

# 液氦减压制冷系统简介和常见问题分析

苏少奎<sup>†</sup>

(中国科学院物理研究所 北京 100190)

2020-05-06收到

<sup>†</sup> email: sski@iphy.ac.cn

DOI: 10.7693/wl20210206

## Liquid helium evacuating refrigeration systems and common problems

SU Shao-Kui<sup>†</sup>

(Institute of Physics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China)

**摘要** 液氦减压制冷系统是目前广泛使用的1—4 K制冷装置。文章首先简要分析了液氦减压制冷系统的现状、原理,而后进一步说明各个组成部分的原理、设计和使用时应考虑的内容,并详细描述了液氦制冷系统的关键部件——流阻的现状与发展前景,最后列举了使用中常见的问题及其预防和处理方法。

**关键词** 液氦减压制冷, 流阻, 常见问题及处理

**Abstract** The liquid helium evacuating refrigeration system is widely used for temperatures from 1—4 K. This paper briefly analyzes the principle and present status of liquid helium pressure refrigeration systems, then explain the principle, design of the components, and aspects that should be considered in usage. The key component of a liquid helium cooling system, the flow resistance, is described in detail, as well as its current development status and prospects. Finally, common problems and their prevention and treatment are enumerated.

**Keywords** Liquid helium evacuating refrigeration, flow resistance, common problems and treatment

## 1 引言

约20年前,全国仅有少数几个单位可以做液氦实验。近年来,随着我国经济和科技实力的大幅提升,低温环境对科研、军事、医疗、通信等各方面的发展越来越重要。如今液氦温区的实验设备已经非常普及,各个高校和研究所都有了这类设备。

能达到1—4 K温度区间并且常用的设备主要有:液氦减压制冷系统、GM(Gifford—Mcmahon)制冷机、脉冲管制冷机等。虽然GM制冷机、脉冲管制冷机等设备越来越多,并且因其节省液氦、建设方便等优点逐步成为主流设备;但是液氦减压制冷系统震动小、噪音低,对微弱信号测量有着天生的优势。因此在相当一段时间内,液

氦减压制冷系统还是会大量存在。

本文将主要介绍“液氦减压制冷系统”的原理、特点及常见问题。

## 2 制冷原理介绍

液氦减压制冷的原理非常简单,即利用液氦的物理性质——饱和蒸气压与温度具有单调关系来获得4 K以下温度。常压下的液氦是4.2 K,因此有了液氦就能到达4.2 K的温度。如果对液氦进行减压,液氦的温度就会随之降低。如图1所示,当饱和蒸气压降到1 mbar (100 Pa)时,液氦和氦气的温度就会降到1.2 K左右;如果低于 $10^{-2}$  Pa,可以低于0.6 K。然而,实际的液氦减压设备一般只能达到1.2 K,这涉及到低温设备设计时需要注

意的另一个关键问题：当制冷量一定时，从室温环境向低温环境的漏热功率，决定了系统的最低温度。因此在制冷系统的设计中，主要考虑的问题就包括如何减少室温环境对低温环境的漏热<sup>[1, 2]</sup>。

下面我们通过具体介绍近些年主流的低温设备——连续流式液氮减压恒温器来详细说明。图2是常见的连续流式液氮减压恒温器的基本结构。其中包括制冷部分、辅助部分和测量部分。由于测量部分也会带来漏热，因此在设计时需要统筹考虑；同时测量部分又是恒温器的核心，因此我们把它加入整体来介绍。其中，制冷部分由液氮减压管路、1 K盒和流阻构成。其他部分设计的目的是为了固定制冷部分或为了减少环境对恒温器的漏热，统称为辅助部分。下面我们将逐一介绍。

### 3 制冷部分的设计考虑

有一种最简易的变温电阻测量方法，即将布置好测量线的测量杆缓慢插入液氮杜瓦内，同时测量样品电阻。插入过程中样品温度会从室温缓慢下降到4.2 K，完成室温到4.2 K的电阻—温度曲线。如果这时用减压泵减压液氮杜瓦，液氮温度会降至2.17 K，也就是液氮超流相变温度，之后温度很难再降低。究其原因原因是超流态液氮会沿着杜瓦壁向上爬升，在较高处受热蒸发，导致液氮的蒸气压极大增加，因此液氮温度不会再降低，甚至产生温度波动<sup>[1, 4]</sup>。

于是人们设计了一个小液池，样品台与小液池进行弱的热连接，小液池及样品台都处在真空绝热环境，一般称之为恒温腔。由于小液池往往设计成一个密闭的盒子形状，且温度一般能到1 K左右，因此称之为1 K盒。减压管和1 K盒连通，减压泵通过减压管减压1 K盒内的液氮。虽然减压管的管壁直径比杜瓦管壁直径小很多，但是超流液氮引起的气压增长还是影响很大。解决的方法是，在1 K盒的减压管管口处，焊接一个黄铜密封堵头。然后在堵头上打一个 $\phi 1\text{ mm}$ 的小孔。如此可以大大减小液氮超流的影响。同时附近区域表面光洁度要高，以减少超流液氮爬膜效应。

对1 K盒内的液氮进行减压，一段时间后其内的液氮就会全部蒸发。这时需要液氮补充进1 K盒。但是存储在液氮杜瓦的液氮温度是4.2 K，如果补充较多就会给1 K盒带来大量的热。所以需要合适的液氮进入量，既要保证1 K盒中永远存有液氮，同时也不给1 K盒带来大量的热量。这就是设计流阻的目的。

以下详细介绍制冷部分三部件：减压管路、1 K盒和流阻的工作原理。

#### 3.1 减压管路

减压管路外端接减压泵，减压泵可以将1 K盒内的液氮进行减压。实际使用中，一般在减压

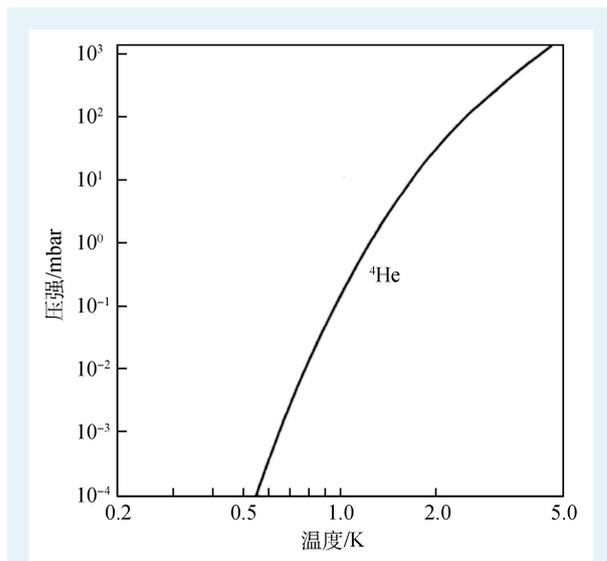


图1 液氮的饱和蒸气压与温度的关系<sup>[3]</sup>

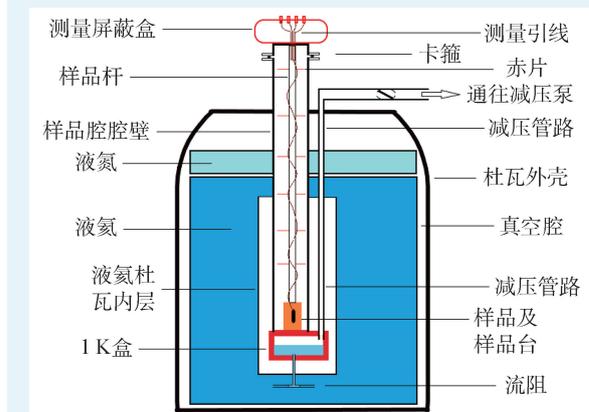


图2 常见连续流式液氮减压恒温器结构示意图

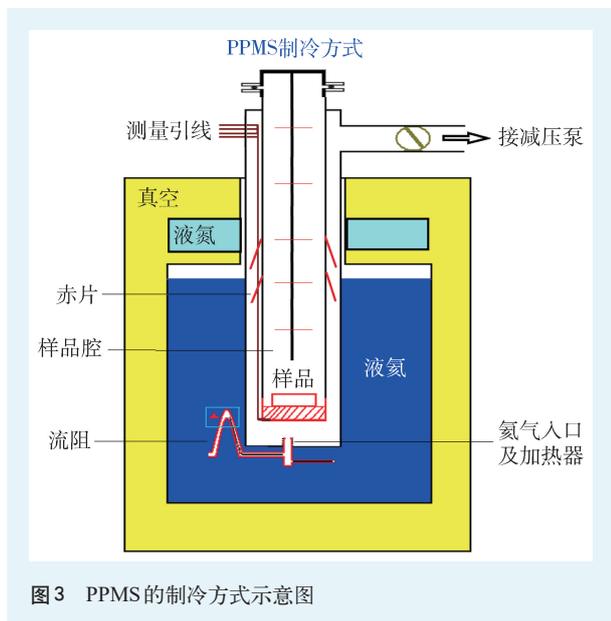


图3 PPMS的制冷方式示意图

管路中设计一个阀门，用来调节减压管路的抽气量，如图2所示。

当需要从室温快速降温时，阀门完全打开，此时氦气的流量很大，可以达到2~3 L/min的流量。当大量液氮进入1 K盒，1 K盒迅速降温，几分钟就可以降到2 K。但是这么快的温度变化，各个焊接口、管材、样品本身等都会因为热膨胀系数与其所在环境不一致而产生应力，很容易使设备损坏。因此一般会控制阀门的角度，让降温速度在20 K/min以内。当需要样品台升温到300 K时，阀门仅仅留微小通量，同时给样品台加热。当1 K盒因为受热使得压力上升到略微超过1个大气压，使得液氮无法进入1 K盒，此时才可以通过加热使1 K盒升温。升温时1 K盒压力会不断上升，如果阀门完全关闭，增加的压力很可能使1 K盒爆破。因此，阀门不能完全关闭，或者也可以一直监测1 K盒的压力随时调节阀门角度。

由于氦气抽速对系统所能达到的最低温度有很大影响，所以管路和减压泵的设计是需要考虑的。显然，环境漏热功率和减压液氮的最大制冷功率平衡时，系统获得最低温度。减压液氮的制冷功率取决于液氮的蒸发量，也就是氦气的抽气速度。抽气速度减小，系统平衡温度上升；反之亦然。这里仅粗略的介绍一个公式<sup>[5]</sup>：

$$n = Q_1(w) \div 83 ,$$

其中， $n$ 为抽气速度， $Q_1$ 为环境漏热功率，单位瓦，83 J/mol是每摩尔液氮蒸发的潜热。

### 3.2 1 K盒

1 K盒的体积一般4—5 ml为宜。从4.2 K冷却到1.2 K时，大约一半的液氮用于其自身降温。如果体积较小，1.2 K稳定的时间就会很短；但是如果体积较大，当需要1 K盒温度高于4.2 K时，升温和控温都会困难。体积大也有好处：可以维持稳定低温环境(例如1.2 K)很长时间。例如<sup>3</sup>He恒温器和稀释制冷机冷凝<sup>3</sup>He气体的1 K盒的设计体积就很大，可以保障系统能够长时间工作在1.8 K以下温度。

如果将1 K盒的体积减到很小，这时就成了氦气流制冷模式。PPMS就是采用这种制冷模式。如图3所示，减压泵将冷的氦气抽进样品腔来冷却样品台，此即为氦气流制冷的基本原理。通过给冷氦气初步加热后，样品台在高温区的可控性和稳定性就会大大提升。这也是PPMS的巨大优势，系统温度可以平滑的从1.8 K升温到300 K，这对于科研人员测量和分析全温区的数据是十分有利的。

氦气流制冷模式的不足是，在4 K以下温度的稳定性不如1 K盒模式；另外，对流阻依赖性很强。而且最近几年，经常发生固氢堵住流阻的现象，从而导致系统无法在5 K以下正常工作。

### 3.3 流阻

设计流阻的最初目的是保证进入1 K盒的液氮流量适中，以保持1 K盒既不接收太多热量，也不会被抽空。但是由于1 K盒和杜瓦内的液氮是热绝缘的，所以实验开始时1 K盒处在高温，甚至是室温。只有1 K盒先降到4.2 K温度，而后液氮才能存在于1 K盒，才能进行液氮减压制冷。所以，流阻的设计还需要控制其流阻值，从而满足不同的需要。例如，当需要1 K盒从室温快速降温时，流阻的阻值要小，能让大量冷氦气进入1 K盒迅速降温；当温度低于4.2 K后，流

阻的阻值要处在合适的值，既不给1 K盒注入太多液氮又能保证盒内存有液氮，以实现减压制冷模式；当1 K盒从4.2 K升温或需要控制在高温时，流阻的阻值要很大，冷氦气进入盒内量少且稳定，这样1 K盒得到的冷量才稳定，从而样品的温度控制才能稳定。所以，对于液氮减压制冷设备，最核心的部件就是流阻。

### 3.4 流阻的形式及现状介绍

现在广泛应用的是针阀式流阻、毛细管式流阻和阀门式流阻<sup>[1, 2]</sup>。它们各有所长，各有不足。下面逐一介绍。

#### 3.4.1 针阀式流阻

图4是针阀式流阻恒温器的示意图(也是早期的液氮恒温器的基本结构示意图)。针尖阀正对的槽孔上端有螺纹，通过旋拧旋柄可以将针尖插入小孔。由于针尖阀的锥面可以完全密封中通孔，因而实现了完全关闭。反向旋转旋柄，针尖后退，小孔打开，液氮又可以进入1 K盒。通过控制针尖的进度，可以控制小孔的液氮流量。

这种流阻的优点是：操控容易，可以实现完全关闭、完全开通的小孔流量控制。缺点是：液氮流量控制精度不高，因此会引起1 K盒温度的波动。另外随着使用时间增长，会出现无法完全关闭的现象。

#### 3.4.2 毛细管式流阻

PPMS采用的是这种流阻。我们在研制稀释制冷机时，用于冷凝<sup>3</sup>He的流阻也是这种流阻。我们的做法是：在一根不锈钢管内插入一根不锈钢丝制成。这完全是手工的做法，因此该流阻的阻值可能每次都不一样。这时需要纯净的空气或氦气来检测其流阻。这个阻值虽然是在室温测量的，但是可以作为参考。

还有其它方法制作这种流阻，如在不锈钢管中段塞满固体颗粒(如 $Al_2O_3$ ， $SiO_2$ 等)，而后给不锈钢管适当加热并拉伸，固体颗粒被固定在管内，从而作为流阻使用。同样的，这种流阻也需要标定流阻值。

毛细管式流阻有个难题，由于它一直浸泡在液氮里，因此改变其阻值变得很难。Quantum Design公司采用了双流阻方式解决了这个问题。两个流阻中，一个通过控制温度改变阻值，另一个阻值固定不变。并且一个阻值很小，液氮通量较大，称其为大流阻；另一个流量小的称为小流阻。小流阻的阻值是不变的。在大流阻中段绕制加热丝并和杜瓦内的液氮稍微绝热。当需要大流阻关闭时，给其加热到10 K左右，此时大流阻中段会存在氦气泡，液氮穿过的阻力大大增加。大流阻一旦关闭，液氮的通量会非常小，这时就靠小流阻持续补充液氮进入1 K盒。小流阻的阻值设计是：系统温度在1.8 K稳定时，小流阻的液氮通量正好满足“既不让1 K盒的液氮被抽空又不会给1 K盒带来太多热量”的条件。他们的设计能将高温段和4 K以下低温区间的变温及控温完美地结合起来。

这种流阻的优点是操控性强，稳定性好，因此样品台的变温流畅了很多，同时温度的稳定性提高了很多。

缺点是大流阻的流量不能够很高，因此降温速度无法很快；另外大流阻的开关时间较长；有时候会因为液氮通量太大而无法加热到10 K温度，进而无法关闭大流阻。还有小流阻容易被固氦堵住，导致整机无法正常工作。

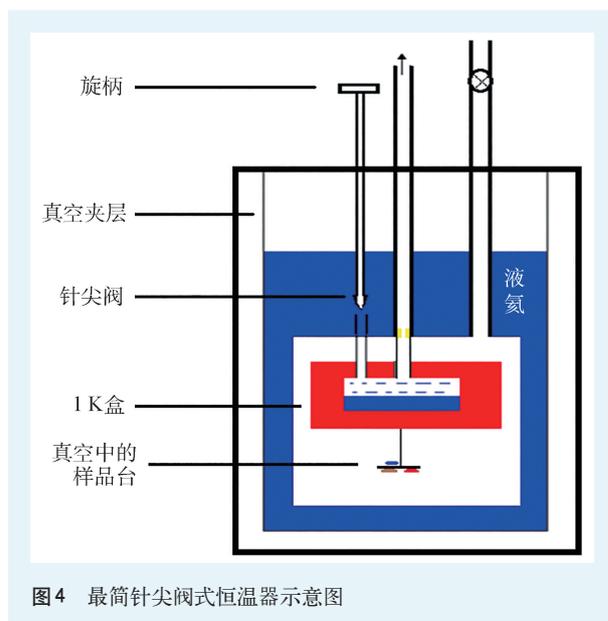


图4 最简针尖阀式恒温器示意图

### 3.4.3 阀门式流阻

图5是SQUID VSM制冷结构示意图,使用处于室温的阀门替代了大流阻(笔者称其为阀门式流阻),小流阻还是原来的设计。

阀门式流阻的基本原理:用一根不锈钢管将少量液氮引至室温,而后用阀门控制氮气的通量,通过阀门的氮气再经过另一根不锈钢管返回进入液氮杜瓦,与液氮热交换后成为低温氮气(最低可达5 K左右),最终进入1 K盒。这种设计的原因是:由于阀门是用橡胶圈密封的,而橡胶在低温下会变硬变脆,因而这类阀门无法在低温下使用。但是管子引来的液氮在到达阀门前,与环境热交换早已经成为室温气体了,因此阀门可以控制它的通量。阀门的优点是,氮气通量的开关比会很大。在阀门关闭时,氮气会完全无法通过,而阀门完全打开时,氮气的通量可以非常大,而且具有反应快和连续可调的优点。为了将返回的氮气冷却下来,返回液氮杜瓦的不锈钢管需要设计的较长,以增加氮气冷却液化过程。还可以将液氮引出管和返回管做成逆流式热交换器的形式,从而提高效率,如图5所示。

当需要样品腔从室温快速降温时,阀门完全打开,这等效于没有流阻,因此冷却样品腔的氮气通量非常大,所以样品及样品腔能够快速降

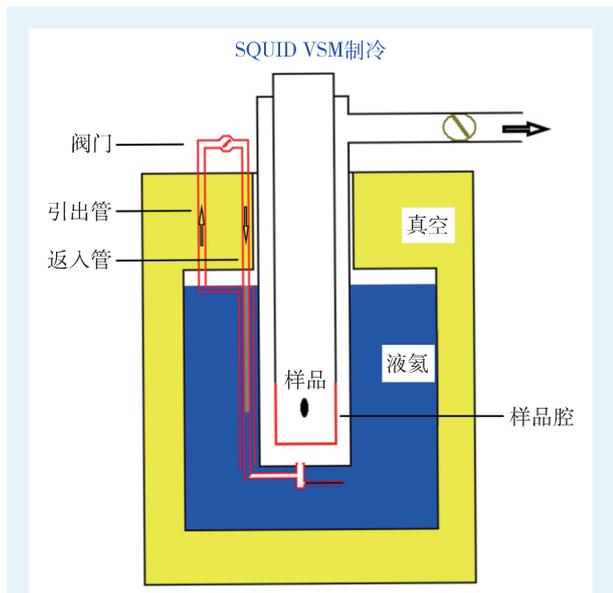


图5 SQUID VSM制冷结构示意图

温,降温速度甚至可以高达50 K/min。到达10 K后,室温阀门关闭,此时冷氮气不再进入样品腔,而小流阻继续提供液氮来冷却样品腔。一般10分钟就能降温到1.8 K,并能长时间维持。SQUID VSM仅20分钟就可以从室温到达1.8 K温度,而PPMS则需要100分钟。

这个简单的改进,却产生了非常大的影响。由于一次升降温过程仅需一个小时,所以该设备不仅可以用于研究材料性质,还可以用于检测、筛选样品等工作。

总之,流阻的性能对液氮减压制冷系统非常重要,而且还有发展的空间,我们只要不断地研究探索,一定会研制出性能更好的设备。

## 4 辅助部分的设计考虑

辅助部分的设计目的和考虑有两个:一是固定连接恒温腔;二是如何减少室温环境向低温环境的漏热。固定和连接的功能,更多是机械加工和机械制图方面的知识,在此略过。这里主要介绍“如何减少室温环境向低温环境漏热”的内容。热传导有三种形式:气体热传导、固体热传导和热辐射。所有的制冷系统都会针对这三种传热方式进行设计,以求环境对低温系统的漏热最小。

### 4.1 气体热传导

稀薄气体的热导率公式为  $Q = \kappa \alpha P (T_2 - T_1)$ , 其中,  $Q$  为气体传热功率;  $\kappa = \frac{\gamma + 1}{\gamma - 1} \sqrt{\frac{R}{8\pi MT}}$ ,  $\gamma = \frac{C_p}{C_v}$ , 对于氮气,  $\kappa = 2.1002$ ;  $\alpha$  为热适应系数,是气体分子实际传递能量和最大传递能量的比值,数值在0—1之间,温度越低,表面越粗糙,数值越大;  $P$  为气体压强;  $T_2$  为热端温度,  $T_1$  为冷端温度。  $R$  为理想气体常数;  $M$  为摩尔质量;  $T$  为温度;  $C_p$  和  $C_v$  分别为定压比热和定容比热。

在《低温绝热与传热》<sup>[6]</sup>书中有实例:液氮杜

瓦表面积为 $0.74\text{ m}^2$ ，气压为 $1.33\times 10^{-3}\text{ Pa}$ ，氦气的传热功率为 $0.0641\text{ W}$ 。由于一般低温容器的真空度好于 $10^{-5}\text{ Pa}$ ，且当系统充满液氦处于低温环境时，容器壁和事先放在真空夹层的活性炭等会进一步吸附气体分子，因此真空度会进一步升高；所以在这种情况下，真空夹层内的气体传热可以忽略不计。

低温设备都会在低温部分和高温部分之间设计真空夹层。如图2所示，杜瓦外壳和液氦、液氮存储外壁间，都有真空夹层；在液氦和样品腔之间，也是真空环境。这样做的目的是，保证样品台及1 K盒与外围的液氦热绝缘。好处是：当样品台及1 K盒处在高温时，外围的液氦不提供太多冷负载；同理当样品台及1 K盒处于1 K时，外围的液氦不提供热负载给样品台及1 K盒。

## 4.2 固体热传导

固体热传导的一般公式为： $Q=\eta\Delta T\frac{s}{l}$ ，其中， $\eta$ 为材料的平均热导率， $\Delta T$ 为热端与冷端的温差， $s$ 为截面积， $l$ 为长度。由公式可知，为了减少室温环境往低温环境的漏热，固定和连接恒温腔的材料一般选用热导率较低且又容易加工的材料，如不锈钢；并且截面积尽可能小，长度尽可能长。这也是大部分低温设备都是细长的原因。

从固体热传导的公式可知，环境对1 K盒的漏热与它们的温差成正比，因此减小温差会相应地减少漏热。低温环境核心——1 K盒，四周和底部均是液氦，温度稳定在4.2 K，固体热传导率仅为 $0.6\text{ W/m}$ ，可以忽略。于是1 K盒的漏热源，只是减压管、样品腔真空壁及样品测量杆(图2)。

由于减压管出了恒温腔后，可以和液氦直接接触，因此一般情况下减压管的漏热也可以忽略。所以现在只有样品杆和样品腔的真空管壁是漏热源。如何减少这两个部件的漏热成为主要问题。如图2所示的结构是一种常用的设计。这种设计的好处是：测量引线和样品杆一同进出，给实验人员改变测量方式带来巨大方便。同时，样

品杆的强度要求略低，而且没有真空密封的要求，样品杆可以用薄壁不锈钢管制成，并通过在管壁上开许多孔等方法进一步减少横截面积。另一个好处是，样品腔的外壁可以设计成与液氮直接接触(在液氮区域)，因此漏热减少很多。这种设计的不足之处是：样品杆和1 K盒之间热阻较大(插槽式的连接)，且由于样品杆漏热多，所以在某些情形下样品和1 K盒会产生较大温差。

Quantum Design公司的PPMS设计则选择了另外一种方式。如图3所示，为了彻底消除样品测量杆的漏热，他们用送样工具把样品单独安装在低温台上，测量引线从低温台下面引出，经样品腔外壁至杜瓦口处，再连接到外部的测量仪表。这样极大的减少了样品杆的漏热。为了结构紧凑，利用样品腔和杜瓦内壁的环形腔作为减压管。这样设计的另一个好处是，样品腔装卸方便，十分利于维修。并且样品台和控温台虽说也是插槽式连接，但是没有了样品杆的漏热，因此温差会很小。

这种设计的不利后果是，样品腔壁无法与液氮有很好的热沉；且因强度要求，腔壁不能太薄；而且为了温度稳定，样品腔壁是有真空夹层的，因此样品腔壁漏热较大。

笔者有个想法，或许能稍微改进，就可能使最低温降到1.5 K以下。如图3所示，只需在样品腔外壁上焊接几个赤片，即可。这样从1 K盒出来的冷氦气，可以将这些赤片冷却到50—60 K，从而减少了样品腔壁对1 K盒的漏热。但是这需要试验赤片安装的高度和形状等参数。

## 4.3 辐射漏热

两个不同温度物体间的热辐射通量与温度4次方的差成正比( $\phi\sim(T_2^4-T_1^4)$ )<sup>[6]</sup>，与吸收系数成正比。由于样品杆从上到下自然形成温度梯度，所以在样品杆上固定一系列的辐射屏，可以大大减少热辐射。辐射屏越多，辐射热越小，这是多层绝热的基本原理。图2中设计了6个赤片作为辐射屏。另外，物体表面的吸收系数对热辐射吸收影响也很大。一般光洁度越高，电导率越高，

吸收系数越低。这是很多低温器件会镀金的原因。

#### 4.4 测量部分的设计考虑

测量杆一般选用圆形不锈钢管制成。管壁尽可能薄,在保证强度的前提下,还可以切割掉一部分,以减少横截面积。总之是尽可能减小漏热。测量引线大多用锰铜线,因为锰铜线具有热导率低,热电势小的特点。将锰铜线盘绕在样品杆上,以增加长度,从而降低其对于1 K盒的漏热。但是,锰铜的电阻率较高,不适合作为电流引线。一般用较细的铜线制作一组或两组电流引线。

### 5 设备运行中几个常见问题

#### 5.1 流阻被堵塞的问题

流阻对于液氮减压制冷系统的作用非常大,一旦被堵住,会导致整个系统无法正常工作。而设备运行过程中又常常出现因流阻被堵而无法工作的情况。笔者在实验过程中做了一些经验总结,下面和读者分享。

流阻被堵塞的几种情形是:固空堵塞,固氢堵塞,冰及其吸附物堵塞。

(1)固空堵塞。由于液氮中难免会有固体氧和固体氮(统称为固空)。这些颗粒会慢慢吸附在流阻的端口或者钻入流阻内,从而堵住流阻使其无法提供足够的液氮给1 K盒。

常用的解决方法是:在流阻的入口前放置一个滤网(几层400目以上)。液氮能轻易通过滤网,而颗粒较大的固空无法进入流阻内。只要固空不将滤网完全密封,流阻就能正常工作。如果系统多年处在低温环境,固空逐渐聚集而完全将滤网封住,导致流阻完全被堵,可以停机待系统完全升至室温,用纯净的氮气清洗几次,问题就能解决。

(2)固氢堵塞。固氢堵住流阻是这些年才遇到的现象。大约因为近些年商业提供的液氮里含有

固氢。虽然含量非常低(不足1 ppm),但是由于固氢的液化点是13.3 K,气化点是20.1 K,所以固氢会一直存在于液氮里而不会蒸发掉。如果每次输液氮都带来一点固氢,随着使用时间的增长,制冷机内液氮里的固氢浓度会逐渐增加。另外固氢的颗粒非常小,足以钻过滤网进入流阻,但是又不能通过流阻,从而堵住流阻。

应对的方法有:适度升温法、静置法和注意所有环节。

**适度升温法:**由于固氢的气化点是20.1 K,把系统升温超过这个温度,使其气化然后再将氮气吹走即可。实际的操作是,将高纯的氮气通过输液氮的管路压进液氮杜瓦内,不断的用室温氮气吹热系统,直到存液氮的区域升温到100 K左右,然后立即补充液氮进入杜瓦。系统升温至100 K的目的是,即使有固空也气化了。

**静置法:**由于固氢的密度稍低于液氮,如果让流阻两端压力平衡,并这样静置一段时间(如一夜),固氢会因浮力作用而脱离流阻处。具体做法是停止减压泵减压1 K盒,并保持1 K盒和杜瓦内液氮的压力一致。有时仅2个小时后,系统就可以正常工作了,但是在低温环境下不会坚持太长时间。静置法有效还是无效,是固空堵住流阻和固氢堵住流阻的重要区别。由于固空的密度大于液氮且粘度系数较高,所以一旦堵住流阻,静置法是不起作用的。

**注意所有细节:**在4.2 K温度,固氢的密度为 $0.09 \text{ g/cm}^3$ ,而液氮的密度为 $0.12 \text{ g/cm}^3$ ,因此当静置时间足够长,固氢会主要集中在液氮的上表层。我们可以利用这个现象,通过注意操作的每个细节,以减少固氢堵住流阻的情况发生。首先,推来的液氮,必须静置一个小时以上,以确保固氢主要集中在液氮的上表层;其次,在输液氮时,输液杆的入口端要快速通过液氮上表层,以减少固氢通过输液杆进入低温系统;最后,在输液氮过程中,低温系统要停止减压1 K盒,输完液氮后,也要静置系统1小时,然后再正常工作。因为在输液氮和刚刚输完液氮时,固氢在整个杜瓦内都存在。由于固

氢和液氢的密度很接近，因此达到平衡态的时间会比较长。

另外，系统在加磁场时，会引起液氢的上下翻滚，固氢会分布到杜瓦各处，此时也容易把流阻堵住。

(3)冰及其吸附物堵塞。被冰及其吸附物堵住现象较难遇到，但是如果误操作，也可能导致该现象发生。

例如在首次冷却系统时，为了将杜瓦内的空气排出去，人们会用真空泵将杜瓦抽成一定的粗真空，而后再补充纯氦气。抽杜瓦的时间可能较长，如果杜瓦有些地方密封不好，就会有水汽进入杜瓦。而后输液氢冷却系统时，水汽可能固定在流阻端口上。这一点水汽结成的冰，不会堵住流阻，因此液氢输好后，系统是可以降温正常工作的。但是工作几天后，流阻就被堵住了。这是因为凝固在流阻端口的一点冰，会把原本很光洁的表面变成凹凸不平；而且水分具有一定的极性键，极大增加了对于固氢、固氧、固体二氧化碳等的吸附，因而加快了流阻被堵的步伐。

处理方法：首先保证流阻附近、杜瓦底部的温度都在室温；其次用机械泵减压杜瓦(因为水在一个大气压下的蒸发率非常低；另外即使蒸发了，水蒸汽也很难逃离杜瓦)；杜瓦到达低真空后，要补充纯氦气到一个大气压，而后再抽真空。此过程要反复数次。过程中要保证流阻两端都是真空或是纯氦气。

## 5.2 固体氧的问题

低温设备处在低温环境时间长了，难免会有固氧进入杜瓦内。如果固氧较多还会导致另一个问题：影响磁场分布。因为在低温下，固氧具有很强的顺磁性。磁体施加磁场时，固氧颗粒会被吸附到磁体附近形成雪球，从而改变磁场的分布。所以，液氢操作和液氢杜瓦使用过程中，要尽可能避免空气进入，时隔几年，建议把系统彻底升温到室温一次<sup>[5]</sup>。

## 5.3 机械泵返油问题

如果用机械泵减压液氢，还需要注意机械泵的返油问题。当机械泵长时间减压1 K盒时，其油蒸气会反向进入减压管道，甚至达到1 K盒的位置。此时油气可能堵住抽气小孔，而导致系统无法工作。并且油气一旦进入杜瓦，就很难弄出来。

解决方法：可以在机械泵抽口前，加一个防返油器；在连接减压管路前，先确认机械泵是否正常工作等。

## 5.4 固空在样品腔的问题

由于误操作或者设备出了故障，样品腔内有可能吸附了大量空气。如果样品腔温度低于50 K，空气会形成固空。这是一种极其危险的情况。由于控温区一般在样品腔的最下端，形成的固空柱容易高出控温区。如果将样品腔升温，固空柱上端因升温缓慢而一直是固体状态。这就等同于将样品腔的控温区密封起来。持续升温时，固空因受热体积膨胀而导致附近的压力一直上升，直到突破极限，爆破出来。

发生了固空进入样品腔的情况，其实处理起来并不复杂。即停止加热，让系统自然升温；待系统温度升至70—80 K时，或样品腔气压接近一个大气压时，用减压泵减压样品腔直到气压值回到正常范围；之后正常操作即可。若是有专业人员，则可以非常缓慢地升温，并用减压泵抽着样品腔，实时关注着样品腔的气压也可以。

## 6 后记

笔者长期从事低温实验工作，自己研制过低温设备，也用过国外成型的设备，这些经历、经验给了我很大启示，主要有两个想法，在此一吐为快。

(1)低温实验看起来很复杂，其实本质很简单。只要我们知道每个步骤、环节的目的是什么，原因是什么，操作这类仪器就很轻松，如鱼

得水。其实任何一个复杂体系，都是一个个简单体系组合而成。只要我们抓住主题，依循脉络，很容易掌握它，最后还能发展它。低温行业的应用前景广泛，发展空间巨大，所以衷心希望感兴趣的读者们加入到低温行业中。

(2)设备的改进和发展方向，应当有益于使用者。这样才能有市场，才能有生命力！这是笔者比较自产低温设备和 Quantum Design 产品得出的结论。我们很重视新的发明，但是要达成“写文章或专利级别的发明”才行，而对于方便用户使用的、小的技术改进不屑一顾。然而后者对市场的影响，可能是巨大的，甚至是决定性的。

致谢 感谢程智刚对内容的建议及修改，感谢刘忠对文字的修正。

### 参考文献

- [1] 阎守胜, 陆果 编著. 低温物理实验的原理与方法. 北京: 科学出版社, 1985
- [2] White G K. Experimental Techniques in Low Temperature Physics. Oxford at the Clarendon Press, 2006
- [3] Pobell F. Matter and Methods at Low Temperature. Springer, 2013
- [4] Enss C, Hunklinger S. Low-Temperature Physics. Springer, 2005
- [5] Ekin J. Experimental Technical for Low-temperature Measurements. Oxford University Press, 2006
- [6] 陈国邦, 林理和. 低温绝热与传热. 杭州: 浙江大学出版社, 1989

### 悟理小言

## 爱因斯坦拟合固体比热实验数据

图 1 中的 12 个实验数据点以及理论计算曲线，非常可能是在 1906 年的夏秋之交，爱因斯坦坐在(或站在，图 2)瑞士伯尔尼专利局，一点一点、一线一线仔细划上去的。

12 个不同温度的钻石(金钢石)比热的实验数据是韦伯(Heinrich F. Weber)于 1875 年在柏林测得的，而理论曲线则是爱因斯坦以其深刻独到眼光，率先众人，迅速将普朗克黑体辐射的能量量子化概念，勇敢而极具开拓性地推展并运用到固体中的原(分)子振荡行为上的计算结果。

所以，你以为年轻时代的爱因斯坦必定老是失神落魄般地沉思冥想，爱作梦，天马行空，羚羊挂角，又不接地气吗？事实上，爱因斯坦重视实验数据，为了定量解释钻石(金钢石)在室温以上的比热之随温度下降而急剧下降的行为，他耐心调整原子振荡频率，一步步进行曲线拟合，寻求如何得以让理论曲线逼近实验数据。在获得相当于 1320 K 的优化拟合温度(振荡频率)之后，爱因斯坦更进一步寻求解答这个特定温度(频率)的具体意义，他曾经尝试过与固体光学吸收谱频率、晶格熔点，及弹性系数(压缩率)等物理量比较，用心想找出一个符合真实材料性质的定量合理解释。(这个特定分(原)子振荡频率(温度)，即是后来固态物理学中的德拜频率(温度))。又，在研究固体比热之前，爱因斯坦已经定量地分析过光电效应的实验数据。那时，他必定很注意考虑不同金属的功函数(work function)值。

总之，物理学(科学)新概念的逐步进展，并从而日渐被同侪广泛接受与拥抱，必须百分之百依赖实验观测和定量测量，也就是让观测与实验拍板定案！

(台湾交通大学 林志忠 供稿)

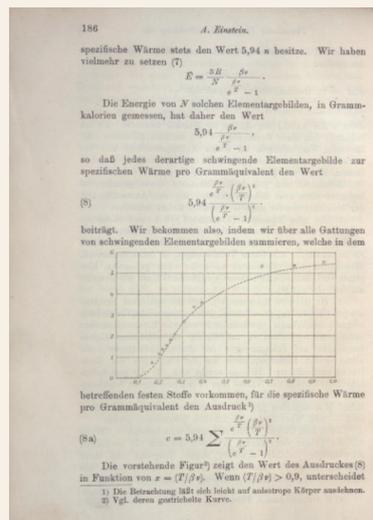


图 1 爱因斯坦的固体比热理论论文“Planck's Theory of Radiation and the Theory of Specific Heat” (图片来源于网络)



图 2 1905 年爱因斯坦在瑞士伯尔尼专利局办公室(图片来源于网络)

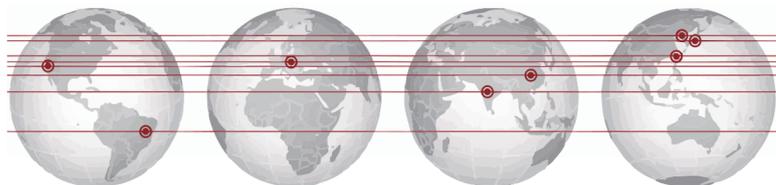


# Quantum Design CHINA

Quantum Design中国子公司-北京  
北京市朝阳区酒仙桥路10号  
恒通商务园B22座5层501室 100015  
电话: (8610) 85120278

Quantum Design中国子公司-上海  
中国上海市静安区威海路511号  
上海国际集团大厦1405室 200041  
电话: (8621) 52280980

Quantum Design中国子公司-广州  
中国广州市番禺区汉溪大道东290号  
保利大都汇A3栋1509室 511495  
电话: (8620) 89202739



美国Quantum Design公司中国子公司利用遍布世界的专业营销以及强大的售后团队, 与其他世界顶尖设备制造商合作, 致力于打造一个全新的代理分销网络, 为国内科研用户提供专业的产品销售和售后服务网络。即刻扫描右侧微信二维码关注我们获得更多科研及产品资讯!



## 完全无液氦综合物性测量系统 - PPMS® DynaCool™



- 脉管制冷机, 完全无需液氦;
- 全新 mK 级交流磁化率测量;
- 埃米级精度膨胀系数测量;
- 9T, 12T, 14T 多规格可选;
- 300K 降至 1.8K < 40 分钟;
- 扫场速率高达 200 Oe/sec.

## 最新一代磁学测量系统 - MPMS®3



- SQUID 灵敏度高  $1 \times 10^{-6} \text{emu}$ ;
- 扫场速率高达 700 Oe/sec;
- 300K 降至 1.8K < 25 分钟;
- 全新的 DC Scan、VSM 测量模式;
- 多种测量选件: 交流磁化率、超低温、高温炉、水平旋转杆、光磁测量、极低温 He3.

## 超精准全开放强磁场低温光学研究平台 - OptiCool®



- 干式超导磁体, 完全无需液氦;
- 1.7K~350K 精准控温;
- 超高温度稳定性;
- 4nm 超低震动;
- $\pm 7\text{T}$  超大磁场;
- $\Phi 89\text{mm} \times 84\text{mm}$  超大样品空间;
- 8 个光学窗口。

## 全新一代氦液化回收系统 - NexGen



- 1Psi 压力液化使得您可以随时使用液氦;
- 单台氦液化器液化率最大可到 30L+/天;
- 新的 250 升容量允许更大的液氦传输;
- 易于使用, 全自动操作;
- 尺寸小, 便于移动传输液氦;
- 高液化速率及能源效率;
- 可选的变频 "Smart Energy" 压缩机;
- 冷头自动清洁, 无间断运行;
- 模块化设计: 您的系统可以随着您的氦需求增加而方便扩展。