

一种用于物理研究的样品控温装置

曹必松 何元金 张秀芳 瞿振元 陈皓明

(清华大学物理系)

我们研制了一种结构简单但使用灵活方便的控温装置^[1]，它可以用于正电子湮没技术，穆斯堡尔谱测量，深能级瞬态谱测量，光学和电学测量等多种实验研究。经过将近三年的实际使用，证明该装置具有控温范围广、控温精度高和操作简便等优点。

一、仪器的结构和性能

该装置由三部分组成：

1. JWK-702 可控硅交流调压控温系统，它用于测温 and 自动控制加热器功率。
2. 液氮罐，它的容积为 35 l (图 1)，用于贮存液氮。
3. 冷指系统(图 1)，它是一个真空室，冷指上盖

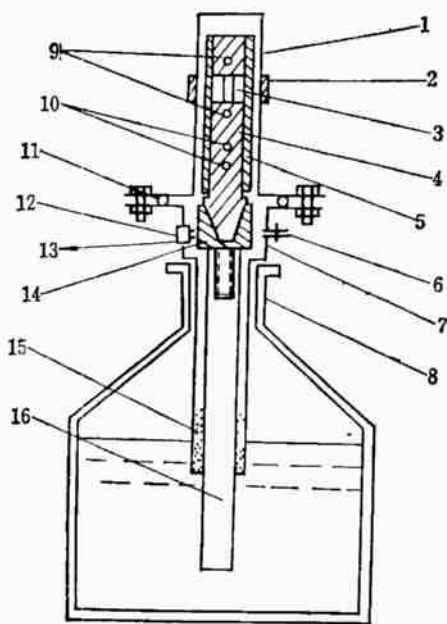


图 1 温度装置示意图

1. 冷指上盖； 2. 窗口； 3. 样品； 4. 样品架；
5. 保温层； 6. 真空阀门； 7. 冷指底座； 8. 液氮罐； 9. 铂电阻； 10. 加热器； 11. 密封圈； 12. 绝缘子； 13. 接 JWK-702 控温系统； 14. 过渡头； 15. 分子筛； 16. 铜棒；

和底座均采用导热较差的薄壁不锈钢制成，两者之间通过法兰连接，用 O 型圈密封。冷指底座的一侧焊有真空阀门，而另一侧焊有绝缘子，用以从真空室内引出测温 and 加热导线以及其它电信号。紫铜样品架处于真空室内，与过渡头之间采用锥形连接，以保证足够的导热面积和调节样品架和冷指上盖的横向相对方位。样品架的上、下方各有一个测温铂电阻，样品的温度由这两个铂电阻所测温度的平均值给出，在我们的仪器中，它与实际样品温度的误差，经校正后是 1℃。通过事先测定的校正曲线可消除这项误差。样品架与冷指外套的绝热除了靠真空外，还靠在样品架的周围加了很薄的保温层，保温层由多层铝箔和聚四氟乙烯薄膜相间叠置而成。

使用时，通过真空阀门用机械泵将真空室抽至 10^{-2} Torr 左右，然后关闭阀门，将冷指插入液氮。真空室底部的分子筛又可使真空度提高一个量级。样品架通过与液氮直接接触的铜棒导热（当进行室温以上测量时，可以不用液氮而用空气作冷源）。利用 JWK-702 自动控温装置控制加热器功率使样品架保持在预置的温度。冷指外套在使用中基本保持室温。

该装置的性能。(1) 控温范围为 $-180 \sim +250$ ℃；(2) 温度稳定性每 24h 为 ± 0.1 ℃；(3) 液氮消耗每 24 h 少于 12 l；(4) 加热器功率不大于 60 W。上述性能，经过近千小时的实际使用，是稳定的。

二、应用

1. 正电子湮没技术中的应用

该装置可用于正电子湮没寿命谱的测量和正电子湮没多普勒增宽能谱测量。在做寿命谱测量时，两个 γ 射线探头放在冷指上盖的两侧。为了提高实验计数率，两个探头之间的距离越近越好，因此冷指上盖做成扁平状，探测方向上盖的总厚度为 2 cm，为了减少冷指材料对 511 keV γ 射线的吸收， γ 射线通路上的上盖窗口用薄窗，厚度为 0.3 mm，保温层厚度为 0.5 mm 左右。

1) 装置已通过鉴定，由清华大学物理系生产出售。

使用该装置进行测量时,使仪器分辨率有所降低的因素有:(1)样品周围物质对 γ 射线的康普顿散射.散射使 γ 射线在到达探头之前走过曲折路径而引起时间离散,并多少使 γ 射线能量下降,定时效果变差.这些都会使分辨曲线变宽.为了减少散射的影响,设计中在保证足够导热面积的前提下,要求尽可能减少样品周围的物质.(2)杂散电磁波对光电倍增管的影响.实际使用时,这一问题可通过将冷指外壳接谱仪系统的公共“地”端来解决.采取合理措施后,变温装置对仪器分辨率的影响可限制在8ps以内.

附加一个液体样品盒后,可将本装置用于液体样品的变温正电子湮没测量.样品盒的结构见图2所示.液体样品与放射源之间用聚四氟乙烯薄膜隔开,两层薄膜边缘用上盖和底座之间的密封圈压紧,使用时先将薄膜和放射源放好,拧上螺钉后,用注射器从输入孔将液体样品注入样品盒,然后将输入孔密封,最后将样品盒放入冷指中的样品室.

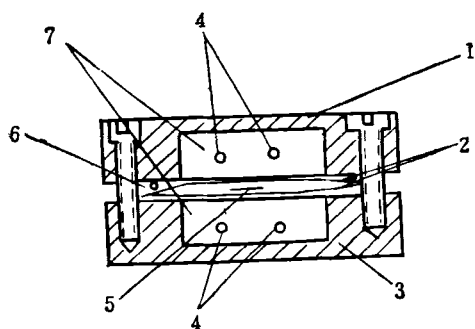


图2 液体样品盒

1.上盖; 2.聚四氟乙烯薄膜; 3.底座; 4.液体输入孔; 5. ^{22}Na 源; 6.密封圈; 7.样品室

2. 穆斯堡尔谱测量中的应用

该装置用于穆斯堡尔谱测量时需作以下几点改动:

(1) 由于穆斯堡尔效应涉及的 γ 射线能量较低(例如对 ^{57}Fe 为14.4 keV,对 ^{119}Sn 为23.87keV),为了减少 γ 射线的吸收,窗口采用200 μm 厚的铍窗。

(2) 样品架周围的保温层改用单层铝屏蔽罩,以减少冷指外壳热辐射对样品的影响.屏蔽罩下方与铜棒相连接。

(3) 为了保证放射源与样品室之间的相对位置不受外来震动的影响,冷指需固定于穆斯堡尔谱仪的导轨上。

3. 光学测量中的应用

这个装置稍加改进即可用于光学性质的研究.为了将光信号输入到样品上去,用两块石英玻璃做窗口,用环氧树脂密封.将样品架打一穿孔以便做透射光的测量.测量时单色光从一边射入,在另一边用光电元件等进行测量,也可在同一侧利用半透半反射镜对反射光进行测量。

好的温度控制品质主要有三个方面的要求:(1)调温过程中温度的超调量越小越好;(2)到达温度稳定所需的时间越短越好;(3)温度的振荡幅度越小越好。

获得好的温度控制品质的关键是样品架的设计,需要根据不同样品架的要求,对加热器与铂电阻的距离、热容量和导热面积等因素进行综合考虑。

为了提高控温品质,实际使用中还必须适当调整JWK-702的放大器的PID定值。

本文给出了装置的温度调节范围和控温稳定性参数.实际上只要适当改进设计,其性能还可以改善.例如,进一步提高冷指真空室的真空度和缩短真空室内导热铜棒的长度,可使温度下限下降5—10 $^{\circ}\text{C}$ 。

(上接第290页)

- (1958), 348.
 [7] E. N. Pugh, L. E. Sammels, *J. Electrochem. Soc.*, **111** (1964), 1043.
 [8] R. Sticker, G. R. Booker, *Phil. Mag.*, **11** (1965), 1303.

- [9] Fumikazu Ohira, *Japan. J. Appl. Phys.*, **18**(1979), 1243.
 [10] K. V. Revi, *J. Appl. Phys.*, **45** (1974), 263.
 [11] S. M. Hu, *J. Vac. Sci. Tech.*, **14** (1977), 17.
 [12] C. W. Pearce, *J. Vac. Sci. Tech.*, **14** (1977), 40.
 [13] Wright, *J. Electrochem. Soc.*, **124** (1977), 757.