

TALLINNA TEHNIKAÜLIKOOL  
MATEMAATIKA-LOODUSTEADUSKOND  
FÜÜSIKAINSTITUUT

Taaniel Uleksin

**Teraherts-spektroskoopia tugevates magnetväljades  
millikelvintemperatuuridel**

Magistritöö  
Tehniline füüsika

Juhendajad:  
PhD Urmas Nagel, KBFI  
PhD Toomas Rõõm, KBFI

Tallinn  
2012

### Autorideklaratsioon

Deklareerin, et käesolev magistritöö on minu iseseisva töö tulemus.

Esitatud materjalide põhjal ei ole varem akadeemilist kraadi taotletud.

Kinnitan, et antud töö koostamisel olen kõikide teiste autorite seisukohtadele, probleemipüstitustele, kogutud arvandmetele jms viidanud.

Töö autor Taaniel Uleksin

Allkiri .....

Kuupäev .....

Töö vastab bakalaureusetööle esitatavatele nõuetele.

Juhendaja Urmas Nagel

Allkiri .....

Kuupäev .....

Juhendaja Toomas Rõõm

Allkiri .....

Kuupäev .....

# Sisukord

|                                                                                                                   |           |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Sissejuhatus</b>                                                                                               | <b>5</b>  |
| <b>1 Magnonite Bose-Einsteini kondensaat isolaatorites</b>                                                        | <b>7</b>  |
| 1.1 Magnonite Bose-Einsteini kondensatsioon . . . . .                                                             | 7         |
| 1.2 IPA-CuCl <sub>3</sub> . . . . .                                                                               | 8         |
| 1.3 IPA-Cu(Cl <sub>0,95</sub> Br <sub>0,05</sub> ) <sub>3</sub> . . . . .                                         | 8         |
| <b>2 milliK-TeslaFIR</b>                                                                                          | <b>10</b> |
| 2.1 Martin-Pupletti interferomeeter . . . . .                                                                     | 10        |
| 2.2 Interferomeeter SPS200 ja selle ühendus lahustuskrüostaadiga . . .                                            | 12        |
| 2.3 Tahke keha omadused madalatel temperatuuridel . . . . .                                                       | 12        |
| 2.4 Lahustuskrüostaat TLE200 . . . . .                                                                            | 15        |
| 2.5 Bolomeetriline kiirguse detekteerimine . . . . .                                                              | 18        |
| 2.6 0,3K <sup>3</sup> He krüostaat bolomeetri jahutamiseks . . . . .                                              | 21        |
| 2.7 Optiline objektikamber TLE200 krüostaadile . . . . .                                                          | 24        |
| 2.7.1 Valguse juhtimine objektikambrisse ning bolomeetrisse . . .                                                 | 24        |
| 2.7.2 Objektikambri ehitus . . . . .                                                                              | 26        |
| 2.8 Termomeetria . . . . .                                                                                        | 30        |
| 2.8.1 Kasutatavad termomeetrid . . . . .                                                                          | 30        |
| 2.8.2 Termomeetrite kalibreerimine . . . . .                                                                      | 31        |
| <b>3 Tulemused</b>                                                                                                | <b>34</b> |
| 3.1 IPA-Cu(Cl <sub>1-x</sub> Br <sub>x</sub> ) <sub>3</sub> eeluuringud temperatuuril $T > 3\text{K}$ ) . . . . . | 34        |
| 3.2 Lahustuskrüostaadi testimine THz spektromeetriga . . . . .                                                    | 37        |
| 3.2.1 Baastemperatuur . . . . .                                                                                   | 37        |
| 3.2.2 <sup>3</sup> He krüostaat ja bolomeeter . . . . .                                                           | 38        |
| 3.2.3 Mõõteobjekti valgustamine . . . . .                                                                         | 38        |
| 3.2.4 Objekti liigutamine . . . . .                                                                               | 40        |
| 3.2.5 Jahutamine magnetväljas . . . . .                                                                           | 41        |
| <b>Kokkuvõte</b>                                                                                                  | <b>43</b> |

|                   |           |
|-------------------|-----------|
| <b>Summary</b>    | <b>45</b> |
| <b>Kirjandus</b>  | <b>46</b> |
| <b>A TeslaFIR</b> | <b>50</b> |



# Sissejuhatus

Täisarvulise spinniga osakesed alluvad Bose-Einsteini statistikale ning madalal temperatuuril kondenseeruvad nad ühisesse kvantolekusse. Antud olekut nimetatakse Bose-Einsteini kondensaadiks (BEK). Näiteks on ülivoolav komponent vedelas  $^4\text{He}$ -s[1] ning Cooperi paarid ülijuhtivas olekus BEK[2]. Laser-jahutatud aatomid magnetlõksudes[3] ja magnonid (kvantiseeritud spinn-lained) magnetilistes süsteemides[4] moodustavad BEKi.

Magnonite BEK saab tekitada välise magnetvälja rakendamisel, mis muudab tripletse oleku ( $S = 1$ ) ühe alamnivoo ( $S_z = -1$ ) põhiolekuks singletse oleku ( $S = 0$ ) suhtes. Mida väiksem on vajalik magnetväli tripletse ja singletse energianivoo lõikumiseks, seda madalam on ka faasisiirde temperatuur BEK-olekusse. Eksperimentaalselt kättesaadavates magnetväljades, näiteks 12 T, on see temperatuur allpool 1 K. Üks võimalus magnonite Bose-Einsteini kondensaadi uurimiseks on teraherts spektroskoopia millikelvintemperatuuridel ning kõrgetes magnetväljades.

Selle töö eesmärk on, esiteks, laiendada teraherts spektroskoopia mõõtetemperatuur millikelvini (10 mK kuni 1 K) piirkonda kasutades Oxford Instruments lahususkrüostaati TLE200 ja teiseks uurida BEK-iga süsteeme IPA-CuCl<sub>3</sub> ja IPA-Cu(Cl<sub>1-x</sub>Br<sub>x</sub>)<sub>3</sub> spektromeetris TeslaFIR enne jahutamist millikelvintemperatuuridele.

Mitteelastne neutronhajumine on peamine tehnika, et uurida magnetilisi ergastusi ning on rakendatav ka millikelvintemperatuuridel. Terahertsspektroskoopiaga saab uurida samu ergastusi nagu neutronhajumisega, kuid ainult neid mille lainevektor  $\vec{k} = 0$ . Samas on terahertsspektroskoopia parem energialahutus ning sellega on võimalik uurida lokaalseid, suvaliselt paigutatud spinne mis teeb selle meetodi sarnaseks elektron spinn resonants (EPR) spektroskoopiaga. EPR spektroskoopiat on rakendatud magnetsüsteemide uurimiseks allpool 1 K. Paraku on madalaim saavutatud temperatuur piirdunud 200 mK[5, 6]. Samuti on tehtud Fourier spektromeeter, millega on võimalik mõõta materjali läbilaskvusspektreid millikelvintemperatuuridel magnetväljades, aga kõrgematel sagedustel kui teraherts piirkond[7]. Kirjanduses puuduvad andmed mõõtetehnikast, mis võimaldaks mõõta teraherts piirkonnas materjali läbilaskvust kõrgetes magnetväljades ning millikelvintemperatuuridel.

Töös uuritakse ainet IPA-Cu(Cl<sub>1-x</sub>Br<sub>x</sub>)<sub>3</sub>, täpsemalt kahte ühendit, kus  $x = 0$  ja 0,05. IPA-CuCl<sub>3</sub>-s tekib magnetväljas  $B_0 \approx 9,7$  T magnonite BEK.[8, 9]. IPA-

$\text{Cu}(\text{Cl}_{0,95}\text{Br}_{0,05})_3$  tekib teist tüüpi olek – Bose klaas, mis on põhjustatud ebakorrapäraselt asetatud  $\text{Br}^{-1}$  ioonidest[10]. Need ained saadi Prof. Andrey Zheludevi laboratooriumist ETH Zürich’is.

Esmasteks IPA- $\text{Cu}(\text{Cl}_{1-x}\text{Br}_x)_3$  mõõtmisteks kasutatakse Keemilise ja Bioloogilise Füüsika Instituudi Terahertsspektroskoopia labortooriumi mõõtmissüsteemi TeslaFIR, millega saab mõõta materjalide optilist läbilaskvust terahertspiirkonnas temperatuuridel  $T > 2\text{ K}$  ning magnetväljades kuni 12 T. Järgnevalt kohandatakse sama laboratooriumi lahustuskriostaat TLE200 sobivaks terahertsspektroskoopilisteks uuringuteks. Selleks konstrueeritakse mõõteaparatuur: objektikamber, kriostaat bolomeetri jahutamiseks, ühendus interferomeetriga SPS200 ning valgustorude süsteem, mis juhib valguse SPS200-st objektikambrisse ning sealt edasi bolomeetrisse.

Töö esimeses peatükis kirjeldatakse BEK lähemalt ning antakse ainete IPA- $\text{CuCl}_3$  ning IPA- $\text{Cu}(\text{Cl}_{0,95}\text{Br}_{0,05})_3$  lühiiseloostus ning ülevaade senistest mõõtmistest. Teises peatükis kirjeldatakse mõõtmissüsteemi milliK-TeslaFIR ehitust. Peatükis antakse ülevaade kasutatavast Sciencetech Inc. interferomeetrist SPS200 ja Oxford Instruments lahustuskriostaadist TLE200; kirjeldatakse uue objektikambri,  $^3\text{He}$  bolomeetri, valgusühenduste ja filtrite disaini ning kirjeldatakse kasutatavaid termomeetreid ja nende kalibreerimist. Kolmandas peatükis antakse ülevaade IPA- $\text{Cu}(\text{Cl}_{1-x}\text{Br}_x)_3$  mõõtmtest  $T > 3\text{ K}$  mõõtmisüsteemiga TeslaFIR ning analüüsitakse milliK-TeslaFIR süsteemi testimistulemusi.

# Peatükk 1

## Magnonite Bose-Einsteini kondensaat isolaatorites

### 1.1 Magnonite Bose-Einsteini kondensatsioon

Dirac'i võrrandist selgub, et elektronil on omamagnetmoment ehk spinn. Vastava tuletuse võib leida õpikutest ja käsiraamatutest (näiteks [11]). Osakese spinniga  $S = 1/2$  (nagu elektron) kvant-spinn-olekut saab kirjeldada kahekomponendilise vektoriga, mida nimetatakse spiinoriks. Spiinorid

$$\begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} = |\uparrow\rangle \text{ ja } \begin{pmatrix} 0 \\ 1 \end{pmatrix} = |\downarrow\rangle$$

moodustavad täieliku Hilberti ruumi. Defineerime spinn-operaatori kujul

$$\hat{S}^i = \hbar s \sigma_i,$$

kus elektroni puhul  $s = 1/2$  ning  $\sigma_i$  on Pauli spinn-maatriksid:

$$\sigma_x = \begin{pmatrix} 0 & 1 \\ 1 & 0 \end{pmatrix}, \quad \sigma_y = \begin{pmatrix} 0 & -i \\ i & 0 \end{pmatrix}, \quad \sigma_z = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & -1 \end{pmatrix}, \quad I = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 1 \end{pmatrix}.$$

Kui tegu on spinnsüsteemidega, kus spinnid asuvad mingites võre punktides, siis tuleb vaadelda hamiltoniaani kujul:

$$\hat{H} = \sum_{i,j} J_{ij} \hat{S}_i \cdot \hat{S}_j + g\mu_B B \sum_i \hat{S}_i^z,$$

kus esimene liige ehk Heisenbergi interaktsioon arvestab spinnide omavahelise orientatsiooniga. Kui  $J_{ij} > 0$ , siis eelistatakse antiparalleelseid spinne ning paralleelseid

kui  $J_{ij} < 0$ . Hamiltoniaani teine liige võtab arvesse välise magnetvälja  $B$  mõju,  $\mu_B$  on Bohri magneton ning  $g$  – osakeatele omane dimensionsioonitu magnetmoment.

Antiferromagnetikutes, kus lähedal asetsevad spinnide paarid  $S = 1/2$  moodustavad dimeere, millel on singletne põhiolek ( $S = 0$ ) ning tripletne ergastatud olek ( $S = 1$ ), on põhioleku ( $S = 0$ ) ja ergastatud oleku ( $S = 1$ ) vahel on spinn-pilu  $\Delta$ . Kui rakendada  $z$ -telje suunalist homogeenset magnetvälja  $B$ , siis tänu Zeemani liikmele spinn-hamiltoniaan, toimub spektrijoonte lõhenemine ning  $S_z = -1$  energiatase langeb lineaarselt magnetvälja suurenedes kuni see kõduneb põhiolekuga magnetväljas  $B_{c1} = \frac{\Delta}{g\mu_B}$ . Magnetväljades  $B > B_{c1}$  on põhiolek täidetud triplettidega ning tekibki magnonite Bose-Einsteini kondensatsioon.

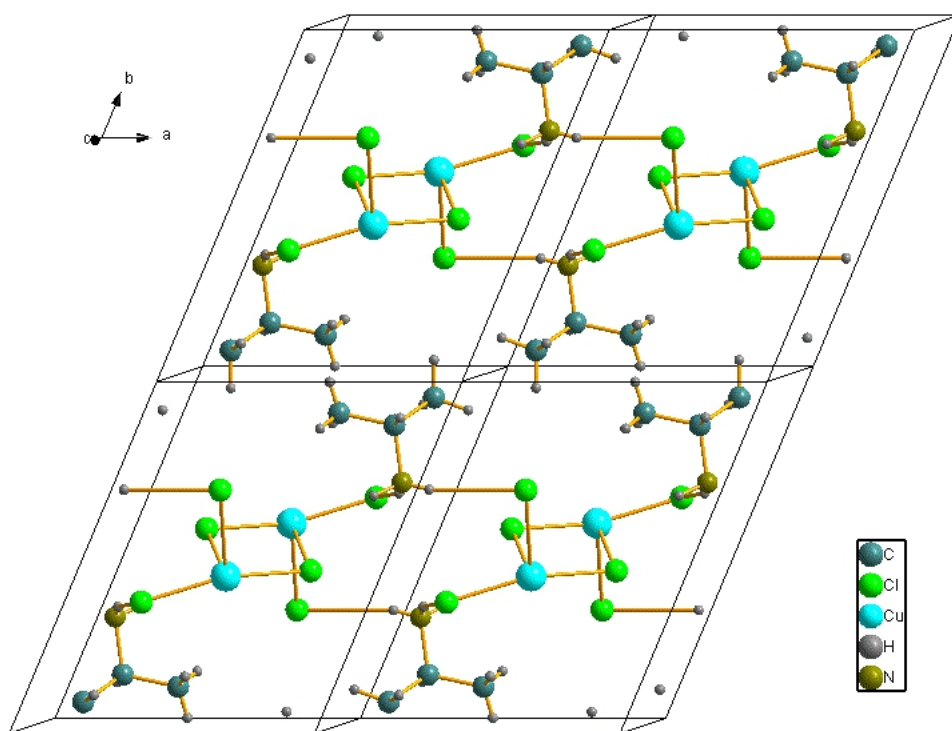
## 1.2 IPA-CuCl<sub>3</sub>

Parim kandidaat Bose-Einsteini kondensaadi vaatlemiseks on seni olnud TlCuCl<sub>3</sub>. Paraku näitavad hiljutised uuringud, et kõrge magnetvälja spekter on selles aines siiski piluga [12, 13]. Potentsiaalne aine, kus eksisteerib Bose-Einsteini kondensaat spinn-dimeeride süsteemis on (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CHNH<sub>3</sub>-Cu(Cl<sub>1-x</sub>Br<sub>x</sub>)<sub>3</sub> ehk IPA-Cu(Cl<sub>1-x</sub>Br<sub>x</sub>)<sub>3</sub>, kus mitte-elastne neutronhajumine on andnud tõendeid peaaegu täpsest Bose-Einsteini kondensaadi realiseerumisest [14, 8].

IPA-CuCl<sub>3</sub> on trikliinse struktuuriga ning kuulub ruumirühma  $P\bar{1}$ , kus  $a = 7,766$  Å,  $b = 9,705$  Å,  $c = 6,083$  Å,  $\alpha = 97,62^\circ$ ,  $\beta = 101,05^\circ$ ,  $\gamma = 67,28^\circ$  [15]. Aine magnetstruktuuri moodustavad on Cu<sup>2+</sup> ioonidest  $S = 1/2$  spinn redelid, mis on piki  $a$  telge ning peaaegu paralleelsed  $ac$ -tasandiga. Redeli astmetel korrastuvad spinnid ferromagnetiliselt (saades astmel spinni  $S = 1$ ), aga piki redelit antiferromagnetiliselt. IPA-CuCl<sub>3</sub> struktuur on kujutatud joonisel 1.1.

## 1.3 IPA-Cu(Cl<sub>0,95</sub>Br<sub>0,05</sub>)<sub>3</sub>

Bose klaas on aine olek, mis tekib omavahel interakteeruvate bosonite süsteemides, kus on teatud korrapäratus. Kui Bose-Einsteini kondensaadis eksisteeris faasikoherentsus üle kogu makroskoopilise objekti, siis ainetes, kus eksisteerib vastav korrapäratus, on eriline klaasiline olek, milles on ainult lokaalsed faasikorreleatsioonid. [16, 17] Korrapäratust võib sisse tuua keemilise asendusega, antud juhul asendatakse aines IPA-CuCl<sub>3</sub>-s osad Cl<sup>-1</sup> ioonid Br<sup>-1</sup> ionidega ja saadakse üldiselt IPA-Cu(Cl<sub>1-x</sub>Br<sub>x</sub>)<sub>3</sub>. [18]

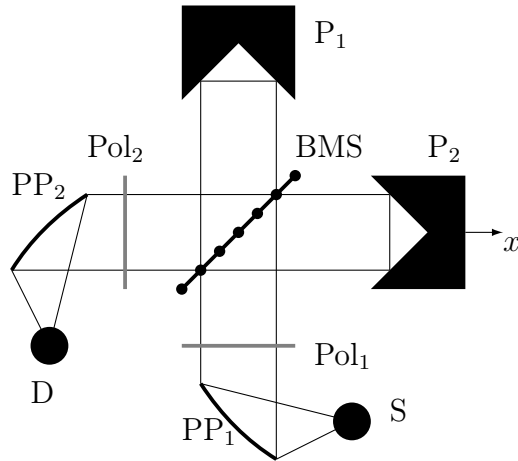


Joonis 1.1: IPA-CuCl<sub>3</sub> struktuur.

## Peatükk 2

# milliK-TeslaFIR

### 2.1 Martin-Pupletti interferomeeter



Joonis 2.1: Martin-Pupletti interferomeeter. S – kiirgusallikas, D – detektor, P<sub>1</sub> – paigalolev peegel, P<sub>2</sub> – liigutatav peegel, BMS – kiirtejagaja, Pol<sub>1</sub> ja Pol<sub>2</sub> – polarisaatorid, PP<sub>1</sub> ja PP<sub>2</sub> – paraboolsed peeglid.

Antud töös kasutati Martin-Pupletti interferomeetrit [19], mis on kujutatud joonisel 2.1. Martin-Pupletti interferomeeter on põhimõtteliselt polariseeriv Michelsoni interferomeeter, kus kasutatakse peeglitenä 90° kraadise nurgaga katuspeegleid ning polariseerivat kiirtejagajat. Esmalt peegeldub kiirgusallika S poolt kiiratud kiirgus teljeväliselt paraboolpeeglilt <sup>1</sup> PP<sub>1</sub>, mis teeb kiired paralleelseks, järgmisena

<sup>1</sup>Interferomeetris võib kiirte koondamiseks kasutada ka läätsi, aga siis tuleb arvestada kromaatilise aberratsiooniga ning läbilaskvuse kadudega.

läbivad kiired polarisaatori  $\text{Pol}_1$ , mis polariseerib kiirguse  $45^\circ$  suhtes polarisaatori BMS (kiirte jagaja) polarisatsioonitasandiga (ühikvektori  $\vec{p}$  suunas), siis jõuavad kiired peegliteni  $P_1$  ja  $P_2$  kujul

$$\vec{E}_1 = \frac{a}{\sqrt{2}} \vec{n} \cos \omega t;$$

$$\vec{E}_2 = \frac{a}{\sqrt{2}} \vec{t} \cos \omega t,$$

kus  $\vec{E}_1$  on polarisaatorit BMS läbinud ning  $\vec{E}_2$  polarisaatorilt BMS peegeldunud valguse elektrivälja tugevused,  $\vec{n} \perp \vec{t}$ . Katuspeeglitel muutub valguse polarisatsioon  $90^\circ$  võrra ning polarisaatorini BMS jõuavad kiired pärast peegeldumist kujul

$$\vec{E}'_1 = \frac{a}{\sqrt{2}} \vec{t} \cos(\omega t + \Delta_1);$$

$$\vec{E}'_2 = \frac{a}{\sqrt{2}} \vec{n} \cos(\omega t + \Delta_2),$$

kus  $\Delta_1$  ja  $\Delta_2$  on kahe erineva kiire faasinihked. Nüüd kiir, mis enne peegeldus polarisaatorilt läbib seda ning kiir mis enne läbis polarisaatorit peegeldub sellelt. Peale polarisaatorit kiired interfereeruvad ning polarisaatori  $\text{Pol}_2$  suunas liigub valgus elektriväljatugevusega:

$$\vec{E}' = \frac{a}{\sqrt{2}} \vec{n} \cos(\omega t + \Delta_1) + \frac{a}{\sqrt{2}} \vec{t} \cos(\omega t + \Delta_2).$$

Antud valgus on elliptiliselt polariseeritud. Pärast polariseerijat  $\text{Pol}_2$  saame

$$\begin{aligned} |\vec{E}_0| &= \vec{E}' \cdot \vec{p} = \frac{a}{2} (\cos(\omega t + \Delta_1) + \cos(\omega t + \Delta_2)) \\ &= a \cos(\omega t + \bar{\Delta}) \cos \frac{\Delta}{2} \end{aligned},$$

kus  $\bar{\Delta} = \frac{\Delta_1 + \Delta_2}{2}$  ning  $\Delta = \Delta_1 - \Delta_2 = \frac{2\pi}{\lambda} x$ , kus  $x$  on kahe kiire käiguvahe. Interferomeetrist väljuv intensiivsus on seega

$$I_p = \left\langle |\vec{E}_0|^2 \right\rangle = \frac{a^2}{2} \cos^2 \frac{\Delta}{2} = \frac{a^2}{4} (1 + \cos \Delta).$$

Kui polarisaatori  $\text{Pol}_2$  optilise telje suunaline ühikvektor  $\vec{p}'$  on esimese polarisaatori  $\text{Pol}_1$  omaga risti

$$\vec{p} \cdot \vec{p}' = 0,$$

siis saame intensiivsuseks

$$I_t = \frac{a^2}{4} (1 - \cos \Delta) = \frac{a^2}{4} \left(1 - \cos \frac{2\pi}{\lambda} x\right).$$

Nüüd tehes saadud intensiivsusele üle kõikide käiguvahede Fourier' pöörde, saamegi soovitud võimsusspektri.[20] Polarisaator  $\text{Pol}_2$  on vajalik selleks, et saada läbinud valguse käiguvahede erinevusest sõltuvat amplituudimodulatsiooni.

Martin-Pupletti interferomeetris kasutatakse traatvõre-polarisaatoreid ja kiirte-jagajat, mis on sobilikud just kaugel-infrapunase ja terahertsi spektraalpiirkonna jaoks. Traatvõrede peegeldus- ja läbilaskvuskoeffitsiendid on ligilähedased ühele (100%), vastavate polarisatsioonitasandite jaoks nullsagedusest kuni umbes  $\frac{1}{2d}$ , kus  $d$  on traatide vahekaugus.

## 2.2 Interferomeeter SPS200 ja selle ühendus lahustuskrüostaadiga

Interferomeetrina kasutati Sciencetech Inc. Martin-Pupletti interferomeetrit SPS200. Valgusallikana on kasutatud elavhõbedalampi, mille elavõbedaaaurude ja kvartskesta musta keha kiirgusest saamegi vajaliku terahertskiirguse.[21] Valgusallika ette on paigutatud mustast polüetüleenist madalpääsfilter. Koondavate peeglitenä kasutatavad teljevälised paraboolpeeglid on kullatud, et vähendada kadusid madalasageduslikus spektriipiirkonnas joonis 2.3.

Polarisaatoriteks on fotolitograafiliselt aluminiseeritud polüetüleenitreflalaadist (mylari) kilele valmistatud alumiiniumist traatvõre on  $0,4\mu\text{m}$  paks,  $2\mu\text{m}$  lai ning traatidevahelise kaugusega  $4\mu\text{m}$ . Mylari kile paksus on  $12\mu\text{m}$ .

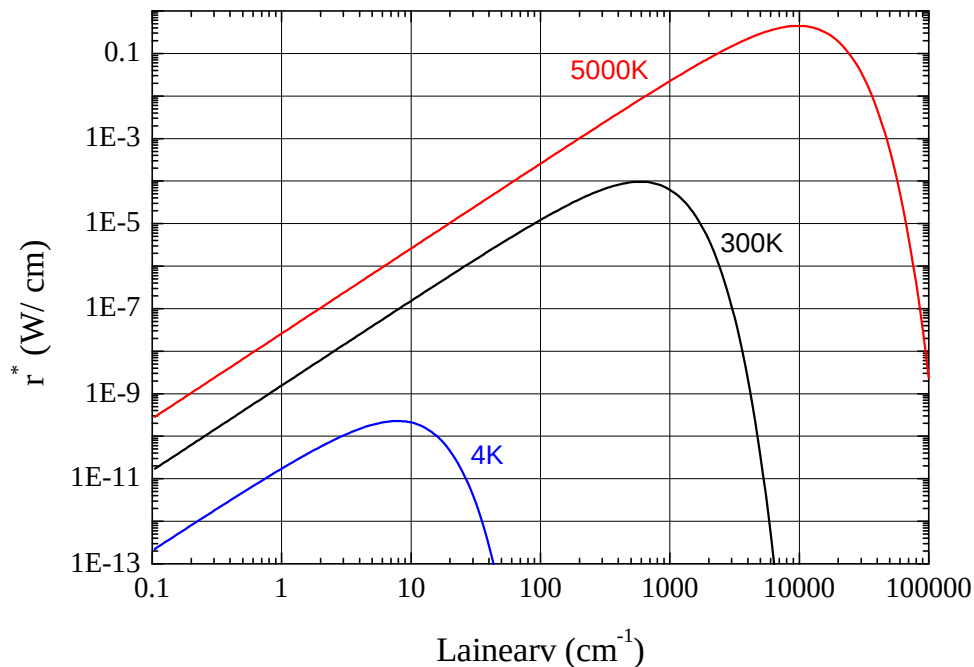
Interferomeetri SPS200 optiliseks ühendamiseks lahustuskrüostaadiga konstrueeriti valgustorude süsteem, mis juhib interferomeetrist väljunud valguse lahustuskrüostaati (joonis 2.4). Süsteem koosneb roostevabast torust, mis ühelt poolt kinnitub krüostaadile flantsiga ning teiselt poolt  $45^\circ$  peegeldajale KF40 flantsiga.  $45^\circ$  peegeldajale on kinnitatud kruvidega KF40 flants (interferomeetri poolne), kuhu on omaette flantsi ja epoksüüdvaigu abil kinnitatud polüpropüleen-aken, ning KF25 flants (krüostaadi poolne). KF40 flantsid ühendati elektriliselt isoleeriva klambriga.

## 2.3 Tahke keha omadused madalatel temperatuuridel

Enne kui kirjeldame erinevate madalatemperatuursete seadmete ehituse, toome ära peamised tahke keha omadused, millega tuleb arvestada madalatemperatuursete süsteemide konstrueerimisel. Rohkem võib antud omaduste kohta lugeda käsiraamatutest [22, 23].

Üks tähtsamaid omadusi on soojusjuhtivus, mis määrab ära materjalide valiku ning ka teatud jahutussüsteemi komponentide ehituse. Vaatleme Fourier' seadust,





Joonis 2.2: Musta keha kiirgused erinevatel temperatuuridel. Elavhõbedalambi elavõbedaurude ja kvartskesta musta keha kiirgusest (5000K) saadaksegi soovitud terahertsikiirgus.

mille kohaselt soojusvoog  $\dot{Q}$  läbi pinna pindalaga  $A$  avaldub kujul

$$\dot{q} = \frac{\dot{Q}}{A} = -k\nabla T,$$

kus  $T$  on temperatuur (sõltuvana asukohast),  $k$  – soojusjuhtivus. Soojusjuhtivuseks annab teooria

$$k = \frac{1}{3} \frac{C}{V_m} v \lambda$$

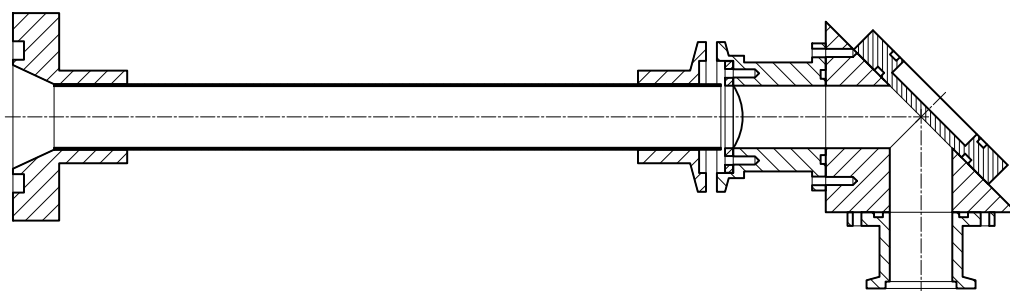
$C$  – erisoojusmahtuvus,  $V_m$  – molaarruumala,  $v$  – soojust juhtivate osakeste kiirus,  $\lambda$  – osakeste vaba tee pikkus. Tahketes kehaes on soojust juhtivateks osadeks foononid ja elektronid.

Foononite puhul saame madalatemperatuurises lähenduses kasutada Debye teooriat[24]

$$k_{ph} = \frac{1}{3} \frac{C_{ph}}{V_m} v_s \lambda_{ph} \propto T^3 \lambda_{ph}(T),$$



Joonis 2.3: Interferomeeter SPS200. Pildilt on näha valgusallika silindriline ekraan, must polüetüleen-filter, kullatud peeglid, polarisaatorid, kiirtejagaja ning liigutatav peegel.



Joonis 2.4: Interferomeetri SPS200 ning lahustuskrüostaadi ühendussüsteem.

kus foononite kiirus on vahemikus  $v_s = (3 \div 5) \cdot 10^5 \frac{\text{cm}}{\text{s}}$ . Kui  $T \rightarrow 0$ , siis foononite vaba tee pikkus  $\lambda_{ph}$  ei sõltu enam temperatuurist ning saame

$$k_{ph} \propto C_{ph} \propto T^3.$$

Elektronide puhul on soojusjuhtivus avaldatav kujul:

$$k_e = \frac{1}{3} \frac{C_e}{V_m} v_F \lambda_e \propto T \lambda_e(T),$$

kuna soojust juhivad juhtivuselektronid, siis võime võtta kiiruseks  $v_F$  Fermi kiiruse, mis jääb vahemikku  $v_F = 10^7 \div 10^8 \frac{\text{cm}}{\text{s}}$ . Analoogselt foononitega kui  $T \rightarrow 0$ , siis vaba tee pikkus  $\lambda_e$  ei sõltu enam temperatuurist ning

$$k_{ph} \propto T.$$

Kuna elektronide Fermi kiirus on suurem foononite omast, siis madalatel temperatuuridel juhivad soojust peamiselt elektronid. Erijuhuna tuleb vaadata ülijuhete, kus elektronid moodustavad madalatel temperatuuridel Cooperi paare, mis ei osale soojusjuhtivuses, seega on ülijuhid halvad soojusjuhid madalatel temperatuuridel.

Kahe materjali piirpinnal, mis on soojuslikus kontaktis, kus  $\dot{Q}$  on võimsus läbi kahe pinna ning  $A$  on kokkupuutepinna pindala, tekib temperatuurilangus

$$\Delta T = \frac{R_C}{A} \dot{Q},$$

kus  $R_C$  on materjalide termilise kontakti takistus. Millikelvintemperatuuridel võib  $R_C$  olla väga suur. Vedela heeliumi ja tahke keha vahelises takistuses domineerib Kapitza takistus, mis on tingitud helikiiruste erinevusest heeliumis ja tahkises.

## 2.4 Lahustuskrüostaat TLE200

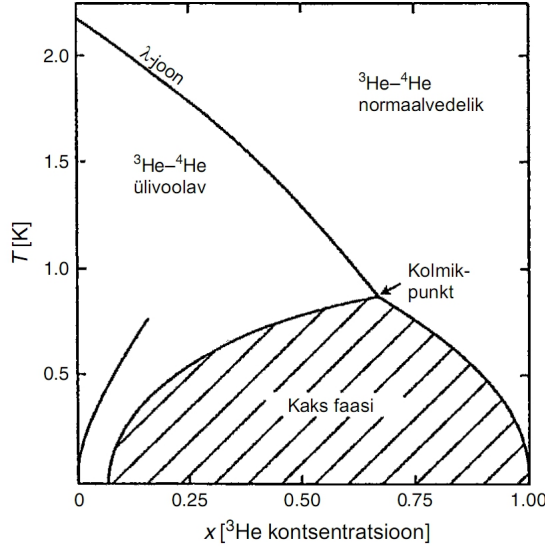
Lahustuskrüostaadiks nimetatakse jahutusmasinat, kus jahutamiseks kasutatakse vedelat  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  segu. Antud jahutusmeetod pakuti välja H. London, G.R. Clarke ning E. Mendoza poolt 1962 aastal [25]. Esimene prototüüp ehitati Leideni Ülikoolis aastal 1964 [23].

Vaatleme  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  segu, kus konsentratsioonid on antud järgmiselt

$$x = x_3 = \frac{n_3}{n_3 + n_4} \quad \text{ja} \quad x_4 = \frac{n_4}{n_3 + n_4},$$

kus  $n_3$  ja  $n_4$  on vastavalt  $^3\text{He}$  ja  $^4\text{He}$  moolide või aatomite arvud.

Kui kahe heeliumi isotoobi segu jahutada alla kriitilise temperatuuri  $T = 0,867\text{K}$ , siis eralduvad kaks faasi. Kergemas "kontsentreeritud faasis" on rohkelt  $^3\text{He}$ -e ning



Joonis 2.5:  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  segu faasidiagramm. [23]

raskemas "lahustusfaasis" on rohkem  $^4\text{He}$ .  $^3\text{He}$  kontsentratsioon mõlemas faasis on sõltuv temperatuurist nagu on näha joonisel 2.5. Kuna  $^3\text{He}$  entalpia kahes faasis on erinev, siis on võimalik jahutada "aurustades"  $^3\text{He}$ -e kontsentreeritud faasist lahustusfaasi. See protsess jätkab töötamist isegi kõige madalamatel temperatuuridel, sest tasakaaluline kontsentratsioon on ikka lõplik, isegi kui temperatuur läheneb absoluutsele nullile.

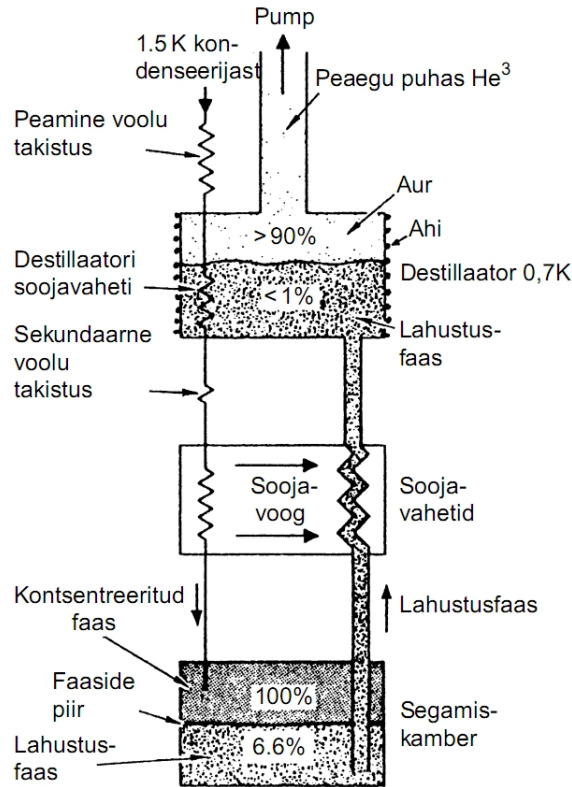
Jahutusvõimsus sellisel protsessil avaldub järgmiselt:

$$\dot{Q} = \dot{n}_3 (H_d(T) - H_c(T)) ,$$

kus  $\dot{n}_3$  on  $^3\text{He}$  moolide arv ajaühikus, mis lähevad kontsentreeritud faasist lahustusfaasi,  $H_d$  – lahustunud faasi molaarne entalpia,  $H_c$  – kontsentreeritud faasi molaarne entalpia.

Kui  $^4\text{He}$  temperatuur on alla 0,5K, siis võib öelda, et see on kvantmehaanilises põhiseisundis. Sellel on nullspinn ning see on ülivoolav (Bose-Einsteini kondensaadi näide).  $^3\text{He}$  aatomitel aga on spinn 1/2 ning lahustusfaasis nende käitumist võib kirjeldada kui ideaalset Fermi-Dirac'i gaasi.  $^3\text{He}$  aatomid liiguvad läbi  $^4\text{He}$  (mis on nii soojuslikult kui ka hüdrodünaamiliselt inertne) nagu nad oleksid vaakumis. Lahustuskrüostaadis moodustub see gaas lahustuskambris, faaside piiril, ning antud jahutust kasutatakse objekti jahutamiseks. Materjalide määramiseks kinnitatakse tavaliselt objektirakk lahustuskambrile kinnitatud külma sõrme külge, veendudes, et see on tehtud hea termilise kontaktiga.

Pidevalt ringlevas süsteemis, tuleb  $^3\text{He}$  pumbata lahustunud faasist kontsentreeritud faasi, hoides süsteemi dünaamilises tasakaalus. Joonisel 2.6 on näidatud lahustuskrüostaadi põhimõtteline skeem.  $^3\text{He}$  pumbatakse vedeliku pinnalt ära destillaatoris, mida hoitakse temperatuuril 0,6K kuni 0,7K. Sellel temperatuuril on  $^3\text{He}$  aururõhk umbes 1000 korda suurem kui  $^4\text{He}$  aururõhk, seega  $^3\text{He}$  aurustub eelistatult.



Joonis 2.6: Lahustuskrüostaadi põhimõtteline skeem. [22]

Destillaatoris on  $^3\text{He}$  konsentratsioon lahustunud faasis madalam kui lahustuskambris ja sellest tulenevalt tekib osmootne rõhkude erinevus, mis tekitab  $^3\text{He}$  voolu lahustuskambrist destillaatorisse.  $^3\text{He}$ , mis pumbatakse ära lahustumiskambrist, kasutatakse sinna mineva kontsentreeritud  $^3\text{He}$  jahutamiseks soojavahetite abil. Piirkonnas, kus  $T > 50\text{mK}$ , kasutatakse Linde tüüpi spiraalset vastuoolu soojavahetit. Madalamatel temperatuuridel on suurimaks probleemiks termiline kontakttakistus (Kapitsa takistus) vedela He ja teiste materjalide vahel, mis avaldub kujul

$$R_K = \frac{a}{A} T^{-3} \left[ \frac{\text{K}}{\text{W}} \right], \quad (2.1)$$

kus  $a$  on materjalist sõltuv suurus,  $A$  on kontaktala pindala. Kuna  $a$  on väiksem  ${}^3\text{He}$ - ${}^4\text{He}$  segu jaoks ( $a_d \approx 0,02 \frac{\text{m}^2\text{K}^4}{\text{W}}$ ) kui  ${}^3\text{He}$  jaoks ( $a_c \approx 0,05 \frac{\text{m}^2\text{K}^4}{\text{W}}$ ) ning temperatuur on lahustumiskambris madalam, peab He ja materjali kontaktpind olema nii suur kui võimalik. Selle jaoks kasutatakse astmelisi soojavaheteid paagutatud hõbe-pulbriga.

${}^3\text{He}$  pumpamiseks destillaatorist ning selle kompressimiseks rõhule suurusjärgus  $10^2\text{mbar}$  kasutatakse toatemperatuurset pumpamissüsteemi. Kuna jahutusvõimsus on proportsionaalne  ${}^3\text{He}$  voolamiskiirusega, siis tuleb kasutada üsna võimsat pumpa ning suure läbimõõduga pumpamisliine madala rõhu piirkondade jaoks.

Pumpamistsükklis läbib filtrid ning külmalõksud, mis on vedela lämmastiku temperatuuril ( $77\text{K}$ ), et eemaldada ebapuhtused ning pumpatakse tagasi krüostaati, kus seda jahutatakse heeliumivannis ning kondenseeritakse  $1\text{K}$  potis ( $1,5\text{K}$  kondenseerija). Selleks, et hoida gaasi kondenseerimiseks piisavalt kõrgel rõhul kasutatakse  $1\text{K}$  läheduses voolutakistusena kapillaare.

Töös kasutati Oxford Instruments lahustuskryostaati TLE200, mille jahutusvõimsus on  $\dot{Q}(T = 100\text{mK}) = 200\mu\text{W}$ . Pumpadena kasutatakse 9B3 difusioon-pumpa ( $1800\text{ l/s}$ ), mida toetab veel Leybold'i ( $40\text{m}^3/\text{h}$ ) rootorpump. Antud lahustuskryostaadi sisemise vaakumkambri foto on toodud joonisel 2.7.

## 2.5 Bolomeetriline kiirguse detekteerimine

Bolomeeter on seade, millega mõõdetakse soojenemist kiirguse toimel. Bolomeetri põhimõtteline skeem on toodud joonisel 2.8. Ideaalne bolomeeter koosneb kiirgusneelajast (joonisel tähistatud musta ribana), mis on lähedases kontaktis termomeetriga, milleks on tavaliselt temperatuuritundlik takistus, mida läbib voolutugevus  $I$ . Soojus, mis on tekitatud kiirguse neeldumisest, põhjustab takistuse muutumise, mis muudab pingelangu. Termiline ühendus reservuaariga, mis on temperatuuril  $T_0$ , toimub läbi soojaühenduse soojajuhtivusega  $G$ .

Bolomeetri temperatuur tasakaaluolekus sõltub reservuaari temperatuurist  $T_0$  ning bolomeetris neelduva kiirguse võimsusest. Null-võimsusel on bolomeetri temperatuur  $T_0$  (joonis 2.9 a)). Kui bolomeetrile rakendada voolu, siis tõuseb bolomeetri temperatuur

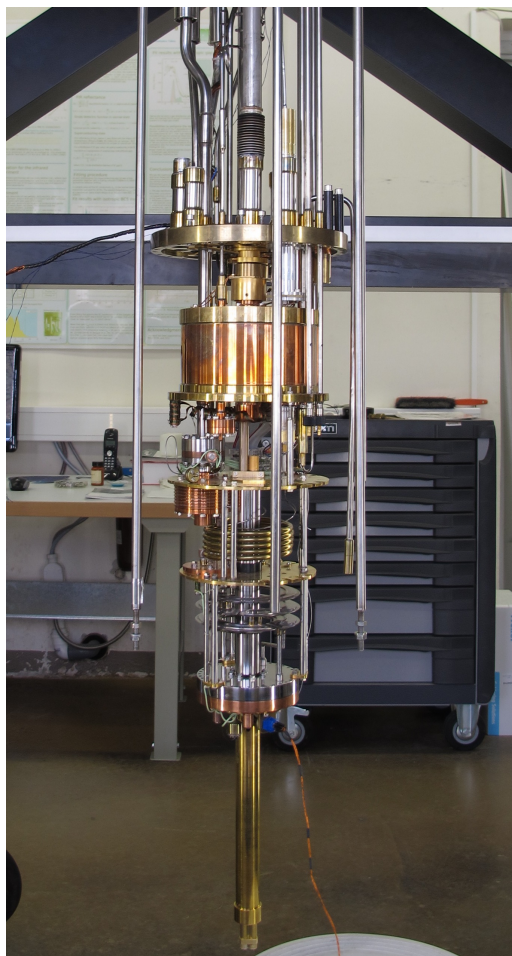
$$\Delta T = \frac{I^2 R}{G}$$

võrra, kus  $R$  on bolomeetri takistus (joonis 2.9 b)). Taustakiirguse mõjul tõuseb bolomeetri temperatuur veelgi

$$\Delta T' = \frac{P_r}{G}$$

võrra, kus  $P_r$  on taustakiirguse võimsus (joonis 2.9 c)). Kogu võimsus ilma signaalita avaldub järgmiselt:

$$P_T = IR^2 + P_r = G(T - T_0). \quad (2.2)$$



Joonis 2.7: Lahustuskriostaadi sisemine vaakumkamber.

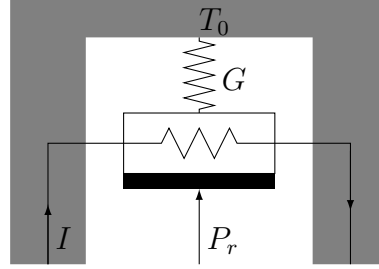
Vältimaks liigset bolomeetri temperatuuri tõusu (millega kaoks madala-temperatuurse bolomeetri eelis) ning sellest tulenevalt tundlikkuse kadu, peab olema taustkiirgusest tulenev temperatuuri tõus  $\Delta T$  väike võrreldes  $T_0$ -ga:

$$G \gg \frac{P_r}{G}.$$

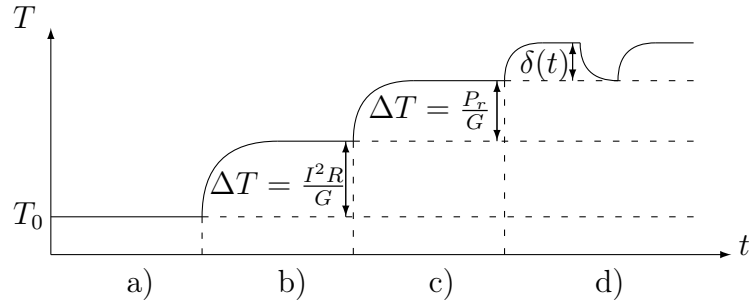
Optilise energia neeldumine põhjustab veel väikseid ajast sõltuvaid temperatuurimuutusi  $\delta(t)$  (joonis 2.9 d)). Need temperatuurimuutused põhjustavad bolomeetri temperatuuritundliku takistuse muutuse ning läbi mille toimub pinge muutus, mis on proportsionaalne saadud signaaliga.

Bolomeetrilisel detekteerimisel tuleb ette kolme tüüpi müra:

1. Kiirgusmüra



Joonis 2.8: Bolomeetri põhimõtteline skeem.  $I$  – bolomeetrit läbiv voolutugevus,  $P_r$  – kiirgusest tulenev võimsus; bolomeeter on ühendatud termilise reservuaariga, mis on temperatuuril  $T_0$  ning ühendus on soojusjuhtivusega  $G$ .



Joonis 2.9: Bolomeetri temperatuur erinevatel soojuskoormustel.

Kiirgusvõimsuse, mis neeldub detektoris vaateväljas olevatelt pindadelt saame, kui integreerime Planck'i funktsiooni üle spektraalvahemiku, mis määratakse külmade (mittekiirgavate) filtritega, läbi mille kiirgus jõuab detektorisse kujul:

$$P_r = K_1 \epsilon_r \epsilon_d \tau_{op} A_d \Omega_r T_r^4 \int_{x_1}^{x_2} \frac{x^3}{e^x - 1} dx, \quad (2.3)$$

kus  $K_1 = 2,779 \cdot 10^{-13}$ ,  $x = \frac{14,388}{\lambda T_r}$  ( $\lambda$  on lainepikkus mikromeetrites),  $T_r$  tausta temperatuur,  $\epsilon_r$  ja  $\epsilon_d$  – tausta ja detektori kiirgused,  $\tau_{op}$  – optiline läbilaskvus,  $A_d \Omega_r$  – geomeetriline tegur. Mürale vastav võimsus (*noise equivalent power*) antud kiirgusvõimsuse fluktuatsioonidest on

$$(NEP)_r = K_0 \sqrt{\epsilon_r \epsilon_d \tau_{op} A_d \Omega_r T_r^5 \int_{x_1}^{x_2} \frac{x^3 e^x}{(e^x - 1)^2} dx} \left[ \frac{\text{W}}{\sqrt{\text{Hz}}}, \right] \quad (2.4)$$

kus  $K_0 = 2,77 \cdot 10^{-18}$ . Rayleigh-Jeansi piirkonnas ( $x < 1$ ), saame

$$(NEP)_{rR-J} \approx 5,25 \cdot 10^{-12} \sqrt{PT_r}. \quad (2.5)$$



## 2. Temperatuurimüra

Kuna bolomeeter on termiliselt ühendatud ümbruskonnaga, siis tekivad ka temperatuurifluktatsioonid ruutkeskmise väärtusega  $\sqrt{kT^2/C_p}$ , kus  $C_p$  on bolomeetri soojusmahtuvus konstantsel rõhul. Antud fluktatsioonid tekitavad müra võimsusega

$$(NEP)_T = \sqrt{4kT^2G_d} \approx 7,43 \cdot 10^{-12}TG_d^{1/2}, \quad (2.6)$$

kus  $G_d$  on "dünaamiline" termiline juhtivus:

$$G_d = \frac{dP_T}{dT}.$$

$$(NEP)_T \approx \sqrt{4kT^2G_d} \approx 7,43 \cdot 10^{-12}TG_d^{1/2}, \quad (2.7)$$

## 3. Johnsoni müra

Johnsoni müra pinge

$$V_J = \sqrt{4kTR}$$

toob järjekordse panuse mürasse:

$$(NEP)_J \approx \frac{\sqrt{4kTR(1 + \omega^2\tau_e^2)}}{S(0)}, \quad (2.8)$$

kus  $R$  on bolomeetri takistus,  $\tau_e$  – efektiivne vastuvõtu ajakonstant ning  $S(0)$  – bolomeetri vastuvõtlikkus nullsagedusel.

Töös kasutati 0,3K bolomeetrit, mille parameetrid on toodud tabelis 2.1.

|                                 |                       |
|---------------------------------|-----------------------|
| $G$ [ $\frac{\mu W}{K}$ ]       | 0,061                 |
| $R$ [ $M\Omega$ ]               | 140,2                 |
| $S$ [ $\frac{V}{W}$ ]           | $4,02 \cdot 10^7$     |
| $NEP$ [ $\frac{W}{\sqrt{Hz}}$ ] | $7,87 \cdot 10^{-16}$ |

Tabel 2.1: 0,3K bolomeetri parameetrid

## 2.6 0,3K $^3\text{He}$ krüostaat bolomeetri jahutamiseks

Bolomeetri jahutamiseks konstrueeriti eraldi kinnise tsükliga  $^3\text{He}$  krüostaat.  $^3\text{He}$  krüostaat koosneb kolmest peamisest osast:  $^3\text{He}$  reservuaar, adsorber,  $^3\text{He}$  pott. Antud  $^3\text{He}$  krüostaat töötab põhimõttel, et adsorberpumbaga pumbatakse vedel  $^3\text{He}$

piisavalt madalale rõhule, et saavutada temperatuur 0,3K. Kui hoida suurt pindala piisavalt madalal temperatuuril, siis see pind adsorbeerib heeliumi gaasi. Adsorbentideks sobivad materjalid, millel on suur pindala väikese massi kohta (vähemalt mitu  $\text{m}^2/\text{g}$ ), näiteks aktiivsüsi, mida kasutati ka antud krüostaadis.

Konstrueeritud krüostaat on kujutatud joonisel 2.10. Adsorberi kest on tehtud roostevabast terasest torust ning kahest põhjast, mis on sinna keevitatud. Adsorberi sees on valgevasest võre, mis on rulli keeratud ning mis hoiab aktiivsütti adsorberis paigal ega lase sellel  $^3\text{He}$  potti kukkuda. Adsorber on ühendatud  $^3\text{He}$  potiga 8mm läbimõõduga toru abil, mis on mõlemasse otsa keevitatud. Adsorberi ja  $^3\text{He}$  poti toru on termiliselt ühendatud 1K potiga kahe vasktraadi abil.  $^3\text{He}$  poti ülemine osa ja seinad on tehtud roostevabast terasest, põhi on tehtud aga vasest, kuna vase soojusjuhtivus on suurem kui roostevabal terasel.  $^3\text{He}$  krüostaadi soovitud jahutusvõimsus on  $\dot{Q} = 100\mu\text{W}$ . Arvestades Kapitza takistust vase ja  $^3\text{He}$  vahel:  $R_K = 0,01 \frac{\text{K}^4\text{m}^2}{\text{W}}$  ning temperatuuri  $T = 0,3\text{K}$  ning temperatuurilangust  $\Delta T = 20\text{mK}$ , saame arvutada, kui suur vase pindala peab olema  $^3\text{He}$  potis, et soovitud jahutusvõimsus saada. Saame pindalaks

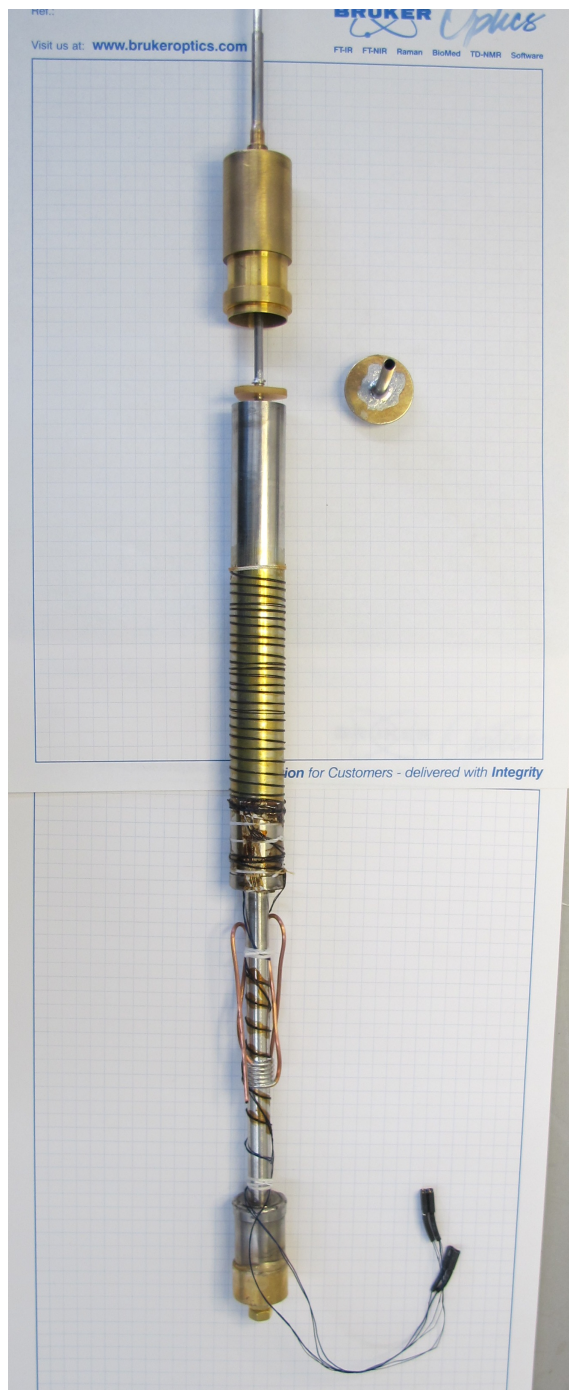
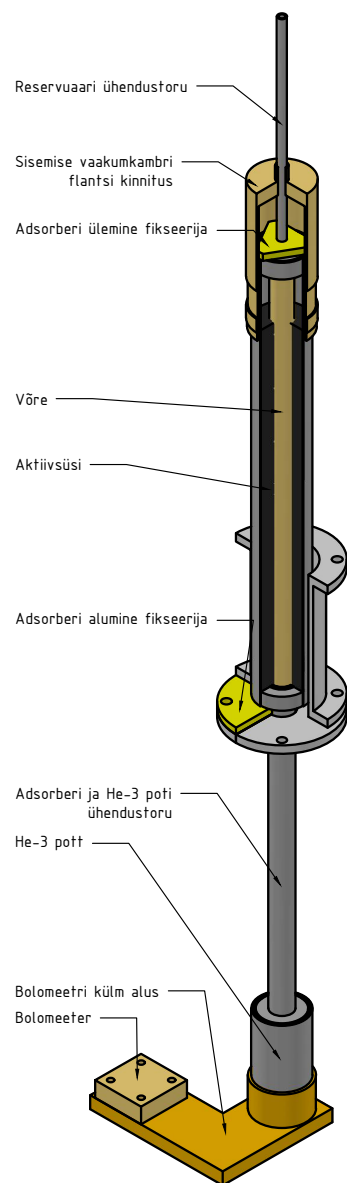
$$A = \frac{R_K \cdot \dot{Q}}{\Delta T \cdot T^3} = 18,5\text{cm}^2.$$

Sellest tulenevalt on kinnitatud  $^3\text{He}$  poti põhja, vasest M3 kruviga, neli vaskplekki mõõtmetega  $30 \times 10 \times 0,1\text{mm}$ .  $^3\text{He}$  pott ja külm plaat on kullatud, sest Au-Au termiline kontakttakistus on kõrgem Cu-Cu kontakttakistusest, mis on tingitud  $\text{CuO}_2$  tekkimisest vase pinnale [22].

$^3\text{He}$  reservuaar asub lahustuskrüostaadi peal. Reservuaar koosneb 0,5l silindrist, manomeetrist ning nõelventiilist, mis eraldab KF16 flantsi, mille kaudu saab süsteemi  $^3\text{He}$ -ga laadida. Reservuaari osad telliti firmast Swagelok. Reservuaari külge ühendati 3mm läbimõõduga roostevaba kapillaar Sn/Pb-jootega, mis teisest otsast ühendati adsorberiga Ag-jootega.

Konstrueeritud  $^3\text{He}$  krüostaati saab kasutada siis kui lahustuskrüostaat on jahutatud ehk termilised ühendused adsorberi (4,2K) ning 1K potiga (1,5K kuni 2,0K). Kui adsorber on jahutatud, siis kondenseerub sellele  $^3\text{He}$ . Antud  $^3\text{He}$  krüostaat töötab eeldatavalt kahes režiimis:

1. kondenseerimisrežiim – adsorberpump soojendatakse ahju abil umbes 70K ning aurustunud  $^3\text{He}$  kondenseerub roostevaba toru seina peal, mis on termilises kontaktis 1K potiga ning tilgub  $^3\text{He}$  potti. Pärast  $^3\text{He}$  veeldamist  $^3\text{He}$  potti jahutatakse adsorber uuesti 4,2K peale, mille tagajärjel adsorberpump pumpab vedela  $^3\text{He}$  temperatuurini 0,3K.
2. jahutusrežiim –  $^3\text{He}$  pott on temperatuuril 0,3K ning adsorberpump 4,2K. Antud režiimis on võimalik kasutada bolomeetrit. Spektromeetris TeslaFIR, kus on sarnase disainiga  $^3\text{He}$  krüostaat, on  $^3\text{He}$  pott 0,3K temperatuuril umbes 18 tundi kuni kogu  $^3\text{He}$  on adsorberile kondenseerunud.



Joonis 2.10:  $^3\text{He}$  krüostaadi joonis ja foto.

## 2.7 Optiline objektikamber TLE200 krüostaadile

Optilise läbilaskvuse mõõtmiseks konstrueeriti krüostaadile TLE200 objektikamber, millega oleks võimalik mõõta kahe objekti absoluutset läbilaskvust või kolme objekti suhtelist läbilaskvust. Absoluutseks läbilaskvuseks on vaja mõõta objektist läbi tulnud valguse intensiivsus  $I_t(\omega)$  ning valguse intensiivsus ilma objektita  $I_0(t)$ , nende jagatis annabki läbilaskvuse:

$$T(\omega) = \frac{I_t(\omega)}{I_0(\omega)}. \quad (2.9)$$

Läbilaskvuse mõõtmistest saab arvutada ka neeldumiskoeffitsiendi järgmiselt

$$\alpha(\omega) = -\frac{1}{d} \ln Ts, \quad (2.10)$$

kus  $d$  on objekti paksus,  $s$  – objekti augu ning tühja augu pindalade suhe:

$$s = \frac{A_{obj}}{A_0}. \quad (2.11)$$

### 2.7.1 Valguse juhtimine objektikambrisse ning bolomeetrisse

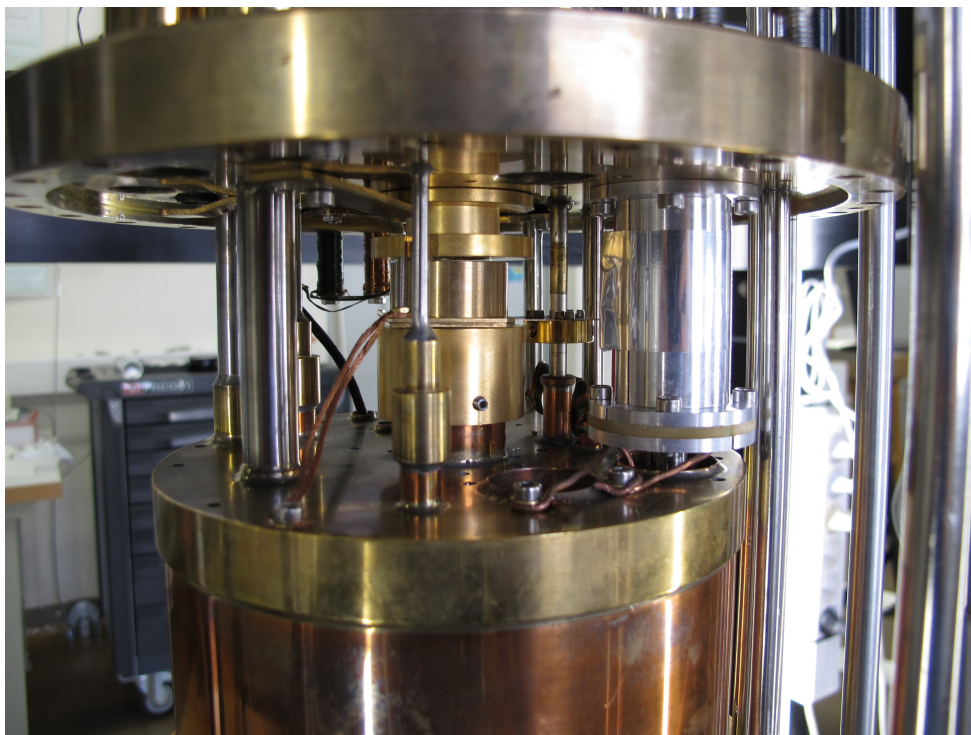
Käesolevas alapeatükis kirjeldame valguse juhtimise peegeldajast objektikambrisse ning objektikambrist bolomeetrini. Lisaks valguse juhtimisel peab antud süsteem täitma järgmisi nõudeid:

- valgussüsteem peab lõikama ära kõrgemasagedusliku spektriosa, mis võib objekti soojendada;
- valgussüsteemi osad ei tohi juhtida soojust krüostaadi osade vahel, mis on erinevatel temperatuuridel näiteks sisemine vaakumkambr flants ja 1K pott või 1K pott ja objektikamber.

Järgnevalt kirjeldame valgussüsteemi kolmes osas:

1. **Sisemise vaakumkambr flants → 1K pott** Sisemise vaakumkambr flantsi ja 1K poti vahele paigutati koonuste süsteem koos filtritega. Koonuste eesmärk on koondada valgus väiksemasse valgustorusse, et paigutada kaks valgustoru alumistesse torudesse kõrvuti. Koonus, mis kinnitub sisemise vaakumkambr flantsi külge on telgsümmeeriline, 1K poti koonus aga teljevälise sümmeetriaga (koondab valguse ühte äärde). Koonused on tehtud valgevasest ning on üle kullatud.

Filtrihooldja (joonis 2.12) on disainitud nii, et sinna saab paigutada kaks filtrit. Filtrite liigutamine toimub käsitsi krüostaadi pealt. Filtrihooldjal on stopperiteks sisemise vaakumkambr flantsi külge kinnituv koonus ning adsorberi



Joonis 2.11: Valguse juhtimine sisemise vaakumbkambri flantsilt 1K potini ning adsorberi ekraan ja  $^3\text{He}$  poti pumpamisliini termiline ühendus 1K potiga.

ekraan. Filtrihooldja on termilises ühenduses 1K potiga vasest juhtme kaudu, et filtri temperatuur oleks piisavalt madal, et mitte kiirata soojusliku kiirgust objektikambri suunas. Kasutatavad filtrid olid järgmised:

- **FGKodak**

FGKodak filter koosnes FluoroGold<sup>2</sup>ist, mis tehti kiilukujuliseks ( $1^\circ$  nurgaga) et vältida interferentsiribasid ning filmitopsi kaanest – Kodak.

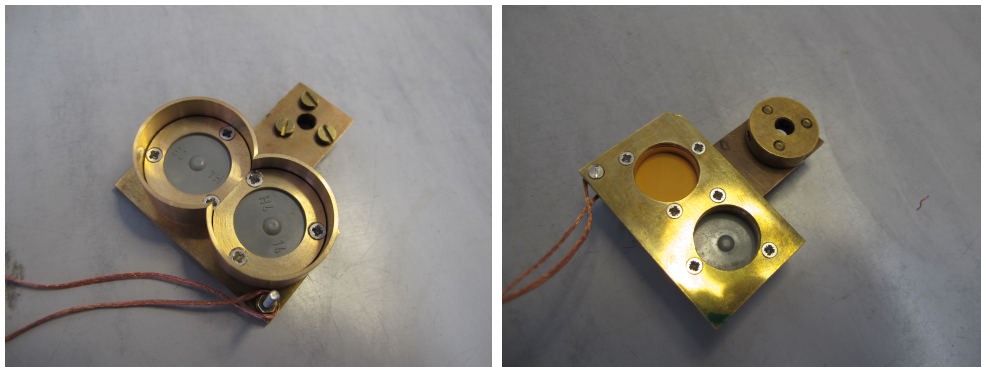
- **Kodak2BPKodak**

Kodak2BPKodak filter koosnes kahest Kodakist ning kahest mustast polüetüleen-kilest, mis olid Kodakite vahel.

2. **1K pott** → **objektikamber** Koonus, mis toetub 1K poti peale on põhjast ühendatud  $d = 10\text{mm}$  roostevabast terasest toruga, kasutades tihenduseks alumiiniumteipi mylar kilega, mis isoleerib termiliselt koonuse ja roostevaba

---

<sup>2</sup>Kulla osakeste dispersioon tefloonis.



Joonis 2.12: Filtrihoidja.

toru. Sama roostevaba toru on kinnitatud klambriga destillaatori plaadi külge, et orienteerida seda 1K poti koonuse ning objektikambri suhtes (joonis 2.13).

Sama klamber hoiab ka roostevaba toru ( $d = 10\text{mm}$ ), mis suunab valguse bolomeetrisse. Toru otsa on kinnitatud valgevasest telgsümmeetriline koonus, mis on kullatud. Bolomeetrisse juhitakse lõpuks valgus teljevälise koonusega, mis on kinnitatud bolomeetri külma plaadi külge.

Roostevabad torud on ühendatud  $d = 8\text{mm}$  valgevasest torudega, mis ühenduvad objektikambriga. Kuna valgustorud juhivad sooja, siis eraldati kaks valgustoru termiliselt kasutades tamiili, millele tehti sõlmed ning keriti ümber valgevasest toru. Valgevasest toru tehti lehtrikujuliseks, et vähendada valguse kadusid. Valgustorude ühendus on kujutatud joonisel 2.14.

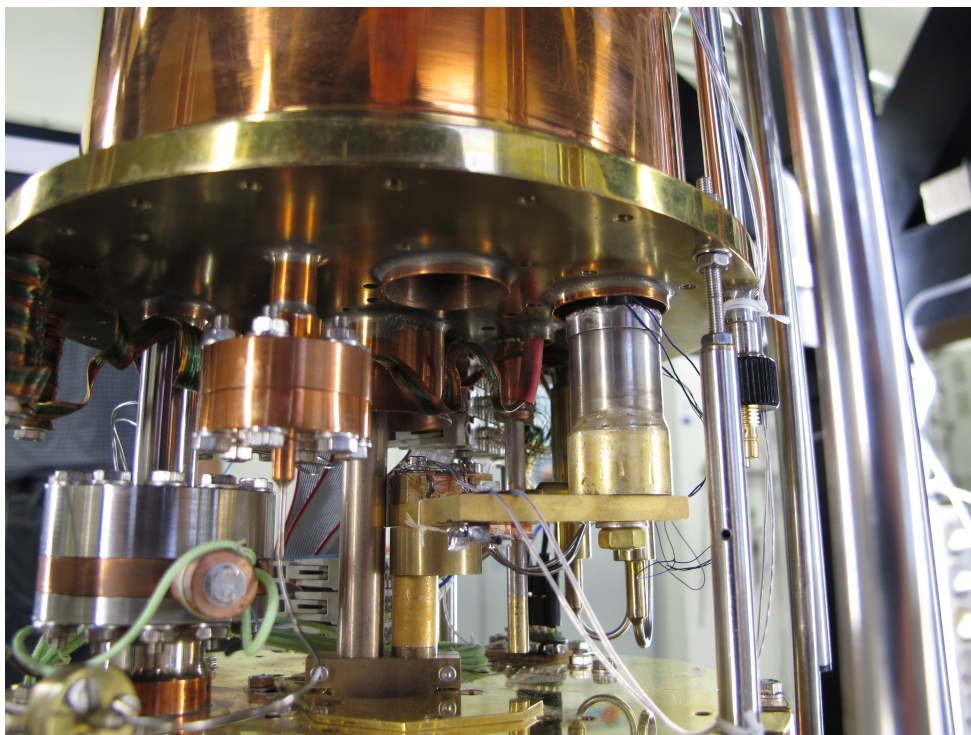
### 2.7.2 Objektikambri ehitus

Objektikambri üldine idee on läbilaskvuse mõõtmine mitme objektiga ning võimalus kontrollida objekti temperatuuri. Konstrueeritud objektikamber on toodud joonisel 2.15. Enamus objektikambri osadest on tehtud vasest, sest selle soojusjuhtivus on madalate temperatuuride jaoks kõige sobilikum, samuti on vasest osad kullatud. Roostevabast terasest osad on lõõmutatud, et need ei oleks magnetilised. Mitmetele keermeavadele on tehtud  $d = 1,0\text{mm}$  suurused õhutusaugud rõhkude erinevuse vältimiseks.

Objektikamber koosnes järgmistest osadest:

- Külma sõrme "kinnituskruvi"  
Objektirakk ühendati külma sõrmega kasutades külma sõrme all olevat  $M25 \times 1$  keeret, mille abil saadakse vastav külmaühendus. Kinnituskruvile keerati peale

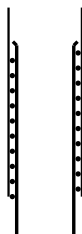




Joonis 2.13: Valgustorude kinnitus destillaatori plaadile ning bolomeetri ühendus.

kontramutter, et fikseerida objektikambri positsiooni. Kinnituskruvil on 16  $d = 2,7\text{mm}$  auku kruvide jaoks.

- Objektikambri ühendusflants  
Objektikambri ühendusflants kinnitub otseselt külma sõrme kinnituskruvile kaheksa roostevaba terase M2,5 kruvi abil. Flantsil on veel 8  $d = 2,7\text{mm}$  auku kruvide jaoks, et kinnitada objektikambri kate flantsi külge. Valguse juhtimiseks on tehtud kaks  $d = 6,0\text{mm}$  ava. Flantsile on joodetud Ag-jootega kapillaar, et täita objektikamber soojavahetusgaasiga. Ühendusflantsile on tehtud ka 1mm aste polüpropüleen-akna jaoks.
- Valguskoonused  
Valguskoonused koondavad valguse objektikambrisse ning juhivad selle pärast valgustorusse, mis läheb bolomeetrisse. Valguskoonuste alla on kinnitatud polüpropüleen-aken. Valguskoonuste teljed ei ole paralleelsed ning need on valmistatud erosioonpingi abil. Valguskoonused on kullatud, et vähendada kiirguse kadusid.
- Objektikambri kate

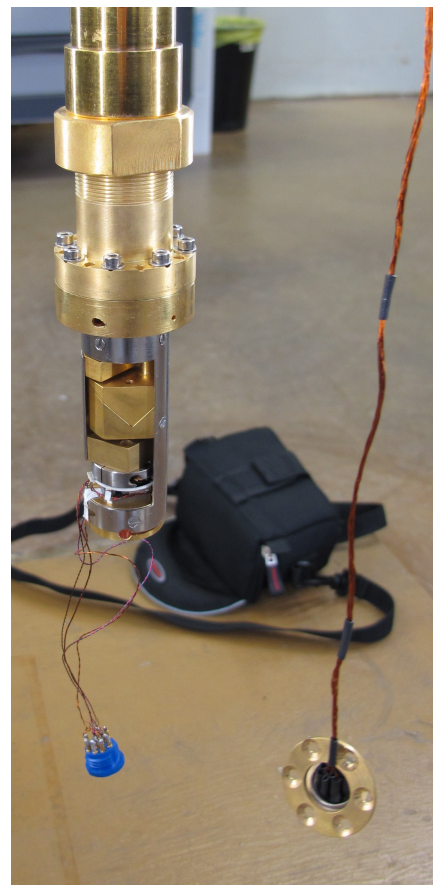
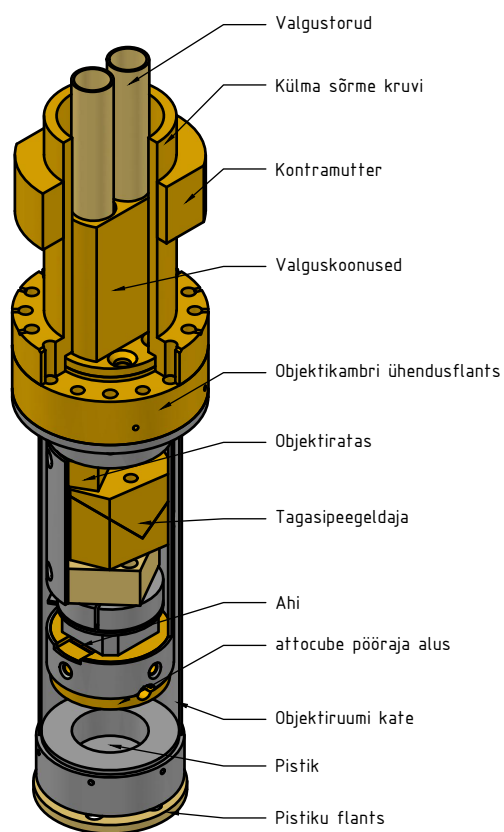


Joonis 2.14: Valgustorude ühendus.

Objektikambri ekraan tehti roostevabast terasest flantsidest ja torust, mis joodeti omavahel Ag-joote abil. Flantsidesse on tehtud 1,0mm laiused ja 0,6mm sügavused sooned In-traadi jaoks, mis tihendab objektikambri. Pealmisesse flantsi tehti kaks M2 keermeauku In-tihendi lahti surumiseks. Objektikambri katte põhja kinnitub 10 otsaga pistik, mis on mõeldud elektrilisteks ühendusteks.

- Objektikambri kinnitustoru  
Objektikambri ühendusflantsile kinnitub nelja M2 kruviga roostevabast terasest objektikambri ühendustoru, kust on osa välja lõigatud laser-lõikusega. Objektikambri ühendustorule on kinnitatud tagasipeegeldaja ning attocube pööraja alus, millele toetuvad ülejäänud objektikambri osad.
- Tagasipeegeldaja  
Tagasipeegeldaja koosnes kahest osast, mis kinnitati omavahel kahe M3 kruviga. Alumine osa, mis on katuspeegel, kinnitub roostevabale kinnitustorule kahe M2 kruviga. Ülemine osa, kus on kolm  $d = 5,0\text{mm}$  silindrilist ava, mis juhivad valgust. Ühele avadest on tehtud aste, et ühendada tagasipeegeldaja objektikambri ühendusflantsiga valgevasest toru abil, et vältida valguse lekkimist. Mõlemad osad on tehtud valgevasest ning on üle kullatud.
- Attocube pööraja  
Attocube ANR50 pööraja, mis saab pöörata täispöörde ( $360^\circ$ ) ulatuses, töötab piezoelektrilise elemendiga. Rakendades pöörajale hammaspinget ongi võimalik seda pöörata. Asukoha mõõtmise toimub potentsiomeetriga.
- Attocube pööraja alus  
Pööraja alusele on kinnitatud ka  $\text{RuO}_2$  termomeeter ning ahi.  $\text{RuO}_2$  termomeetri jaoks on tehtud alusesse läbiv  $d = 3,2\text{mm}$  ava,  $\text{RuO}_2$  termomeetri soojahenduseks pressitakse see M2,5 kruvi abil kinni. Ahi on kinnitatud alusele paberi ning värnitsa abil. Attocube pööraja kinnitub alusele kahe M2 kruvi abil.





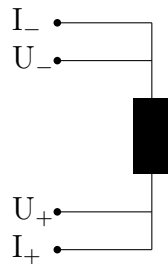
Joonis 2.15: Objektikambri joonis ning foto, kus see on külma sõrme külge kinnitatud.

- Objektiratas

Objektiratas, mis kinnitus pöörajale, koosnes kolmest osast: pöörajale kinnituv osa, kolme avaga objektiratas ning neid kahte ühendav roostevaba toru osa (laser-lõikusega lõigatud). Pöörajale kinnituv osa (valgevask) kinnitus pöörajale kahe M1,6 kruviga ning torule kahe M2 kruviga. Objektirattale tehti kolm ava, millel olid astmed, et kinnitada sellele vasest seib, millele omakorda mõõdetav objekt. Objektiratas kinnitus torule kahe M2 kruviga.

## 2.8 Termomeetria

Kõiki termomeetreid mõõdeti nelja juhtme skeemis (joonis 2.16), et mitte arvestada juhtmete takistusega (mis sõltub omakorda temperatuurist). Töös tehtud eksperimentides kasutati Cryogenic Control Systems Inc. temperatuurikontrollereid 44C (2 tükki) ja 32.



Joonis 2.16: Nelja juhtme skeem

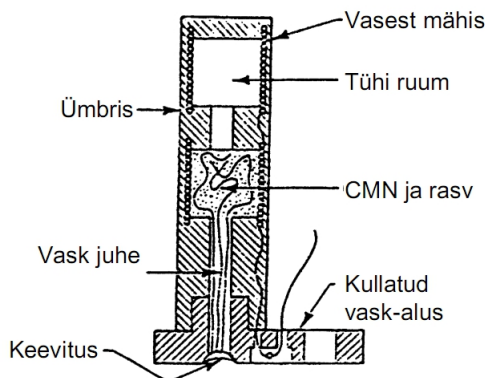
### 2.8.1 Kasutatavad termomeetrid

- CMN Üks võimalus mõõta temperatuure millikelvini piirkonnas on mõõta materjali magnetilise vastuvõtlikkuse  $T^{-1}$  sõltuvust. Magnetilist vastuvõtlikust kirjeldab Curie-Weiss'i seadus:

$$\chi = \chi_0 + \frac{\lambda}{T - \Delta}, \quad (2.12)$$

kus  $\chi_0$  on tausta panus vastuvõtlikusse (eeldatavalt konstantne),  $\lambda$  on Curie konstant,  $\Delta$  – Weiss'i konstant, mis sõltub objekti kujust, kristalli sümmeetriast ning magnetmomentide omavahelisest interaktsioonist. Kõik konstandid tuleb määrata eksperimentidest. Materjalid, mis on sobilikud selliseks termomeetriaks on paramagnetid, mis sisaldavad aatomeid kus on osaliselt täidetud

3d ja 4f elektronkihid. Paramagnetiline sool, millel on väga madal korras-  
tustemperatuur  $T_c \approx 2mK$  on tseerium magneesium nitraat:  $(2Ce^{3+}(NO_3)_3 \cdot 3Mg(NO_3)_2 \cdot 24H_2O)$  – CMN. Magnetilist vastuvõtlikkust saab mõõta vastastikuse induktsioonsil-  
laga.



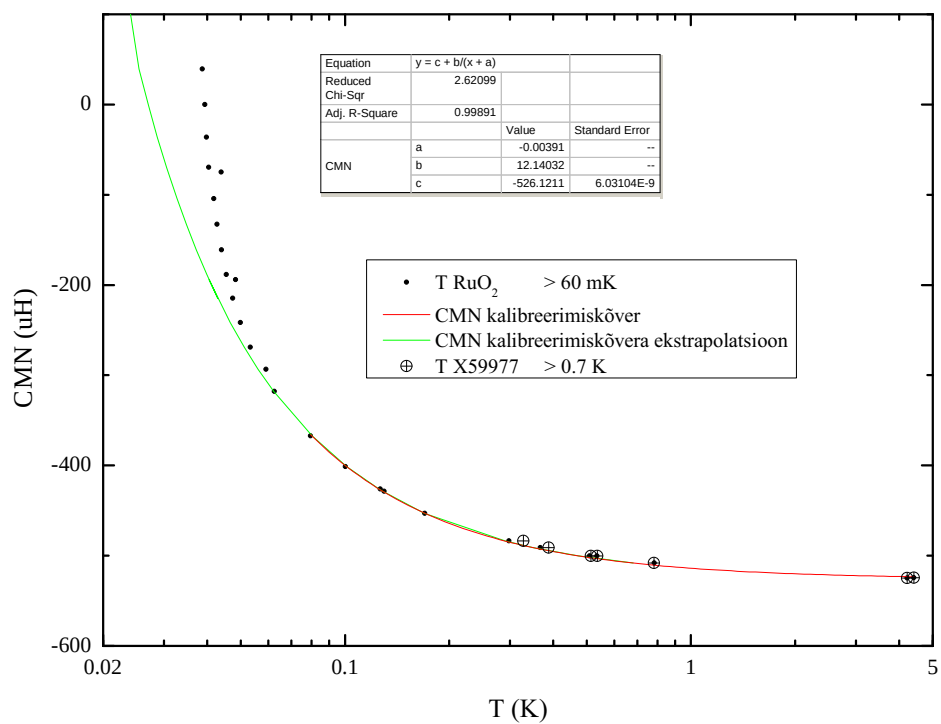
Joonis 2.17: CMN termomeetri ehitus. [22]

- $RuO_2$  termomeeter on segu juhtivast  $RuO_2$ -st,  $Bi_2RuO_2$  ning plii-silikaat-  
klaasist ( $PbO-B_2O_3-SiO_3$ ), mis on kuumutatud üle klaasipunkti. Saadud mater-  
jali takistus sõltub peamiselt metalli ja klaasi suhtest. Kuna termomeeter  
mõõdab väga madalaid temperatuure on temale rakendatav võimsus ka vä-  
ga madal:  $\sim 75nW$  4,2K juures.
- Cernox Tsirkoonium oksinitriid ehk Cernox on takistustermomeeter nagu  $RuO_2$ .  
Cernox töötemperatuur algab  $\sim 0,3K$  juurest, mis on kõrgem  $RuO_2$ . Temale  
rakendatav võimsus on suurusjärgus  $10^{-13}W$  0,3K juures.

## 2.8.2 Termomeetrite kalibreerimine

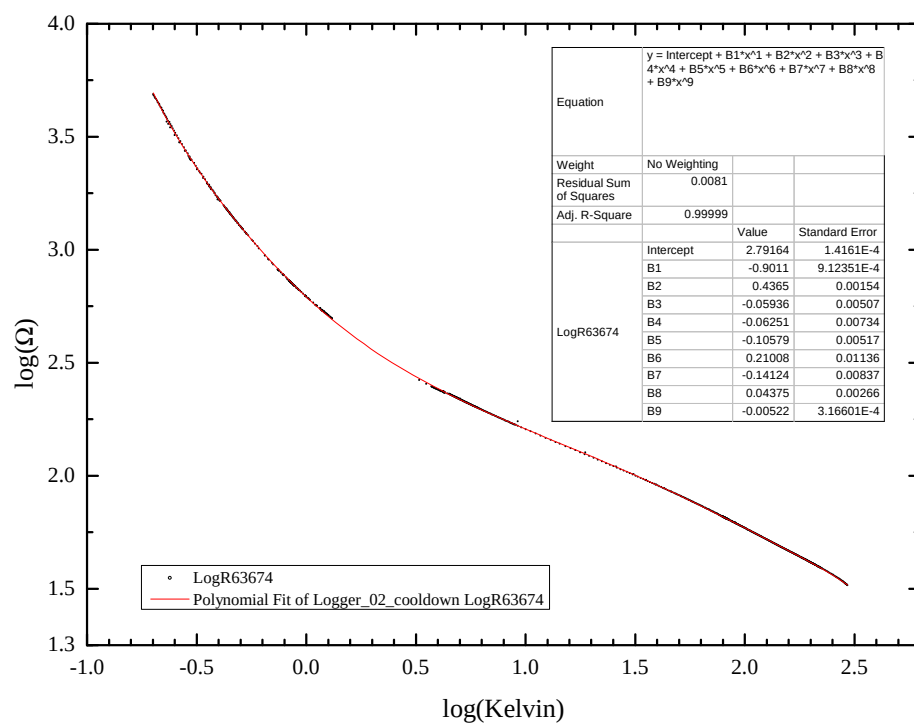
Termomeetrite kalibreerimiseks tehti eraldi jahutus lahustuskrüostaadiga, kus ka-  
libreeritavad termomeetrid olid kinnitatud lahustuskambrile. Termomeetrite kalib-  
reerimiseks kasutati kalibreeritud LakeShore Cernox termomeetrit seerianumbriga  
X59977 ning  $RuO_2$  termomeetrit, mis paigutati pärast kalibreerimist objektirakku.  
Kalibreeritavad termomeetrid olid CMN ning kalibreerimata Cernox termomeeter  
seerianumbriga X63674.

CMN termomeeter kalibreeriti Cernox X56677 ning  $RuO_2$  termomeetriga. Kalib-  
reerimisel selgus, et Cernox X56677 termomeeter ei anna piisavalt täpseid tempera-



Joonis 2.18: CMN kalibreerimiskõver.

tuuriväärtusi kui  $T < 0,7\text{K}$  ning RuO<sub>2</sub> kui  $T < 60\text{mK}$ . Cernox X63674 termomeeter kalibreeriti kasutades 9-ndat järku polünoomi.



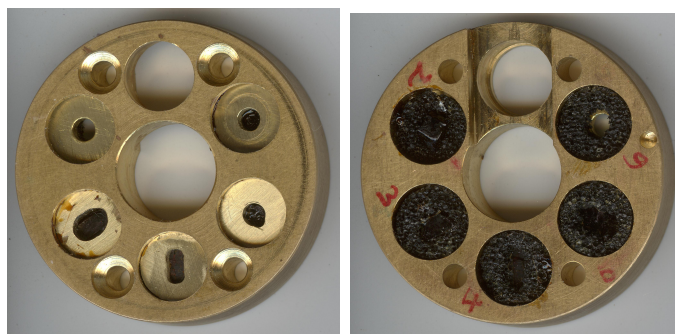
Joonis 2.19: X63674 kalibreerimiskõver.

## Peatükk 3

### Tulemused

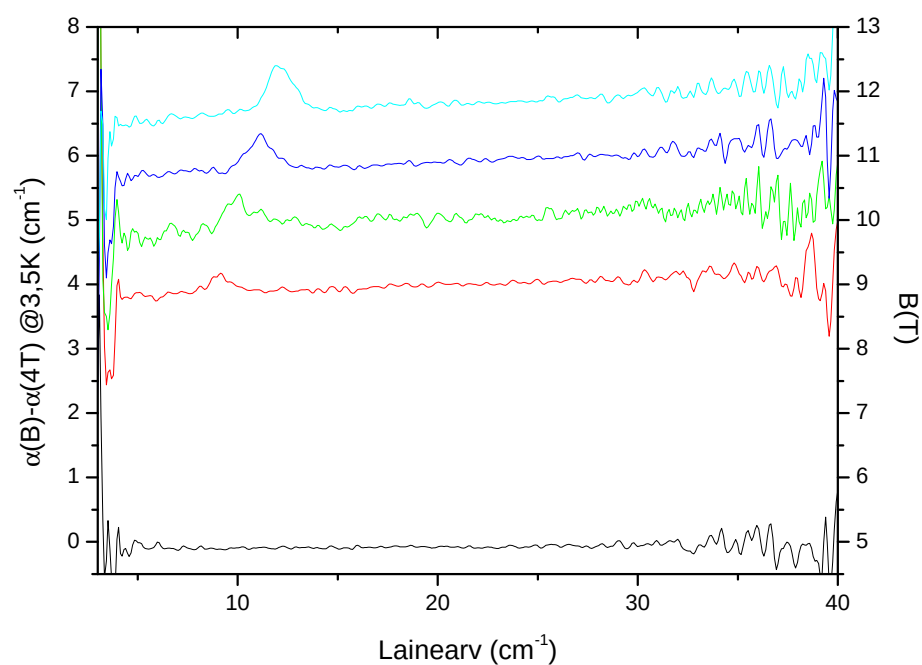
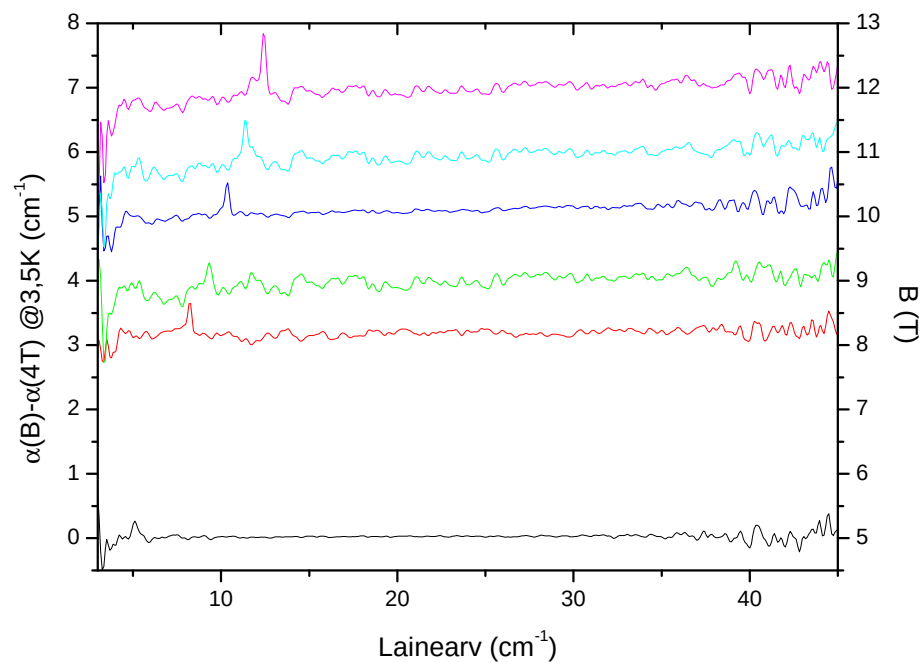
#### 3.1 IPA-Cu(Cl<sub>1-x</sub>Br<sub>x</sub>)<sub>3</sub> eeluuringud temperatuuril $T > 3\text{K}$ )

Enne IPA-Cu(Cl<sub>1-x</sub>Br<sub>x</sub>)<sub>3</sub> mõõtmist milliK-TeslaFIR süsteemiga, tehti mõõtmised TeslaFIR süsteemiga, mis koosneb samast interferomeetrist SPS200, samast Oxford Instruments'i 12T magnetist ning <sup>4</sup>He krüostaadist. TeslaFIR spektromeetri üldine skeem on toodud lisas A. TeslaFIR'i objektiratas on toodud joonisel 3.1. Töö jaoks mõõdetud objektid olid positsioonidel 2 ja 4 (tabel 3.1).



Joonis 3.1: TeslaFIR objektiratas.

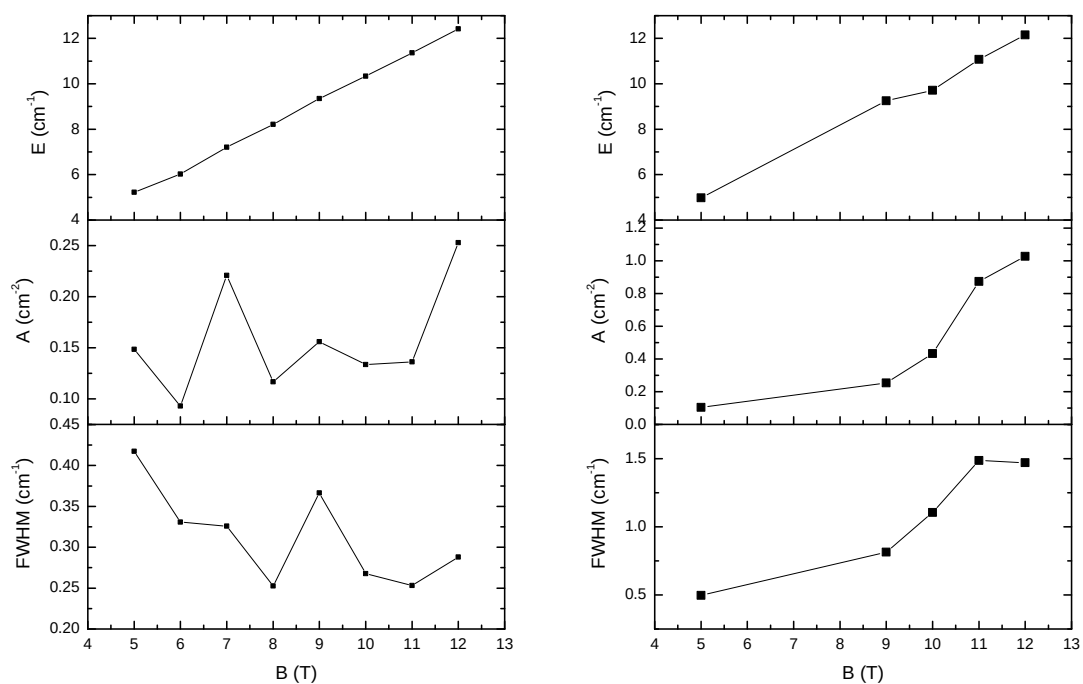
Mõõdetud suhtelised neeldumisspektrid sõltuvana magnetväljast on toodud joonisel 3.2. Spektritest võib näha, et IPA-Cu(Cl<sub>0,95</sub>Br<sub>0,05</sub>)<sub>3</sub>-e spektrijooned on laiemad, mis tuleneb korrapäratusest antud aines. Spektrijoonte laienemist on näha ka sobitamistulemustest (joonis 3.3).



Joonis 3.2: Neeldumiskoeffitsiendi sõltuvus magnetväljast 4T suhtes

| Nr. | Objekt                                                      | Orientatsioon           | $d$ , mm | $s$  |
|-----|-------------------------------------------------------------|-------------------------|----------|------|
| 2   | IPA-CuCl <sub>3</sub>                                       | $\vec{B} \parallel c^*$ | 3,2      | 1,00 |
| 4   | IPA-Cu(Cl <sub>0,95</sub> Br <sub>0,05</sub> ) <sub>3</sub> | $\vec{B} \parallel c^*$ | 1,3      | 1,42 |

Tabel 3.1: Objektide paigutus TeslaFIR objektirattal.  $d$  on objekti paksus,  $s$  on objekti ja tühja augu pindalade suhe (valem 2.11)



Joonis 3.3: Neeldumisjoonte sobitamised Gaussi funktsioonidega (vastavalt on toodud ära spektrijoone keskoht ( $E$ ), pindala ( $A$ ) ja poollaius ( $FWHM$ )).



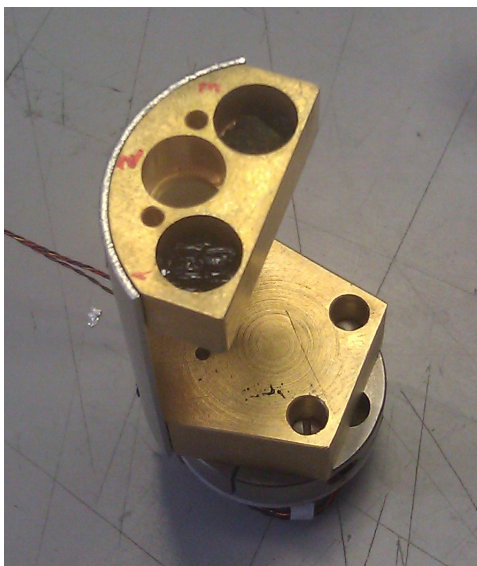
| Nr. | Objekt                                                      | Orientatsioon           | $d$ , mm | $s$  |
|-----|-------------------------------------------------------------|-------------------------|----------|------|
| 1   | IPA-CuCl <sub>3</sub>                                       | $\vec{B} \parallel c^*$ | 3,2      | 1,00 |
| 3   | IPA-Cu(Cl <sub>0,95</sub> Br <sub>0,05</sub> ) <sub>3</sub> | $\vec{B} \parallel c^*$ | 1,3      | 1,00 |

Tabel 3.2: Objektide paigutus lahustuskrüostaadi objektirattal.

## 3.2 Lahustuskrüostaadi testimine THz spektromeetriga

Lahustuskrüostaati testiti koos THz spektromeetriga SPS200 ning ülijuhtmagnetiga. Kuna antud süsteemi katsetamine on esmakordne, siis testimise eesmärk oli saada võimalikult palju informatsiooni erinevate termiliste protsesside kohta, et teha võimalikke täiendusi. Käesolevas alapeatükis räägitaksegi vaadeldavatest protsessidest lähemalt.

Objektikambrisse paigutati ka mõõdetavad objektid IPA-CuCl<sub>3</sub> ja IPA-Cu(Cl<sub>0,95</sub>Br<sub>0,05</sub>)<sub>3</sub>, et eduka katse korral nende spektrit mõõta. Spektromeetrisse asetatud objektid on toodud tabelis 3.2.



Joonis 3.4: Lahustuskrüostaadi objektihooldja Attocube'i pööraja peal.

### 3.2.1 Baastemperatuur

Jahutamisel saadi objektikambri kõige madalamaks temperatuuriks  $\sim 40\text{mK}$ .

See temperatuur on kõrgem kui lahustumiskambri baastemperatuur 10mK. Temperatuuride erinevust põhjustab ilmselt halb termiline ühendus objektikambri ja lahustumiskambri vahel. Seda saab parandada kasutades indiumi metalli.

### 3.2.2 $^3\text{He}$ krüostaat ja bolomeeter

$^3\text{He}$  krüostaadi süsteem laeti  $^3\text{He}$ -ga kui lahustuskrüostaat oli täidetud vedela  $^4\text{He}$ -ga ning adsorberi temperatuur oli 4,2K, mis võimaldas  $^3\text{He}$  pumbata.

Katses prooviti jahutada  $^3\text{He}$  temperatuurile 0,3K ehk rakendati adsorberi ahjule võimsust

$$P = I \cdot U = 0,2 \cdot 10 = 2\text{W}.$$

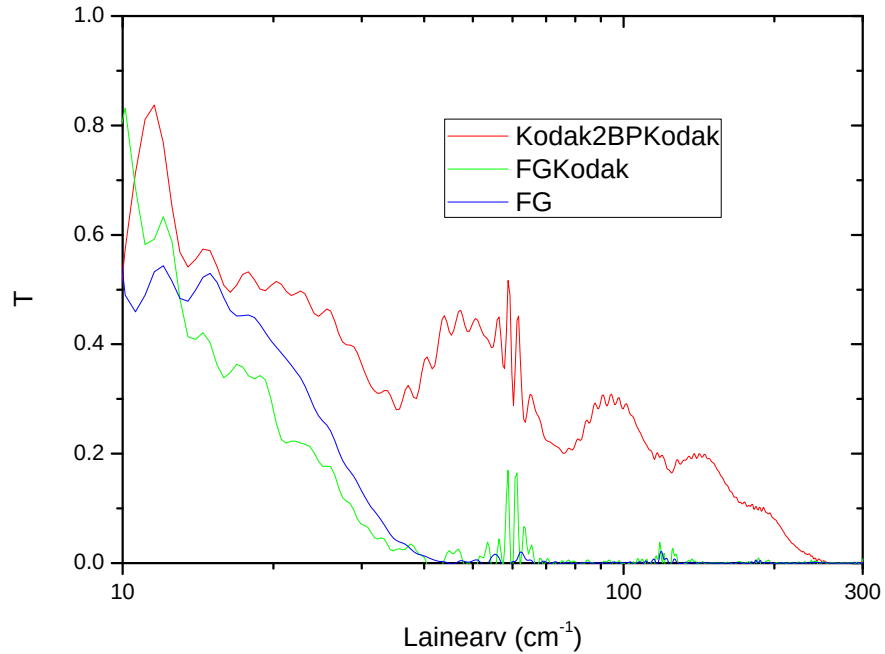
Vahetult peale adsorberi soojenemise algust langes  $^3\text{He}$  poti temperatuur 4,0K juurest 2,5K juurde ning hakkas siis uuesti tõusma kui  $^3\text{He}$  gaasi rõhk jätkuvalt kasvas. Kuna antud temperatuuridel ei ole võimalik 0,3K bolomeetriga mõõtmisi teha, siis ei olnud võimalik katses läbilaskvus-spektreid mõõta. Põhjus, miks  $^3\text{He}$  krüostaat külmaks ei läinud, on selles, et  $^3\text{He}$  pumpamisliin on liiga lühike ja adsorberist väljuv soe  $^3\text{He}$  gaas ei jõua enne  $^3\text{He}$  potti jõudmist jahtuda, mille tulemusena  $^3\text{He}$  ei kondenseeru  $^3\text{He}$  potis. Enamuse ajast hoidis bolomeetri külm plaat konstantset temperatuuri 4,0K.

Võimalikud modifikatsioonid bolomeetri jahutussüsteemile on järgmised:

1. Asendada 0,3K bolomeeter 4K bolomeetriga, mille tundlikus on  $10^2$  korda väiksem.
  2. Ühendada 0,3K bolomeetri külm plaat termiliselt destillaatoriga, mis võimaldaks bolomeetrit jahutada 0,7K lähedale. Antud temperatuuril on juba võimalik 0,3K bolomeetriga mõõtmisi teha.
  3.  $^3\text{He}$  pumpamisliini pikendamine nii, et see läbiks 4K temperatuuril oleva ala enne 1,6K temperatuurile jõudmist.
2. lahenduse puhul on tegu ajutise lahendusega.

### 3.2.3 Mõõteobjekti valgustamine

Mõõdeti, kas spektromeetrist tulev kiirgus soojendab objektikambrit ja lahustumiskambrit. Vältimaks soojenemist valguskiirguse toimet ongi paigutatud filtrid sisemise vaakumkambri flantsi ja 1K poti vahele. Eelnevalt mõõdeti kasutatavaid filtreid toatemperatuuril spektromeetris Vertex80v, mis on Michelsoni interferomeeter ning mis võimaldab mõõta infrapunasest spektraalpiirkonnast kuni ultravioletse spektraalpiirkonnani. Mõõdetud läbilaskvuse spektrid on toodud joonistel 3.5 ja

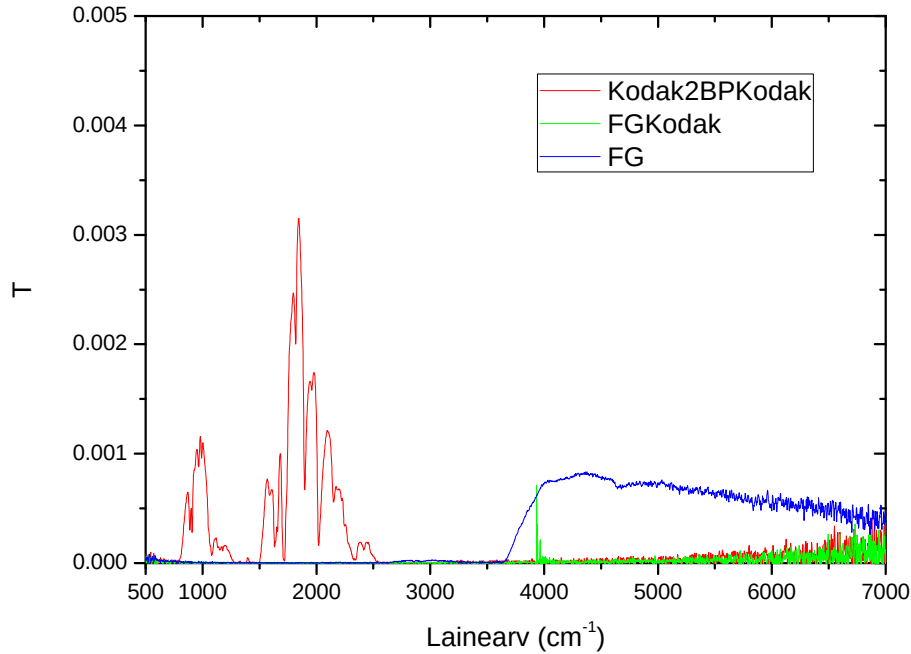


Joonis 3.5: Filtrid kaugel-infrapunase spektrialas.

3.6. Mõõtmised tehti globaar lambiga ning detektorina kasutati DLATGS detektorit.

Mõõdeti kolme filtrit: Kodak2BPKodak, FG ning FGKodak. Kuna FG laseb kiirgust alates  $3650\text{cm}^{-1}$ -st läbi, siis madalpääsfiltrina sobib paremini FGKodak filter, mille tõttu paigaldati filtrid Kodak2BPKodak ning FGKodak lahustuskrüostaati.

Objekti valgustamisel selgus, et FGKodak filtriga objektiruum ega segukamber ei soojene, seega FGKodak filter on sobilik läbilaskvuse mõõtmisel millikelvini temperatuuridel. Valgustamisel kasutades Kodak2BPKodak filtrit, soojenes objektiruum  $100\text{mK} \div 200\text{mK}$  võrra, mis tähendab, et antud filter ei ole sobilik mõõtmisteks antud temperatuuridel ning antud filtrit tuleb täiendada. Sama kinnitab ka spektrite analüüs, kui vaadelda spektreid joonisel 3.6, siis on näha, et vahemikus  $700\text{cm}^{-1}$  kuni  $2500\text{cm}^{-1}$  laseb filter infrapuna-kiirgust läbi ning kuna lambi intensiivsus antud piirkonnas on suurem, siis objektiruum soojeneb.

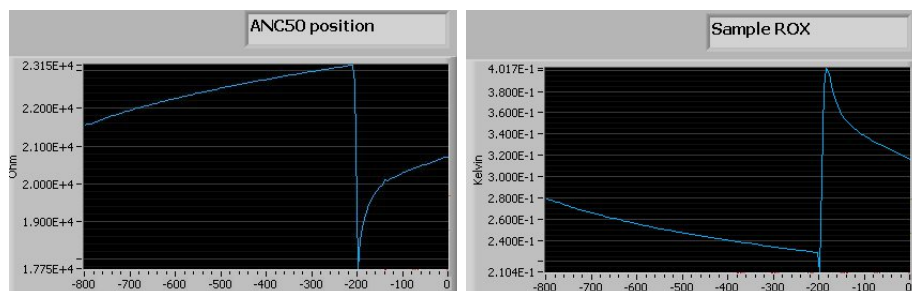


Joonis 3.6: Filtrid infrapunases spektrialas.

### 3.2.4 Objekti liigutamine

Jahutades Attocube samm-mootori madalatele temperatuuridele, ilmnes, et takistus, mille järgi samm-mootori positsiooni määratakse on tugev temperatuurisõltuvus:  $7,0\text{k}\Omega$  toatemperatuuril kuni  $\sim 23\text{k}\Omega$  millikelvini temperatuuridel. Lahendus objekti asendit täpsemalt määrata on Lock-In detekteerimisega mõõta pinget liikuvale kontaktile ja rakendada potentsiomeetri otsale tuntud pinget.

Objekti liigutamisel temperatuuril  $210\text{mK}$  ilmnes, et liigutamine soojendab objektikambrit (joonis 3.7) lühiajaliselt. Selleks, et vähendada samm-mootori liigutamisest tekkinud soojenemist, tuleb parandada objektikambri ning külma sõrme vahelist termilist ühendust. Kuna objektikamber on kinnitatud külma sõrme otsa roostevabast terasest M2,5 kruvidega ning kuna vase ning roostevaba terase soojuspaisumistegurid on erinevad [22], siis üks võimalus parandada soojakontakti on kasutusele võtta vedruseibid, mis kompenseeriks materjalide pikkuste erinevuse madalatel temperatuuridel. Termilise ühenduse parandamiseks on võimalik kasutada ka indiumit, kuigi In on ülijuhtiv madalatel temperatuuridel on tema kriitiline magnetväli  $B_c = 30\text{mT}$  [26], mida saab kergesti ülijuhtmagnetiga tekitada. Antud



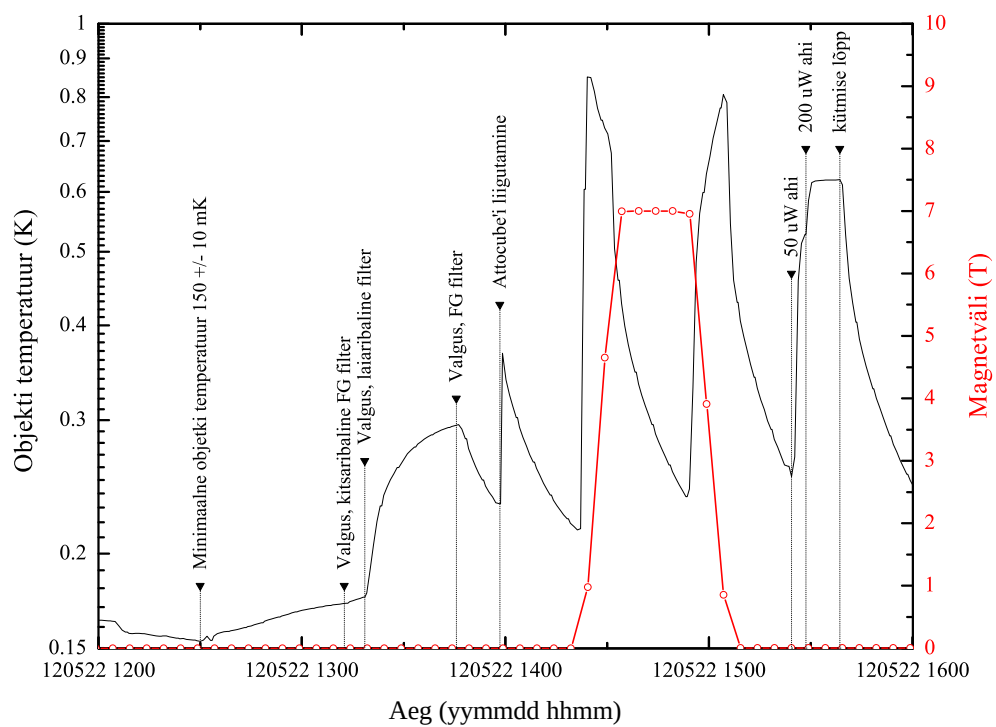
Joonis 3.7: Attocube samm-mootori liigutamisest tingitud temperatuurimuutus. Horisontaalne telg on aeg (sekundites).

meetoditel soojäühenduse parandamine alandaks ka objektikambri baastemperatuuri.

### 3.2.5 Jahutamine magnetväljas

Magnetvälja mõjude uurimiseks tekitati ülijuhtmagneti abil 7T magnetväli. Ilmnes, et ülijuhtmagnetisse voolu sisse viimisel soojeneb objektikamber (joonis 3.8). Kuna magnetisse voolu siseseviimine soojendab objektikambrit, siis see võib olla ka põhjuseks, miks EPR katseid on keeruline millikelvini temperatuuridel teha, sest EPR katsetes muudetakse magnetvälja mõõtmise ajal.

Jooniselt 3.8 on näha, et pärast voolu siseseviimist objekti temperatuur uuesti langeb, mis tähendab seda, et pärast magnetvälja siseseviimist on võimalik objekti temperatuuri reguleerida.



Joonis 3.8: Magnetväli ja objektikambri temperatuur erinevatel sündmustel.

# Kokkuvõte

Selle töö peamiseks eesmärgiks oli teraherts spektroskoopia mõõtetemperatuuri laiendamine millikelvini (10mK kuni 1K) temperatuuridele. Töö käigus konstrueeriti lahustuskrüostaadile mõõteaparatuur nimetusega milliK-TeslaFIR. Kõigepealt tehti lahustuskrüostaadiga jahutamine ilma konstrueeritud süsteemita termomeetrite kalibreerimiseks, mis õnnestus edukalt ning mille käigus saavutati lahustuskambris temperatuur  $\sim 10\text{mK}$ .

Kalibreeritud termomeetritega tehti konstrueeritud milliK-TeslaFIR süsteemiga jahutamine, millest saab teha järgmised järeldused:

1. Kasutatud FGKodak filter on sobilik madalpääsfilter millikelvini temperatuuride jaoks lõigates ära sagedused, mis on kõrgemal kui 1THz. Kodak2BPKodak filtriga soojenes objekt aga mitte lahustuskamber.
2. Attocube pööraja potentsiomeetril on tugev takistuse temperatuurisõltuvus. Selleks, et objekti asendit täpselt määrata on vajalik Lock-In detekteerimisega mõõta pinget liikaval kontaktil rakendades potentsiomeetri otsale tuntud pinget.
3. Magnetvälja muutmine soojendab objektikambrit lühiajaliselt. Selleks, et vähendada muutuva magnetvälja mõju objektikambri temperatuurile asetatakse külma sõrme ja objektikambri ühendusflantsi vahele indium metall, mis parandab termilist kontakti külma sõrme ja objektikambri vahel.
4. Baastemperatuur objektikambris on  $\sim 150\text{mK}$ , mis on sobilik soovitud mõõtmisteks, aga baastemperatuuri saab alandada termilise ühendusega nagu kirjeldatud eelmises punktis.
5. Spektrite mõõtmiseks tuleb  $^3\text{He}$  krüostaat ümber ehitada. Ajutiselt saab mõõtmisteks ühendada bolomeetri termiliselt lahustuskrüostaadi destillaatoriga, pikemas perspektiivis tuleb pikendada  $^3\text{He}$  pumpamisliini, et see läbiks 4K ala enne 1,6K termilist ühendust 1K poti külge.

Töö teiseks eesmärgiks oli mõõta ainete  $\text{IPA-CuCl}_3$  ning  $\text{IPA-Cu}(\text{Cl}_{0,95}\text{Br}_{0,05})_3$  optilist läbilaskvust ja neeldumist spektromeetris TeslaFIR enne milliK-TeslaFIR

süsteemiga mõõtmist. IPA-CuCl<sub>3</sub> ning IPA-Cu(Cl<sub>0,95</sub>Br<sub>0,05</sub>)<sub>3</sub> mõõtmistest TeslaFIR spektromeetriga saadi teada, et IPA-Cu(Cl<sub>0,95</sub>Br<sub>0,05</sub>)<sub>3</sub> spektrijooned on laiemad, mis tuleneb korrapäratusest antud aines. Kuna temperatuur ei olnud piisavalt madal (TeslaFIR mõõtmistel oli  $T = 3, 5\text{K}$ ), siis Bose-Einsteini kondensaadi uurimiseks on vaja mõõta milliK-TeslaFIR süsteemiga.



# Summary

Integer spin particles obey Bose-Einstein statistics and at lower temperatures they condense into a single quantum state. This state is called Bose-Einstein condensate (BEC).

Magnetic field splits the triplet state  $S = 1$  and at the critical magnetic field  $B_{c1}$ , the  $S_z = -1$  state will become the ground state and BEC of magnons can be observed. If the critical magnetic field  $B_{c1}$  is low, the BEC phase transition temperature becomes low as well. In experimentally obtainable magnetic fields, for instance 12 T, the phase transition temperature is below 1 K. One possible method to probe BEC of magnons is terahertz spectroscopy at millikelvin temperatures and in high magnetic fields. A possible candidate material in which BEC of magnons occur is IPA-CuCl<sub>3</sub>.

In a system of bosons with disorder a new state called Bose glass emerges. By using chemical substitution of Cl for Br one can introduce such randomness to IPA-CuCl<sub>3</sub>. In this thesis IPA-Cu(Cl<sub>0.95</sub>Br<sub>0.05</sub>)<sub>3</sub> is used.

The aim of this thesis is firstly to extend the capabilities of terahertz spectroscopy to millikelvin temperatures and secondly to do preliminary studies on IPA-CuCl<sub>3</sub> and IPA-Cu(Cl<sub>0.95</sub>Br<sub>0.05</sub>)<sub>3</sub> using another measurement apparatus called TeslaFIR where sample  $T > 3$  K.

From the optical transmittance measurements of IPA-CuCl<sub>3</sub> and IPA-Cu(Cl<sub>0.95</sub>Br<sub>0.05</sub>)<sub>3</sub> using TeslaFIR spectrometer it was observed that the spectral linewidths were broader in IPA-Cu(Cl<sub>0.95</sub>Br<sub>0.05</sub>)<sub>3</sub> due to randomness. Since the temperature was not low enough (for TeslaFIR measurements  $T = 3.5$  K), Bose-Einstein condensate could not be observed.

The Oxford Instruments dilution cryostat TLE200 in NICPB was modified by constructing a new sample cell; <sup>3</sup>He cryostat for bolometric detection; a system of light pipes, which guides light from spectrometer SPS200 to sample cell, and optical low pass filters, which cut off unwanted high frequency infrared radiation from the Hg-light source of the spectrometer and the room temperature radiation. Two measurements were made with dilution cryostat: one with the dilution cryostat only to calibrate the thermometers, which are going to be used in the experiments and one with a modified cryostat to observe the working processes of all the constructed

components.

During the thermometer calibration run, base temperature of 10mK was obtained at the mixing chamber. In the second run with modified cryostat, a base temperature of 150mK was obtained at the sample chamber which is the desired result. Following conclusions can be made from the second run:

1. FGKodak filter used as a low bandpass filter is appropriate for our measurements, cutting off frequencies over 1THz. With Kodak2BPKodak filter the temperature of the sample chamber increased.
2. Attocube rotator potentiometer used for measuring the angular position of the rotatar has strong temperature dependence. In order to accurately measure the position of the rotator, Lock-In detection should be used to measure the voltage on the moving contact by applying reference voltage to the potentiometer.
3. Magnetic field sweeps warm up the sample chamber for a short period of time. In order to decrease the effect of changing magnetic field, an indium metal is installed between the cold finger and the sample chamber flange to increase thermal contact and which would also lower the base temperature of the sample chamber.
4. The  $^3\text{He}$  did not condense because of insufficient cooling power of the thermal link to 1K pot. To measure the spectra,  $^3\text{He}$  cryostat must be reconstructed. Temporarily, the bolometer can be linked thermally to the still, which is at 0.7K. In the long run the pumping line between the absorber and the  $^3\text{He}$  pot should be changed so that it goes through the 4K area, where gas is pre-cooled, before reaching the thermal link to the 1K pot.

# Kirjandus

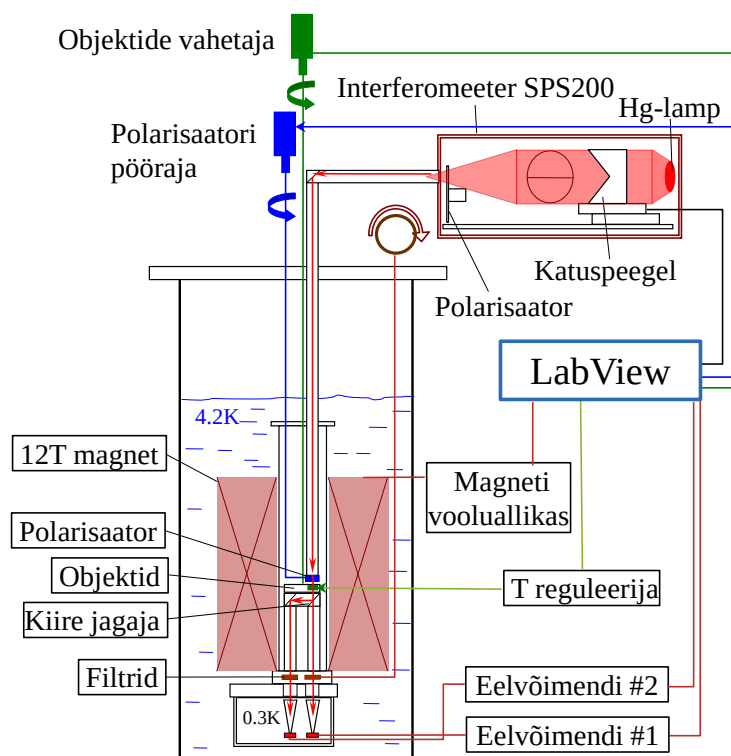
- [1] F. London. The-phenomenon of liquid helium and the Bose-Einstein degeneracy. *Nature*, 141:643–644, 1938.
- [2] J. Bardeen, L. N. Cooper, and J. R. Schrieffer. Theory of superconductivity. *Phys. Rev.*, 108:1175–1204, Dec 1957.
- [3] Roahn Wynar, R. S. Freeland, D. J. Han, C. Ryu, and D. J. Heinzen. Molecules in a Bose-Einstein condensate. *Science*, 287(5455):1016–1019, 2000.
- [4] Thierry Giamarch, Christian Rüegg, and Oleg Tchernyshyov. Bose-Einstein condensation in magnetic insulators. *Nature Physics*, 4:198 – 204, 2008.
- [5] M Hagiwara, T Kashiwagi, H Yashiro, T Umeno, T Ito, and T Sano. Development of an ultra-low temperature multi-frequency ESR apparatus. *Journal of Physics: Conference Series*, 150(1):012015, 2009.
- [6] T. Sakon, K. Koyama, and M. Motokawa. Electron spin resonance experiments at ultralow temperatures by means of a dilution refrigerator. *Review of Scientific Instruments*, 73(3):1242–1246, 2002.
- [7] Robin Nicholas. Virtual laboratory: Fourier spectrometer. <http://www-rjn.physics.ox.ac.uk/vl/fourier.html>, 2007.
- [8] A. Zheludev, V. O. Garlea, T. Masuda, H. Manaka, L.-P. Regnault, E. Ressouche, B. Grenier, J.-H. Chung, Y. Qiu, K. Habicht, K. Kiefer, and M. Boehm. Dynamics of quantum spin liquid and spin solid phases in IPA-CuCl<sub>3</sub> under an applied magnetic field studied with neutron scattering. *Phys. Rev. B*, 76:054450, Aug 2007.
- [9] H Tsujii, Y H Kim, Y Yoshida, Y Takano, T P Murphy, K Kanada, TŠaito, A Oosawa, and T Goto. Magnetic phase diagram of the  $S = 1/2$  antiferromagnetic ladder (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CHNH<sub>3</sub>CuCl<sub>3</sub>. *Journal of Physics: Conference Series*, 150(4):042217, 2009.

- [10] Tao Hong, A. Zheludev, H. Manaka, and L.-P. Regnault. Evidence of a magnetic bose glass in  $(\text{CH}_3)_2\text{CHNH}_3\text{Cu}(\text{Cl}_{0.95}\text{Br}_{0.05})_3$  from neutron diffraction. *Phys. Rev. B*, 81:060410, Feb 2010.
- [11] Robert M. White. *Quantum Theory of Magnetism*. Springer-Verlag, 2007.
- [12] N. Johannsen, A. Vasiliev, A. Oosawa, H. Tanaka, and T. Lorenz. Magnetoelastic coupling in the spin-dimer system  $\text{TlCuCl}_3$ . *Phys. Rev. Lett.*, 95:017205, Jun 2005.
- [13] Jesko Sirker, Alexander Weiße, and Oleg P. Sushkov. The field-induced magnetic ordering transition in  $\text{TlCuCl}_3$ . *Journal of the Physical Society of Japan*, 74S(Supplement):129–134, 2005.
- [14] V. O. Garlea, A. Zheludev, T. Masuda, H. Manaka, L.-P. Regnault, E. Ressouche, B. Grenier, J.-H. Chung, Y. Qiu, K. Habicht, K. Kiefer, and M. Boehm. Excitations from a Bose-Einstein condensate of magnons in coupled spin ladders. *Phys. Rev. Lett.*, 98:167202, Apr 2007.
- [15] Hirotaka Manaka, Isao Yamada, and Kentaro Yamaguchi. Ferromagnetic-dominant alternating heisenberg chains with ferromagnetic and antiferromagnetic interactions formed in  $(\text{CH}_3)_2\text{CHNH}_3\text{CuCl}_3$ . *Journal of the Physical Society of Japan*, 66(3):564–567, 1997.
- [16] Matthew P. A. Fisher, Peter B. Weichman, G. Grinstein, and Daniel S. Fisher. Boson localization and the superfluid-insulator transition. *Phys. Rev. B*, 40:546–570, Jul 1989.
- [17] T. Giamarchi and H. J. Schulz. Anderson localization and interactions in one-dimensional metals. *Phys. Rev. B*, 37:325–340, Jan 1988.
- [18] H. Manaka, A. V. Kolomiets, and T. Goto. Disordered states in  $\text{IPA-Cu}(\text{Cl}_x\text{Br}_{1-x})_3$  induced by bond randomness. *Phys. Rev. Lett.*, 101:077204, Aug 2008.
- [19] D.H. Martin and E. Puplett. Polarised interferometric spectrometry for the millimetre and submillimetre spectrum. *Infrared Physics*, 10(2):105 – 109, 1970.
- [20] John Chamberlain, G. W. Chantry, and N. W. B. Stone. *The principles of interferometric spectroscopy / John Chamberlain; completed, collated, and edited by G. W. Chantry and N. W. B. Stone*. Wiley, Chichester [Eng.]; New York:, 1979.

- [21] M.F. Kimmitt, J.E. Walsh, C.L. Platt, K. Miller, and M.R.F. Jensen. Infrared output from a compact high pressure arc source. *Infrared Physics & Technology*, 37(4):471 – 477, 1996.
- [22] Frank Pobell. *Matter and Methods at Low Temperatures*. Springer-Verlag, 1991.
- [23] Guglielmo Ventura and Lara Risegari. *The art of cryogenics: low-temperature experimental techniques*. Elsevier, Burlington, MA, 2008.
- [24] Neil W. Ashcroft and N. David Mermin. *Solid State Physics*. Brooks/Cole, 1976.
- [25] H. London, G. R. Clarke, and Eric Mendoza. Osmotic pressure of  $\text{He}^3$  in liquid  $\text{He}^4$ , with proposals for a refrigerator to work below  $1^\circ\text{K}$ . *Phys. Rev.*, 128:1992–2005, Dec 1962.
- [26] R. W. Shaw, D. E. Mapother, and D. C. Hopkins. Critical fields of superconducting tin, indium, and tantalum. *Phys. Rev.*, 120:88–91, Oct 1960.

# Lisa A

## TeslaFIR



Joonis A.1: TeslaFIR süsteemi üldine skeem.