

低温物理实验技术介绍

洪朝生

(中国科学院低温技术实验中心)

本文扼要地介绍了国际上低温物理实验技术的成熟程度和国内已具有的设备条件和技术能力,提出了扩展低温物理实验工作范围的意见。

在当今世界上的物理实验研究和物理实验工程装置中,极低温度的条件占据了十分重要的地位。可以说,各个物理领域的研究进展在很大程度上需要依靠低温条件。象液氮这样的低温条件,在发达国家中已是很普遍的。在国内,我们也已具备进行液氮温区实验工作的基本条件,甚至在各城市、各单位还拥有相当多的液氮机。但是,这个条件在各单位开展的物理研究中还利用得不多,这不能不妨碍我国物理研究的进一步深入发展。为了扩展低温物理实验工作范围,下面扼要地介绍国内、外低温物理实验技术及其应用的现状。

一、低温实验技术现在达到什么水平?

一般谈到低温技术的水平,常常首先要问达到多低的温度。回答是:核自旋的热平衡温度已可达几十 nK,电子(或晶格)的热平衡温度可达几 μ K。

但是单只谈能达到多低的温度远不能说明低温技术的水平。重要的是要了解在各个低温温区内都能进行什么样的实验工作,这才能代表低温实验在物理研究中可发挥的作用。下面我们就不同温区举一些例子来说明低温技术的水平。

1. 液氮温区

因为现在一般不在低温物理实验中使用液态氢(正常沸点 20.4K)来作为冷剂,所以使用液氮作为冷剂时温区可包括 77K(液氮的正常沸点)以下直到约 1K 温度,但一般更多是指几 K 以下的温区。

1908 年 Kamerlingh Onnes 第一次液化氢,并在其后不久(1910 年)依靠抽机对液氮减

压达到约 1K 温度。但是截至第二次世界大战结束时,全世界只有十来个实验室能制备液氮并进行小型的物理实验。

第二次世界大战后,由于凝聚态物理发展的需要,特别是由于在 1947 年,不需用液氢预冷的 Collins 型氮液化器能够进行商品生产,使得具备液氮条件的低温实验室很快增多。自此以后,国际低温物理学术会议每二年一次定期举行,规模也越来越大。液氮也不再限于在正统的低温物理学家中使用。

1961—1962 年,超导强磁材料和约瑟夫森效应被发现后,超导强磁体和约氏效应磁强计成为极重要的实验工具,液氮的使用更广泛了。

现在有很多实验室都备有液氮机,每年使用几千到几万升液氮。同时,国际上有液氮的商业供应。主要是从美国的富氢天然气田分离出纯氮气,以每小时几千升的速率制成液氮,装入几万升容积的槽车中运送世界各地分销。其中约 1/3 用作为低温冷剂,其余气化后使用。

液氮可用于大量的小型低温实验以及数目不少的大型实验工程中。在小型工程装置中,除为产生短寿命同位素用的紧凑回旋加速器已是商品外,能量为 0.6GeV 的紧凑同步辐射源据报道也开始问世。它们都是一般实验室可以购置的设备,因为采用超导强磁体,占地不过几十平方米。在大型装置其中包括若干 TeV 级的高能加速器中,为了维持超导磁体于液氮温度,需要有 4.2K 下 10kW 级的冷量。

2. 超流氦 (HeII) 的利用

温度低于 2.176K 时,液态 ^4He 进入超流态,称为 HeII。HeII 呈现宏观量子现象,是物理学家长期研究的对象。它的热导率极高,可作为

温度高度均匀稳定的冷源。

在小型的低温实验中,常进入 HeII 温区(与高于 2.176K 温度的 HeI 一样普通),并可利用 HeII 的传热特性。在大型的实验工程中,也大规模地使用 HeII,例如利用它来使连续束流的高能直线加速器中的射谱加速腔达到高 Q 值,并使腔的损耗热量有效地消散,以达到各腔温度稳定一致;利用它来使托卡马克装置中的超导磁体达到稳定的高场。所需的制冷量为 kW 级。在红外天文卫星 (IRAS) 上,也已采用 HeII 来冷却天文望远镜上的红外探测器,以达到极低的噪声水平。所用的 HeII 量为 600 l,可维持 2—3 年。现正积极研究在空间补充 HeII 的技术,以期延长卫星的使用寿命。

3. 1K 以下温区

这个温区主要采用顺磁盐绝热退磁、液态 ^3He 减压降温和利用 $^3\text{He}/^4\text{He}$ 溶液特性的稀释制冷等几种方法来达到。

绝热退磁制冷是在 1933 年首次试验成功的。它可达到约 2mK 的低温,所能提供的制冷量较小,一般是单过程制冷的,因此,在需要长时间连续制冷或制冷量稍大的实验中,现多采用 ^3He 恒温器或稀释制冷机,它们多年来已有商品供应。液态 ^3He 减压可达到约 0.25K 温度,冷量为 mW 级。

$^3\text{He}/^4\text{He}$ 溶液具有特殊的性质,可用来达到 0.87K 以下直至约 2—3mK 的温度。溶液在 0.87K 以下温度时发生相分离:富 ^3He 相与稀释相共存。这样,当稀释相中的 ^3He 被抽出时,就有 ^3He 从富 ^3He 相中补充进入稀释相,或者说 ^3He 从富 ^3He 相中蒸发出来,因而产生蒸发制冷或稀释制冷。同时,又由于稀释相中的 ^3He 含量,在直到趋于 0K 温度时,仍保持有约 6.4% 而不是趋于零。这就使得稀释制冷在 mK 温度下仍然有 μW 级冷量。

^3He 虽然是极稀少的同位素,在大气中只是 ^4He 量的 10^{-6} ,并且很难浓缩提取,但由于现在 ^3He 是从核反应堆中小量生产,同时在 ^3He 恒温器或稀释制冷机中充入的 ^3He 量不过以升计算,而长期补充量又是极小的,所以这些装置在

实验室中是较普及的。

尽管温度越低实验工作越困难,但在 1K 以下温度仍可进行技术复杂的实验和较大型的实验,例如正在设计建造的重力波天线装置中需要把一个 5t 重的铝圆柱冷却到 0.1K。为了降低所用稀释制冷机中 ^3He 流动时所引起的噪声,尽量采用较低的 ^3He 循环流率,制冷量只有几十 μW 。采用多级冷源的逐步预冷和多级低温温度的隔热措施,预计可以依靠这样小的稀释制冷机来最后达到和保持 0.1K 温度。

4. mK 以下温区

这个温区是靠核自旋的绝热退磁制冷来达到的。1956 年第一次用 Cu 金属的核退磁达到约 $1\mu\text{K}$ 的核自旋温度。

现在具有比以前要好得多的低温与磁场手段——稀释制冷机与超导强磁体,使退磁过程起始的 H/T 值显著提高。另外,人们发现超精细场增强的核制冷材料如 PrNi_5 等可用于亚 mK 温区产生较大冷量,有利于某些实验的进行或用来担任更低温度的预冷任务。这样,曾被视为极困难的核制冷技术在许多从事超低温物理研究的实验室中都已具备。现在已经可以达到极低的温度,并在这样低的温度下进行较复杂的实验工作,例如:

(1) 在对 Cu 金属中的核反铁磁相变的研究中,通过热测量发现在约 60nK 温度下发生相转变,近来又通过中子散射证实了反铁磁相变,已发现二个反铁磁相,第三个反铁磁相的存在有待进一步确证。实验中用的中子流强是 $10^3/\text{cm}^2 \cdot \text{s}$,所产生的热量仅为约 1nW,是实验条件所能承受的。

(2) 仔细设计冷却过程,可使实验试样的电子温度(晶格温度)通过核自旋-电子自旋相互作用,与制冷介质的核自旋温度接近同步降低,最后达到几十 μK 的试样温度,并保持 μK 级温度达几天之久。

(3) 为了研究液态 ^3He 的超流性,曾有十多个实验室用核制冷装置在亚 mK 温度下进行多种实验研究。例如,一个目前仍在进行的实验是用多种手段研究旋转的超流 ^3He 中的涡旋

的奇异性质。

5. 小结

综上所述,从一般低温区直到 μK , nK 级极低温区都能够进行多种采用现代化手段的实验。当然,低温区是要受到多级的隔热层保护的,温度越低,越是如此。但低温区又可以通过各种实验手段来接近的,其中包括采用电磁信号和各种射线,以及机械操作和对试样进行冷加工等等。低温区与室温区的空间距离也可根据需要进行尽量缩短。例如,为了进行高倍数的低温金相观察,或为了使 SQUID (超导量子干涉器件)磁强计能靠近试样以提高空间分辨率,液氮温区与室温温区之间可以只隔开 1—2mm 的真空空间。有关的低温实验技术在学术期刊上有详细的报道。

最近还有一条有趣的简短报道:在 Hypres PSP-1000 型皮秒取样示波器中,工作在约 4.2K 温度下的约瑟夫森效应器件,在高速逻辑电路中,占据厘米见方的芯片的一角,而芯片上的对边则是室温引出。这样短的跨越室温到 4.2K 的连线距离是皮秒速度要求所限定的。

从本节的各段介绍,可以引出这样的建议:如果你有什么大胆、创新的低温实验设想,尽管提出来,经过集思广益和精心设计,多半是可能实现的。

二、国内的低温实验技术条件

我国的低温实验工作开展得较晚,但也已有 30 年的经历。实验技术水平相对于发达国家来说虽有很大差距,但就国内的物理研究工作来说,则是已有的低温条件被利用得还太少。

1. 低温设备条件的情况

1956 年开始有了液态氢。在其后的 10 年间,有几个实验室在低温、超导实验工作中使用了液氢。到六十年代后期,液氢得到一定普及后,在一般物理实验中停止使用液氢。

1959 年开始有了液态氦。1965 年研制成功用活塞膨胀机取代液氢预冷的氦液化器,这项技术推广后,液氦逐步在国内得到普及。现在国内约有 40—50 个实验室正在(或曾经)生

产和使用液氦。

在 70, 80 年代里,先后有一些小型制冷机研制成功推广生产。主要有 G-M 制冷机(可达 10—20K 温度,有瓦级冷量)和用液氮驱动的 VM 制冷机(温度和冷量与 G-M 机相近)。在 VM 机上还可附加西蒙膨胀级,以达到 4.2K 温度并维持该温度 2—3 小时。这些制冷机可以为实验室仪器配套或在小型低温实验中使用,因而较为方便。

国内也有少数自制的和进口的 ^3He 恒温器和稀释制冷机。目前,这些装置的利用率还很低,若能开放公用,则更好。

液氮实验容器可以采用玻璃杜瓦容器,它适用于液氮用量小和工作时间短(几小时)的实验。现在在实验中采用国产金属液氮容器较多,这种容器结构先进,保温性能好,又易于做成异型容器,能适应强磁场和光学实验要求,并可以把变温、控温功能组合进去。

国产的各种低温温度计有铂电阻、铍电阻、铍-铁电阻、碳电阻以及金-铁、铜-铁电偶材料等。它们分别适用于由室温到 1K 以下的不同温区。现在也已有由一系列温度固定点器件所组成的温度计检定系统,可用来检验进口标准温度计的长期稳定性,还可用来分度精密温度计。

场强约 8T (NbTi 线圈)和约 12T (Nb_3Sn 线圈或 $\text{Nb}_3\text{Sn}/\text{NbTi}$ 复合线圈)的小型超导磁体,可以由国内实验室按磁场形态要求设计制作。进口的和自制的 12T 以上场强的磁体已有几个,目前利用率也极低。

高灵敏度的 SQUID 磁强计目前只有少数几套进口商品,希望近期内能解决国产化问题。

2. 低温实验技术发展情况

现在已有不少物理实验室开展了从室温到约 1K 温度的(变温的和在强磁场下的)实验研究,特别是在凝聚态物理领域。

电磁测量、热测量实验是最常见的。红外吸收光谱、发光光谱、光散射、磁共振、超声传播与吸收等实验也不少。此外,还有利用高压小盒在低温下进行约 10Kbar 压强的实验;进行从常温直到液氮温度的材料力学性能研究;在

低温下进行离子注入或轰击；在低温下剥离出新鲜表面或进行表面冷加工，等等。

在物理学基本常数的测定方面，经过十年坚持不懈的努力，建立了约瑟夫森效应电压基准，给出了精度达 1×10^{-8} 的 e/h 值，参与了 e/h 值的国际比对。在大型物理实验工程方面，曾经建立了超导磁镜约束等离子体实验装置。该装置是一整套的低温、超导设备，包括低温源、超导磁镜对和中性粒子注入所需的 4.2K 与 2.5K 冷凝真空泵等。可惜由于等离子体参数还过低，改进的经费无着落，这套装置的建成只起了促进低温技术发展的作用。

另一项新近完成的实验工程是设在中国原子能科学研究院的重水研究堆(HWRR)上的冷中子源。堆中植入容量为 0.51 的液氢慢化室，通过堆外的氢冷凝循环系统来保持慢化室中接近充满液氢。引出的 4 \AA 以上波长的中子流强比设立慢化室前提高约 10 倍。冷中子源现已成为中子散射研究物质结构的有力工具。

三、目前国内液氮温区实验工作的困难

尽管如第二节中所述，国内已具备相当的低温实验条件，不少实验室中已开展了多种类型的低温实验工作，但是液氮的供应仍是困难的。只有少数实验室能保证经常的液氮条件，而非低温、超导的研究工作者用上液氮的就更少。

造成这种情况的原因是：氮气价格昂贵，液氮设备也不先进。改变这种情况就需要有工作认真负责、技术熟练的操作、维护人员，要有严格的管理制度和适度的运行经费；而现行的有关管理体制不能适应这些要求。国内的液氮机虽然不少，但总的运行率非常低，运行费用高。

缓解液氮供应困难的一个办法是：建立一个较强的技术小组，在城市集中生产、供应液氮，同时加强对用户的技术服务。这样做不仅可以大大降低液氮的生产费用（尤其是对那些用量较小的单位），而且减轻了用户的许多麻烦。

在北京，自 1982 年以来在低温技术实验中心设立了液氮的供应点，向北京地区二十多个

实验室提供液氮，包括定期供应（使用超导磁体的谱仪和各种实验）及零星供应。同时可提供实验容器、输液管、液面计、温度计等产品，以及提供使用液氮的技术服务。1985 年以来，我们又建立了公用液氮实验室，配备有通用的实验设备，包括实验容器、变温恒温器、精密电测仪表、数据采集系统和超导强磁场等，供北京和外地工作者携带实验试样前来进行低温实验，并为他们提供实验技术咨询。这些措施对促进液氮温区实验研究是有效的。

各实验室中也可采用一些节约液氮的办法。当然首要的是尽量避免丢失液氮。例如，一次集中生产一定量的液氮放入储槽中，备随时分散取用；在液氮储槽中直接作小型实验测量（借助于连续流恒温器之类的紧凑装置）；在短时间的小型实验中使用玻璃杜瓦瓶；或使用 G-M 型或 VM 型小制冷机，这些制冷机在运行中氮气的丢失量是很低的。

四、需要掌握一点低温实验技术知识

一般的低温实验技术不是很困难的，但也需要认真对待。

在实验设计中需要充分理解低温实验的特点和国内的条件。否则，即便是订购或订制国外的商品装置，看起来好象主要技术指标很合适，待用到实验中时也许会发现自己的实验条件下，装置的技术指标并不能完全实现。这话当然是一般的实验常谈，但值得重提一下。

实验所要求的温度区域和实验过程本身所产生的热量（所需的冷量）当然需要首先明确，但只有这两个参数是远不够的。例如，需要如何接近处于低温区的实验试样？是通过一些细的导线还是波导管？抑或是要通过某种射线？是否需要有机传动？等等。这样，隔热问题需要如何具体解决，需要几个冷源？液氮以外是否还需用液氮？或者，在用制冷机时需要提供几个温度下的冷量？最后结果常常是实际所需的冷量远大于实验过程本身净需的冷量。

再如，在低温下，特别是在超低温下，传热不良可能是严重的问题。材料的热导率随温度

降低而减小,而固体之间或固体与液氮(即便是超流液氮)之间的接触热阻随温度降低而增大的趋势更为急剧。这样,在实验设计的热量下,试样可能达不到设计温度(尽管冷源的温度达到了),或者试样温度将很不均匀。

在对问题作出详细分析后,可能要对原拟订的实验条件中的主要指标作一定的折衷修改,否则技术难度会增大很多,在时间、资金上是不合算的。

低温物理实验测量又常常联系到微弱信号。低温装置结构如何与微弱信号的低干扰引出相容也是要注意的。

超导强磁体现在已是物理实验室中的常用工具,它具有高场强、高磁场稳定性和装置紧凑等突出优点。但它本质上是个储能密度高的亚稳系统,运行时要注意安全。在一个很小的干扰能量下,整个磁体导线就有可能从超导态突然转入正常态(磁体失超)使几万焦耳(小磁体的情况)的储能释放到液氮中,而每升液氮的气化热不过是 2600J。在实验设计中,若需要磁场有较快的变化,则需要和磁体设计者商议是否有可能做到。

在进行液氮实验时,如果不掌握液氮的输送技术,则液氮可能就不会在实验容器中积存,或者是要浪费很多液氮才积存一点。

有两本书对于学习点低温实验技术是很有用的。一本是 G. K. Whife 著的“*Experimental Techniques in Low Temperature Physics*”(1979年第三版),讲得很清楚扼要;另一本是阎守胜、陆果著的《低温物理实验的原理与方法》(1985年第一版),介绍得很详尽。

最好再找有经验的人商量一下你的实验设计,到北京大学、南京大学、中国科学技术大学等单位的低温物理教研室,或者到中国科学院物理研究所、低温技术实验中心等单位,你都会得到有益的帮助。

低温实验技术当然还在蓬勃发展。新的实验技术发展的源泉首先在于物理研究的新成果。过去,对超导电性、液态氮、物质磁性等的研究,推动低温实验技术不断出现突破性进展。反过来,低温实验技术的进展又大大扩展了物理研究的范围,使新的实验设想得以实现。今后这种相互推动将会愈来愈有力。

《中国物理快报》(英文版)征稿启事

中国物理快报《*Chinese Physics Letters*》(CPL)是中国物理学会主办的英文版学术刊物,旨在迅速出版物理学各领域中创新的理论或实验研究结果,以扩大中国物理学最新成就的影响,促进国际学术交流。

CPL 于 1984 年从《物理学报》的快报栏独立出来而创刊。国内外公开发行。国外由西德 Springer 公司发行。美国物理文摘《*Physics Abstracts*》已于 1985 年将本刊列入收录期刊。美国科学信息研究所(Institute for Scientific Information)的《*Current Contents*》自 1989 年刊登本刊目录。CPL 已出版五卷,现正在出版第六卷。近来出版周期已降至五个月以内。由于影响面大,出版速度快,本刊已受到国内外物理学界的广泛欢迎。有不少国际学术机构根据本刊发表的论文邀请作者参加国际学术会议并索取本刊抽印本。我们希望更多的大专院校及科研单位的物理学工作者踊跃向 CPL 投稿,使本刊能更广泛地反映我国物理学界动态。为了便于大家投稿,特将来稿要求介绍于下。

参照国际上物理快报性刊物(如 *Phys. Rev. Lett.*)

的办刊方针,CPL 快速发表物理学各领域中有所创新并重要的短文(应是一篇完整的论文)。它不同于其它刊物简报栏的短讯,前者应有较高的学术水平和较广的影响,在我刊发表后还可以长文在别的刊物发表;而后者一经刊登就无须再以长文发表。本刊还酌情发表下列论文:

(1) 其内容为跨学科的,但侧重物理方面而研究结果有新意。如物理学的原理、方法创新地应用于别的学科并取得较有意义的结果,或其结果对物理学有启发意义的。

(2) 虽然重要性不太突出但研究结果对某领域的一个活跃方面具有代表意义,有一定参考价值者。

(3) 物理学界同行感兴趣的前沿技术。

关于投稿的技术要求,可来函索取“CPL 投稿注意事项”。

中国物理快报(英文版)编辑部

通讯处:北京六〇三信箱(100080)