

# SANS и рентгеновские исследования структурных переходов в образцах примесь-гелиевых гелей

В.Б. Ефимов, Л.П. Межов-Деглин, О.Г. Рыбченко

*Институт физики твердого тела РАН*

*ул. Академика Ю.А. Осипяна, 2, г. Черноголовка, Московская область, 142432, Россия*

E-mail: victor\_efimov@yahoo.co.uk; efimov@issp.ac.ru

Статья поступила в редакцию 9 октября 2019 г., опубликована онлайн 27 декабря 2019 г.

Представлены результаты SANS исследований структуры образцов нанокластерного примесного геля, рентгеновских наблюдений структурных превращений аморфных порошков, получаемых при распаде нагретых образцов геля, а также обсуждаются возможности использования этих методов для определения состояния и структурных переходов в таких веществах.

Ключевые слова: примесь-гелиевые гели, SANS, рентгеновская дифракция, кристаллизация, аморфные структуры.

## 1. Введение

Примесные гели формируются при конденсации смеси газообразного  $^4\text{He}$  с примесями, существующими при комнатной температуре в виде газов или паров исследуемого вещества, на поверхности сверхтекучего He II, охлажденного до температур ниже 1,8 К. Такие гели можно отнести к новому классу квантовых веществ — quantum soft matter [1]. Внутренняя структура и свойства гелей в значительной степени определяются свойствами так называемых ван-дер-ваальсовых комплексов (нанокластеров, состоящих из молекул примеси, окруженных слоем отвердевшего гелия), которые формируют каркас геля, и свойствами дисперсионной среды геля — квантовой жидкости в нанопорах между слабосвязанными агломератами комплексов в объеме образца (сверхтекучий гелий в ограниченной геометрии). На основании результатов наших исследований SANS (*small angle neutron scattering*) ряда образцов (гелей  $\text{D}_2$ ,  $\text{O}_2$ ,  $\text{CD}_4$ ,  $\text{D}_2\text{O}$ ,  $\text{C}_2\text{D}_5\text{OD}$  и  $\text{C}_6\text{D}_6$ ) в жидком гелии на дифрактометрах D22 и D33 [2–6] можно оценить характерные размеры примесных кластеров в полученных образцах. Так, для образцов геля примесей  $\text{D}_2$ ,  $\text{O}_2$  и  $\text{CD}_4$  в He II размеры кластеров распределены в широком диапазоне 1–150 нм. В случае гелей  $\text{D}_2\text{O}$ ,  $\text{C}_2\text{D}_5\text{OD}$  и  $\text{C}_6\text{D}_6$ , приготовленных конденсацией паров примесей, размеры кластеров распределены в основном в узком диапазоне 10–50 нм. Общее содержание кластеров малых диаметров  $d \sim 1$  нм в объеме образца может быть увеличено путем отжига свежеприготов-

ленных образцов при повышенных температурах (в He II при  $T \leq T_\lambda$  для образцов  $\text{D}_2$ -геля или в нормальной жидкости He I при  $T \leq 4,2$  К для других примесей).

Исследования рассеяния пучка нейтронов на образце при повышении температуры после испарения жидкого гелия из рабочей ампулы позволяют определить структурные изменения в образцах геля, оценить характерные температуры распада устойчивого каркаса таких комплексов. После распада примесного каркаса на дне ампулы оставался порошок вещества примеси, фазовые переходы в котором возможно изучать при дальнейшем повышении температуры. Как оказалось, для всех исследованных нами образцов примесных гелей такой порошок исходно был аморфным, что позволило изучать процессы кристаллизации и фазовых переходов в нанокристаллических образцах при повышении температуры. Для определения фазовых состояний и переходов в таких порошках нами проводились рентгеноструктурные исследования при температурах выше температуры жидкого азота.

## 2. Методика приготовления образцов

Образцы примесного геля для экспериментов готовились двумя способами. Для примесей, представляющих собой газы при комнатной температуре (таких как  $\text{D}_2$ ,  $\text{O}_2$ ,  $\text{CH}_4$  и  $\text{CD}_4$ ), готовилась газовая смесь с концентрацией примеси 2–5% непосредственно перед проведением эксперимента в 50-литровом баллоне. Для жидкостей (таких как  $\text{D}_2\text{O}$ ,  $\text{C}_2\text{D}_5\text{OD}$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  и  $\text{C}_6\text{D}_6$ ) смесь готовилась барботированием потока гелиевого

газа. В этом случае концентрация примеси определялась давлением насыщенных паров при комнатной температуре. Затем парогазовая смесь подавалась через трубку наполнения диаметром 1,5 см непосредственно в гелиевый криостат на поверхность сверхтекучего гелия при температуре гелия 1,6–1,8 К. Нижний конец трубки при этом был на 1 см ниже уровня жидкого гелия, так что весь поток смеси конденсировался в рабочей ампуле. Однако для жидких примесей (например, для воды) часть примеси оседала на трубке наполнения в виде льда. Рабочую ампулу по условиям эксперимента можно было перемещать в нижнюю часть криостата, например, для проведения исследования рассеяния нейтронов или ИК спектроскопии.

Для газообразных смесей количество примесных атомов и скорость их набора оценивались по изменению давления в баллоне, а для жидких примесей — по количеству жидкости, оставшейся в рабочей ампуле после распада гелия и плавления порошка при отогреве прибора. Так, скорость набора молекул дейтерия в гелиевые кластеры при температуре 1,6 К была порядка  $2 \cdot 10^{19}$  атомов/с. Аналогичные скорости наблюдались при наборе примесей жидкостей. Скорость конденсации  $C_2D_5OD$  была порядка  $2 \cdot 10^{18}$  молекул/с. Объемная концентрация примеси в образцах гелия в He II была порядка нескольких процентов.

На рис. 1 представлена фотография момента приготовления образца дейтерометанового гелия в He II. Желеобразный слой примесного конденсата  $CD_4$ , создаваемый в процессе конденсации газового потока  ${}^4\text{He}-CD_4$  на границе холодный пар–He II внутри трубки наполнения, медленно движется вниз, отрываясь от нижнего края трубки, и затем рыхлые облака гелия па-

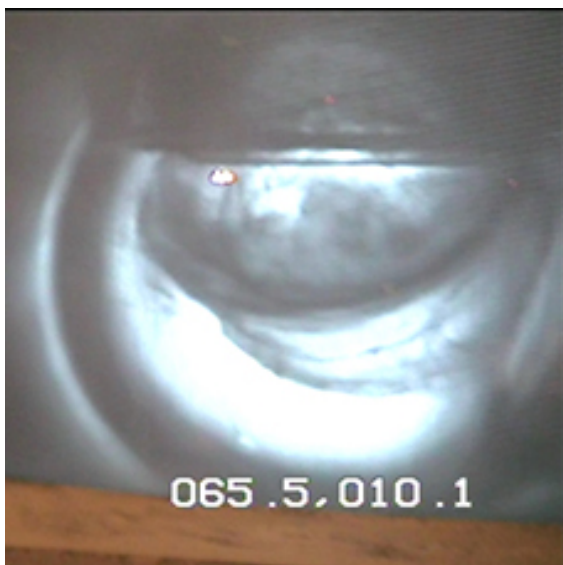


Рис. 1. Момент приготовления дейтерометанового гелия. В верхней части фотографии видна трубка наполнения. Уровень сверхтекучего He II находится на расстоянии ~ 1 см над краем трубки. Внутренний диаметр кварцевой трубки 1,5 см.

дают на дно кварцевого стаканчика, заполненного He II. Объем образцов во всех наших экспериментах порядка 5–10 см<sup>3</sup>. Температуры плавления веществ, использованных в исследованиях, при давлении насыщенных паров были:  $T_m^{D_2} \approx 19$  К (для  $H_2$  температура плавления существенно ниже,  $T_m \approx 14$  К);  $T_m^{O_2} \approx 55$  К;  $T_m^{CH_4} \approx 91$  К;  $T_m^{D_2O} \approx 277$  К;  $T_m^{C_2H_5OH} \approx 159$  К;  $T_m^{C_6H_6} \approx 279$  К. Для дейтерированных примесей ( $CD_4$ ,  $C_2D_5OD$ ,  $C_6D_6$ ) температуры фазовых переходов несколько возрастают, но для дальнейших оценок будем придерживаться приведенных выше величин.

### 3. SANS исследования при гелиевых температурах

Одно из достоинств исследований малоуглового рассеяния холодных нейтронов — возможность оценки распределения нанокластеров по размерам — частицы малого размера рассеивают нейтроны на большие углы [7]. По изменению наклона зависимости интенсивности малоуглового рассеяния  $I(q)$  от режима Podod'a до зависимости Guinier'a для малых значений угла отклонения нейтронов можно оценить преимущественный размер нанокластеров (рис. 2). Режим Podod'a соответствует рассеянию нейтронов на сферических частицах диаметром  $d = 2R$  на большие углы и, при условии  $qd \gg 1$ , описывается соотношением  $I(q) \sim q^{-4}$  [8]. Условию распределения Guinier'a [9] соответствует равномерное распределение нейтронов по углам рассеяния при условии  $qR_g < 1$ , здесь  $R_g = \sqrt{3/5}R$ , для сферических частиц  $d < 2,6/q$ . Изменение наклона с  $I(q) \sim q^{-4}$  на более слабое соответствует широкому распределению размеров нанокластеров примесь-гелиевых гелей с размерами больше  $d$ . Таким образом, можно утверждать, что для дейтериевых образцов размеры частиц распределены в широких пределах от десятка ангстрем до мкм. Для многих других гелей существует преимущественный размер, который приведен на рис. 2(б).

По изменению интенсивности малоуглового рассеяния нейтронов можно оценить и изменение концентрации наночастиц разных размеров при изменении температуры, равно как и их распределение по высоте образца в рабочей ячейке. Примеры изменения интенсивности рассеяния нейтронов для образцов дейтериевого и  $D_2O$  гелия как функции высоты нейтронного пучка от дна ампулы приведены на рис. 3.

Из исследований распределения по высоте частиц разных размеров в образцах дейтериевого и  $D_2O$  гелия можно сделать основные выводы. Для кластеров гелия  $D_2O$  частицы разного размера и массы после конденсации не меняют своего положения в каркасе, что регистрируется как линейная зависимость интенсивности рассеяния нейтронов на частицах разного размера (прямые линии на вставке рис. 3(б)) в зависимости от высоты исследования образца. Прямые линии в зависимостях  $I(q)$  как функция высоты положения нейтронного пучка свидетельствуют о неизменном отношении ко-

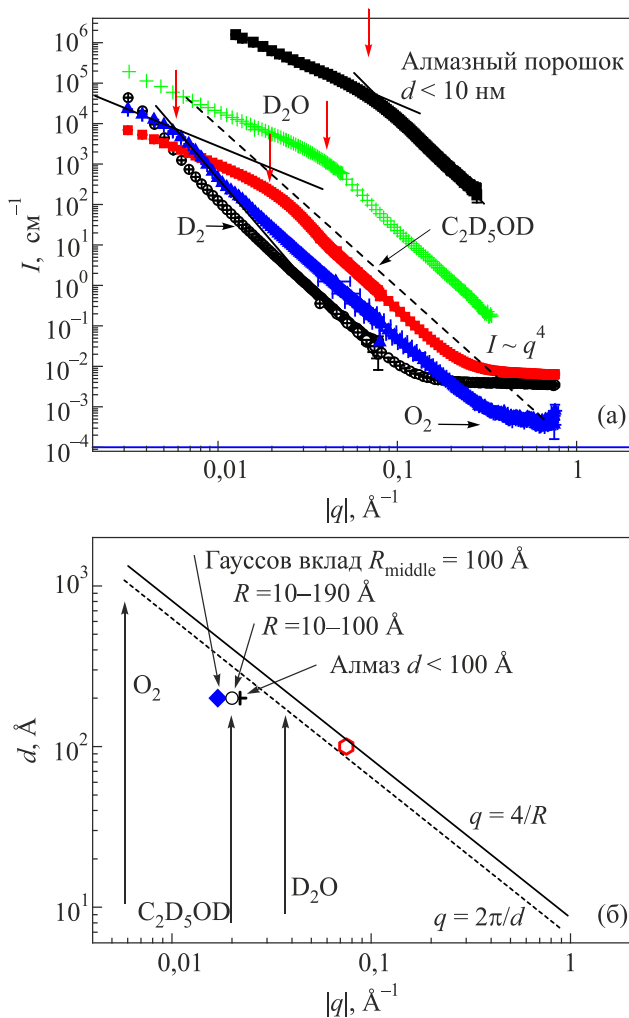


Рис. 2. Угловая зависимость интенсивности рассеяния нейтронов для разных образцов примесных гелей (а) и оцененные по ним характерные размеры нанокластеров (б).

личества легких и тяжелых частиц в разных местах образца, хотя в нижней части геля уплотнен и рассеяние нейтронов более интенсивное. Ситуация кардинально меняется для дейтериевого геля. Относительная концентрация более мелких кластеров в верхней части образца больше, чем в нижней. Это можно объяснить большей подвижностью легких частиц дейтериевого геля и их перераспределением по высоте уже при гелиевых температурах.

Из этих наблюдений рассеяния нейтронов при гелиевых температурах можно сделать однозначный вывод, что дейтериевый гелий уже при гелиевых температурах не представляет собой жесткую конструкцию и кластеры подвержены перестройке и распаду в отличие от гелей из примесей, имеющих более высокую температуру плавления, например гелей из тяжелой воды, кислорода или метана.

Исследование изменения рассеяния нейтронов в примесных гелях при росте температуры подтвердило это наблюдение. Так, рост температуры и переход гелия из сверхтекучего в нормальное состояние увеличи-

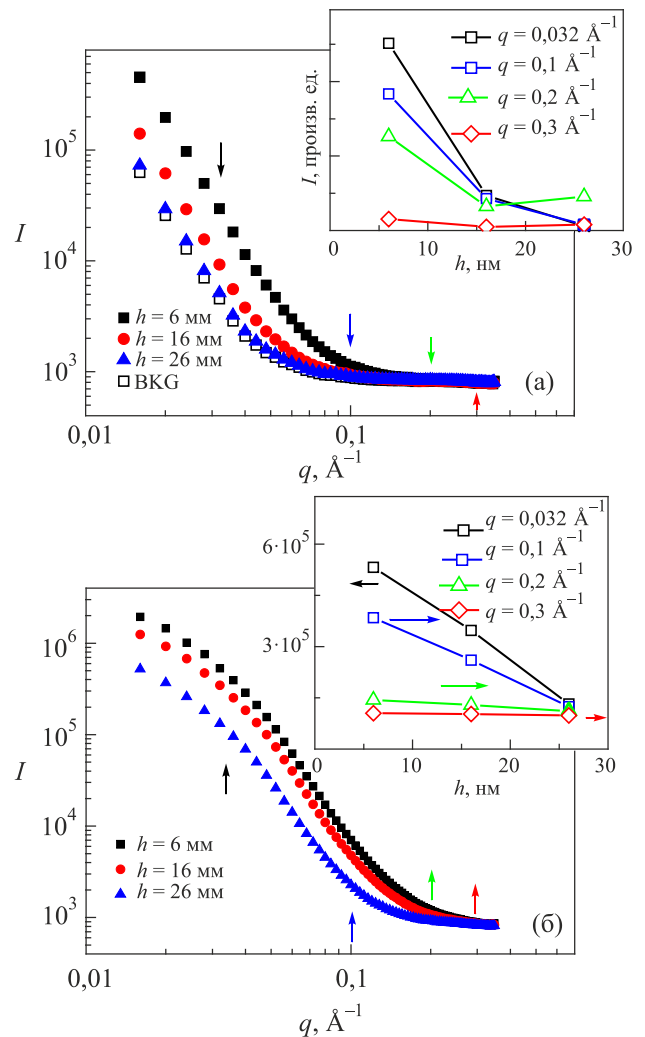


Рис. 3. Угловая зависимость интенсивности рассеяния нейтронов на образцах гелей D<sub>2</sub> (а) и D<sub>2</sub>O (б) с изменением высоты образца. На вставках показаны зависимости интенсивности для четырех разных углов рассеяния как функция высоты пучка, T = 1,6 К.

вает долю кластеров дейтерия малого размера (рис. 4(а)), что указывает на существенную роль процессов распада в таких гелях. На рис. 4(б) хорошо видно, что с ростом температуры количество кластеров малых размеров (12 и 25 Å) сильно возрастает, в то время как концентрация больших кластеров меняется слабо. Значительное увеличение доли нанокластеров дейтерия небольших размеров ~ 1 нм в каркасе геля при температурах ниже критической точки  $T_\lambda = 2,17$  К должно быть связано с резким изменением свойств дисперсионной системы (жидкий гелий в нанопорах, связанных друг с другом узкими каналами) и переходом от сверхтекучего He II с чрезвычайно высокой теплопроводностью к каплям БЭК, локализованным в нанопорах. С этим же связано резкое падение теплопроводности в объеме образца геля, окруженного He II, и нестабильностью скоплений кластеров внутри каркаса геля D<sub>2</sub> даже при температурах  $T \leq T_\lambda$  [3,4].

Процесс распада нанокластеров существенен для дейтериевых гелей, в то время как для примесей с более высокими температурами плавления рост температуры, переход гелия в нормальное состояние, равно как и испарение гелия из рабочей ячейки приводит лишь к уплотнению геля. На рис. 4(в) и (г) видно, что и в нижней части рабочей ампулы, и несколько выше синхронно растет рассеяние нейтронов, что указывает на увеличение плотности образца в верхней и нижней частях по мере уплотнения образца.

Существенные различия структуры дейтериевого и D<sub>2</sub>O гелей видны на фотографиях образцов после приготовления (рис. 5). Так, дейтериевый гель представляет собой полупрозрачную структуру, напоминающую пе-

ристые облака или клячья тумана (рис. 5(а)), в то время как все остальные исследованные нами вещества, в том числе D<sub>2</sub>O гель, формируются в плотные структуры, напоминающие рыхлую вату или кучевые облака (рис. 5(б)).

#### 4. SANS исследования при температурах выше гелиевых

Одним из принципиальных вопросов для понимания природы примесь-гелиевых гелей является вопрос о температуре распада сформированных примесных каркасов, заполненных жидким, а затем газообразным гелием, энергия связи примесь-примесь (M-M) и примесь-гелий (M-He), а также структура формирующихся

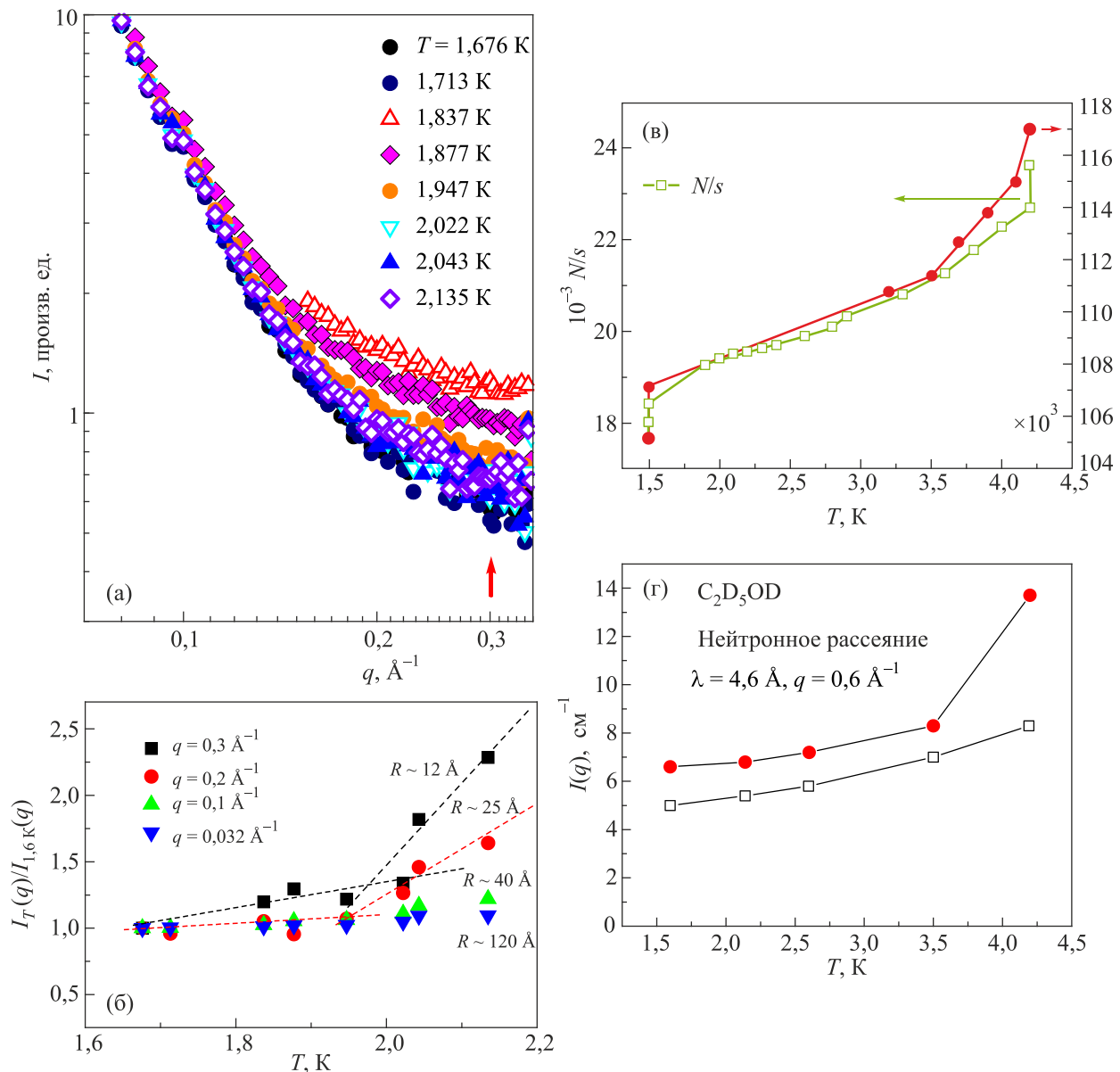


Рис. 4. (а) Температурная зависимость интенсивности рассеяния нейтронов дейтериевого геля по мере его нагрева и перехода He II в He I ( $T \approx 2,17$  К). (б) Зависимость роста интенсивности рассеяния на разных углах рассеяния при росте температуры. Разными значками обозначены разные углы рассеяния, что определяется размерами рассеивающих частиц, рядом обозначены оценочные радиусы кластеров. (в), (г) Уплотнение образцов метанового (CD<sub>4</sub>) и этанолового (C<sub>2</sub>D<sub>5</sub>OD) гелей по мере изменения температуры гелия в рабочей ампуле: верхняя (□) и нижняя (●) части ампулы.



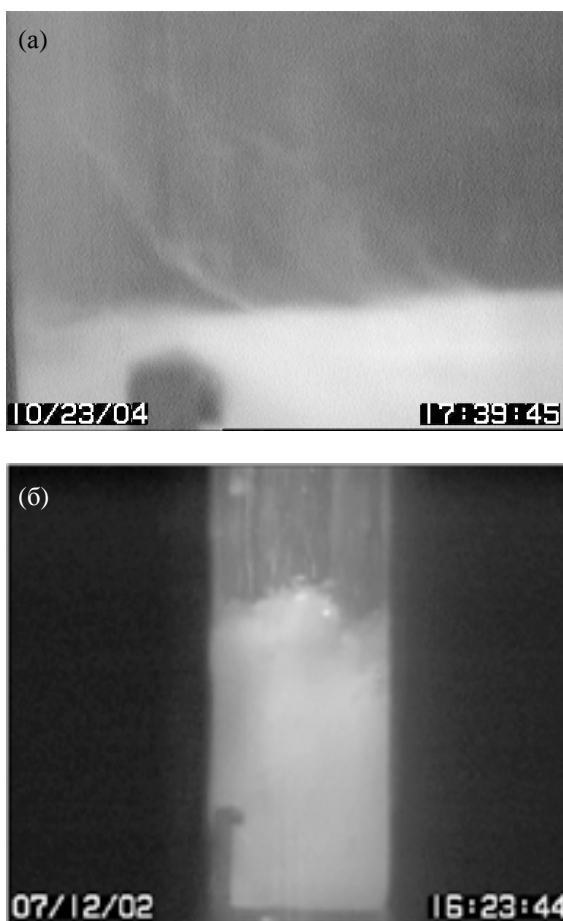


Рис. 5. Вид  $D_2$  (а) и  $D_2O$  (б) гелей.

нанокластеров. Конечно, связь примесь–примесь существенно сильнее, что определяет высокие температуры плавления исследуемых веществ, однако связь примесь–гелий также существенна и имеет энергии порядка десятков кельвинов [10]. Для полярных молекул, таких как вода, этанол, метанол, энергия притяжения примесь–гелий может быть еще больше. Хорошо известно, что в жидком гелии вокруг положительных и отрицательных (под давлением) зарядов образуются несколько слоев твердого гелия — поляризационные силы настолько большие, что атомы гелия даже в сверхтекучем состоянии локализуются. Аналогичная ситуация в гелии, находящемся в порах в графоиле, вайкоре или в аэрогелях, на поверхности которых образуется несколько слоев локализованного (твердого) гелия [11]. Можно ожидать, что распад комплексов  $M_nHe_m$  происходит при температурах существенно выше температуры кипения гелия при нормальных условиях.

Для изучения поведения примесь-гелиевых гелей при температурах выше гелиевых нами разработана методика оценки состояния гелиевого каркаса по рассеянию прямого пучка нейтронов в разных по высоте местах рабочей ампулы с гелем (обычно на расстоянии 1–2 мм от дна ампулы и выше на 20–40 мм) по мере повышения температуры образца при испарении и нагреве ге-

лия в газообразном состоянии в рабочей ампуле криостата [12]. Следует отметить, что для малоуглового рассеяния центральная часть пучка (см. рис. 6) закрывается или инструментально, для предотвращения засвечивания детекторов и повышения их временного разрешения, или в программе при расчетах интенсивности рассеяния нейтронов. Однако, как оказалось, именно изменение интенсивности прямого пучка, проходящего через образец, позволяет оценить плотность гелиевого каркаса при его отогреве.

Результаты проведенных исследований на образцах  $D_2$  показали, что распад гелиевого каркаса начинается после испарения гелия из рабочей ампулы. В сверхтекучем гелии происходит оседание гелия, что характеризуется как уменьшение интенсивности рассеяния нейтронов в верхней части ампулы и увеличение рассеяния в нижней ее части. По мере роста температуры гелия и его кипения гель уплотняется в нижней части. На рис. 7 хорошо видно, как желеобразный дейтериевый гель становится все плотнее, следуя за уровнем гелия, повисая на выступающих частях низкотемпературной вставки, в том числе и на стенках. Окончательный распад гелиевого образца наступает при температурах 5–7 К, что характеризуется как резкий рост плотности нейтронного пучка как в верхней, так и в нижней частях ампулы. Эта температура существенно ниже температуры плавления дейтерия.

Аналогичное поведение распада примесного каркаса наблюдалось для гелей на основе кислорода, дейтерированных и обычных метана, спирта и бензола. Как и для дейтерия, примесные каркасы разваливались при температурах существенно ниже температуры плавления самой примеси. Примеры распада двух гелей приведены на рис. 8.

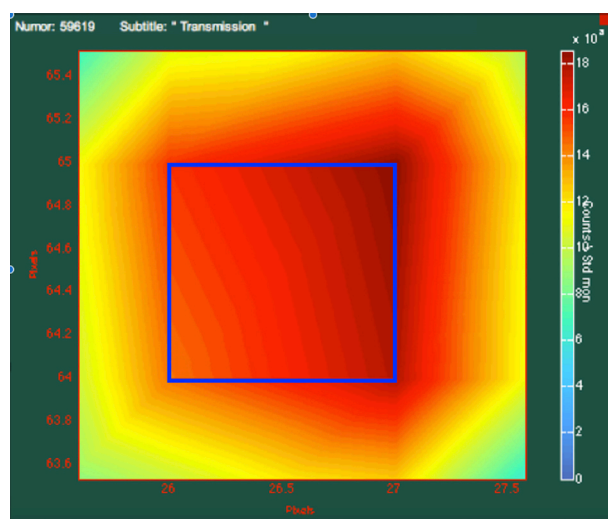


Рис. 6. (Онлайн в цвете) Центральная часть нейтронного пучка, проходящего через образец, используемая для вычисления рассеяния нейтронов на примесь-гелиевых гелях (отмечена рамкой).

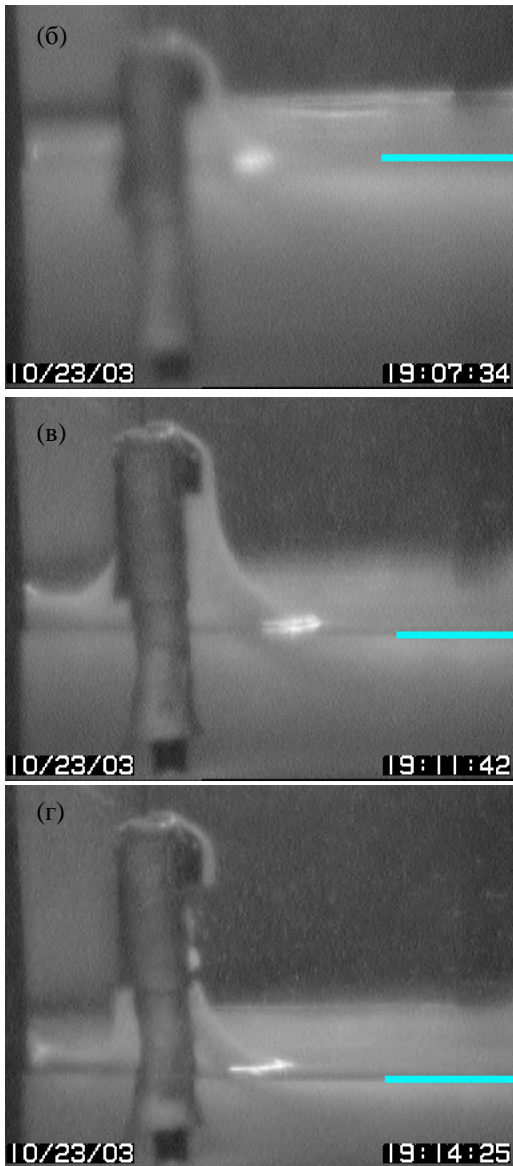
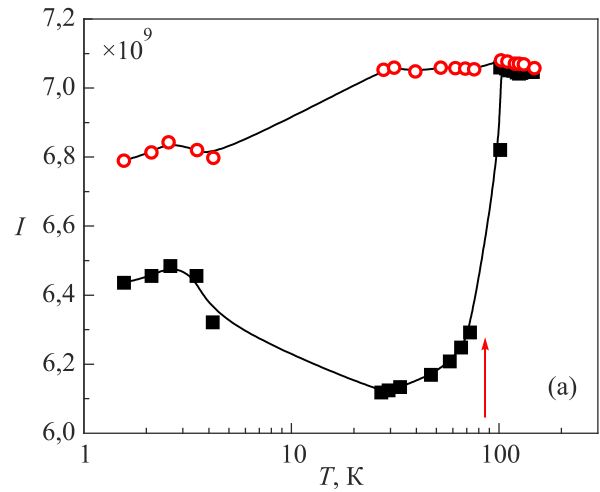
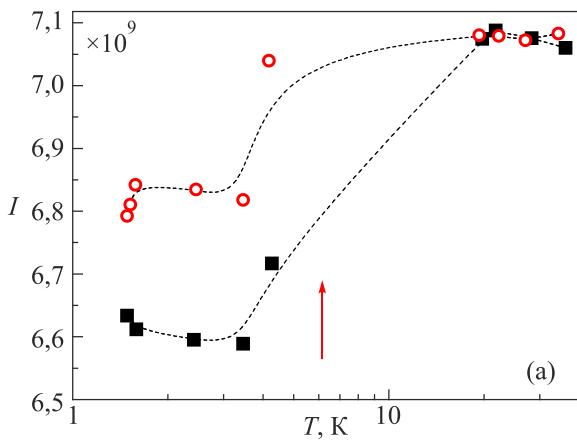


Рис. 7. (а) График изменения плотности пучка нейтронов при их рассеянии на дейтериевом геле по мере роста температуры: пучок направлен на верхнюю (■) и нижнюю (○) части ампулы. На фото (б)–(г) показан вид дейтериевого геля по мере опускания уровня геля в рабочей ампуле (отмечен голубой линией).

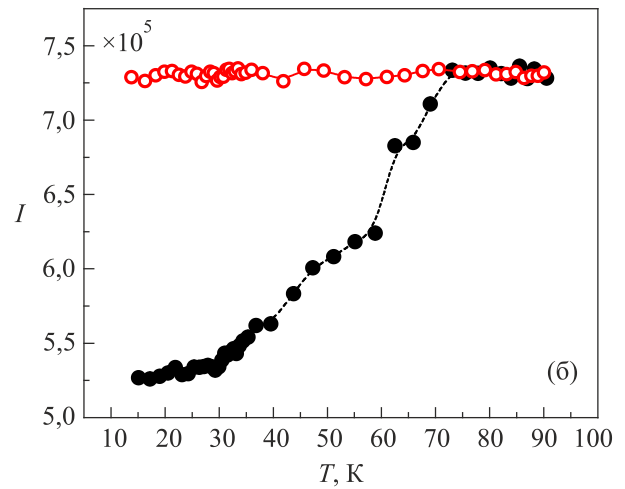


Рис. 8. Температурная зависимость интенсивности нейтронного пучка, регистрируемого в верхней (○) и нижней (●) частях ампулы, для гелей из дейтериевого этанола (а) и  $C_6D_6$  (б).

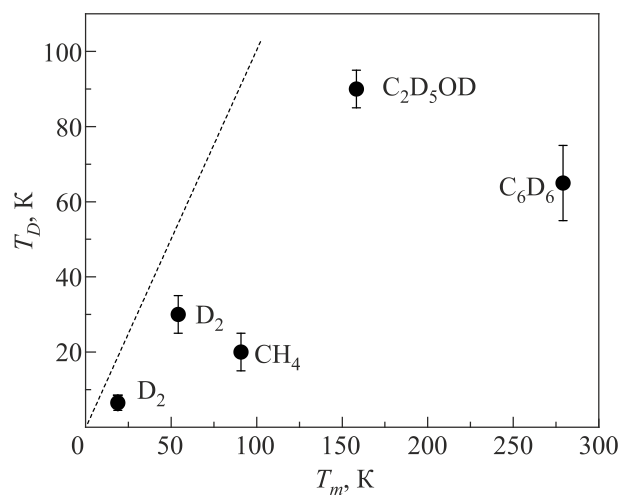


Рис. 9. Температуры распада примесных каркасов после испарения геля как функция температуры плавления этих примесей. Пунктир — температура распада гелиевого каркаса.

Эксперименты по рассеянию нейтронного пучка показали, что температура распада гелиевого каркаса существенно ниже температуры плавления примеси, составляющей этот каркас — на рис. 9 это пунктирная линия.

Для ответа на вопрос о структуре остаточного порошка нами проведены рентгеноструктурные исследования ряда гелей.

### 5. Рентгеновские исследования порошков, образующихся при распаде примесь-гелиевых гелей

Методика проведения рентгеноструктурных исследований состояла из двух этапов. Сначала готовился образец по методике, описанной выше. После испарения геля и распада примесного каркаса (образования порошка) образец при температурах ниже температуры жидкого азота в рабочей ампуле доставался из гелиевого криостата и переносился в жидкий азот, в котором он без изменений свойств мог храниться длительное время. Далее образец помещался в рентгеновский дифрактометр [13] при температуре жидкого азота, и все измерения проводились при базовой температуре  $\approx 85$  К.

Рентгеноструктурные исследования порошков, полученных при распаде образцов водяного и этанолового гелей, показали, что в обоих случаях продукт распада при  $T \leq 85$  К имеет аморфную структуру (рис. 10). Такие аморфные образцы могут сохраняться в течение длительного времени (больше полугода) при температуре жидкого азота без каких-либо видимых изменений. При нагревании образцов выше 100 К можно наблюдать в них процессы кристаллизации. Так, наши исследования показали образование сначала нанокристаллов кубической модификации кристаллического льда, затем их превращение в кристаллы гексагонального льда в случае порошков  $H_2O$  и  $D_2O$ , а также образование нанокристаллов пластического кристалла и, впоследствии, моноклинной фазы в образцах этанола  $C_2H_5OH$ . Пластический кристалл представляет собой динамически разупорядоченную фазу с ОЦК решеткой,  $a = 5,381$  Å.

Из полученных рентгеновских данных можно оценить средний размер кристаллитов, образующихся при кристаллизации аморфных частиц. В ходе отжигов средний размер кристаллитов увеличивается и достигает некоторого предельного значения, которое в дальнейшем практически не изменяется. По всей вероятности, кристаллит прекращает расти, когда занимает весь объем частицы порошка. В таком случае эта величина может служить оценкой размера исходных нанокластеров примесь-гелиевых гелей. Так, обработка результатов SANS экспериментов для образцов дейтерированного этанола дала размеры нанокластеров 40–50 нм, а из рентгеновского эксперимента (для абсолютного  $C_2H_5OH$  и спирта-ректификата) размеры частиц можно оценить в 30–50 нм. Аналогичные оценки для тяжелой воды да-

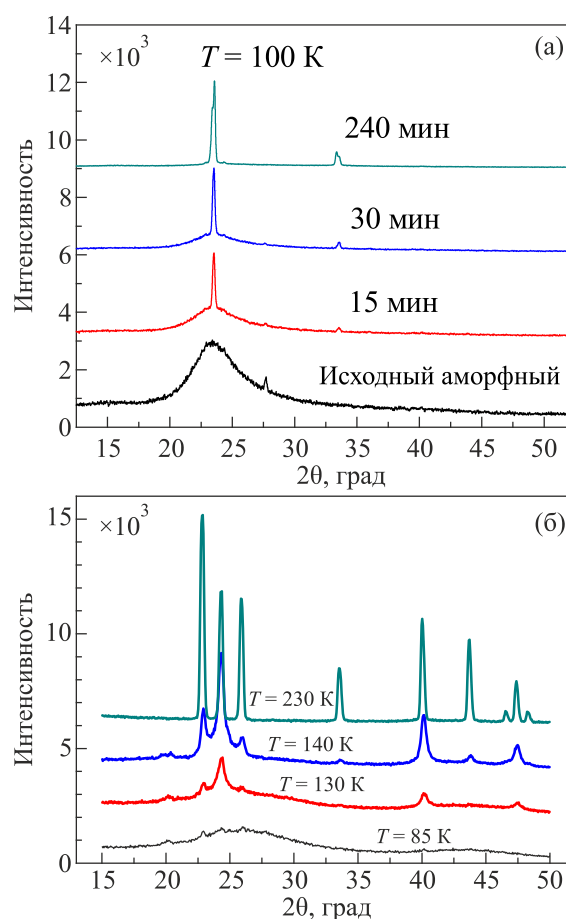


Рис. 10. Рентгеноструктурные спектры процессов кристаллизации порошков, полученных при распаде примесь-гелиевого геля из абсолютного спирта (а) и льда (б) при разных временах выдержки и разных температурах.

ют величины 20–30 и 40–50 нм. Для обычного льда, полученного из гелиевого геля, рентгеновские исследования дают размер кристаллитов 30–40 нм [14]. Как видно, оценки размера частиц, получаемые двумя методами, неплохо коррелируют друг с другом.

Результаты исследования влияния размеров образцов на динамику структурных превращений на примере продуктов распада примесь-гелиевых гелей этанола и воды более подробно отражены в работах [6,15,16].

### 6. Выводы

Представлены результаты SANS и рентгеновского исследования структуры ряда образцов примесь-гелиевого геля — нового класса «мягкой материи». Интенсивное рассеяние достаточно медленных нейтронов на легких наночастицах в объеме примесных гелей [2,3] при очень низких температурах (вплоть до мК) позволяют надеяться на их использование для рефлекторов VCN (very cold neutrons), хранения VCN в ловушках, рефлекторов CN и для охлаждения VCN до энергетического диапазона UCN (ultra cold neutrons) [17]. Новые нейтронные исследования структуры и магнитных

свойств примесь-гелиевых гелей могут открыть новые возможности для расширения знаний о свойствах молекулярных гелей в сверхтекучем He II (квантово-мягком веществе) и перспективы их использования в области физики элементарных частиц.

Проведенные исследования рассеяния нейтронов на примесных гелях показали, что уже при гелиевых температурах в структуре образцов происходят изменения плотности и даже, как в случае дейтериевого геля, распад нанокластеров на более мелкие. Распад примесного каркаса в гелиевой атмосфере после испарения жидкого геля происходит при температурах существенно ниже температуры плавления самой примеси. Как показали рентгеновские исследования, для всех исследованных составов примесей порошок, остающийся после распада примесного каркаса, имеет аморфную структуру. Распад слабосвязанных в примесном каркасе аморфных кластеров при низких температурах интуитивно понятен. Если для кристалла процесс плавления можно объяснить, например, образованием дефектов при тепловом движении атомов и молекул (прогрессирующая аморфизация — модель Френкеля [18]), то для рыхлого аморфного примесного каркаса такое состояние уже готово, так что диффузионное разрушение каркаса в рамках роста дефектов вполне понятно. Аналогичные объяснения высокой подвижности в преобразованиях симметрии для аморфных веществ можно объяснить в рамках предлагаемой в последнее время модели конформационного преобразования структуры кристалла при плавлении [19,20] — изменение взаимного расположения молекул в периодической структуре при повышении температуры, что приводит к кластерной структуре (конденсированного) жидкого состояния.

Рентгеноструктурные исследования показали, что образующийся при распаде геля порошок имеет аморфную структуру (на примере этанола и льда) и размер кластеров в таких образцах порядка 20–60 нм, что коррелирует с результатами SANS измерений.

Стоит отметить, что аналогичные экспериментальные результаты (малые размеры аморфных кластеров и температуры перекристаллизации существенно ниже  $T_m$ ) были получены в работах по ИК спектроскопии этанола, осажденного на холодную подложку [21,22]. Спектры этанола в матрице азота при концентрациях этанола порядка нескольких процентов показали, что этанол конденсируется в виде матрично-изолированных полиагрегатов с большим количеством димеров и мономеров (связи кислород–водород неупорядоченные или упорядоченные только с одним соседом). Переконденсация этанола в вакууме при удалении азота в экспериментах проходила при  $T \sim 35\text{--}38$  К, и структура вновь образованного образца состояла из неупорядоченных агрегатов различных размеров. Наличие мономеров и димеров в твердом этаноле можно рассматривать как формирование дефектов или как неупорядоченное вза-

имное расположение молекул, присущее упорядоченному кристаллу.

Из рентгеновских исследований образца наноразмерного порошка льда, созданного при распаде водяного геля, следует, что при  $T \geq 150$  К скорость фазового перехода из кубической в гексагональную структуру может быть на порядок выше, чем в массивных образцах льда. Этот результат важен для понимания физики процессов, происходящих в объеме ледяных комет или в континентальных льдах Антарктиды. В случае образцов порошка этанола переход от аморфной к кристаллической структуре наблюдался при существенно более низких температурах и скорости формирования кристаллической фазы для нанокластеров был существенно выше, чем в массивных образцах.

Авторы благодарны А.В. Лохову за помощь в проведении экспериментов, V.V. Nesvizhevsky, C. Dewhurst, and D. Honecker за полезные обсуждения во время работы в Institut Max von Laue–Paul Langevin. Работа поддержана грантами ILL на нейтронные эксперименты и грантом РФФИ 17-02-00754.

1. L.P. Mezhev-Deglin, *Phys. Usp.* **48**, 1061 (2005).
2. L.P. Mezhev-Deglin, V.B. Efimov, A.V. Lokhov, E.V. Lychagin, A.Yu. Muzychko, V.V. Nesvizhevskii, and A.V. Strelkov, *J. Low Temp. Phys.* **148**, 833 (2007).
3. L.P. Mezhev-Deglin, V.B. Efimov, A.V. Lokhov, R. May, V.V. Nesvizhevskii, A.A. Levchenko, G.V. Kolmakov, L.V. Abdurakhimov, M.Yu. Brazhnikov, E.V. Lebedeva, A.V. Strelkov, E.V. Lichagin, and A.V. Muzychko, *J. Low Temp. Phys.* **150**, 206 (2008).
4. N.V. Krainyukova, V.B. Efimov, and L.P. Mezhev-Deglin, *J. Low Temp. Phys.* **171**, 718 (2013).
5. V.B. Efimov, A.V. Lokhov, L.P. Mezhev-Deglin, C. Dewhurst, V.V. Nesvizhevsky, and G.V. Kolmakov, *JETP Lett.* **99**, 32 (2014).
6. V. Efimov, A. Izotov, L. Mezhev-Deglin, V. Nesvizhevskii, O. Rybchenko, and A. Zimin, *Fiz. Nizk. Temp.* **41**, 603 (2015) [*Low Temp. Phys.* **41**, 473 (2015)].
7. V.B. Efimov, L.P. Mezhev-Deglin, C.D. Dewhurst, A.V. Lokhov, and V.V. Nesvizhevsky, *Adv. High Energy Phys.* **2015**, 808212 (2015).
8. G. Porod and I. Teil, *Kolloid-Zeitschrift* **124**, 83 (1951).
9. A. Guinier and G. Fournet, *Small Angle Scattering of X-Rays*, John Wiley & Sons (1955).
10. Е.Б. Гордон, А.Ф. Шестаков, *ФНТ* **26**, 5 (2000) [*Low Temp. Phys.* **26**, 1 (2000)].
11. J. Reppy, *Superfluidity in Thin Helium Films*, in: *Phase Transition in Surface Films*, J.G. Dash and J. Ruvalds (eds.), *Series B Physics*, vol. 51, Plenum Press, N.-Y. and London (1979), p. 233.
12. В.Б. Ефимов, А.В. Лохов, Л.П. Межов-Деглин, *ИТЭ* **3**, 144 (2018).
13. [http://cryo.ru/index.php?option=com\\_content&task=view&id=130&Itemid=56](http://cryo.ru/index.php?option=com_content&task=view&id=130&Itemid=56)



14. В.Б. Ефимов, А.Н. Изотов, А.А. Левченко, Л.П. Межов-Деглин, С.С. Хасанов, *Письма в ЖЭТФ* **94**, 662 (2011).
15. В.Б. Ефимов, А.Н. Изотов, О.Г. Рыбченко, *ФНТ* **44**, 1404 (2018) [*Low Temp. Phys.* **44**, 1105 (2018)].
16. В.Б. Ефимов, Л.П. Межов-Деглин, О.Г. Рыбченко, *Фазовые переходы в наноразмерных образцах*, «Вакуумная наука и техника», Материалы XXV Научно-технической конференции, С.Б. Нестеров (ред.), Новелла, Москва (2019).
17. E.V. Lychagin, A.Yu. Muzychka, G.V. Nekhaev, V.V. Nesvizhevsky, E.I. Sharapov, and A.V. Strelkov, *Adv. High Energy Phys.* **2015**, 547620 (2015).
18. Я.И. Френкель, *УФН* **16**, 955 (1936).
19. В.Д. Андреев, *Журнал структурной химии* **3**, 486 (2001).
20. В.Д. Андреев, *Химическая физика* **21**, 35 (2002).
21. А. Дробышев, А. Альдияров, *ФНТ* **37**, 903 (2011) [*Low Temp. Phys.* **37**, 718 (2011)].
22. А. Альдияров, М. Арюткина, А. Дробышев, В. Курносов, *ФНТ* **37**, 659 (2011) [*Low Temp. Phys.* **37**, 524 (2011)].

---

### SANS та рентгенівські дослідження структурних переходів в зразках домішка-гелієвих гелів

В.Б. Єфімов, Л.П. Межов-Деглін, О.Г. Рибченко

Представлено результати SANS досліджень структури зразків нанокластерного домішкового гелю, рентгенівських спостережень структурних перетворень аморфних порошоків,

отриманих при розпаді нагрітих зразків гелю, а також обговорюються можливості використання цих методів для визначення стану та структурних переходів таких речовин.

Ключові слова: домішка-гелієві гелі, SANS, дифракція, кристалізація, аморфні структури.

### SANS and x-ray studies of structural transitions in impurity-helium gel samples

V.B. Efimov, L.P. Mezhev-Deglin,  
and O.G. Rybchenko

The results of SANS studies of the structure of nanocluster impurity gel samples, x-ray observations of structural transformations of amorphous powders obtained by the decomposition of heated gel samples are presented, and the possibilities of using these methods to determine the state and structural transitions of such substances are discussed.

Keywords: impurity-helium gels, SANS, x-ray diffraction, crystallization, amorphous structures.