts. – Ukraine, Kharkiv, 2010. – P.112.
16. The effect of the crystal quality on hcp phase nucleation in bcc  $^4\text{He}$  overcooled / N.P. Mikhin., **A.P. Birchenko**, V.A Mайдanov, E.Ya. Rudavskii, Ye. O. Vekhov. // International Symposium on Quantum Fluids and Solids, QFS2010, August 1-7 2010: book of abstracts. – France, Grenoble, 2010. – P.131.

17. The Effect of  $^3\text{He}$  impurities on New Phase Nucleation Under BCC-HCP Phase transition in Helium Solid / N.P. Mikhin, **A.P. Birchenko**, Ye.O. Vekhov, E.Ya. Rudavskii. // 8th Conference on Cryocrystals and Quantum Crystals CC, July 26- 31 2010: book of abstracts. – Russia, Chernogolovka, 2010. – P.23.
18. **Birchenko A.P.** Nucleation of hcp phase in metastable bcc region of solid helium. The role of  $^3\text{He}$  impurities / O.P. Birchenko // Cryoconference 2010, September 9 – 15 2010: book of abstracts. – Slovakia, Kosice, 2010. – P.109.
19. **Birchenko A.P.** Spin-Spin relaxation time and diffusion coefficient in HCP dilute  $^3\text{He}$  -  $^4\text{He}$  mixture / O.P. Birchenko, N.P. Mikhin, Ye.O. Vekhov. // 2-nd International Conference for Young Scientists Low Temperature Physics, ILTPE2011, June 6-10 2011: book of abstracts. – Ukraine, Kharkiv, 2011. – P.110.
20. Effect of Crystal Growth on Liquid-like Droplets Formation in the hcp Solid Helium / N.P. Mikhin, **A.P. Birchenko**, A.S. Neoneta, E.Ya. Rudavskii, Ye.O. Vekhov. // The 26th International Conference on Low Temperature Physics (LT26), August 10-17 2011: book of abstracts. – China, Beijing, 2011. – P.12.
21. Nucleation under bcc-hcp transition in  $^4\text{He}$  / N. Mikhin, **A. Birchenko**, E. Rudavskii, Ye. Vekhov. // 3-rd International Conference on Quantum Electrodynamics and Statistical Physics, QEDSP2011, August 29- September 02 2011: book of abstracts. – Ukraine, Kharkov, 2011. – P.162.
22. Nucleation of new phase in metastable bcc region of solid helium: The effect of  $^3\text{He}$  impurities / **A. Birchenko**, N. Mikhin, E. Rudavskii, Ye. Vekhov. // Official Conference Book: ULT 2011 New frontiers of low temperature physics, August 29 – September 2 2011: book of abstracts. – Korea, Daejeon, KAIST, 2011. – PS2-25.
23. **Birchenko A.P.** Pressure relaxation in HCP 1%  $^3\text{He}$  -  $^4\text{He}$  crystals of the various quality / O.P. Birchenko, N.P. Mikhin. // 3-d International Conference for Young Scientists Low Temperature Physics, ILTPE2012, May 14-18 2012: book of abstracts. – Ukraine, Kharkiv, 2012. – P.126.
24. Pressure and magnetic relaxation in quenched HCP  $^3\text{He}$  -  $^4\text{He}$  crystal / N.P. Mikhin, **A.P. Birchenko**, E. Rudavskii, Ye.Vekhov. // 9-th International Conference on Cryocrystals and Quantum Crystals (CC2012), September 2-8 2012: book of abstracts. – Ukraine, Odessa, 2012. – P. 14 (poster I 4).
25. Spin-lattice relaxation in rapidly grown helium crystal with 1% impurity of  $^3\text{He}$  / N.P. Mikhin, **A.P. Birchenko**, E.Y. Rudavskii, Ye.O. Vekhov. // International Conference on Quantum Fluids and Solids 2012 (QFS2012), August 15-21 2012: book of abstracts. – UK, Lancaster, 2012. – P. 3.39.
26. **Birchenko A.P.** Disordered inclusions in hcp matrix  $^3\text{He}$  -  $^4\text{He}$ : nuclear spin-lattice relaxation / O. Birchenko, N. Mikhin. // 4-th International Conference for Young Scientists Low Temperature Physics, ILTPE2013, June 3-7 2013: book of abstracts. – Ukraine, Kharkiv, 2013. – P.79.
27. Vitrification of liquid inclusions in hcp  $^3\text{He}$  -  $^4\text{He}$  crystal: the role of an intermediate bcc phase / N.P. Mikhin, **A.P. Birchenko**, A.S. Neoneta, E.Y. Rudavskii, V.G. Baidakov. // International Symposium on Quantum Fluids and

Solids 2013 (QFS2013), August 1-6 2013: book of abstracts. – Japan, Kunibiki Messe, 2013. – PS3.3 – P.81.

28. Иницированное и гетерогенное зародышеобразование в жидкости и кристалле / В.Г. Байдаков, А.М. Каверин, Н.П. Михин, **А.П. Бирченко**, Э.Я. Рудаковский. // ТЕПЛОФИЗИКА И ЭНЕРГЕТИКА, конференция с международным участием «VIII Всероссийский семинар вузов по теплофизике и энергетике», ноябрь 12-14 2013: тезисы докл. – Россия, Екатеринбург, 2013. – С. 19.
29. **Birchenko A.P.** Formation of the metastable bcc structure in the hcp helium crystals with disordered inclusions / A.P. Birchenko, N.P. Mikhin. // 5-th International Conference for Young Scientists Low Temperature Physics, ILTPRE2014, June 2-6 2014: book of abstracts. –Ukraine, Kharkiv, 2014. – P.111.

### АНОТАЦІЯ

**Бірченко О.П. Особливості кінетики метастабільних фаз у слабкому твердому розчині  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$ . – Рукопис.**

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата фізико-математичних наук за фахом 01.04.09 – фізика низьких температур. – Фізико-технічний інститут низьких температур ім. Б.І. Веркіна НАН України, Харків, 2016.

Дисертаційна робота присвячена дослідженню кінетичних та термодинамічних властивостей твердого гелію при низьких температурах. З використанням ЯМР методики було вперше виявлено, що в швидко охолоджених зразках слабкого твердого розчину  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  формуються метастабільні нерівноважні рідкі включення, які згодом переходять у твердий неупорядкований стан. За допомогою методики прецизійного вимірювання тиску отримано дані про кінетику ОЦК-ГЦП перетворення у твердому розчині 1%  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  та побудовано його фазову діаграму. Вперше виявлено гістерезис фазової діаграми слабких твердих розчинів  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$ . Показано, що зазначений гістерезис є результатом впливу домішок  $^3\text{He}$  на характер ОЦК-ГЦП перетворення, він характерний лише для розчинів  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  і не спостерігається у випадку чистих кристалів гелію як  $^3\text{He}$ , так і  $^4\text{He}$ . Встановлено асиметрію ОЦК-ГЦП переходу в слабкому твердому розчині  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$ . Досліджено кінетику зародкоутворення при ОЦК-ГЦП переході в кристалах  $^4\text{He}$  та 1%  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  та проведено її кількісний опис у рамках сучасної теорії нуклеації. Одержано значення енергії активації для гомогенного і гетерогенного зародкоутворення.

**Ключові слова:** твердий гелій, кінетика, метастабільні фази, ЯМР, магнітна релаксація, зародкоутворення, ОЦК-ГЦП перехід, гістерезис, прецизійне вимірювання тиску, дифузія.

### АННОТАЦИЯ

**Бирченко А.П. Особенности кинетики метастабильных фаз в слабом твердом растворе  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$ . – Рукопись.**

Диссертация на соискание учёной степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.09 – физика низких температур. –

Физико-технический институт низких температур им. Б.И. Веркина НАН Украины, Харьков, 2016.

В диссертационной работе представлены результаты исследования кинетических и термодинамических свойств твердого гелия при низких температурах в условиях постоянного объема. В работе были впервые экспериментально обнаружены новые особенности кинетики метастабильных фаз гелия.

Методом прецизионной барометрии была изучена кинетика ОЦК–ГПУ перехода в твердом растворе 1%  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  вдали от кривой плавления и построена его фазовая диаграмма указанного раствора. Впервые обнаружен эффект гистерезиса при ОЦК–ГПУ переходе на фазовой диаграмме слабого твердого раствора 1%  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$ . Показано, что наблюдаемый эффект является результатом влияния примесей  $^3\text{He}$  на характер ОЦК–ГПУ перехода, они характерны только для твердых растворов  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  и не наблюдаются в случае чистых кристаллов гелия. На этой основе дана интерпретация подсистемы изотопических примесей  $^3\text{He}$  в твердых растворах  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  как источника формирования в кристаллической матрице раствора специфической полидоменной сверхструктуры, которая состоит из смеси ОЦК и ГПУ фаз и несвойственна для чистых кристаллов  $^3\text{He}$  и  $^4\text{He}$ . Также была показана асимметрия ОЦК–ГПУ перехода в твердом растворе  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$ , состоящая в легкости получения ОЦК фазы в метастабильном переохлажденном состоянии и в невозможности получения ГПУ фазы в неравновесном (метастабильном) перегретом состоянии при обратном ГПУ–ОЦК переходе. Предложена модель, основанная на анализе механизма ОЦК–ГПУ перехода в металлических сплавах, согласно которой ОЦК–ГПУ переход в слабых твердых растворах  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  происходит по мартенситному типу.

Проведенная серия экспериментов по исследованию кинетики зародышеобразования при ОЦК–ГПУ переходе в твердом  $^4\text{He}$  и растворе 1%  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  показала, что зависимость времени жизни переохлажденной ОЦК фазы от величины переохлаждения в область существования ГПУ фазы в случае отожженных кристаллов  $^4\text{He}$  имеет два характерных участка. При больших переохлаждениях доминирует гомогенный механизм нуклеации, а при малых пересыщениях полученные экспериментальные данные можно аппроксимировать в рамках гетерогенного зародышеобразования. При этом как активационные коэффициенты, так и предэкспоненциальные множители для гомогенного и гетерогенного случаев отличаются на несколько порядков величины. Было обнаружено, что в случае твердого раствора 1%  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  уменьшается величина максимально достижимого переохлаждения, поскольку примеси  $^3\text{He}$  являются деформационными центрами зародышеобразования. При этом в эксперименте не удавалось реализовать режим гомогенного зародышеобразования, а режим гетерогенного зародышеобразования можно было аппроксимировать одной экспоненциальной функцией. Было показано, что частота зародышеобразования очень чувствительна к качеству кристаллов гелия.



Проведенные ЯМР исследования закаленных ГПУ кристаллов твердого раствора 1%  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  в области температур 1.3–1.8 К показали наличие в таких кристаллах неравновесных (метастабильных) включений жидкой фазы, ненаблюдаемых в медленно выращенных кристаллах. Метастабильные жидкие включения были идентифицированы по характерным измеренным значениям коэффициента диффузии и временам спин-спиновой и спин-решеточной магнитной релаксации. Обнаружена и исследована дальнейшая эволюция таких включений в неупорядоченное твердое состояние, исчезающее лишь после тщательного отжига вблизи кривой плавления. Благодаря специально разработанной в данной работе методике измерения времен магнитной релаксации в многокомпонентных системах было показано, что в интервале температур 1.48–1.72 К переход метастабильных жидких включений в стеклоподобное состояние происходит через формирование промежуточной ОЦК фазы, наличие которой идентифицировалось по характерному значению времени спин-решеточной релаксации. Таким образом, в данной работе была исследована вся кинетика (полный жизненный цикл) неравновесных фаз, формирующихся в кристаллах гелия.

**Ключевые слова:** твердый гелий, кинетика, метастабильные фазы, ЯМР, магнитная релаксация, зародышеобразование, ОЦК-ГПУ переход, гистерезис, прецизионное измерение давления, диффузия.

### ABSTRACT

**Birchenko A.P. Features of kinetics of metastable phases in a weak solid solution  $^3\text{He}$  in  $^4\text{He}$ . – Manuscript.**

Thesis for candidate's degree in physics and mathematics by speciality 01.04.09 – Low temperature physics. – B.I. Verkin Institute for Low Temperature Physics and Engineering of NAS of Ukraine, Kharkov, 2016.

The thesis is devoted to the study of the kinetic and thermodynamic properties of the solid helium at low temperatures. By NMR technique it was first detected that the non-equilibrium metastable liquid inclusions formed in quenched samples of weak solid  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  solution, which transferred to the solid disordered state after some time. By precision pressure measurement technique it was obtained the data on the kinetics of bcc-hcp phase transition in solid solution 1%  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$ , and the phase diagram was built. For the first time it was discovered the hysteresis of the weak solid solutions  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  phase diagram. It was shown that the hysteresis is the result of the influence of  $^3\text{He}$  impurities on the nature of the bcc-hcp phase transition. It was characteristic only for  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  solutions and it was not observed in the case of the pure helium crystals as  $^3\text{He}$  so  $^4\text{He}$ . The asymmetry of bcc-hcp phase transition in weak solid  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  solution was found. It was investigated the nucleation kinetics of bcc-hcp phase transition in  $^4\text{He}$  crystals and 1%  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$ , which was quantitatively described in the frames of the modern nucleation theory. It was obtained the activation energy for homogeneous and heterogeneous nucleation.

**Key words:** solid helium, kinetics, metastable phases, NMR, magnetic relaxation, nucleation, BCC-HCP transition, hysteresis, precise pressure measurement, diffusion.

Підписано до друку 13.04.2016р.  
Формат 60 x 84 1/16. Папір офсетний.  
Друк на різнографі. Умовн. друк. арк. 0,9. Тираж 120 прим. Зам. № 20

Надруковано у копії-центрі «МОДЕЛІСТ»  
(ФО-П Миронов М.В., Свідоцтво ВО4№022953)

м. Харків, вул. Мистецтв, 3 літер Б-1  
Тел. 7-170-354

[www.modelist.in.ua](http://www.modelist.in.ua)