

# 三厘米波段铁磁共振用的 6—300K 低温装置\*

曹克定 李国栋 庞玉璋

(中国科学院物理研究所)

## 一、引言

在液氮温度下做铁磁共振测量一般有三种方法: 第一种是将实验样品连同微波谐振腔及传输线一起浸置于液氮低温容器中, 因此外加磁场磁极间隙随杜瓦瓶外尺寸而大大增加, 这样就要求比室温铁磁共振测量所用的电磁铁和直流电源要大得多。第二种是吹气方法, 它可以避免以上的问题, 但这两种均有液氮耗费大、低温变温和实验操作麻烦、测试设备较为庞大复杂等缺点。第三种方法是本文所要介绍的, 将液氮杜瓦瓶下端做成细管, 细管部分插入谐振腔中, 用此方法多做为液氮温度下定温实验<sup>[1,2]</sup>。由于容器小便于实验, 我们设计了用电加热的办法连续改变温度的装置, 从而较方便地满足了在低温下较宽温度范围内进行测量的需要。测量时仅将待测样品处于连续改变的低温下(即 6—300K), 而微波谐振腔(或波导管)系统仍处于室温, 使得低温容器微波系统和电磁铁结构大大简化, 使用也较为方便。因此此方法是实现从液氮温度至室温铁磁共振的经济而简便的方法。

## 二、测量设备和低温杜瓦容器

除低温部分外, 此测量系统与室温铁磁共振测量系统基本相同<sup>[2]</sup>, 见图 1。

低温杜瓦容器的结构及尺寸设计要考虑到以下三方面: 首先要根据铁磁共振实验装置的空间尺寸(主要是磁场线圈和谐振腔), 确定容器的最大外尺寸。其次要使容器漏热尽可能

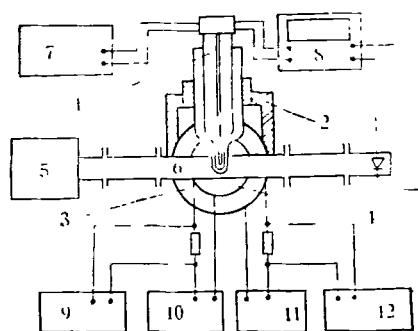


图 1 测量系统方框图

- 1. 低温容器; 2. 容器支架; 3. 主磁场线圈;
- 4. 调场线圈; 5. 微波发生器; 6. 微波谐振腔及波导; 7. 变温装置; 8. 记录仪; 9. 数字电压表;
- 10. 直流稳压电源; 11. 直流稳流电源; 12. 数字电压表

小<sup>[3,4]</sup>, 以使其保存液氮的时间尽可能地长。最后还应考虑使用方便、加工不太困难等因素。

我们研制的特殊低温容器的结构示意图见图 2。

从图 2 可以看到整个容器大体上可分成盛液氮的内杜瓦瓶和盛液氮的外杜瓦瓶(做冷屏用)。杜瓦瓶下端细管部分由于尺寸限制(对三厘米波段的谐振腔窄壁不得大于 16 毫米)而采用没有液氮保护的结构, 这部分主要依靠抽空夹层的高真空(即高于  $10^{-4}$  托)达到绝热。为方便起见, 内、外杜瓦瓶的真空层连通并采用死真空。为了防止氦气在高温下造成严重穿透而降低真空夹层真空度, 故在液氮挥发完时需立即抽走容器内剩余氦气。这样可使容器使用达 20 小时(即做 20 次实验), 不需要抽空。当超过时需要重新抽空, 否则将大大减少液氮储存时间。我们试制的杜瓦瓶由于下端未镀银, 细

\* 1979 年 4 月 2 日收到。

管所造成蒸发量比一般典型值大。目前一次装液氮为 300—400 毫升，在自然蒸发时能储存一小时左右。这与我们根据低温工程计算<sup>[3,4]</sup>所做的估算是相近的。当用氮槽输液补充能做长时间实验和测量。

液氮变温的具体做法是在低温热导率较高的宝石杆上绕电阻丝并用石英管将样品杆与液氮隔开，石英管内充有氦气。当改变电阻丝中

品约 12 毫米处。样品处温度由测好的测温热电偶处与样品处温度关系曲线查出。热电偶与变温加热电流引线从德银管中通过并从铜盖（导线与德银管、铜盖绝缘）引出。

低温容器放在支架上，利用支架可以调节容器的高低和水平位置并能转动以满足单晶样品的晶向测量需要。

### 三、实验及测量结果与结语

我们用此系统对纯钇铁石榴石型铁氧体

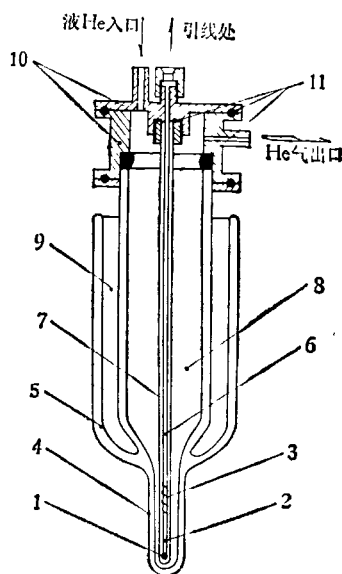


图 2 低温容器结构

1. 测试样品； 2. 宝石样品杆； 3. 变温加热丝；
4. 杜瓦瓶下端细管(伸入谐振腔中部分不镀银)；
5. 真空室； 6. 样品杆接管； 7. 石英样品室；
8. 内杜瓦瓶(盛液氮)； 9. 外杜瓦瓶(盛液氮)；
10. 铜盖； 11. “O”型密封圈

电流时，即可得到 6—75K 的连续变温。温度的稳定度(样品杆顶端样品处)均为  $\pm 1K$ ，每次变温重新达到稳定需一分钟左右。当内杜瓦瓶充入液氮时，采用与上述方法相同的步骤，可做 80—300K 温度的实验。由于样品小并与测温热电偶处在杜瓦瓶最底端，故液氮面降低对样品处温度没有影响。

我们待测的样品是直径为 1 毫米左右的磁性材料小球，测量时将它用聚乙烯醇缩醛胶粘在宝石杆端处的凹坑内，宝石样品杆由德银管接引固定于杜瓦瓶铜盖上，铜盖与杜瓦瓶之间是密封的。测温热电偶穿在宝石杆内，距离样

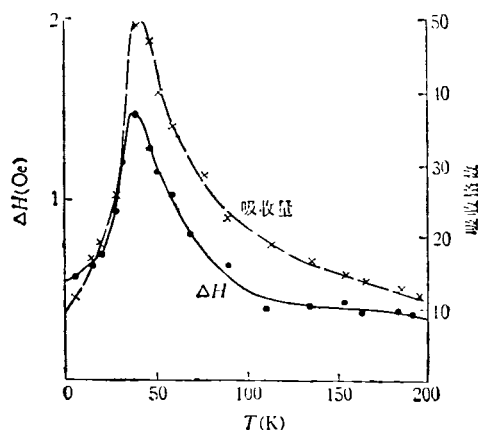


图 3 纯钇铁石榴石型铁氧体(YIG)单晶球在 [111] 晶轴的共振线宽  $\Delta H$  与温度  $T$  的关系

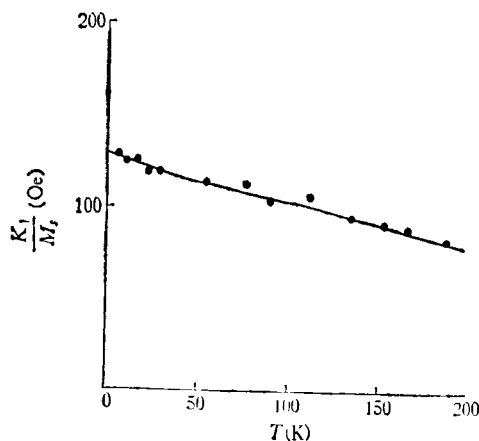


图 4 纯钇铁石榴石型铁氧体(YIG)单晶球的磁晶各向异性场  $\left| \frac{K_1}{M_s} \right|$  与温度  $T$  的关系  
( $K$  为磁晶各向异性常数； $M_s$  为磁化强度)

(YIG)单晶球在6—300K温度范围内进行了三厘米波段铁磁共振测量, 所得结果如图3及图4所示. 结果与文献[6,7]报道的数据是符合的, 所以系统是可靠的.

这种低温容器不仅对一些磁学测量向液氮温度扩展提供了便利条件, 由于细管下端便于光和电磁波穿透, 在顺磁共振、核磁共振、光谱测量等多学科实验及测量向液氮温度扩展也提供了一定的技术参考.

对于书吉、高植权同志及上海玻璃仪器一厂加工

试制玻璃杜瓦瓶, 作者在此表示感谢.

### 参 考 文 献

- [1] A. S. Brill et al., *Magnetic Resonances in Biological Research*, (1971), 389.
- [2] 李荫远、李国栋, *铁氧体物理学*(修订本), (1978).
- [3] G. K. 怀特著, 洪朝生等译, *低温物理实验技术*, 科学出版社, (1962).
- [4] R. B. 斯科特著, *低温工程*, 科学出版社, (1977).
- [5] J. F. Dillon, Jr. et al., *Rev., Sci. Instr.*, **30**(1959), 559.
- [6] E. G. Spencer et al., *Phys. Rev.*, **123** (1961), 1937.
- [7] J. F. Dillon, Jr., *Phys. Rev.*, **105** (1957), 759.

## 用X射线形貌术测定晶片的曲率

郭 常 霖

(中国科学院上海硅酸盐化学与工学研究所)

人工培育的晶体或天然的晶体一般都带有一定程度的应变. 用单晶体制作器件时, 往往又需加工成较薄的晶片. 通过各种工序, 晶片受到机械、高温等的作用, 将进一步产生范性或弹性形变. 过大的形变会影响器件的性能, 甚至不能使用. 因此, 对不同工艺过程中的晶片或经过使用的成品晶片, 进行弯曲形变程度的非破坏性定量测定是十分必要的.

Juleff<sup>[1]</sup>曾对硅单晶器件晶片的单轴均匀弯曲用X射线形貌照相法作过测量. Cohen<sup>[2]</sup>曾用双晶衍射仪测定晶片弯曲. 这些方法分析了单轴均匀弯曲且弯曲轴垂直于仪器水平面的情形. 本文对适用性强而又简便的透射形貌术用于晶片弯曲的测定作较详细的分析, 提出几种测定晶片弯曲程度的方法.

### 一、透射扫描形貌术测定晶片弯曲

普通的Lang形貌相机很适用于作晶片弯曲的非破坏性测量. 可测定曲率半径从0.3 m

至50 m的弯曲形变, 比较灵敏. 实验条件如X射线焦点大小、射线束发散度、晶片的厚度等的

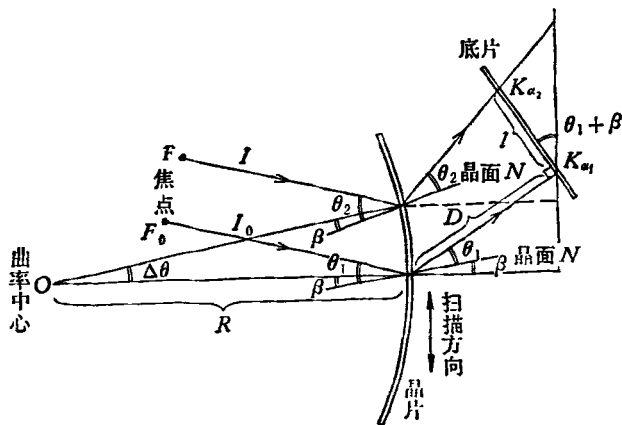


图1 单轴均匀弯曲晶片在理想情形下透射扫描形貌术衍射几何

不同对弯曲的测定都有影响. 下面分别对不同情况的衍射几何作一分析.

#### 1. 理想平行窄入射线束情形

设射线源焦点为理想的几何点, 入射线为平行窄束, 无发散, 晶体厚度可忽略时的情形. 无论晶体弯曲与否, 调节晶体至衍射位置仅能获得一条细的圆弧形衍射线, 晶片较小而平时, 近似为直线.