

超导磁体杜瓦恒温器操作说明

一、设备组成

1、设备主要由液氮杜瓦、超导磁体插件和真空型变温插件组成。日常使用时，超导磁体插件总是放置在杜瓦中，更换样品只需要拔插变温插件即可。

2、图 1 为系统外观，图 2 介绍了杜瓦和超导磁体插件的顶部结构，主要包括以下部件：



图 1 系统外观图片

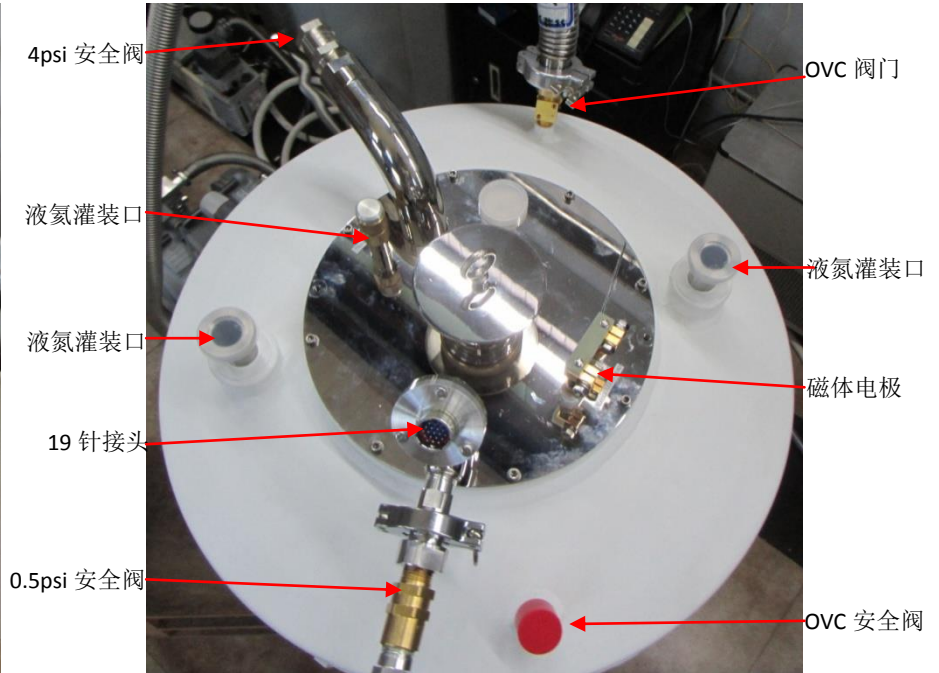


图 2 杜瓦和磁体插件顶部结构

杜瓦部件：

OVC 真空阀门，用于泵抽和保持杜瓦真空夹层真空；

液氮灌装口，用于灌装液氮，2 个；

OVC 安全阀，OVC 真空出问题排气用，切勿损伤；

磁体插件：

液氮灌装口，用于灌装液氮，该口下方有延长管；

磁体电极，用于给超导磁体通入电流；

4psi 安全阀，与液氮储槽连通，及时释放储槽内过高压力；

0.5psi 安全阀，一端 KF25 接头，与液氮储槽连接，一端 KF16 接头，与氦回收连接；

19 针电学接头，包含液氮液位计，voltage tap，persistent switch heater 和 430Ω 碳电阻。

3、图 4 为真空型变温插件，该变温插件主要包含了以下几部分：



图 4 真空型变温插件

顶部结构:

IVC 阀门和 KF25 接口, 用于泵抽和保持 IVC 真空;

1kpot 泵抽接口, 用于 1kpot 降温;

32 针接头, 用于样品测试;

8 针接头, 用于加热器和温度计引线;

1kpot 针阀, 用于控制进入 1kpot 的液氦量;

氦气排放口, 与液氦储槽相连, 用于插入插件时挥发的氦气顺利排出;

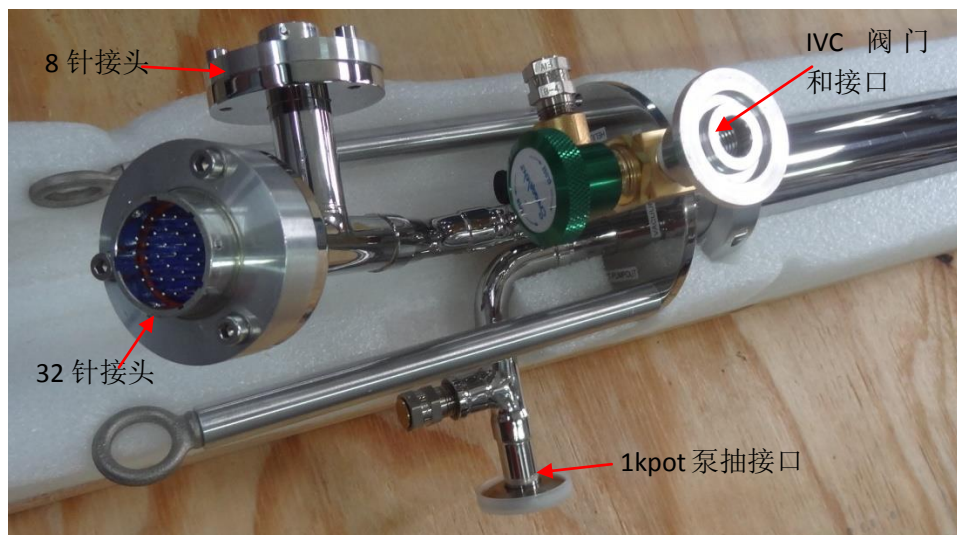


图 5 变温插件顶部结构



图 6 变温插件顶部结构

IVC 及 1kpot 结构:

IVC 为滑动密封型，其滑动结构由两个锥形面契合而成，切勿损伤！

1kpot 位于 IVC 内部，1kpot 上面装有温度计和加热器，底部与样品座连接。

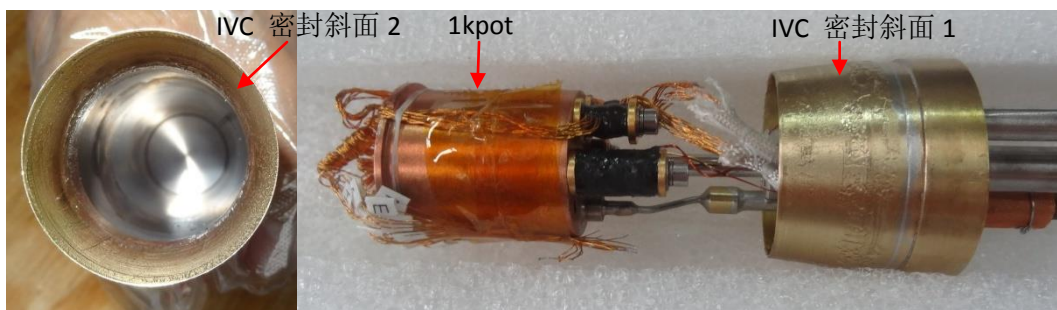


图 7 IVC 及 1kpot 结构

二、操作说明

1、操作准备:

100L 液氮、100L 液氦、氮气和氦气各一瓶、

2、抽真空（首次降温）

第一次降温前或长时间将杜瓦处于室温状态后降温，需要用分子泵组泵抽 OVC 至真空小于 10-4torr。按图 8 方式将分子泵组连接至 OVC 阀门处，待真空抽好后，可将阀门关闭，用盲板盖住。



图 8 泵抽 OVC

2、去除液氮储槽空气（首次降温）

不含变温插件：

将磁体插件顶部将 0.5psi 安全阀 KF25 处接口端口，连接多支管阀门，分别连接至机械泵和氦气源，将磁体插件顶部其他放气口密封，泵抽杜瓦液氮储槽，然后并回填氦气。

注意！！如果变温插件在杜瓦中，一定不得泵抽液氮储槽，否则会使 IVC 外罩脱离！！

含变温插件：

当变温插件插入到杜瓦中，不得泵抽液氮储槽！

将长的 3/8 不锈钢管（赶液氮不锈钢管）插入杜瓦底部，从 0.5PSI 安全阀尾部接入氦气源，将杜瓦内的空气从不锈钢管赶出，至少保持吹气 20min，之后将钢管拔出，将液氮储槽充气口和出气口塞住，防止空气进入。

该过程一直保持泵抽 1kpot，针阀为关闭状态。

3、灌装液氮储槽

连接好液氮灌装管路，将液氮储槽灌满即可。灌装时注意液氮加压的压力，建议使用压力为 3-4psi，不超过 5psi。较大的灌装压力会造成液氮流速加快，顶部法兰结霜或结冰严重，造成顶法兰 O 圈密封效果变差，从而使 OVC 真空变差。

4、预冷液氮储槽

连接好液氮传输管路，将准备好的液氮灌入杜瓦的液氮储槽。对杜瓦进行预冷，预冷时间不少于 12 小时。

灌装时可用万用表测量 19 针接线处的碳电阻阻值，当数值为 530Ω 左右时，证明储槽中有液氮积累。

灌装液氮时，须开关针阀几次，防止针阀和毛细管冻住。每次开关针阀要迅速，不要停留时间过长。



图 9 灌装液氮

5、置换液氮

当预冷完成后，需要用将液氮储槽中的液氮置换出，如果液氮储槽中存有液氮，灌装液氮时，会消耗大量液氮。所以置换液氮时一定要保证储槽内不能残余液氮。

将液氮倒出管（外径为 3/8”的不锈钢管）插入液氮灌装口，并旋紧，用乳胶管连接液氮导出管至液氮灌装口，将氮气从 KF25 法兰处，连接管路阀门充入。

给液氮储槽加压（3-4PSI）液氮就会沿着插入液氮储槽的钢管的尾部导出，当观察到没有液氮流出后，继续保持吹入氮气 10min，之后更换氮气吹入，并观察线圈底部陶瓷温度计的电阻，电阻下降表示温度开始上升，等待温度上升后，并保持吹如氮气 20min 以上。之后将钢管拔出，将液氮灌装口塞住。



图 10 置换液氮示意图

6、灌装液氮

将准备液氮连接好管路（包括回收管路），将液氮传输管线缓慢插入到液氮罐中，旋紧密封螺母，缓慢给液氮罐加压，传输管线会有少量气放出，将管线插入到杜瓦的液氮储槽中。继续给液氮罐加压，开始传输时一般维持较小压力 0.5-1PSI，当有液氮积累时可以加大传输压力至 2-3PSI。

灌装液氮时，可测量碳电阻阻值，当碳电阻阻值为 5590Ω 左右时，证明有液氮开始在储槽内积累，（也可用电阻表测试超导电极两端电阻，到达液氮温度线圈进入超导态，电阻几乎为 0），液氮预冷过程约 20 分钟左右，消耗了大约 20L 液氮。之后观察液面计，当液面计指示达 22 英寸时停止传输液氮，先将液氮罐的气压降低为 0，之后拔出液氮传输管线。

注意：灌装液氮时要穿戴防护手套，注意安全，避免低温冻伤！若变温插件已经插入到杜瓦中，则在灌装液氮时需要开关针阀几次，防止针阀冻住。



图 11 液氮传输过程示意图

7、插件降温

当液氮稳定后可开始对变温插件进行降温。这时，打开针阀，液氮通过毛细管进入 1k pot 为样品降温，降温的速度可通过针阀调节，但速度越快会消耗更多的液氮。

4k 以上操作

关闭机械泵，打开针阀约 1 圈左右，观察泵口处压力表，当压力表显示真空管路气压为正压时，打开泵口端放气阀门，此时可以略微调小针阀，并通过温控仪控温在 4.2-300k 操作。

4k 以下操作

关闭泵端放气阀门，保持泵抽 1k pot 打开针阀 1 圈左右，并调整针阀，注意观察 1kpot 温度，逐渐关闭针阀，1kpot 温度会随之下降，当针阀位于合适位置时，1kpot 能够降至最低温度，并能够长时间保持在最低温。

控温使用

按 STPT 键在 LOOP1 处输入需要的温度，按 ENTER 键确定，然后按 HOME 返回主页面，按 CONTROL 键控温仪开始控温，按 STOP 停止控温。

8、换样操作

(1) 拔插件

关闭抽 1k pot 针阀，保持泵抽 1kpot，待 1k pot 中液氮消耗完，1kpot 温度会迅速上升，之后关闭泵抽阀门。

（也可以加热 1k pot 至 20k 左右，将 1kpot 内残余液氮消耗完。）

确保 1k pot 内无残余液氮后，可以缓慢的将插件拔出，**需要注意：在拔出插件时 1k pot 内不能存有大量的液氮，因为液氮很容易气化产生的大量氦气会使安全阀超载，造成设备损坏或人员伤害。**

在拔插件时保持 1k pot 真空管路连接，不能在拔插件时断开真空管路连接，否则会造成空气倒吸入 1k pot。

插件拔出后，将杜瓦口用盖板盖住。将变温插件水平放置，可用吹风机将插件表面的凝水烘干。待 IVC 内部恢复室温后，打破 IVC 真空。取下 IVC 外壳。之后可以根据实验，用户自行换样。

建议在 1kpot 泵抽口处加装一个阀门！当需要拔出样品杆时，确保 1kpot 内无液氦后，可将该阀门关闭，并移除真空管线。

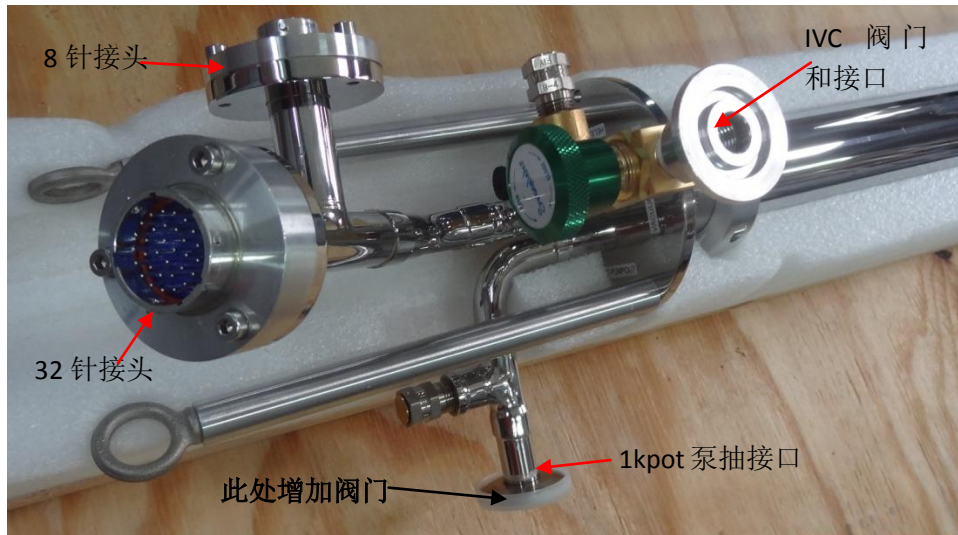


图 12 变温插件顶部结构

(2) IVC 密封操作

真空腔头部的密封是通过一对黄铜圆锥体配合完成的。真空腔法兰上的圆锥体为公头部分，真空腔体上的圆锥体为母头部分。

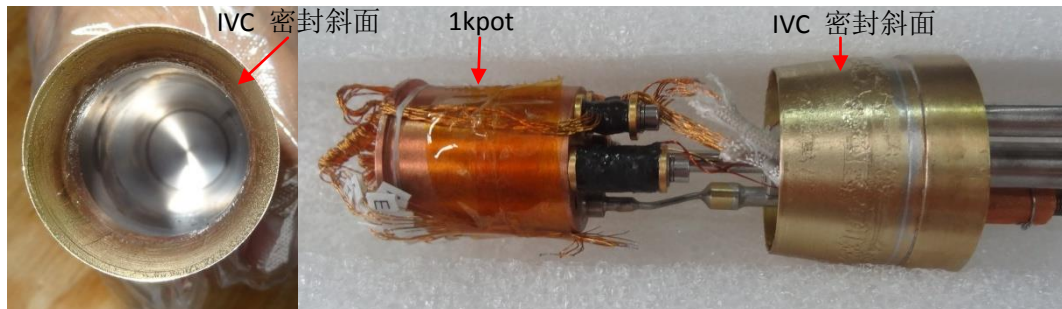


图 13 IVC 及 1kpot 结构

请遵循以下步骤完成该腔体的密封操作：

- 用丙酮将两个锥面的表面擦拭干净；
- 确保两个锥面无变形，确保两个锥面表面无其他杂质；
- 将高真空硅脂均匀涂抹在两个锥面；
- 将真空腔体锥面和真空腔法兰锥面旋转配合，上下磨合几次，以便锥面上的真空脂能够更均匀分布。此时会有少量真空脂溢出密封面；
- 将真空泵连接至真空腔，抽真空腔真空至 1×10^{-5} torr，此时，外界气压会将真空腔紧密

压合在插件上，关闭真空腔阀门，移除真空泵。

- f) 检查真空腔密封效果，确认密封正常后，可将插件冷却。
- g) 若需要将真空腔体脱落，可先将真空腔温度升至室温，之后打开真空腔膜片阀，给真空腔冲入空气，轻敲真空腔底部边缘。（**注意：必须确保真空腔恢复室温后才可以打破真空腔真空。**）
- h) **注意：在操作插件和真空腔过程中，必须严格保护真空腔锥面，确保锥面无损伤，无变形。**

(3) 插入插件

确保 IVC 真空抽好后，可按照如下步骤冷却插件：

- a) 连接机械泵至 1k pot，保持针阀关闭状态，泵抽 1k pot。在将插件插入杜瓦过程中要多次开关针阀，在打开针阀时可通过泵的反应来判断管路是否通畅，而且可以防止针阀冻住。
- b) 旋开压密封接头的螺母，将插件缓慢的插入液氮储槽。
- c) 在插入过程中要有多次停顿，特别是当氦气排气口有大量氦气排出时。特别注意：在插入过程中，不应有氦气将插件向杜瓦外推出的力，尤其是当插件底部接触到液氮液面时以及继续插入液面中的时候。
- d) 当插件完全插入杜瓦中，放置恰当后，旋紧压密封接头螺母。

9、补充液氮

- a) 随时关注杜瓦内液氮液面位置，不可低于 15 英寸。当液氮量较少时需要及时补充液氮，特别是磁体在加场前。
- b) 补充液氮最好由两人合作完成，一人将输液管一端插入液氮储罐，一人握持输液管另一端，等待输液管充分冷却。
- c) 等到输液管的出口有大量浓厚白气喷出时，说明输液管已完全冷却，有液氮开始排出，此时将输液管出口端插入液氮储槽注入口。缓慢地完全插入。
- d) 液氮需要补充到液位计 25 英寸以上位置。

10、磁体操作

扫场前请检查磁体周围，不要有铁制工具或零件。

根据 JANIS 提供的磁体参数设置 LackShore 625 电源，设置好后可进行扫场，**注意：扫场前先检查液氮量，确认有足够的液氮满足扫场操作。**扫场 0-9T 用时 15 分钟，一次扫场大约消耗 0.2-0.4 英寸液氮。

1、励磁:

按 PSH ON 键打开恒流加热器,等待 40 秒,然后按 Output Setting 设置所需磁场,按 ENTER 确定开始加场。(按 Pause Output 可暂停加场。)

注意: 若结束实验请将磁场归零!

2、恒流模式 (如果需要):

磁场达到设定值后, 等待磁场稳定后, 按 PSH OFF 键关闭恒流加热器, 此时超导线圈完全处于超导态, 进入恒流模式。这时按 Zero Output 可将输出电流回零。

注意: 在进入恒流模式操作时一定要记录清楚恒流进入时的电流 (或磁场)!

退出恒流模式:

按 Output Setting, 设置上次进入恒流模式时磁体的电流值 (磁场值), 按 ENTER 电源输出电流。电流达到并稳定后, 按 PSH ON 键打开加热器, 等待 40 秒, 此时恒流模式退出。设置 output setting, 设置新的磁场值或者退到零场。

SERIAL #	16555 - C - 1788M
Rated Central Field @ 4.2 K	90 kiloGauss (kG)
Rated Current	42.14 Amperes (A)
Maximum Tested Field @ 4.2 K (*)	91 kiloGauss (kG)
Field to Current Ratio	2135.5 Gauss/Ampere
Homogeneity over 1 cm diameter sphere	±0.1%
Inductance	33.4 Henries (H)
Charging Voltage (0 - 30 A)	2.0 Volts (V)
Charging rate (0 - 30 A)	0.060 A/sec
Charging Voltage (30 - 42.14 A)	1.0 Volt (V)
Charging rate (30 - 42.14 A)	0.030 A/sec
Persistent Switch Heater Current	55 miliamperes (mA)
Persistent Switch Heater Resistance (**)	~45.6 ohms (Ω)
Magnet & Switch Resistance (**)	~17.6 ohms (Ω)
Weight	~ 19 lbs

图 14 磁体参数表