

文件编号：Q/WU FLHA19030017R018

版本号：V1.0

受控状态：

分发号：

理化公共实验平台

质量管理文件

无液氦稀释制冷机 Oxford Triton500

标准操作规程

2019年10月28日发布

年 月 日实施

理化公共实验平台 发布

理化公共实验平台

理化公共实验平台

目 录

1.	目的.....	1
2.	范围.....	1
3.	职责.....	1
4.	低温实验室安全.....	1
5.	低温实验室管理规范.....	2
5.1	无液氦稀释制冷机 Triton 500 使用制度.....	2
5.2	预约制度.....	2
5.2	培训考核制度.....	3
5.4.	仪器故障报告.....	4
6.	系统简介.....	5
6.1	系统组成.....	5
7.	系统操作.....	6
7.1	冷阱的（cold traps）的使用.....	6
7.2	控制台和软件的使用.....	7
7.3	系统控制检查.....	7
7.4	抽真空并开始降温.....	8
7.4	Triton 系统控制软件.....	8
7.5	磁体的运行.....	23
7.7	移除 shields 换样.....	26
7.8	通过 bottom loader 换样.....	26
7.9	KNF 压缩机旁路.....	28
7.10	LN ₂ cooled trap bypass panel.....	29
7.11	大功率 Warm-Up Heaters.....	33
7.12	UPS.....	35
7.13	电源故障后重新启动系统.....	36
8.	故障排除.....	37
9.	样品的准备.....	41
9.1	样品要求：.....	41
9.2	样品电极制作：.....	41

10. 测试方法.....	41
10.1 Labview 程序.....	41
11. 相关/支撑性文件.....	42
12. 记录.....	42

理化公共实验平台

1. 目的

建立无液氦稀释制冷机 Triton 500 的标准使用操作规程，使其被正确、规范地使用。

2. 范围

本规程适用于所有使用低温实验室无液氦稀释制冷机 Triton 500 的用户。

3. 职责

3.1 用户：严格按本程序操作，发现异常情况及时汇报实验室技术员。

3.2 实验室技术员：确保操作人员经过相关培训，并按本规程进行操作。

4. 低温实验室安全

4.1 在操作 Triton 系统前请确保已了解和掌握本文档中列出的安全预防措施，以及各种警告和注意事项。所有的低温系统都具有潜在的危險性，必须采取预防措施来确保自身安全。请严格遵守低温实验室的各项安全注意警示标识。以下是几种常用标识：

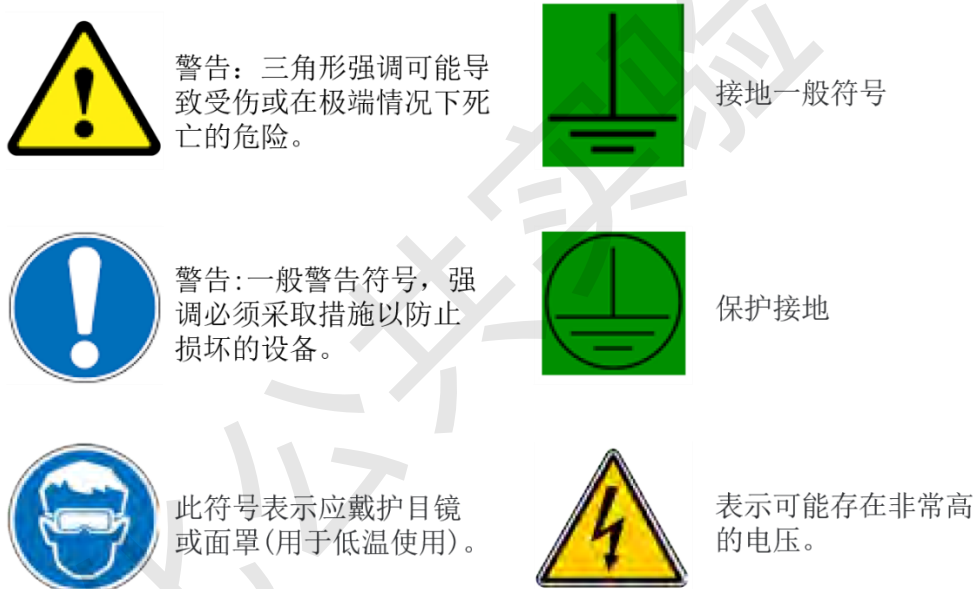


图 4.1 几种常见的安全标识。

4.2 严禁心脏起搏器或金属关节的使用者接近磁体，切勿携带铁磁性物质，如钥匙、手表、雨伞、耳机、手机、银行卡等物品靠近磁体。

4.3 进入低温实验室后应远离磁体，除放样品之外应尽量远离设备。在等待上样时，请不要在低温实验室频繁来回走动、喧哗，以免对其他使用者的实验造成干扰。

4.4. 严禁在实验室内使用金属座椅与钢铁做成的梯子。不要在磁体附近使用螺丝刀、螺钉等磁性工具；严禁碰撞磁体。

4.5. 低温实验室通道及消防紧急通道必须保持畅通，所有实验人员应了解消防器具与紧急逃生通道位置。

4.6. 严禁戴实验手套接触门把手；禁止随意丢弃实验废弃物；禁止将锐器、玻璃、注射器等丢弃在常规垃圾箱中。

4.7. 低温实验室应保持整洁，严禁把与实验无关的物品带入实验室内如食品和饮料等。严禁在实验室饮食与抽烟；严禁动物进入实验室。

4.8. 样品托（sample puck）必须保持清洁，可用酒精进行擦拭；操作时必须带手套，轻拿轻放，不得私自将其带离低温实验室。

4.9. 非常规实验测试须经技术员同意，并经过其指导方可进行。个人 U 盘、移动硬盘等易带病毒的存储设备不得与 Triton 500 系统电脑以及测试电脑连接。

5. 低温实验室管理规范

5.1 无液氮稀释制冷机 Triton 500 使用制度

该仪器遵从学校“科研设施与公共仪器中心”对大型仪器设备实行的管理办法和“集中投入、统一管理、开放公用、资源共享”的建设原则，面向校内所有教学、科研单位开放使用；根据使用机时适当收取费用；并在保障校内使用的同时，面向社会开放。

样品检测方案分为五类：

（1）培训测试：技术员负责装样，用户与技术员共同操作仪器并做数据处理；

（2）自主测试-初级：用户负责装样，用户与技术员共同操作仪器并做数据处理；

（达到初级用户培训标准，培训期为期一周。）

（3）自主测试-中级：用户负责装样，并独立操作仪器，按照 Triton System Control 内的选项进行温度和磁场的控制，并使用 Labview 程序对实验数据进行采集；

（达到中级用户培训标准，培训期为期一月。）

（4）自主测试-高级：用户负责装样，并独立操作仪器，可根据实际实验需求对设备进行温度和磁场的调控，可根据设备做一些特殊试验的设计，但必须经过技术员许可；

（等同技术员标准，培训期为期六个月。）

（6）维护/开发测试：技术员负责装样，定期检测仪器性能（噪声、温度、剩场等）、维护设备运行、开发新方法/技术；

（7）送样测试：技术员负责装样、操作仪器并做基本数据处理；

该仪器的使用实行预约制度，请使用者根据样品的测试要求在学校“大型仪器共享管理系统”（以下简称大仪共享）进行预约，并按照规定要求登记预约信息。

5.2 预约制度

为充分利用仪器效能、服务全校科研工作，根据测试内容与时间的不同，低温实验室制定

了 Triton 500 7*24 小时预约制度。为了提高实验效率, 预约前请先与技术员沟通, 针对样品特点、测试内容、需预约时长等进行讨论, 再进行线上预约。根据预约制度可登陆大仪共享网站最少提前一天预约机时; 寒暑假及国庆假期最少提前十天预约机时。

请严格遵守预约时间使用仪器, 以免浪费机时。如需调换时间段, 在技术员同意下可与其他使用者协商。因故不能在预约时间内测试者, 请提前两天取消预约并通知技术员。如无故不遵守预约时间, 将被取消一个月的预约资格。

由于低温实验样品准备时间较长, 用户预约前应与技术员针对样品和测试内容进行沟通, 测试前一天用户(或通过技术员)必须把样品安装在样品托上并确保导线安装正确。用户根据以下参数合理安排预约时长:

装(拆)样: ~1 小时 降温至 15 mK: ~8 小时 电输运测试(10mK-3K): ~2 小时 磁场调控: 0.2 T/min。

- (1) 校内使用者须经过技术员的实验操作培训, 考核合格后方可上机使用;
- (2) 实验开始至结束务必在实验记录本上登记, 如实、详细记录仪器状态及实验内容;
- (3) 严禁擅自处理、拆卸、调整仪器主要部件。使用期间如仪器出现故障, 使用者须及时通知技术员, 以便尽快维修或报修, 隐瞒不报者将被追究责任, 加重处理;
- (4) 因人为原因造成仪器故障的(如硬件损坏), 用户课题组须承担维修费用;
- (5) 不可擅自为他人样品代做实验, 不可擅自做特殊实验, 如有需求请务必联系技术员;
- (6) 原始数据不允许在测试电脑上删改, 尤其不允许用 U 盘与移动硬盘直接拷贝。使用者应根据要求通过科研仪器网/数据服务器传送下载原始数据至本地电脑, 以保存并做数据处理; 实验数据在本实验室电脑中保留 2 年。

(7) 使用者应保持实验区域的卫生清洁, 测试完毕请及时带走样品, 技术员不负责保管。使用者若违犯以上条例, 将酌情给予警告、通报批评、罚款及取消使用资格等惩罚措施。

5.2 培训考核制度

校内教师、研究生均可提出培训申请, 由技术员安排时间进行培训, 培训内容包括仪器使用规章制度、送样须知及安全规范、基本硬件知识、标准操作规程(自主测试-初、中、高三级 SOP)。培训结束后, 培训者可预约技术员进行考核:

- (1) 初级考核合格后, 可在技术员监督下上机操作, 下次预约测试复考;
- (2) 中级考核合格后, 可在技术员监督下上机操作, 下次预约测试复考;
- (3) 高级考核合格后, 可在技术员监督下上机操作, 下次预约测试复考。

实验室技术人员认为培训者达到相应级别的独立操作水平后, 给予培训者授权在相应级别所允许的可操作实验范围内独立使用仪器。如果在各级别因为人为操作错误导致仪器故障者, 除按要求承担维修费用之外, 给予降级重考惩罚、培训费翻倍。

对接受培训人员的核心要求:

(1) 了解稀释制冷技术的原理及其应用的多学科背景知识, 不断跟踪学习测试技术的最新发展, 积极开发仪器在不同学科的应用, 使其在自身相关科研工作中尽可能发挥最大作用;

(2) 熟悉稀释制冷机的原理、构造及各部分的功能, 严格遵守仪器部件的开关顺序, 在突然停电时能及时处理仪器并上报, 关注仪器各部件有无异常, 尤其是各个参数指标是否在正常范围内, 以及液氮的灌输等。

(3) 熟练掌握核 Triton 500 的软件系统, 严格按照标准操作规程操作, 防止因人为操作不当造成仪器故障, 特别是气体泄漏、失超等造成重大仪器故障(此种情况属人为事故, 所属课题组须承担维修费用), 认真做好仪器的使用及故障记录。

5.4. 仪器故障报告

仪器使用过程中出现故障及错误提示信息时应即时通知技术员; 请在第一时间将故障及错误提示信息截屏, 并保存在桌面“Screenshot”文件夹中, 截屏文件命名请按照“导师姓名+测试日期(具体到分钟)”; 在《仪器设备使用记录本》的设备问题栏做详细说明。

6. 系统简介

6.1 系统组成



图 6.1 Triton 系统包含 6 个相对独立的部分：A 带脉冲管制冷机的低温恒温器；B 气体处理和控制系统；C 磁体电源；D 泵组；E 脉冲管压缩机；F 带有冷阱的液氮杜瓦。

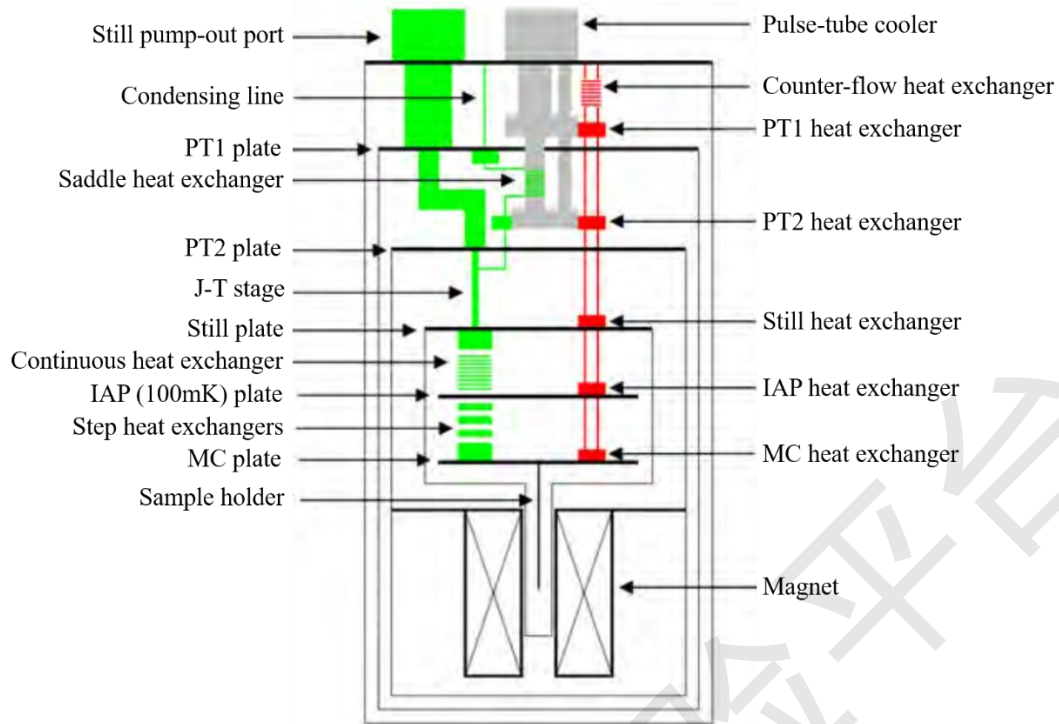


图 6.2 稀释制冷机内部主要部件和热交换器的示意图。稀释回路为绿色，预冷回路为红色。

(图示建议改为中文，可能更方便用户阅读)

7. 系统操作

7.1 冷阱的 (cold traps) 的使用

在系统降温之前，所有内部/外部的冷阱都要抽出之前降温收集的水和污染物。当系统在室温、冷阱仍然在液氮中时，需要把剩余的所有混合气体收集到 Tank 中。关闭 V11(如图 7.1)，把冷阱从 LN₂ dewar 中取出，在不破坏任何线路的基础上使其升温；把真空泵（干泵就可以）与 V10 连接起来，抽走从炭阱中挥发出来的污染物；此过程至少要抽 6 个小时；为了加速清洁可以使用热风枪把冷阱加热到 80°C。

当系统是冷的时候，不建议也没有必要清理 LN₂ 冷阱，除非系统有明显的阻塞迹象。只要系统是密封的，LN₂ dewar 定期加满，没有断电导致 PT1 trap 热起来，系统是可以 6 个月不用清洗的。

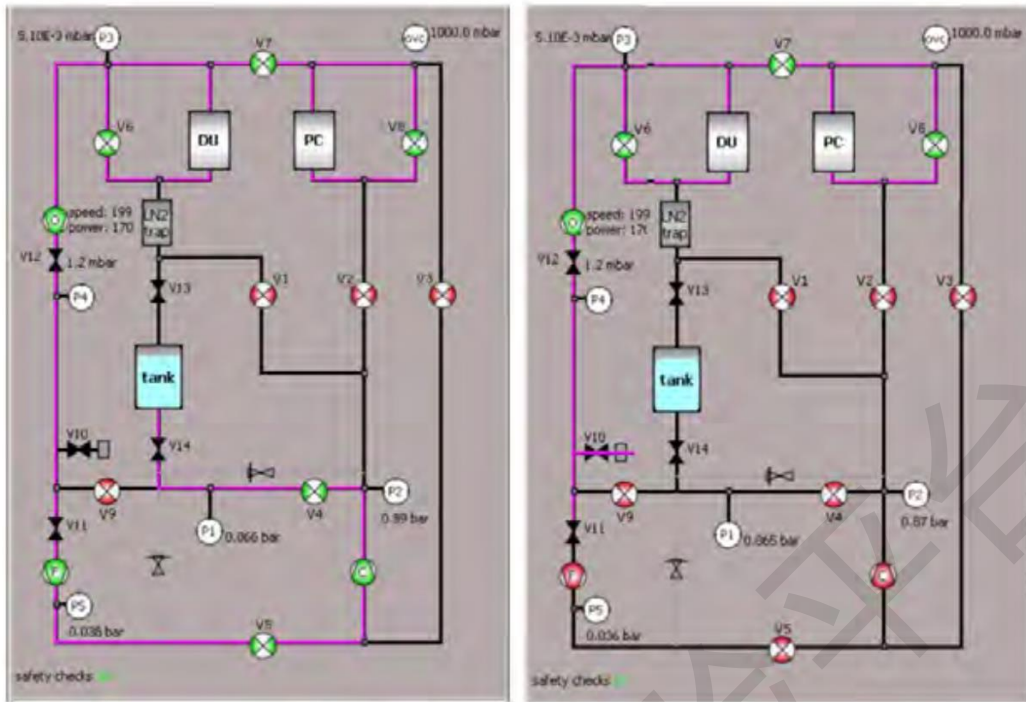


图 7.1 清洗冷阱：首先收集所有剩余的混合气体进入 Tank（左图），关闭 V11，外接泵与 V10 连接清理冷阱。（需高清图）

7.2 控制台和软件的使用

将控制台的电源连接，关闭 PDU 的 circuit breakers（位于控制架的后面）；通过双击键盘上的空格键启动计算机（注意：当控制台的电源打开时计算机可能会自启动）。当打开操作系统时，需要登录 Triton 用户账号。在工厂测试时，系统已经配置为在启动时自动登录到该帐户，‘Admin’账户只用于软件的维护/安装。工厂测试时已为两个账户生成了统一的密码，可以在测试结果表中找到。

从桌面启动‘Triton System Control’软件。



7.3 系统控制检查

从设备菜单中打开 Lakeshore 温度计对话框，根据表 5.1 检查所有温度计的读数是否正确（准确的电阻值可能有所不同）。

断开 Lakeshore 372 模拟输出端 BNC 引线，使用万用电表检查、测量 still and mc heaters 的电阻值（正常值分别为 500Ω和 100Ω）。

检查 LN₂ dewar 的液量并加满。注意：在处理液体致冷剂时，始终使用适当的防护服和口

罩。

检查压缩机和涡轮泵的冷却水是否打开。

检查脉冲管压缩机的气压。请记住, 工厂测试数据是在 50Hz 下进行的, 如果系统在 60Hz 下运行, 压缩机压力会有所不同。

检查磁体终端是否与制冷机绝缘, 线圈电阻是否与工厂测试数据相符。

检查磁体加热器的电阻。

Ch.	Sensor Location	Sensor Type	300 K Resistance	Excitation Voltage	Pause \ Dwell
1	PT2 Head	Cernox	60-100 Ω	200 μV	7s \ 3s
2	PT2 Plate	Cernox	60-100 Ω	200 μV	7s \ 3s
3	Still plate	RuOx	2.2 k Ω	200 μV	7s \ 3s
4	Cold Plate	RuOx	2.2 k Ω	200 μV	7s \ 3s
5	Mixing Chamber	Cernox	60-100 Ω	200 μV	7s \ 3s
6	PT1 Head	Pt100	100 Ω	200 μV	7s \ 3s
7	PT1 Plate	Pt100	100 Ω	200 μV	7s \ 3s
8	Mixing Chamber	RuOx	2.2 k Ω	63 μV	7s \ 3s
9	Magnet	Cernox	60-100 Ω	200 μV	7s \ 3s

表 7.1 300K 时典型的传感器电阻值和激励电压。

7.4 抽真空并开始降温

制冷机顶部的真空口与真空泵组连接起来 (需要 2 m 长, 50 mm 直径的波纹管)。对泵组要求: 分子泵抽速 > 80 L/s, 干泵抽速 > 5 m³/h。

真空腔的压力 < 10⁻² mbar, 一般需要抽 1-2 h, 这取决于系统中水的含量。将检漏仪连接到抽气系统中, 通过氦气吹扫, 检查 ‘O’-rings 和顶板附近部件的漏气情况。

从 Refrigerator 菜单中选择 ‘Full cooldown’, 开始冷却。

从 Logging 菜单中选择 ‘View current log file’, 查看 log 文件。

拆下检漏仪, 当 MC 的温度 < 500 K 时才能停止真空泵组。

7.4 Triton 系统控制软件

这一部分主要讲解怎么通过系统电脑中的软件操作 Triton 系统。

7.4.1 软件启动检查

Triton 软件可用于手动或全自动控制系统。数据日志和系统状态日志包含在标准安装包中。

从 Windows 桌面启动 “Triton system control” 软件。当软件启动时, 它搜索并初始化所有必要的仪表。它还自动启动数据和系统日志记录, 这个过程在一个小的进度对话框窗口中显示。如果任何的设备无法找到和初始化, 通过对话框提示操作员。

当进度对话框消失后, 窗口底部的状态栏中的消息显示“ready”, 表示软件已经准备就绪。一个新的 log 数据将被创建, 并开始记录所有相关的温度和压力。

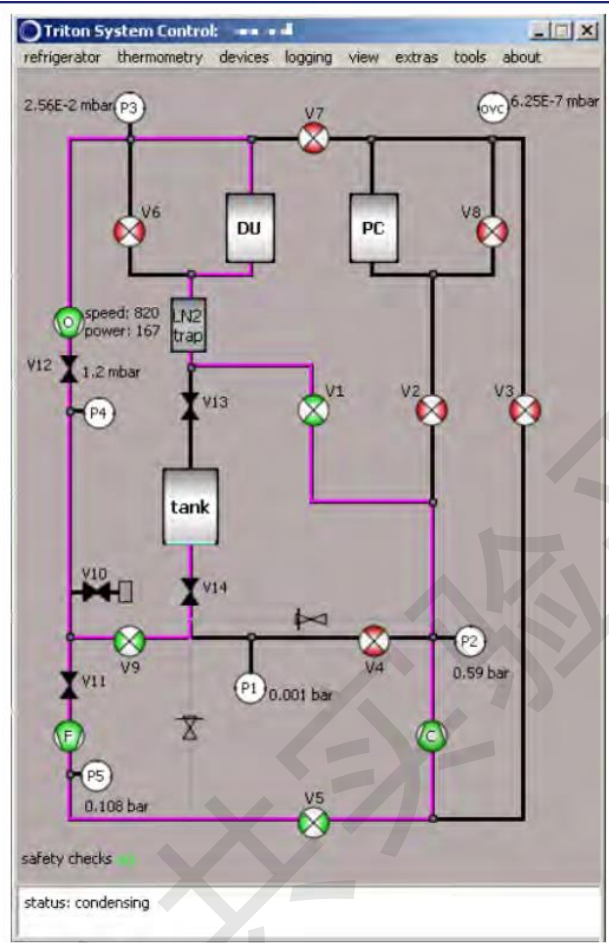


图 7.2 软件主对话框。

7.4.2 软件显示

软件的用户界面如图 7.2 所示, 包含了三个主要部分: 顶部的菜单栏、气体传输线路示意图 (显示阀门和泵) 和窗口底部的状态栏。写有 DU 和 Pre-cool Circuit (PC) 字样的方框分别代表稀释循环和 pre-cool 循环。当前的气体路径会被高亮显示。阀门 V6、V7 和 V8 位于制冷机顶部, 所有的其他阀门都位于控制架的 GHS 阀门箱中。

7.4.3 开启和关闭阀门

软件控制的阀门用下图中的标准显示:



图 7.3 阀门图标 (关闭状态)

点击阀门的图标可以切换开启或关闭。右击阀门将会弹出小的菜单, 可以选择强制开启,

关闭或切换（图 7.4）。阀门的颜色可以表示当前的状态，红色表示关闭，绿色表示开启。还可以通过将鼠标悬停在图标上查看阀门的状态。

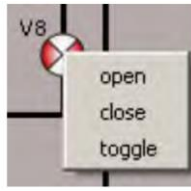


图 7.4 强制开启/关闭/切换菜单

KNF 压缩机和前级泵开关显示在循环示意图中。与阀门一样，可以通过单击或使用右键单击后的上下文菜单来切换状态。同样，每个开关的当前状态由其颜色和弹出的提示来表示。



图 7.5 Triton 系统中用于气体循环的泵的图标，从左到右依次是前级泵，³He 压缩机和涡轮泵（开启状态）。

软件对话框中有两个泄压阀，其作用是在断电的情况下，保证混合物总是有一个自由的路径返回到 Tank。



图 7.6 泄压阀。箭头表示气体流向。

7.4.4 压力读取

系统中各种压力测量数据在主视图中用白色圆圈表示。传感器的缩写名称显示在圆圈内，当前压力显示在圆圈附近的文本中。当鼠标悬停在传感器图标上时，会出现一个小的可视化辅助工具，以显示最后 60s 内压力的相对变化。表 7.2 给出了系统中压力表的细节。



图 7.7 图表显示了最近 60s 内的压力变化。

Pressure Gauge	Location	Transducer Type	Measurement Range (abs)
P1	Mixture tank	CVD	1.6 bar - 10 mbar
P2	Condensing line	CVD	10 bar - 10 mbar
P3	Still pressure	Piezo-Pirani	1 bar - 10^{-4} mbar
P4	Turbo back pressure	Piezo-Pirani	1 bar - 10^{-4} mbar
P5	Forepump exhaust	CVD	1.6 bar - 10 mbar
OVC	Vacuum chamber	Pirani	1 bar - 10^{-4} mbar

表 7.2 主控制对话框中显示的压力计。

7.4.5 ‘Refrigerator’菜单

通过这个菜单, 用户可以启动和停止所有主要的自动化任务。‘start/stop the pulse tube cooler’菜单项将打开/关闭脉管压缩机。但不会启动或停止‘pre-cooling’或‘condensation’或者任何其它自动化任务。

7.4.6 Pre-cooling (建议提前表 7.4, 并更名)

选择‘start the pre-cooling’项将启动一个自动冷却过程, 该过程将从检查所有系统设备是否存在并初始化开始。如果 PTR 没有运行, 则打开它。Pre-cool 回路的压力根据 RegEdit 的冷却参数进行调整(表 7.4 中的[14]和[15])。通过脉冲阀 V7 允许少量气体进入低压侧(still 泵送管道)可以实现降压。Pre-cool 回路压力的增加是通过关闭 V3 和打开 V5 和 V2 来实现的。然后启动前泵, 通过 V9 来增加压力, 并在 P2 处进行测试。

如果系统在室温下开始 pre-cooling, 则 pre-cool 回路将根据参数[14]中‘pressure step number 1’进行增压, 直到达到给定的压力。系统将会等到 MC 冷却到参数[20]中‘temperature step number 1’设定的温度, 此时的压力将减少为‘pressure step number 2’中给定的值, 循环往复, 直到 MC 冷却温度达到参数[13]‘finish when temperature of cooldown is’中指定的值。

在两个温度阈值之间没有对压力或流量的主动控制。因此, 通过暂时关闭 ^3He 压缩机, 可以在 cool-down 过程中的任何时刻稳定 MC 温度(可在高温下获取实验数据)。

cool-down 参数的值已经在出厂前进行了优化, 但是进一步调整优化也可能是必要的, 比如混合室中样品的质量很大, 脉冲管的性能由于某些原因改变了、或系统安装了磁体等。

‘start pre-cooling’命令可以在任何温度下执行, 软件将根据当前 MC 的温度选择正确的 temperature/pressure 值。



图 7.8 refrigerator 菜单。

7.4.7 Emptying the pre-cool loop （建议提前表 7.4，并更名）

Pre-cool 回路通过首先关闭 V2 和打开 V8、V4 来排空，使压缩泵从预冷管路中除去大部分气体。然后关闭 V3，打开 V5 和 V7，此时前泵打开。当压力小于表 7.4 中参数[16]所规定的阈值时，启动涡轮泵。当涡轮泵的运行时间达到参数[17]所指定的时间后，pre-cool 线路中被认为是空的。

7.4.8 Condensing

打开‘start the condensing’菜单项将启动冷凝过程。在设备检查后，系统检查 still 和 MC 的温度低于 20K，然后开始减速涡轮泵。这是通过切换阀门 V9，让少量的气体进入 still 管道内实现的，直到涡轮泵减速到 < 300 Hz。

将 still 管路中的气体收回到 tank 中后，通过打开 V1 和 V5，同时打开前泵和压缩机泵使冷凝过程继续进行。接下来，V9 通过脉冲的方式将混合气体通过前级泵从 tank 进入到 condensing 管路。这种情况一直持续到 P2 处的压力等于 condensing 的设定值（参数[10]）。

当 tank 的气压低于参数[12]中设定的数值时，该过程停止。冷凝过程完成后，涡轮分子泵打开，still 加热器设置为参数[11]指定的值。

7.4.9 Collect the mixture

‘collect the mixture’的功能是过切换阀门 V9 让少量气体进入 still 管路从而减速涡轮 (< 300 Hz) 开始的。加热 still 和 MC 同时将蒸发出的气体抽回 tank。为了加快这一过程，软件会控制混合气体在 pre-cool 回路中循环。收气的过程通过两个参数来判断是否收集了所有的混合气体：tank 的压力必须与标准值一致（参数[6]），误差在几个百分点之内，tank 压力也必须低于一个阈值‘参数[7]’。在这个程序完成后，所有阀门和泵关闭。

7.4.10 Full cooldown

‘full cooldown’包含了 pre-cooling、evacuate precool loop 和 condense mixture 的程序。系统将在大约 20 小时内（如果安装了磁铁，时间会更长）pre-cool 到 10/ 20K。根据 PT2 阶段的温度，condensing 和 cooling 到基础温度通常需要 3-5 h。

‘full cooldown’命令可以在任何温度下执行，软件将根据 MC 的温度选择正确的程序。

7.4.11 Warm-up

‘start a warm-up’任务收集混合气体，并在程序结束时关闭脉冲管制冷机。

7.4.12 Softening the vacuum Space

真空空间最好用干燥、清洁的氮气软化。例如，使用气囊从液氮存储杜瓦中转移少量（1-10 升）气体。如果系统上安装了磁铁，在磁铁加热到 77 K 以上之前不能软化真空空间，因为线圈绕组内的冷凝可能会损坏磁体。

7.4.13 Interrupting automated jobs

在自动控制期间的任何阶段，用户都可以选择‘stop all automation jobs’来停止所有自动化程序。选择此选项不会撤消任何任务，但会中断它。然后，用户可以启动或重新启动一个自动化任务，或者手动控制系统。

自动化任务的当前状态显示在窗口底部的状态栏中。

7.4.14 ‘Logging’ 菜单

此菜单可用于控制 log 数据的记录。‘view the current log file’可以查看当前的 log 文件。‘start a new log file’将在系统中创建一个新文件，然后系统数据将被记录到该文件中。‘append to an existing file’可以将数据保存到一个已经存在的文件中。这可能有助于保持数据的连续性。‘Stop logging’将关闭 log 文件并停止数据记录。‘set logging interval’可以调整 log 文件中记录数据的频率（不能小于 30 秒）。

NOTE: 各温度或磁场数据的时间记录并不准确，不能作为实验数据的依据。

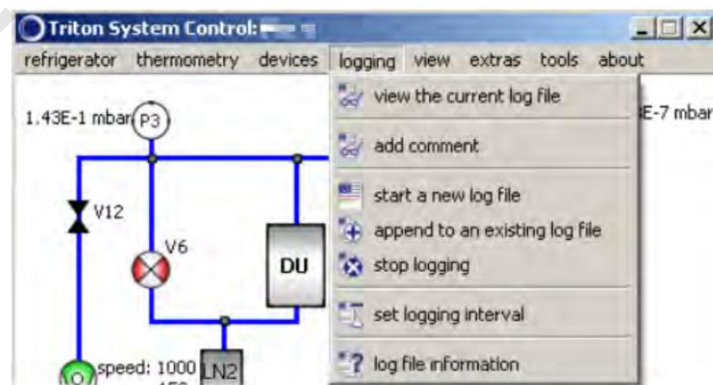


图 7.9 logging 菜单

7.4.15 ‘View’ 菜单

在长时间没有操作时（由 RegEdit 参数[18]决定），主对话框停止响应输入。这是为了减少有人无意中打开/关闭任何阀门的风险。从 view 菜单中选择‘enable’，再次激活主对话框。背景和线条颜色可以从 appearance 选项中更改。

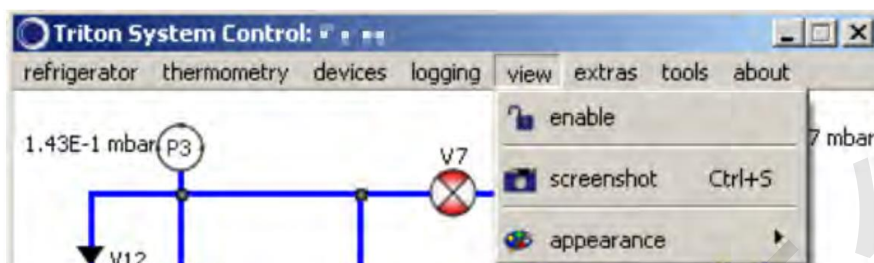


图 7.10 View 菜单

7.4.16 ‘Extras’ 菜单

使用此菜单可打开矢量旋转磁铁(VRM)软件（后面有详细介绍）。

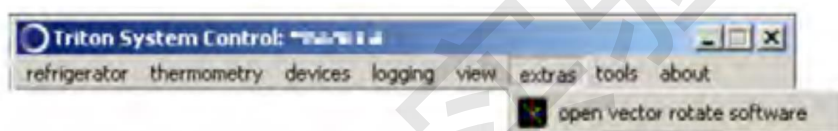


图 7.11 Extras 菜单

7.4.17 ‘About’ 菜单

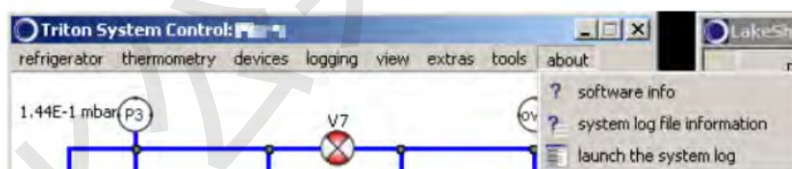


图 7.12 About 菜单

这个菜单提供了应用程序的背景信息。“软件信息”选项提供路径、文件名和应用程序的构建号或构建日期。‘software info’给出了系统日志文件的名称、路径、大小以及最后写入的时间和日期。‘system log file info’打开一个文本查看窗口，以读取实时的系统 log 文件，如图 7.13 所示。它包含发送的命令和应用程序的错误状态，是诊断控制故障的有用工具。

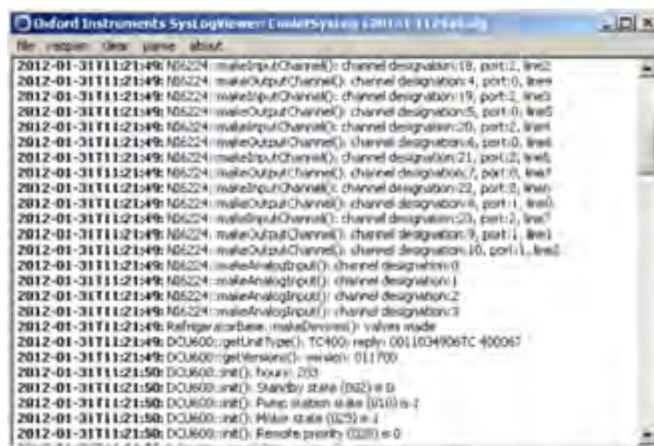


图 7.13 标准的系统 log 文件的示例

7.4.18 ‘Devices’ 菜单

关于涡轮泵、流量计（可选）、压力表、PTR 压缩机、UPS（可选）和 Lakeshore bridge 的更多信息。

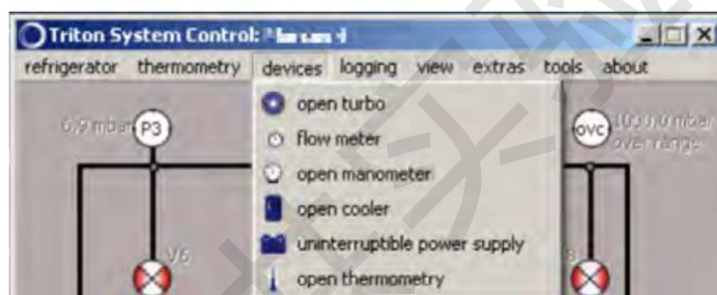


图 7.14 Devices 菜单

7.4.19 ‘Thermometry’ 菜单

注意：Lakeshore370AC resistance bridge 已被 Lakeshore 372AC 取代了，372 是在 370 仿真模式下运行。Lakeshore 370 和 Lakeshore 372 可以互换使用。

这个菜单有两个选项。‘open conversion’选项可以根据系统提供的传感器校正曲线检查 *.COF 或 *.340 型号的温度转换的电阻。

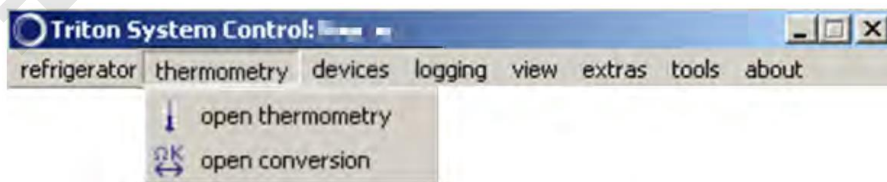


图 7.15 Thermometry 菜单

‘Open thermometry’选项可以打开 Lakeshore 对话框，如图 7.16 所示。该视图以行数显示电阻通道。第一列是用户定义的通道名称。用户可以通过双击来重命名任何通道。通道是按顺

序测量的, 第二列显示已启用的通道, 将会被按顺序测量。红色表示已启用, 将作为序列的一部分被测量。绿色表示正在被测量, 此过程需要几秒钟的时间。空的表示被禁用, 整行是灰色的。用户可以通过双击启用或禁用通道。

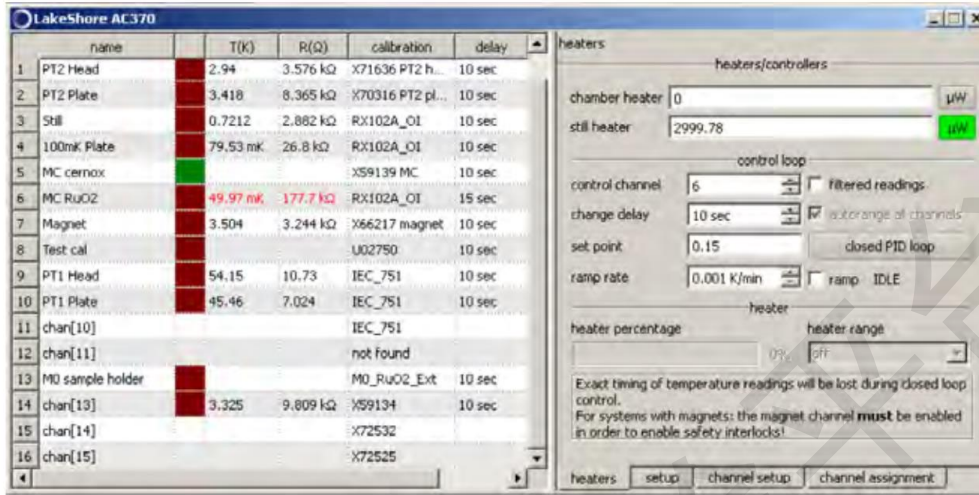


图 7.16 主要温度计测量对话框

‘T(K)’列显示了各通道的温度值, 当鼠标悬停在‘T(K)’列中的任意一个单元格上时, 将会显示当前的温度变化率。下一列是电阻, 用于每个通道的校准。一般来说, 每个温度计都有它自己的校准文件, 软件用来将电阻转换成温度。用户可以通过双击其中一个字段并选择合适的校准文件来更改温度计的校准。该软件可以读取最常见的两种 Lakeshore 文件标准: COF(多项式方程)和 340(数据表)。COF 是两个选项中比较准确的一个, 但是只有 340 可以上传到 Lakeshore 仪表用于温度控制。两个文件都可以在一个标准的 ascii 文本编辑器中查看, 但只有 340 格式容易进行编辑。

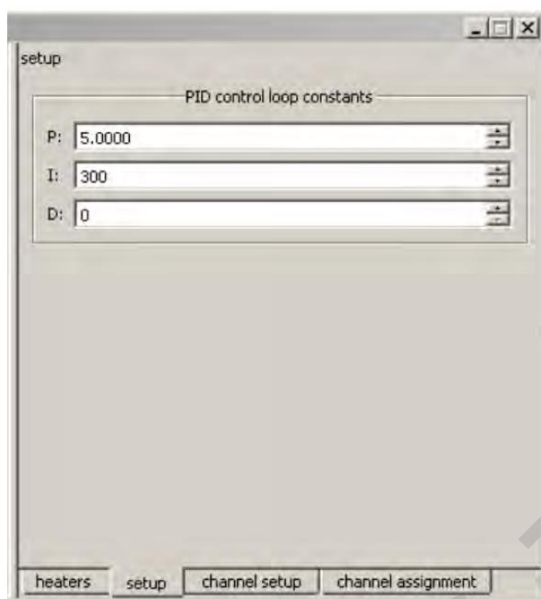
视图的右侧包含一个‘stacked tab’, 第一个选项是‘heaters’, 如图 7.16 所示。加热器选项卡允许手动控制 MC 和 still 加热器。输入一个加热器数值 (单位为 μW), 点击回车或按下‘μW’按钮。‘μW’显示绿色时表示加热器打开和灰色时表示关闭。

Lakeshore 还有另外一个加热器输出, 它不是运行 Triton 系统所必需的, 但在某些情况下可能有用。这种加热器称为‘IVC sorb heater’, 可以通过设置 RegEdit 参数[4]为‘true’来访问。加热器电阻可以在 RegEdit 参数[5]中指定。

温度控制的 PID 参数可以在 setup 选项卡下修改, 如图 7.17 所示。有关如何优化这些参数的请参阅 Lakeshore 372 manual。

在图 7.18 所示的通道设置选项卡下, 可以修改激励电压、滤波器设置、自动变换量程、dwell 和 pause 时间。单击通道列表中的通道名称, 以指定应该为哪个通道进行更改。有关这

些设置的含义，请参阅 Lakeshore manual，但是表 7.1 给出的默认值适用于大多数情况。

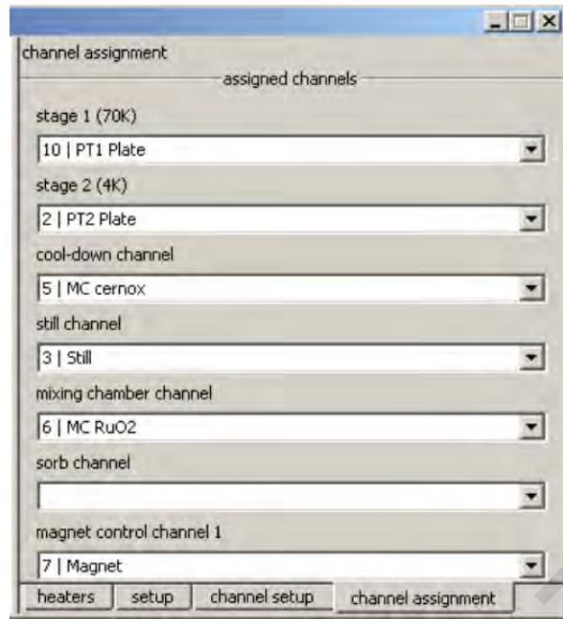


7.17 PID 设置选项卡



7.18 通道设置选项卡

软件中定义的通道在通道分配选项卡中，如图 7.19 所示。这些通道的定义是在工厂中设置的，不需要修改，除非将传感器移动到另一个通道。



7.19 通道分配选项卡

7.4.20 最优基底温度

系统默认使用工厂优化后的 still power (表 7.4 中的 RegEdit 参数[11]) 来达到最低的基准温度。这个值是在 MC 上没有任何电功率负载的情况下通过实验确定的。如果实验中混合室的热负荷较大，最优 still power 应该高于默认值。

Still power 在 100 mK 时对应的最大制冷功率在 Factory Test Results document 中给出，通常比（空载）基准温度的最优值高 8-10 倍。过高的功率可能会导致压力过大，从而导致性能下降。

7.4.21 温度控制

要通过 Triton 软件访问 Lakeshore PID 控制，首先从 Thermometry 菜单中打开 Lakeshore 对话框，进入‘Heater’选项卡。在图 7.16 所示的设置对话框中键入一个新值(单位为 Kelvin)，然后单击‘close PID loop’。将加热器输出范围设置为合适的值，见表 7.3。注意：这些值可能会随着 still power 的数值而发生显著变化，当 still power < 5 mW 时，这些数值应该适用于大多数的系统。请参阅 Lakeshore manual 5.2 获取有关‘Zone Tuning’的信息，以使仪表根据设定的温度值自动选择加热功率。

默认设置的 PID 将保证温度的稳定性，温度小于 1 K 时，温度变化范围 ± 1 mK。对于需要更高的温度稳定性的应用，有必要使用两个温度计。在该方法中，一个传感器是专门用于 PID 控制；为了降低电噪声，传感器的励磁电压远远高于正常励磁电压，而另一个传感器用于读取温度。这种方法可以实现 20 μ K 或更好的控制。详情请参阅 Lakeshore manual。

Setpoint [K]	P	I	D	Heater Range	Sensor Type	Sensor Excitation	Turbo State
0.1	15	120	0	10 mA	RuOx	632 μ V	ON
0.2							
0.3							
0.4							
0.5							
0.6							
0.7							
0.8	3	10	0	3.16 mA	CERNOX	2 mV	OFF
0.9							
1.0							
1.2							
1.4							
1.6							
1.8							
2.0							
2.5							

表 7.3 常用的 RegEdit 参数及其默认值

Lakeshore bridge 默认使用‘autoscan mode’进行温度控制，这意味着它将在一个通道上进行 PID 控制（通常是在 1.5 K 以下运行的通道 8，在 1.5 K 以上运行的通道 5），其他的通道会间歇性读取。仪表需要大约 1-2 分钟的时间来扫描所有通道，并用最新的温度读数更新对话框。当温度值更新时，将出现一个黄色的正方形图标并扫描通道列表。

2 K 以上的温度控制，在尝试在较高温度($T > 2$ K)下进行控制之前，应采取以下步骤：

1. 关闭涡轮泵；
2. 关闭 still heater；
3. 确认 V9 关闭；
4. 确认 V4 打开；
5. 确认加热器控制通道对应正确的传感器。

这一过程降低了系统中的 ^3He 循环速率，并将使 condenser 管路与 tank 的容积相缓冲，以确保冷 condenser 压力不会上升到 0.75 bar 以上。然后在 Triton 系统控制软件中选择所需的温度设定值和加热范围。

高温运行后再冷却：当温度处在 2 K 到 10 K 之间时，要将系统冷却下来，只需从 refrigerator 菜单中选择‘condense’即可。

在温度处在 10 K 以上时，有两种不同的方法来冷却系统。最简单（也是风险最小）的方法是先降磁场为零，然后从 Refrigerator 菜单中选择‘Full cooldown’，软件将正常运行 pre-cool 和 condense。此外，也可以在有磁场的情况下运行 pre-cool，这就需要手动操作以避免 PT2 过热。首先，使用 V7 将 pre-cool 回路(P2)中的压力降低到 0.15~0.2 bar，然后开始 pre-cool 循环。监控 PT2 温度，并调节 P2 压力。当 MC 冷却到 10 K 以下时，在 Refrigerator 菜单中选择 empty the pre-cool loop 并执行 condense 选项。

7.4.21 RegEdit（注册表）参数

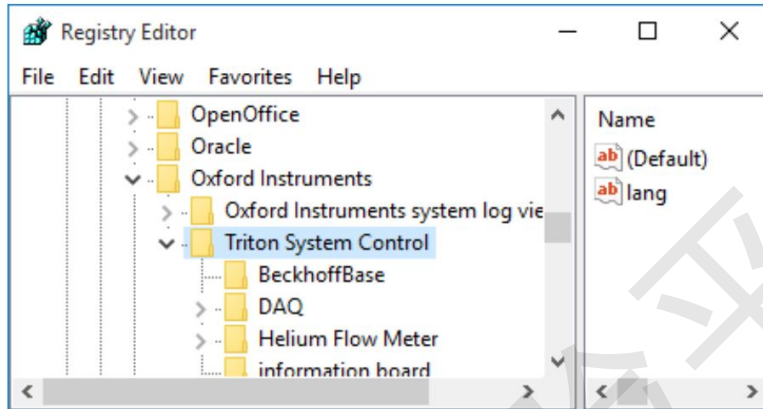
Windows RegEdit 用于使用户可以访问软件参数。RegEdit 中存储了大量的 Triton 系统的

参数，只有其中的一些（表 7.4）在系统安装之后才有意义。

在 Windows 开始菜单中键入‘regedit’，然后按‘Enter’键启动 regedit。导航到 Triton System Control 键（RegEdit 键看起来像文件夹图标，如图 7.20 所示）：

HKEY_CURRENT_USER\Software\Oxford Instruments.

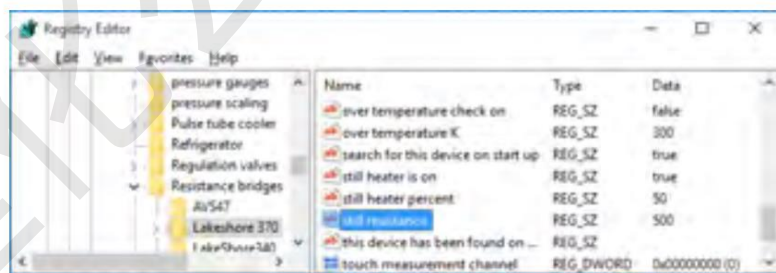
注意：以下部分中引用的所有 regedit 键都与上面显示的路径相关。



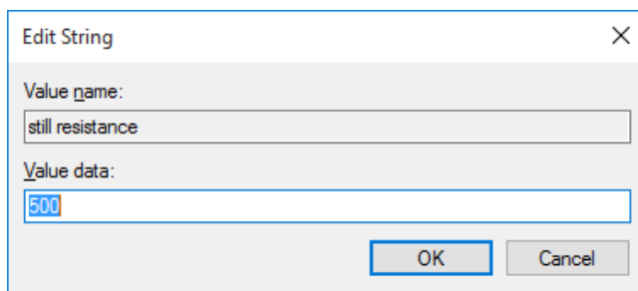
7.20 Triton System Control 用高亮显示

每个 Triton 组件都有一个包含许多参数的 key。例如，Lakeshore 370 key 位于‘Resistance bridges’文件下，如图 7.21 所示。要更改其中一个参数，请双击右侧窗口中的名称。例如，双击‘still resistance’打开对话框，如图 7.22 所示。键入一个新的值来更改 Still heater 的电阻。请注意，在编辑 RegEdit 时，Triton 系统控制软件可能不得不关闭重启，以使所有更改生效。

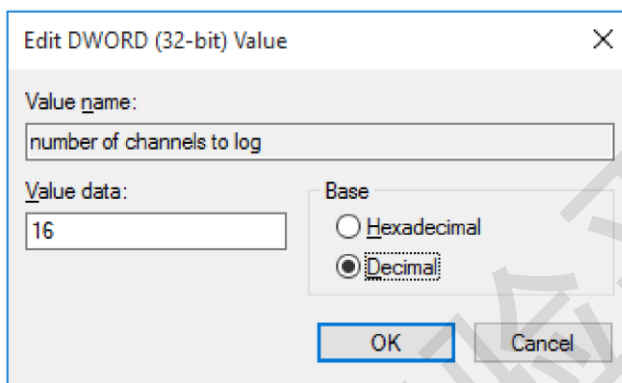
Triton 软件使用的参数要么是‘string type’（如上图中的 still heater），要么是‘DWORD type’（如图 7.23 所示）。当更改后一种参数的值时，请记住首先将基数从十六进制更改为十进制。



7.21 Lakeshore key（左窗口）和相关参数（右窗口）



7.22 用于更改字符串值的对话框



7.23 用于更改 DWORD 值的对话框。该值可以用十六进制或十进制指定。

为了防止 Triton System Control 在启动时搜索特定的设备，请更改名为‘search for this device on start up’的字符串值。每个组件 key 都有这样一个字符串参数，可以设置为‘true’或‘false’。

一个包含所有 RegEdit 参数的备份文件是在系统从工厂发货之前创建的，一般保存在：
C:\Oxford Instruments\Software\RegEditBackup.reg

若要将所有与 Triton 相关的 RegEdit 参数重置为工厂默认值，请双击.reg 文件并确认是否覆盖现有值。要创建一个新的备份文件，右键单击 Triton System Control key（如图 5.20 所示），选择‘Export’并指定一个新的文件名。

Ref	Key Name	Value
1	.\Resistance bridges\Lakeshore 370\number of channels to log	13
2	.\Resistance bridges\Lakeshore 370\mixing chamber resistance (Ohm)	100
3	.\Resistance bridges\Lakeshore 370\still resistance (Ohm)	500
4	.\Resistance bridges\Lakeshore 370\IVC Sorb heater exists	FALSE
5	.\Resistance bridges\Lakeshore 370\IVC Sorb resistance	3900
6	.\Type_MGHS\RefrigeratorBase\collecting the mixture\nominal tank pressure (bar)	0.76
7	.\Type_MGHS\RefrigeratorBase\collecting the mixture\target still pressure after collecting mixture (mbar)	0.4
8	.\Type_MGHS\RefrigeratorBase\condensing\pressure threshold before turning the turbo on (mbar)	5
9	.\Type_MGHS\RefrigeratorBase\condensing\close the tank at end of condensing (true false)	FALSE
10	.\Type_MGHS\RefrigeratorBase\condensing\regulation pressure during condensation (bar)	2.5
11	.\Type_MGHS\RefrigeratorBase\condensing\still power at the end of condensation (W)	0.003
12	.\Type_MGHS\RefrigeratorBase\condensing\wait on this tank pressure before finishing (bar)	0.05
13	.\Type_MGHS\RefrigeratorBase\cool down from room temperature\finish when temperature of cool-down channel is (K)	10
14	.\Type_MGHS\RefrigeratorBase\cool down from room temperature\pressure (Bar) step number <i>n</i>	-
15	.\Type_MGHS\RefrigeratorBase\cool down from room temperature\temperature step number <i>n</i>	-
16	.\Type_MGHS\RefrigeratorBase\evacuating pre-cool\pressure threshold before turning the turbo on (mbar)	1
17	.\Type_MGHS\RefrigeratorBase\evacuating pre-cool\timeout waiting for low pressure threshold (seconds)	5400
18	.\Type_MGHS\RefrigeratorBase\View\disable the view after (minutes)	10

表 7.4 常用的 RegEdit 参数和默认值。

7.4.23 log 文件查看

双击 Windows 桌面上的 logfile viewer 图标, 打开如图 7.24 所示的两个窗口。使用通道选择器在数据图中同时绘制最多 8 个数据序列。注意, 每个温度通道有三个相关数据系列: 时间(s)、温度(K)和电阻(Ω)。通过勾选每个通道左侧的复选框, 可以从图中绘制或删除通道。

使用通道选择器将时间显示为绝对或相对时间, 并以绝对或对数刻度显示 y 轴。

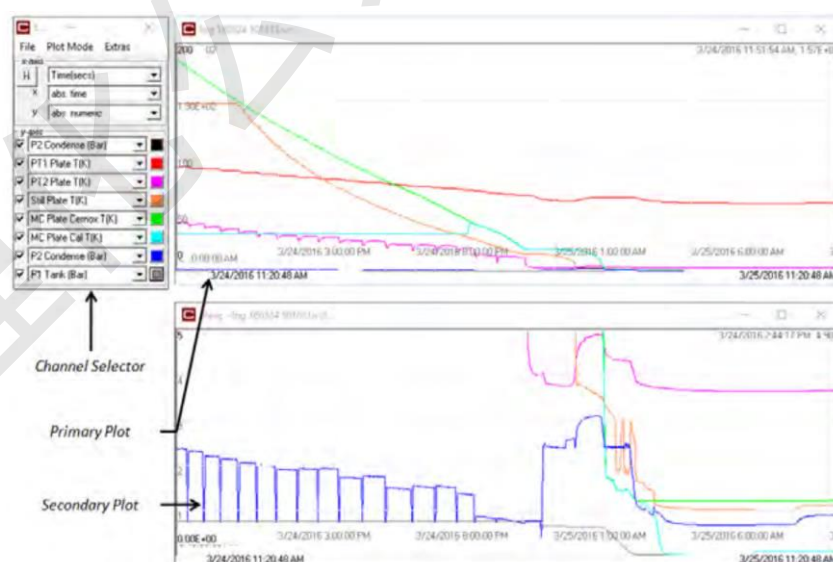
按下‘H’键缩小显示全部数据。要放大绘制的数据, 单击并拖动鼠标指针, 或者单击其中一个轴来更改其最大值或最小值。在图中右键单击可以恢复到上次的缩放设置。

在‘Plot Mode’菜单中切换‘live update’和‘scrolling display’选项, 以控制在向 log 文件添加新数据时图形是否应该更新和自动标度。

可以同时打开任意数量的数据图。从‘File’菜单中选择‘new plot’, 打开第二个(从属的)图, 显示与主图相同的数据, x 轴相同、但 y 轴设置不同。或者双击桌面上的 logfile viewer 图标来打开另一个应用程序, 这样数据图就完全独立了。

如果更改了任何通道名称(使用图 7.16 中的 Lakeshore 对话框), 则必须创建一个新的 log 文件, 以便更新通道选择器中显示的通道名称。

所有压力读数, 包括涡轮泵转速和电流、磁场、 ^3He 流量数据和 PTR 压缩机温度都可以通过通道选择器查看。如果缺少其中任何一个, 可能是由于记录的温度通道的数量太大所导致。通过减少记录温度通道的数量, 可以记录更多的辅助数据。降低 RegEdit 参数[1]的值, 并启动一个新的 log 文件使更改生效。



7.24 log 文件查看器窗口。

7.5 磁体的运行

7.5.1 超导磁体运行的准备

在运行磁铁之前, 确保+ve 和 ve 引线 与磁体电源断开, 并且它们都与地面隔离 (即不接触电源外壳)。

检查磁铁是否与低温恒温器绝缘。使用数字万用表 (Fluke 110 或类似设备), 并将测量值与工厂测试文档中的值进行对比检查。

检查恒温器顶部电流引线的电阻。当磁体是冷的, 这应该等于电流引线的值, 因为磁体处在超导态, 零电阻。

检查从+ve 或 ve 引线 与地的电阻。这应该是 $> 1 \text{ M}\Omega$ 。如果读数小于此值, 则进行基本检查以确定该值偏小的来源。如果与地面的电阻仍然 $< 1 \text{ M}\Omega$, 联系 Oxford Instruments, 咨询如何解决。

如果磁体装了 persistent 开关, 然后确保开关电缆插入到 10-pin Fischer 插座 (顶板上电流引线端子旁边)。开关电缆有两个较大的铲子连接器, 它们连接到磁体电源背面的备用电源上。

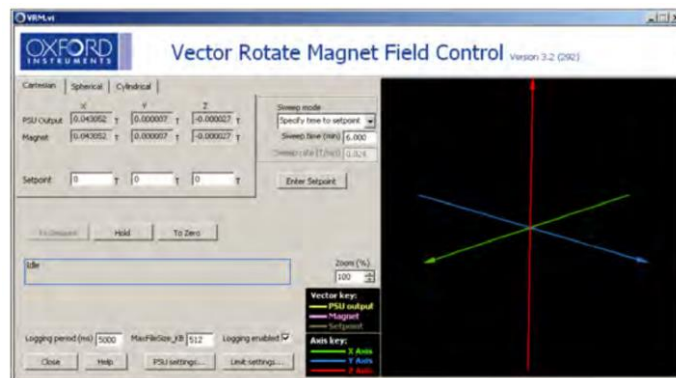
在将开关电缆连接到磁铁电源之前, 对开关和电线的电阻进行检查。开关电阻应等于数据表中的值, 加上很小的值 (几个 Ω 的数量级)。检查完成后, 将开关连接到电源端子上 (注意极性并不重要)。

7.5.2 VRM 软件运行磁体

当磁铁运行时, 如有与磁场有关的危险, 会发出适当的警告。

超导磁体可以在手动或远程模式下运行。这里假设用户正在使用 VRM 软件在远程模式下控制磁体电源; 关于如何在手动模式下运行磁体, 请参阅单独的 power supply manual。有关安装和硬件设置的详细信息, 请参阅单独的 VRM manual。

使用 Triton control 软件中的 'Extras' 菜单打开 VRM 软件 (如图 7.11 所示)。你应该看到如图 7.25 所示的对话框。无论是螺线管、二维或三维矢量磁铁, 均可使用 VRM 软件。



7.25 VRM 软件的主对话框

7.5.3 目标磁场的设定

选择一个‘Sweep mode’来驱动磁体从一个磁场到另一个磁场:‘time to set point’, ‘rate overall’ 或者‘as fast as possible’。软件检查计算出的扫描速率，如果扫描速率过高，则显示错误消息并相应地调整速率。

使用三个选项卡中的所需的坐标系：笛卡尔坐标、球形或圆柱形。输入 X、Y、Z 的目标值，然后单击‘Enter Setpoint’按钮开始扫描。通过单击适当的选项卡，可以获得其他坐标系中目标向量的等效值。

矢量图使用笛卡尔坐标系统和磁场矢量（粉红色）、目标磁场矢量（灰色）和 PSU 矢量（黄色）。显示是不断更新的。

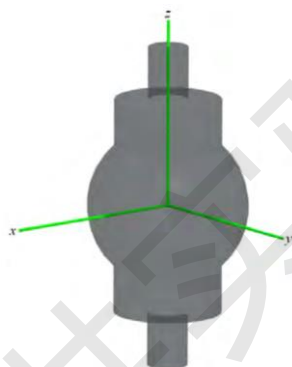


图 7.26 VRM 坐标示意图

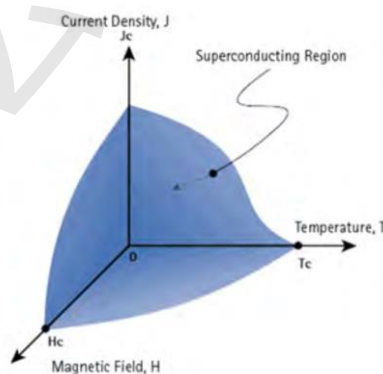


图 7.27 超导临界参数

7.5.4 设置 persistent/Non-persistent 模式

带有开关加热器的磁铁可以设置为‘persistent’模式，也就是说，在电流引线中电流为零。当线圈处于恒流状态时，恒流指示器变为绿色（开关加热器中的电流为零）。

单击‘Non-persistent’按钮可将所有电流引线斜接到其持续电流，并打开所有开关加热器。

点击‘Persistent’按钮，关闭所有加热器，等待开关关闭，然后将电流调至零。

7.5.5 运行超导磁体时注意事项

当运行超导磁体时，非常重要的一点是磁体绕组的峰值温度不超过所用超导体的临界温度。如果发生这种情况，磁铁会淬火（quench）。低温稀释系统中的淬火是相对良性的，因为没有液氮从磁体氦浴中蒸发，并且脉冲管制冷器简单地进行冷却。该系统经过精心设计和建模，因此在淬火过程中导电元件中的涡流不会对主系统组件造成损坏。然而，必须避免磁体淬火，因为一些系统部件（特别是涡轮分子泵和烧结的热交换器）将经历压力脉冲，这可能降低其使用寿命。

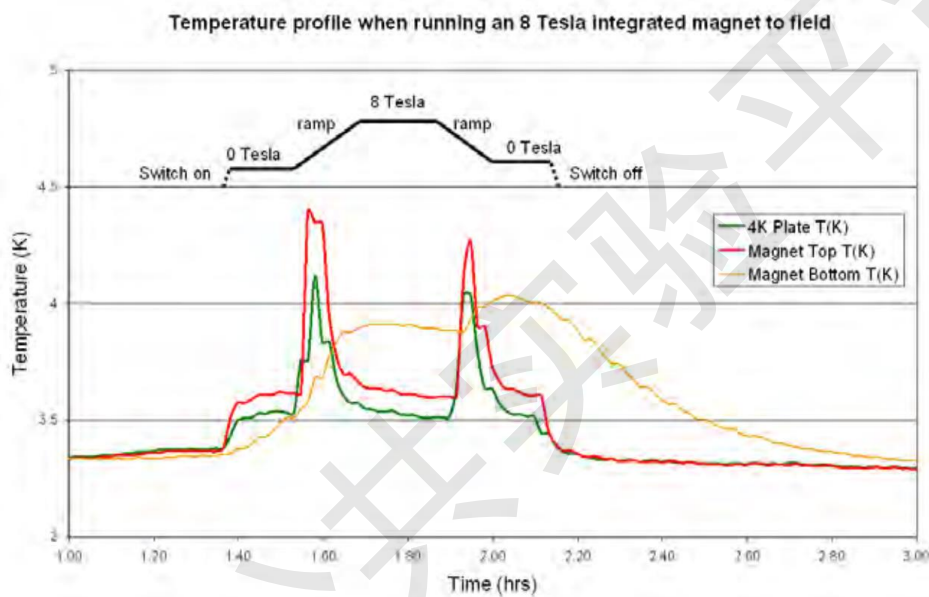


图 7.28 带有 8 T 磁体的 Triton 200 的典型温度变化曲线

判断磁铁何时淬火主要取决于超导体的‘critical surface’。临界电流取决于磁场和温度（图 7.27），当接近临界表面时，超导体接近淬火状态。

该系统经过精心设计，可以将磁体冷却到脉冲管的第二级，以便在最高温度为 5 K 的条件下运行磁铁。保证的速率和磁体特性数据表中的最大磁场是在 5 K 范围内实现的。

以下两种情况会增加淬火的风险：

在磁体热循环后的第一次扫描中（即温度高于超导转变温度）。因此，热循环后的第一次扫描应以半速进行。

当从正场到负场过零场时（反之亦然）。在继续扫描前，将磁体在零磁场处暂停至少 15 分钟，或者以半速扫过零磁场。

磁体在淬火的情况下，系统可能不会自动恢复，因为有些混合物（但不一定全部）会从冷冻机中出来，收集到 tank 和泵管中。建议在淬火后采取以下措施：

将检漏器连接到 OVC 上, 检查制冷机上是否有泄漏的迹象 (氦信号 $> 10^{-5}$ mbarls⁻¹)。

用万用表检查磁铁是否与地短路 (电阻应该 $> 1 \text{ M}\Omega$)。

使用软件程序收集混合气, 然后运行 'full cooldown'。检查 tank 压力, 确保所有混合气都回到 tank。

当磁铁冷却到 4 K 时, 用万用表检查它是否超导 (只测量导线的电阻, 通常只有几欧姆)。

图 7.28 给出了一个运行 8 T 磁体时温度变化曲线图。这个例子是针对一个没有实验接线的系统。运行前 4 K plate、磁体顶部和磁体底部均为 $T = 3.35 \text{ K}$ 。

磁体变化顺序如下:

超导开关打开。磁铁顶部和 4 K plate 的温度在 10 分钟内分别增加到 3.6 K 和 3.5 K。

磁场开始增大时, 有明显的产热。这是由于超导体中的交流损耗引起的。当磁场保持在 8 T 时, 磁体的温度峰值会下降并回到 3.6 K。磁体底部传感器存在较大的热滞后, 对超导体温度的代表性较差。

磁场保持一小段时间后, 磁体的温度降回到零磁场时的温度。再次变化磁场时又会发热。

关闭超导开关的加热器后, magnet top 和 4 K plate 的温度返回到 3.35 K。磁铁底部传感器的热滞后再次明显。

7.7 移除 shields 换样

如果系统上安装了磁铁, 检查一下磁体的温度 (magnet top Cernox) 是在露点以上 (通常 286 K), 以防止线圈上有凝结, 否则可能需要很长时间蒸发。

如果系统仍然是冷的可以用干燥的 N_2 气通过 OVC 打开真空腔。

注意: 如果磁体的温度低于 273 K 不要打开恒温器, 这会导致线圈结冰, 从而使磁体永久性损坏。

由于至少 3.5 毫米和 2.5 毫米 Allen keys 用来移除尾部的装置; 应该在适当的地方使用 ball-head drivers。'Maintenance and spare parts' 包括紧固真空罐和防辐射罩所使用的清单。

拆下防护罩上的螺丝, 将防护罩降低到挂在键槽支撑螺丝上的位置。在这一位置上, 顺时针旋转防护罩可以将其移除。重复此过程可将 OVC 和内部防护罩移除, 从而可以对样品空间进行处理。

7.8 通过 bottom loader 换样

注意: 不要在有磁场的情况下装样或拆样。

7.8.1 装样/拆样的准备

1. (如果是拆样请忽略此步骤)。如图 7.29 所示, 将样品托和换样架组装在一起。确保两

个驱动杆都已拧紧，通过样品托上的螺纹和六角扳手能够完全驱动插槽。

2. 使用四个 M4 滚花螺母将负载锁安装在闸阀下方。
3. 打开 V1 和 V2，使用涡轮分子泵将样品空间和滑动密封中的气体排出。
4. 在控制软件‘Refrigerator’菜单中选择‘start sample change’，作为以下步骤的指导工具。
5. 当抽负载真空时，使用软件收集混合气。一般情况下，大部分混气物需要 15-20 min 才能回到 Tank 中。至少 80%的混合气回到 Tank 中（对应箱内压力约 0.6 bar），装样才是安全的。
6. 关闭 V1、V2 和涡轮分子泵保持开启。滑动密封由两组橡胶 quad-rings 组成，V2 连接到它们之间的空间。通过 V2 抽真空可以保护主真空空间免受任何可能从第一个 quad-rings 泄漏的少量空气的影响。
7. 打开闸阀，系统就可以装载/卸载样品了。



图 7.29 样品托和真空锁

7.8.2 装样

注意：已经完成 7.8.1 的所有准备工作，检查磁场是否为零，至少 80%的混合气回到 Tank。

1. 两个驱动杆的手柄上有定位标记；确保这些标记是指向外的。
2. 轻轻地向上推驱动杆，直到样品探针与混合室接触。同时顺时针旋转两根驱动杆，将探头固定在混合室上。拧紧两根驱动杆。
3. 一个 5 Nm 扭矩扳手用来控制装样力度。当使用扭矩驱动器拧紧驱动杆时，将每个驱动杆向上推。向上推动驱动杆是非常重要的，以确保六角扳手与插座完全啮合，否则两个部件中的任何一个都可能损坏。

4. 将两根驱动杆向下拉, 以便从插座上松开六角扳手。
5. 逆时针旋转驱动杆, 使驱动杆与样品探头完全脱离。继续旋转两个驱动杆, 直到它们不再向下移动。
6. 如果驱动杆手柄有定位标记, 请检查它们的定位是否正确。
7. 将驱动杆尽可能往下推, 从主真空空间中抽出驱动杆。
8. 关闭闸阀
9. 检查 Tank 压力。现在, 所有的混合气都应该回到 Tank 里了
10. 参考控制软件前面板: 从'Refrigerator'菜单中选择'Full cooldown'。一般需要 6 小时左右的时间样品温度才能回到 < 0.1 K。
11. 负载锁、sample holder 以及样品可能会在很长一段时间内明显地排气。检查 OVC 压力; 如果它高于 10^{-4} mbar, 则需要连接涡轮分子泵抽几个小时, 直到系统冷却到 10 K 以下。

7.8.2 拆样

注意: 已经完成 7.8.1 的所有准备工作, 检查磁场是否为零, 至少 80% 的混合气回到 Tank。

1. 如果驱动杆手柄有定位标记, 请检查它们的定位是否正确。
2. 轻轻地向上推驱动杆, 直到它们与样品探针接触。同时顺时针旋转两根驱动杆, 使其通过取样探头上的螺纹。继续转动驱动杆, 直到它们不再向上移动。
3. 向上推杆, 使六角扳手与插座啮合。在继续之前, 请确保它们都位于正确的位置。
4. 使用扭矩扳手从混合室中松开螺丝。旋转扭矩扳手时保持向上推, 以确保每个六角键与插座保持完全啮合。
5. 旋转驱动杆, 直到它们不再向下移动。
6. 如果驱动杆手柄有定位标记, 请检查它们的定位是否正确。
7. 轻轻地向下拉驱动杆以提取样品探头。使用观察窗口检查样品探头是否回到真空锁内。
8. 关闭闸阀。
9. 检查 OVC 压力; 如果它高于 10^{-4} mbar, 可能需要连接涡轮分子泵抽几个小时。
11. 如果您希望在装载新样品前将系统恢复到基底温度, 请从'Refrigerator'菜单中选择'Full cooldown'。

7.9 KNF 压缩机旁路

KNF 旁路硬件应连接到 ^3He 循环系统, 如下图 7.30 所示。采用质谱仪检漏仪对整个总成进行泄漏测试, ^4He 泄漏值应小于 2×10^{-8} mbarls $^{-1}$, 因此建议在冷却系统之前安装 KNF 旁路。

注意: 快速连接器有区分, 只有一种方法可以安装阀门。

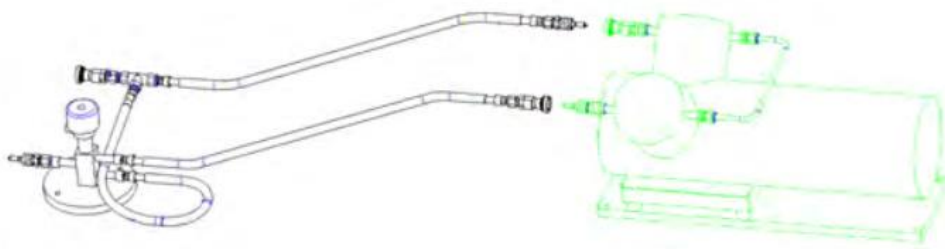


图 7.30 将 KNF 旁路系统集成到压缩泵中

7.9.1 KNF 压缩机旁路操作

当系统在基底温度下运行时，操作员可以绕过 KNF 泵，通过柔性管道，允许 KNF 被关闭。这使得涡轮分子泵仅由前级泵支持。注意：此操作只能在系统低流速运行时才可行，冷凝器压力低于 ~ 600 mbar。在实验热负荷较大或快速变场过程中，冷凝压力可能增加到不能使用 KNF 旁路的水平。

逆时针旋转阀门控制旋钮打开旁路，顺时针旋转阀门控制旋钮，使气流通过 KNF 压缩机。

阀门旋钮上写着‘open’，对应旁路的状态（‘open’对应旁路打开）。

7.10 LN₂ cooled trap bypass panel

液氮冷阱旁路面板是为了使安装在 Triton 稀释系统的 ³He 冷凝管线上的液氮冷阱增加旁通、排空和清洗，而无需从系统上断开 trap。安装孔使面板能够安装在一个方便的位置。

7.10.1 LN₂ cooled trap bypass panel 安装

注意：建议在冷却系统之前安装 LN₂ 旁路。

如图 7.31 所示，连接冷阱的线路应断开，将气体处理系统和 Triton 稀释制冷机连接到 LN₂ trap bypass panel；LN₂ trap 的入口应连接到标有‘CT in from GHS’的端口，LN₂ trap 出口应连接到标有‘CT out to fridge’的端口。

与面板一起提供的柔性线路用于将 LN₂ trap 连接到标有‘C.T. In’和‘C.T. Out’，如图 7.32 所示。

LN₂ trap by-pass panel 和前级泵之间的连接是通过拆卸快接头到前泵入口的 KF 接头上，并用提供的附加接头替换（允许两个快接头连接到这个端口）来实现的。安装好这个配件后，应该更换从 V9 到前泵的柔性管线，附加的柔性管线连接在前级泵附加的快速连接器和标记端口之间‘To forepump’。

一旦连接完成，应使用质谱仪检漏仪进行泄漏测试，测试结果应优于 2×10^{-8} mbarls⁻¹。

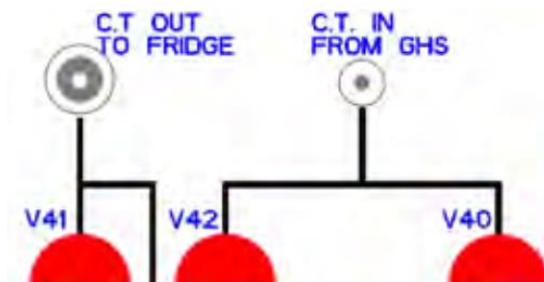


图 7.31 将 KNF 旁路系统集成到压缩泵中

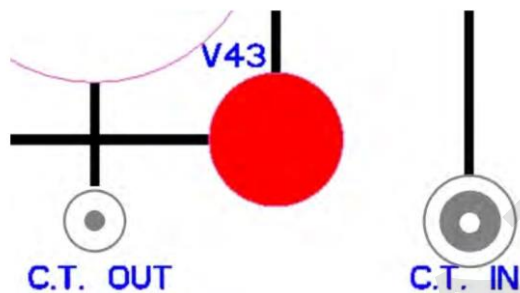


图 7.32 用于将 LN₂ trap 连接到 LN₂ 旁路面板的端口

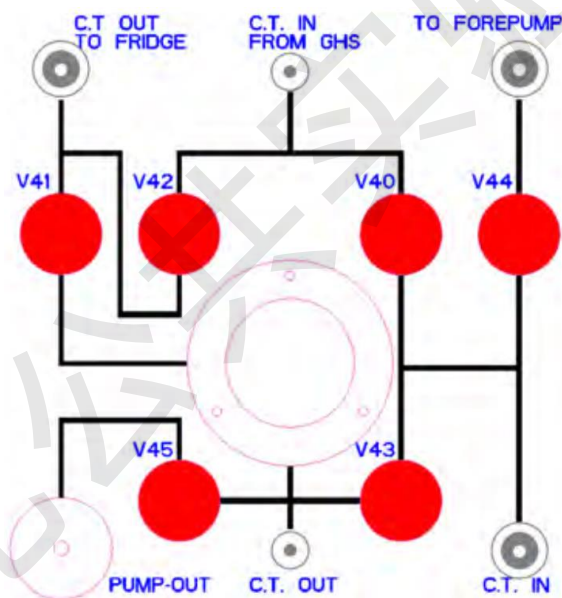


图 7.33 LN₂ bypass panel 的布局

7.10.2 LN₂ cooled trap bypass 操作

LN₂ trap by-pass panel 的布局如图 7.33 所示，包含以下 4 种主要工作模式。

Normal circulation through LN₂ trap

在正常运行过程中，³He 循环从 GHS 经冷阱进入稀释制冷机。该流径及所需的阀门设置如图 7.34 所示（红色表示关闭，绿色表示开启）。

在正常运行过程中，LN₂ trap by-pass panel 上的压力表连接到冷阱的出口，可以用来监测冷阱的状态。这个压强可以与在 GHS 处测得的压力 P2 相比较。以确定 LN₂ 冷阱是否有阻塞

迹象。

Normal circulation, with LN₂ trap by-passed

如果冷阱显示阻塞的迹象, 或者由于其他原因想要绕过它, 图 7.35 所示的方式可以实现。

Normal circulation, with LN₂ trap by-passed and being emptied

如果冷阱显示出堵塞的迹象, 并且想要清洗它, 应该首先使用前级泵通过配置 LN₂ by-pass panel (如图 7.36 所示) 来清空冷阱中剩余的 ³He 混合气。

为了保证混合气尽可能完全回收, V12 (混合气循环涡轮分子泵前或后的阀门) 也可以临时关闭, 以达到前泵可能的最低压力。

Normal circulation, with LN₂ trap by-passed and being cleaned

一旦剩余的 ³He 混合气从冷阱中回收, 就可以使用外部泵连接到 'pump out' 进行清洗, 如图 7.37 所示。有关如何清除 LN₂ 冷阱的详细信息, 请参阅第 7.1 节。

当冷阱被清洗干净并重新冷却后, 可以恢复通过冷阱的正常循环。

注意: 由于循环混合气的安全性严重依赖于 V45 的密封性, 在正常操作时, 用 KF-blank 连接到泵的出口。

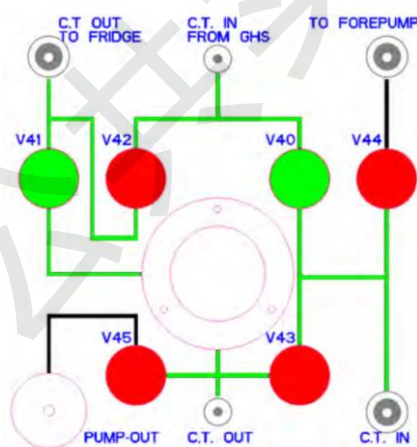


图 7.34 LN₂ bypass panel configured for normal circulation. 流动路径和阀门的状态被示意。

(red = closed; green = open)

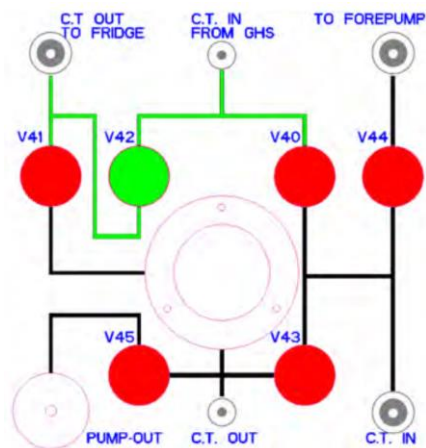


图 7.35 LN₂ bypass panel configured to by-pass the LN₂ cold trap. 流动路径和阀门的状态被示意。(red = closed; green = open)

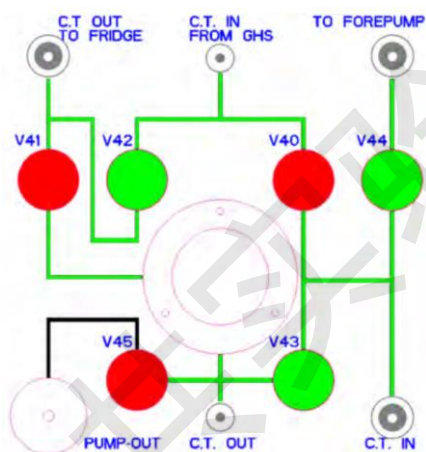


图 7.36 LN₂ bypass panel configured to empty the LN₂ cold trap. 流动路径和阀门的状态被示意。(red = closed; green = open)

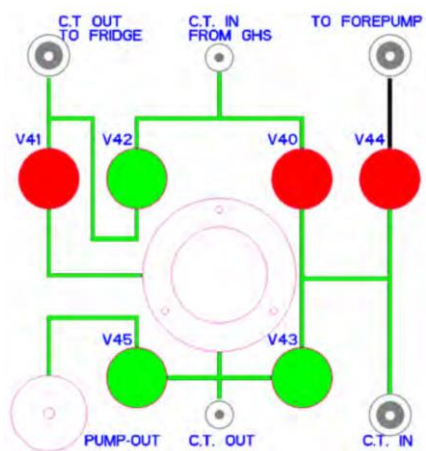


图 7.37 LN₂ bypass panel configured to allow cleaning of the LN₂ cold trap. 流动路径和阀门的状态被示意。(red = closed; green = open)

7.11 大功率 Warm-Up Heaters

Triton 大功率 Warm-Up Heaters 的目的是在实验运行结束时将系统加热到室温。

如图 7.38 所示，每个加热模块集成了 80 W 的加热器和铂金温度传感器，安装在 PT1，PT2、Still 和 Mixing Chamber plates 上。

每个加热模块都是使用水银 iTC 温控器进行单独的 PID 温度控制。同时还提供了一种双金属热断路器作为故障保险装置，以防止在过热状态下给加热器供电。

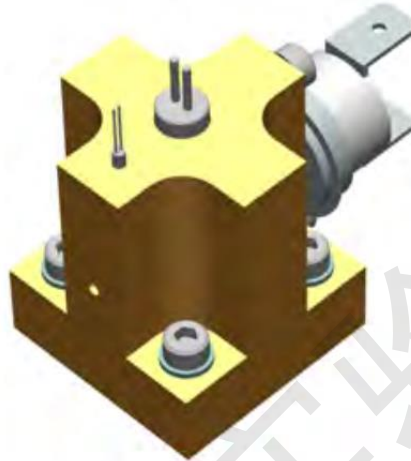


图 7.38 高功率加热器部件。加热器和温度传感器在模块的顶部。超温双金属开关在后方。

7.11.1 使用准备

在使用加热器之前，混合气应按照 Triton 用户手册中描述的正常方式从稀释制冷机循环中收集，操作完成，加热器可以按照以下部分所述的方式通电。

水银 iTC 温控器的详细操作说明载于本系统提供的专用用户手册中。使用者在操作仪器前，应先确保熟悉该仪器。

当 iTC 通电时，前面板显示如图 7.39 所示。温度是由温度传感器测量的，以及相关控制回路的加热器输出。每个控制回路都可以独立操作，按下控制按钮即可访问。

控制回路配置菜单如图 7.40 所示。

按下标有‘Manual’的按钮，将 iTC 切换到闭环 PID 控制模式，利用屏幕右侧显示的 PID 参数，控制在屏幕底部显示的设定值，如图 7.41 所示。

控制回路模式按钮将更改为自动显示，并将显示应用于加热器的瞬时功率。返回到主屏幕，加热器显示更新，如图 7.42 所示。



图 7.39 图片显示水银 iTC 温控器的主屏幕。



图 7.40 iTC 控制回路配置菜单。



图 7.41 进入闭环控制模式后，iTC 控制回路配置菜单。



图 7.42 当闭环控制正在进行时，iTC 主屏幕。

7.11.2 Softening of the vacuum space

正如 Triton 用户手册所述，当盘子的温度被加热到 > 80 K，真空空间就可以用干燥的氮气

进行软化。加热器的 PID 控制将一直持续到达到设定的温度值。

按照这个程序, 在没有磁体的情况下, Triton 系统可以在大约 3 小时内加热到室温。

7.12 UPS

当断电时间超过预先设定的时间时, 该软件具有执行安全措施的功能, 并自动向操作员发送一封电子邮件, 告知发生了断电。有两个电源故障信号, 软件可以采取相应的行动。

操作者可以指定在断电多长时间后执行电子邮件和安全操作, 以及在 UPS 电池耗尽前多长时间触发电子邮件和安全行动。本软件将实现上述两种情况中的任何一种:

Elapsed Time: 当断电 n 分钟 (默认值: $n = 10$), 软件会发出断电信号, 并自动向用户发送电子邮件, 执行安全操作。值 n 存储在系统注册表中。

Time Left: 当电池电量仅够再使用 n 分钟 (默认 $n = 15$) 时, 软件会发出断电信号。此值存储在注册表中。此时软件将自动向用户发送电子邮件并执行安全操作。

7.12.1 自动安全操作

如果系统处于 pre-cool 模式, 软件将停止任何正在运行的自动化操作, 关闭所有泵, 关闭除 V7 阀外的所有阀门。

如果系统是冷的 (即冷却通道温度低于注册表设置‘电源故障温度[K]’), 它将停止正在运行的任何自动化操作, 关闭所有泵, 关闭除 V4 和 V5 阀以外的所有阀门。

7.12.2 启动条件

当电源恢复时, 系统根据断电时系统的状态和断电时间进行恢复。可能的结果是:

短暂的停电: 如果停电时间少于操作员设定的时间 (在系统注册表中设定), 那么计算机和气体处理系统将保持供电, 阀门、泵和脉冲管压缩机等的所有状态命令将保持不变。当电源恢复时, 整个稀释制冷机系统就会自动通电。例如, 如果停电时系统运行在预冷模式, 系统将重新恢复到预冷模式。

中级的停电: 如果断电时间超过了任何一个触发时间, 但又不超过 UPS 电池耗尽的时间, 那么系统将启动并运行收集混合气的自动化操作 (假设系统中存在混合气)。自动发送电子邮件通知操作员发生了重大电力故障

长时间停电: 如果停电时间太长以致于 UPS 电池不再能够维持系统控制计算机的电源, 这时需要手动重新启动计算机并启动系统。自动发送电子邮件通知操作员发生了重大电力故障。在这种情况下, 系统将会受到被动泄压阀保护。

7.12.2 电子邮件通知设置程序

从‘devices’菜单中打开 UPS 对话框 (图 7.43), 单击‘notification setup’按钮, 并在 UPS 通

知设置窗口中输入所需的详细信息 (图 7.44)。测试电子邮件可以通过选择‘test mail setup’复选框并按下 OK 来触发。多个电子邮件地址可以用逗号分隔。

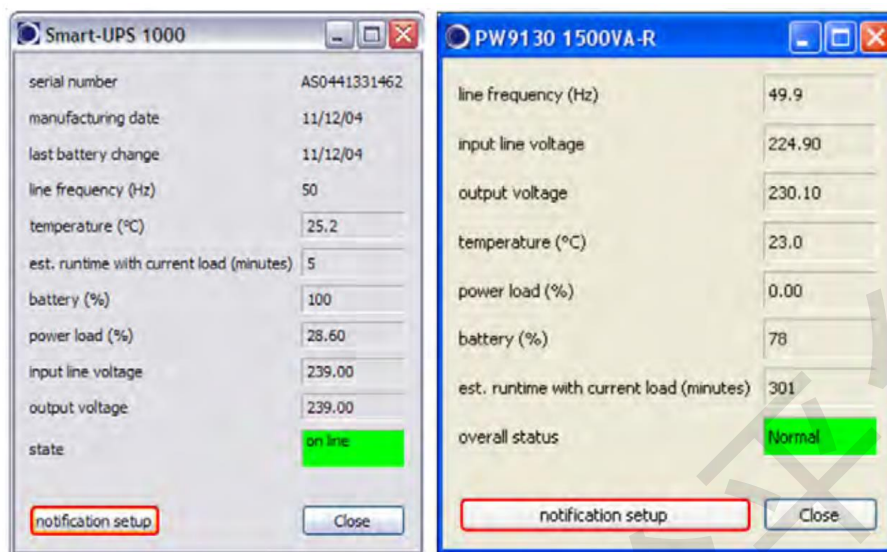


图 7.43 根据系统提供的 UPS 类型，对话框看起来略有不同。左图是‘SMART UPS’，右图是‘EATON UPS’。

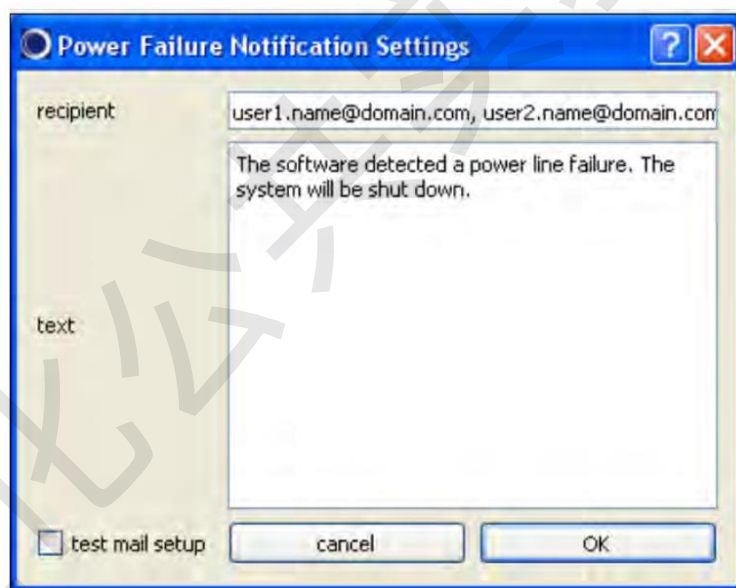


图 7.44 UPS 通知设置窗口。

7.13 电源故障后重新启动系统

重新启动系统的程序将取决于系统的温度，以及混合气是否已部分或全部从稀释装置回到 Tank 中。如果混合室温度大于 10 K，则认为系统是热的，否则系统是冷的。

当系统是热的，系统中无混合气：运行‘Full Cool down’自动化程序。然后，该软件将依次运行 pre-cool sequence、pump the pre-cool line、condense the mixture 和 circulate to run to base temperature。

系统是热的，有一些混合气在系统中：在这种情况下，系统的某些部分可能冷到足以将部分预冷管路中的气体冷凝成液体。如果发生这种情况，将液体泵出预冷却管路是非常困难的，存在热负荷将影响最终基底温度。为避免出现这种潜在问题，建议的过程是首先运行‘Collect mixture’进程，然后运行‘Full cool down’进程。

当系统是冷的：运行 condense mixture。

8. 故障排除

这部分列出了在没有工程支持的情况下相对容易诊断和修复的潜在故障。如果系统遇到任何问题，请立即与管理员或牛津仪器联系。Triton 软件记录了大量的信息，使工程师能够有效地诊断系统，当向管理员或厂商咨询时，请同时提供 log 文件。

1. Slow pre-cooling

如果 PT2 的冷却速度比 MC 要快得多，则预冷回路中的混气物流动可能会受到部分限制，这可能是由于系统中的某个地方出现了泄漏。首先检查气路管道上的所有快速接头是否连接正确，当预冷程序在室温下启动时，P2 测得的压力至少为 2.5 bar。

将检漏仪连接到真空室来检查预冷管路，并让混合气进入预冷回路。

检查预冷换热器模块上的所有螺栓是否拧紧。

混合气可能被污染，有关如何清洗的说明，请参阅 8.16。

2. Slow condensing

冷凝效率与 PT2 的温度密切相关。如果 PT2 的温度高于预期，这可能表明 PTR 存在问题，可能是线路过热或制冷机某处泄露。参见 8.10、8.13 和 8.14。

如果 PT2 的温度是正常的，请检查制冷机在室温和 10K 的通过量，并与工厂测试结果进行比较。如果它们明显较低，则可能是制冷机上的泄漏造成冷凝管部分受到限制，或主阻抗受到污染。检漏系统和/或改变阻抗。

3. Slow cooling near base temperature

检查混合室上是否有任何东西松动，因为这会产生随时间变化的热负荷，而热负荷可能需要很长时间才能消退。

检查预冷回路上的阀门是否有泄漏。最简单的检查方法是首先使用软件在 10 K 时收集混合气和排空预冷回路。然后断开阀板上的两根预冷管路，将混合气重新冷凝。

检查安装在混合室上的任何较大的铜组件是否已经氢还原。氢的对位弛豫在低于 20 mK 时导致一个小但明显的时间依赖性热负荷。

4. Poor base temperature

MC 电阻温度计在 20 mK 以下通常是不可靠的。即使它是与主温度计交叉校准过, 在射频或红外环境中传感器的特性可能随着相对较小的变化而发生显著的变化。参见 8.5。

导致较高基底温度最常见的原因是存在过多的热负荷。检查所有的 DC looms 都正确夹紧, 并且没有螺栓松动。如果向系统中添加了半刚性同轴电缆, 则将它们与 MC 板断开, 重新冷却系统, 以测量它们对基底温度的影响。

基底温度过高的第二个最常见的原因是对热辐射的屏蔽不足。检查所有防辐射罩和实验盘上的小孔, 必要时用铝带盖住。

其他可能的原因包括 MC 级和 still 级之间的接触, 预冷回路中有氦气 (见 8.3), 制冷机上有小的泄漏 (见 8.14) 或者不是最佳的循环速率。减少或增加 still 功率来改变循环速率。

5. Resistance thermometers are not reading properly

检查传感器的激励电压, 将 Lakeshore bridge 的通道选项卡设置为自动, 如图 7.18。

断开低温恒温器顶部的测温电缆, 并检查没有任何传感器电线与地面短路。

如果 Lakeshore bridge 报告 'overload', 这意味着通道中有太多的电噪声, 无法读取稳定的信号。提高传感器的激励电压, 以提高信噪比; 需要注意的是, 过高的激励电压可能会导致传感器的自热。

6. Poor dilution refrigerator cooling power

still 功率需要设置为正确的值, 以达到在 100 mK 时最大的制冷功率, 检查工厂测试数据的最佳 still 功率。

断开 Lakeshore bridge 后面的 still 加热器 BNC 电缆, 用 DVM (数字电压表) 测量其电阻值。电阻应该约为 500 Ω 。

断开 Lakeshore bridge 后面的 MC 加热器 BNC 电缆, 用 DVM 测量电阻值。电阻应该约为 100 Ω 。

检查冷凝压力是否异常。高于正常冷凝压力意味着更多的 ^3He 将聚集在外部冷阱中, 这反过来意味着相边界可能已经移出了 MC。参见 8.9。

7. Poor sample puck temperature

检查任何通过防护罩辐射泄漏的可能性, 尤其是挡板。样品 puck 温度对辐射的敏感性远高于 MC。

检查 puck 和对接处上是否拧紧, 注意不要损坏任何螺纹。

puck 和对接处接触面的清洁是至关重要的。用酒精小心的清洗, 处理这些部件时要戴手

套。

拧紧螺栓时, 使用系统提供的扭矩扳手; 为了获得最佳的热接触, 必须使用正确的 (5 Nm) 扭矩。

确保真空锁被正确地抽真空, 在装载 puck 之前进行检漏。否则, 水气会凝结在接触面上, 起到热障的作用。

8. A pneumatic valve fails to open or close

气动阀门一般非常可靠, 但有时电反馈回路无法读取阀门的状态, 这意味着阀门似乎是坏了, 而实际上并没有。因此, 在更换阀门之前, 一定要检查临近开关的设置。首先右键单击阀门图标, 然后从弹出菜单中选择 close。双螺母装置锁定开关位置, 松开两个螺母, 顺时针旋转开关, 直到开关底部, 此时二极管应该点亮。逆时针旋转开关, 直到二极管灯熄灭, 并锁定开关。

9. High condensing pressure

恒定但较高的冷凝压力可能是 PT2 温度高于预期 (参见 8.10) 或流量高于预期的结果。后者可以通过观察 still 压力、still 温度或涡轮分子泵电流来确定; 如果流量增加, 所有这些都应该高于正常水平。降低 still 功率, 降低循环速度。

如果冷凝压力随时间缓慢增加, 即使脉冲管温度和循环速度是恒定的, 系统可能由于混合气中的杂质 (参见 8.16)、泄漏到混合气管路 (参见 8.14) 或阻抗受到污染 (参见 8.17) 而阻塞。

10. High pulse-tube temperature

这可能是由于压力损失, 氦气泄漏到真空室 (从稀释制冷机或脉冲管冷却器本身), 或安装的实验设备的热负荷过高或辐射屏蔽不足造成的。

将 PTR 压缩机的静态室温压力读数与工厂记录的值进行比较 (见工厂测试结果文档)。请注意, 如果您的压缩机工作在 60 Hz, 则此值可能在系统安装期间被修改, 因为最佳压力取决于电压频率。如果需要, 根据压缩机手册中的说明增加或减少压缩机压力。

如果压缩机漏气, 使用配备嗅探头的氦气检漏仪检漏 (泄漏值低于 10^{-6} mbarls⁻¹ 以下), 并在压缩机内的所有气动配件、减压阀和配件周围寻找泄漏。在拆卸压缩机侧板之前, 请务必关掉压缩机并断开电源引线。

11. Drifting IAP (100 mK plate) temperature

这可能是预冷回路没有正确排空的迹象, 也可能是氦气通过密封预冷回路的气动阀门 (V7、V2 或 V3) 缓慢泄漏的迹象。首先收集混合气并排空预冷回路。在开始冷凝程序之前, 从阀板

上断开预冷进口和出口管路（快插接头是自密封的）。如果解决了问题，说明 V2 或 V3 可能泄漏；需要联系牛津仪器公司以获得进一步的建议。当系统处于室温时，将检漏仪连接到阀门 V10，并允许少量的混合气进入预冷回路，可以检查阀门 V7 是否泄漏。

12. A pressure gauge is not working

随着时间的推移，污染物在传感器元件上累积，最终导致其无法工作。有关如何维修和清洗变频器的说明，请参阅 Pfeiffer transducer manual。

13. I suspect the PTR leaks

要进行冷泄漏检查而不需要从 PTR 中移除氦气，首先使用软件程序收集 DR 混合气。然后关闭 PTR，抽真空室，直到检漏仪测得的氦信号稳定。关闭 OVC 阀，启动 PTR，让它运行几天。关掉 PTR，等待 PT2 升温到 10 K 以上，用检漏仪测量氦信号。如果 PTR 泄漏，信号现在应该至少比参考值高一个数量级。

从 PTR 中移除氦气并进行冷或热泄漏检查是必要的，但这是一个相当复杂的过程，需要正确的设备和经验来进行。请咨询 Oxford Instruments 或脉冲管制造商。

14. I suspect the DR leaks

要检查稀释装置和预冷管路的泄漏情况，首先使用软件程序收集混合气。关掉 PTR，等待 PT2 升温到 10 K 以上（这是为了防止氦的低温沉积，这可能会掩盖小的泄漏）。将检漏仪连接到 OVC，等待信号达小于 $< 10^{-8}$ mbarls⁻¹。从检查预冷回路的泄漏开始，使用 tank 内的混合气将预冷回路加压至 2.5 bar。打开 V1，但保持 V6 关闭，给冷凝回路增压，但不是稀释装置。如果没有检测到信号，则打开 V4 使冷凝管路与 tank 的压力相等，然后打开 V6，使几百 mbar 的混合气进入稀释装置的低压侧。

15. I suspect helium leaks into the pre-cool loop

尽管这种可能性很小，但如果阀门 V7、V3 或 V2 出现漏点，氦气可能会进入预冷回路。将系统置于室温下，并将所有混合气收回 tank，然后将检漏仪连接到 V10，通过将几百 mbar 的混合气排入预冷回路，检查 V7 的泄漏。

要检查 V2 和 V3 的泄漏情况，首先将预冷回路中的混合气收回到到 tank。从阀板上断开冷凝管路。关闭 V5 和 V4，打开 V1 和 V6，启动 ³He 压缩机，将泵内的少量混合气移至 LN2 cold trap。在关闭泵并关闭 V1 之前，让泵运行 5 分钟。将一个带检漏器的泵站连接到 V10，打开 V2 和 V3，让泵运行至少 6 小时，以减少氦的背底信号。关闭 V2 和 V3，打开 V4，让混合气回到 V2 和 V3 之后的气路。小于 10^{-7} mbarls⁻¹ 的泄露信号不足以引起问题，但是如果泄漏值更大，需要联系 Oxford Instruments 更换阀门。

16. The mixture is contaminated

当系统处在室温下, 所有的混合气回到 tank, 打开 V6、V5 和 V4 阀门, 所有其他气动阀门都应关闭。检查 V14 是否打开 (tank 上的手动阀门标有‘nominally open’)。启动前级泵和 ^3He 压缩机, 并打开 V11 和 V12。开始通过 LN2 cold trap 循环混合气, 非常缓慢地打开 V13 直到 P4 压力稳定在 1 到 4 mbar 之间。让混合气循环几个小时, 然后把混合气收回 tank。按照 7.1 节所述, 清洗 trap 的内部和外部。

17. The impedance is contaminated

阻抗封装在一个标准的 1/8" SwageLok VCR 配件中, 非常容易更换。首先你需要从工厂订购一个备用阻抗和两个垫圈; 阻抗的吞吐量值写在 swagelok 接头的一侧。

从系统在室温下启动, 所有的混合气在 tank 中, 冷凝管路从阀板断开, V11 关闭。打开 V12 和 V6, 并通过 V10 通入氮气打开系统。用扳手支撑阻抗, 用另一个扳手拆卸 VCR 配件。更换阻抗和两个垫圈。使用连接到 V10 的检漏仪的泵站排空系统。让泵运行至少 6 小时, 以清洗 trap 内部, 并通过在阻抗周围喷洒氮气来检查泄漏。

当真空罐组装完成时, 需要更精确的泄漏检查。将检漏仪连接到 OVC 上, 使用 tank 中的混合气将冷凝管线 (V6 关闭) 加压至 2.5 bar。如果没有检测到信号, 则打开 V4 使冷凝管路中的压力与 tank 的压力相等, 然后打开 V6, 使几百毫巴的混合气进入阻抗的低压侧。

9. 样品的准备

9.1 样品要求:

样品为固体, 一般为各种单晶、多晶块材、陶瓷、薄膜等。样品无毒, 且在低温下无特殊反应, 不会对设备造成影响。一般采用四引线法测试, 所以要求样品形状规整、厚度均匀, 最好是长条状, 这样便于计算电阻率和载流子浓度。样品不要过大或过小 (长宽分别为 5*2.5 mm 较合适), 样品空间是直径为 2.4 cm 左右的铜盘, 有 48 根引线, 最多可搭载 12 个样品。

9.2 样品电极制作:

电极的制作方法主要有导电银胶法、压钢法、镀膜法、电焊法; 常用的引线为铜线、铝线、金线、银线、超导线; 根据样品的特点选择不同的电极制作方法, 最终的要求是接触电阻小、接触势垒小、冷热循环后电极变化小以及导线的发热小, 以便降低噪声, 得到最好的电输运信号。注意: 样品在正式装载前务必要检查导线是否接好。

10.测试方法

10.1 Labview 程序

目前只能进行电输运测量, 即不同温度和磁场下的电阻测量, 包括电阻随温度的变化 (R-

T), 电阻随磁场的变化 (R-H), Hall 系数测量等。这些操作是通过 Labview 程序控制实现的。程序名称为 ESPCISharpMeasure Triton500 TCP-IP。

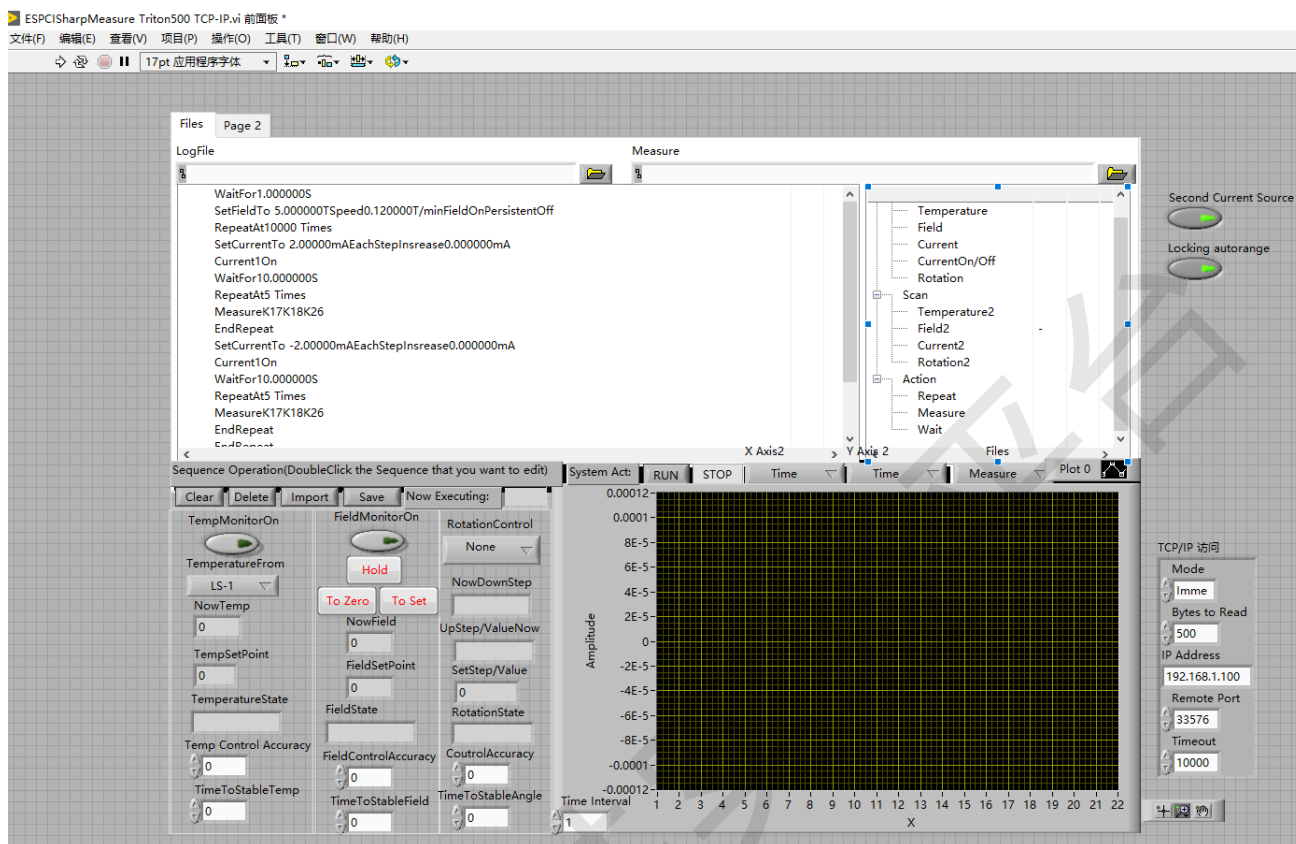


图 10.1 Labview 程序控制主界面

11. 相关/支撑性文件

Q/WU FLHR001 文件编写规范

12. 记录

Q/WU FLHS027 无液氦稀释制冷机 Oxford Triton 500 使用记录表 V1.0

测试方式	<input type="checkbox"/> 自主操作 <input type="checkbox"/> 委托测试		日期	年	月	日
测试人员			课题组/导师			
电话			邮箱			
降温时间			测试时间			
Log 文件名称:			截图文件名	起:	止:	
(开始)温度:	磁场:		Tank 气压:			
(结束)温度:	磁场:		Tank 气压:			
样品名称:						
测试时间	测试内容 (必须包括样品名称、温度/磁场的变化、测试内容)					
设备问题	注: 出现问题及时截图、记录, 并通知管理员					
解决方法						