目录

实验 E1 低温技术与高温		3
【实验安全注意事项	i)	3
【实验内容】		4
【仪器用具】		5
【实验技术】		6
【研究问题】		19
【参考文献】		27
【附录】		28

实验 E1 低温技术与高温超导研究

本实验是关于在液氮温区下对高温氧化物超导体的基本特征(零电阻与迈斯纳效应)进行测量表征,从而认识凝聚态物质中的宏观量子现象的实验。实验在低温强磁场实验平台上开展,除了基本的电阻和磁化率两个超导物理特性的测量所需的低温技术和数据采集技术以外,本实验还可为精密测量方向提供弱信号测量、低温温度校正、磁场提供与测量等实验技术的学习条件,**在样品的选择上**也对测量技术和方法更具挑战性。

目前实验室配备了两种低温测量平台: (1) 制冷机冷却冷指恒温器 3 套, (2) 液氮冷却冷指恒温器 5 套, 可开展超导电性测量; 涉及实验内容 1、2、3; 其中, 对于超导电性测量, 制冷机冷指恒温器用于交流磁化率测量超导体的迈斯纳效应, 而液氮冷却冷指恒温器用于四引线法测量超导体的电阻。另有一套常温电磁铁系统, 用于磁场对温度测量的影响测量(选)。

本实验项目为设计性/研究性实验,安排 16 课时。对学生的要求分三个层次: 1) 基本要求,即在掌握基本的低温技术、弱信号数据采集技术的基础上,分别用电阻、交流磁化率法测量样品的超导转变温度; 2) 拓展要求,即在基本要求的基础上,掌握使用电磁铁施加强磁场的方法,开展磁场对不同的超导样品转变温度的影响的实验研究; 3) 提升要求,即在拓展要求的基础上,至少选择 1 个科学问题或 1 个技术问题设计实验、并开展实验研究。对于层次 1) 和 2),要求每个学生自己完成实验报告;对于层次 3) 或以上,要求团队成员合作完成论文,并通过 PPT 呈现成果。

实验教学分三个阶段:第一阶段要求对所研究的问题以及所涉及的内容有明晰的了解, 学习并熟悉实验系统及其操作规范,包括数据采集、实验系统校正和定标,分别在课前预习 和在第一周实验室现场(8节课)完成;第二阶段是调研、制定实验方案(含必要的建模), 在第二周完成;第三阶段是实验操作、分析数据和呈现结果,在第三周实验室现场(8节课) 完成,在课外完成实验报告或论文(考核组)。

如不是用(平板电脑) 手写电子版记录的,实验前要打印好实验流程、步骤和实验记录(空)表(不需要打印原理部分),教师检查确认后才能进行实验。完成实验后先在记录上签名(方案中请留空签名处),再让教师确认签名。

【实验安全注意事项】

- 1. 液氮:最容易被注意到的危险源是低温,但液氮在室温下快速蒸发会在液体周围产生一层导热差的氮气,短时间接触造成冻伤的可能性不大,被液氮冷却的低温金属更容易造成冻伤;此外,实验室内存放液氮量**不能超过 100** 升。
- 2. 强磁场:不能带铁磁性的物品或工具接近电磁铁。在电磁铁旁竖立禁带金属和磁性物品进入实验场地的标识及划出禁带的范围。

【实验目的】

- 1. 学习基本的低温技术,掌握深冷温区的获得和测量方法(实验内容1、2、3);
- 2. 掌握超导电性的两个基本特征:零电阻和迈斯纳效应,认识磁场对超导临界温度的 影响,对宏观量子化有一个初步的认识:学习多变量对研究对象影响的研究方法。
- 3. 学习将弱信号测量技术应用于超导转变的测量:直流四引线法用于零电阻特性测量 (实验内容 1),交流磁化率用于迈斯纳效应测量(实验内容 2);学习为测量提供 磁场条件。
- 4. 复习巩固信号提取方法之"本底扣除",包括硬件设计中的物理扣除和数据处理时 的数值扣除。
- 5. 巩固和加深数据采集系统的认识, 学习用 LabView 管理实验 (实验内容 1、2、3);
- 6. (选)学习通过电磁铁获得强磁场的方法,了解磁场强度、分布均匀性与电磁铁的 磁隙宽度的关系(实验内容 4);

【实验内容】

- 1. 基础内容(8学时)
 - 1) 基本现象:零电阻与抗磁性;
 - 基本方法及其原理:四引线直流电阻测量方法、四引线交流电阻测量方法、 交流磁化率测量方法;
 - 3) 基本技术: 真空技术、低温技术、弱信号测量技术;
 - 4) 设备仪器操作:真空泵及真空表,循环制冷机或液氮低温容器,锁相放大器,交流稳流电源,直流恒流源,(7位半)数字万用表;
 - 5) 基本要求:
 - (1) 在 80 至 110K, 控温精度优于 0.5K;
 - (2) 获得电阻变化幅度超过2个数量级,给出超导转变起始温度、中点温度、结束温度;
 - (3) 获得交流磁化率的转变,并得到超导转变温度;

2. 提升内容(+4 学时)

- 1) 磁场对超导电性的影响
 - (1) 电阻转变;
 - (2) 磁化率转变;
- 2) 要求
 - (1) 准静态测量测量,升、降温差异分析:
 - (2) 样品与控温点之间的温差校正;
 - (3) (非均匀)外磁场测量及校正;

3. 进阶内容(+4 学时)

- 1) 交流磁化率的实部与虚部分离;
- 2) 要求
 - (1) 交流次级线圈输出电压转换为磁化率的校正;
 - (2) 讨论磁化率虚部的物理含意;

4. 高阶内容

- 1) 测试设计与 Labview 编程实现;
- 2) 不同类型高温超导样品的超导转变研究
- 3) 讨论超导转变宽度的物理含意
- 4) 基于单晶样品或织构样品的超导物理性质各向异性研究

【仪器用具】

表 E1-1 超导实验仪器用具(依赖于实验内容有所不同)

编号	仪器用具名称	数量	主要参数(型号,规格等)	备注
1	锁相放大器	1	OE1022E (BNC 接口)	1022D 为双通道
2	NI 数据采集器	1	PXIe4081、PXIe4083/4	用于电测量
3	数字多用表	1	RIGOL DM3058E	测量 PT1000 电阻
4	直流恒流源	1	IT6411S (ITECH)	用于电测量
5	交流稳流电源	1	OE4004 (SMA 接口)	
6	磁场系统	1	EM3 电磁铁+ P10-40 电源	
7	液氮低温恒温器	1	SV-12	4、5、6 号机
8	制冷机	1	CTI 微型制冷机,45~320K	1、2 号机
9	取样电阻	2	SMA 接口,10Ω、1Ω	
10	Y 系高温超导带 (截片)	1	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-δ} ,银包裹 (T _c ≈90K)	用于电测量 (4、5、6 号机)
11	Bi 系高温超导带 (截片)	1	$Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10} \ ,$ $(T_c{\approx}105K)$	用于电测量 (4、5、6、11 号机)
12	高温超导陶瓷	1	YBa ₂ Cu ₃ O ₇₋₈ 陶瓷样品, 2×2×8mm³	用于磁测量 (1、2 号机)
13	高温超导织构样品	1	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-δ} 织构样品 (各向异性)	磁测量 (11 号机)

【实验技术】

1. 低温技术

1.1 原理

对于物理实验,习惯上将从室温至液氦温度(4.2K)温区段称为低温液氦温区;将从室温至液氮温度(77K)温区段称为低温液氮温区;4.2K以下区段称为极低温。

低温的获得取决于两个因素,制冷和隔热。制冷就是从被冷却的物体中抽走热量;而隔热则阻碍外界的热量传回该物体(如图 E1-1 所示)。当外界漏入物体的热量等于制冷所抽走的热量时,物体达到热平衡,其温度不再变化。



图 E1-1 低温获得原理图

真空中因热传导和对流约为零,只有热辐射传热,成为常用的低温隔热方式。为减少热辐射传热,会在真空中进一步采用低温防辐射屏或多层绝材料(MLI)。

考虑一个简化的一维辐射传热模型(图 E1-2),从斯特藩-玻耳兹曼定律知,辐射传热与辐射体绝对温度的 4 次方成正比。对于温度为 T_L 无防(热)辐射屏的物体,与温度为 T_E 环境的净传热(漏热)为:

$$\Delta Q = \sigma (T_F^4 - T_I^4) \tag{E1-1}$$

其中, $\sigma = 5.673 \times 10^{-12} W/cm^2 K^4$ 。

若在物体与环境之间插入一块温度接近 T_L 的低温物体作为防辐射屏,则从防辐射屏到物体之间的漏热比从环境的直接漏大大降低。即使不控制该防辐射屏的温度,让其自动达到热平衡,此时,从环境对防辐射屏的净漏等于从防辐射屏到低温物体的净漏热,则从环境到低温物体的净漏热减半:

$$\Delta Q = \sigma(T_E^4 - T_M^4) = \sigma(T_M^4 - T_L^4) = \frac{1}{2}\sigma(T_E^4 - T_L^4)$$

$$T_L \qquad \qquad T_E \qquad T_E \qquad \qquad T_E \qquad \qquad T_E \qquad T$$

图 E1-2 环境对低温物体的辐射传热。左图,无防辐射屏;右图,插入物体(绿色) 为防辐射屏

制冷剂(液氮)和制冷机是低温实验常用的两种制冷方式。

- (1) 制冷剂法:将专用制冷设备制备的制冷剂运到实验室,用它来冷却实验设备和样品。制冷剂法的优点是,投入少,实验过程中的噪声小,冷却快(制冷功率大),缺点是冷量利用率低[主要利用制冷剂的潜热,显热(比热)利用少],使用成本高,输液不方便或维持低温的时间短等。
- (2) 循环制冷机法:在实验室实现利用微型循环制冷机冷却样品台和样品。像使用空调一样简单,效率和冷量利用率高;缺点是制冷时间长,有一定的噪声和振动。

1.2 低温恒温器

低温恒温器通过与冷源漏热和与热源漏热达到平衡来实现恒温器温度控制。对应于上述两种制冷技术,发展出了多种低温恒温器。本实验介绍漏热式低温恒温器(冷指),通过控制恒温器冷端与冷源的热接触或通过在恒温器与冷源的热通道(冷颈)做热补偿,使恒温器在某一温度下,恒温器向其冷端的漏热与环境向恒温器的漏热相等(达到平衡)。漏热有三种方式——传导、对流、和辐射。恒温器与环境通过真空隔热,可基本消除对流漏热,固体传导漏热和稀薄气体的传导漏热也大大降低;为减少恒温器与环境之间的辐射漏热,(通常在低于液氮温区或以下温度)在恒温器与环境之间设置防辐射屏。本实验(制冷机)装置的冷指和防辐射屏材料为黄铜,外表面镀金。

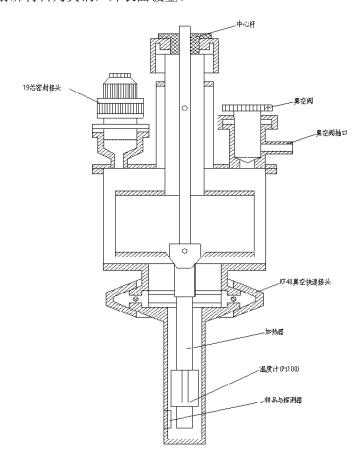


图 E1-3 漏热式液氮恒温器结构 (无防辐射屏)

1.3 低温测量与引线

常用的低温温度传感器有铂电阻温度传感器,T型热电偶。

真空室内引线由 19 芯插座引出,引线定义见附录 1;面向恒温块(冷指)上的样品时具体定义如图 E1-4 所示,其中引线 1 至 5 已用于内置霍尔探头,引线 11、12 为空。样品 S 依测量项目而定:对电阻测量,引线 6 至 10 对应于四引线法的四条引线(图中引线 8 为备用);对于交流磁化率测量,引线 6 至 10 中一对用于初级线圈引线,另一对用于次级线圈 引线。【部分冷指上的霍尔探头已被卸下,其引线 1 至 5 可以用于其他样品实验。请确认你所选择的实验探头已卸下霍尔探头。】

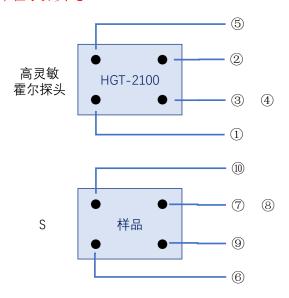


图 E1-4 冷指恒温块上的样品电极与引线焊接

Pt100 铂电阻温度计(工作电流 1mA)

加热器(允许最大电流 0.5A): 17 18

测试引线: $1\sim2$:

3∼12 **:**

19:

 $I+ \qquad I- \qquad V+ \qquad V-$

13 16 14 15

Φ0.3 mm 漆包锰铜线

Φ0.3 mm 漆包锰铜线

Φ0.12 mm 漆包锰铜线

备用线

1.4 循环致冷机

循环制冷机工作原理见附录 2。

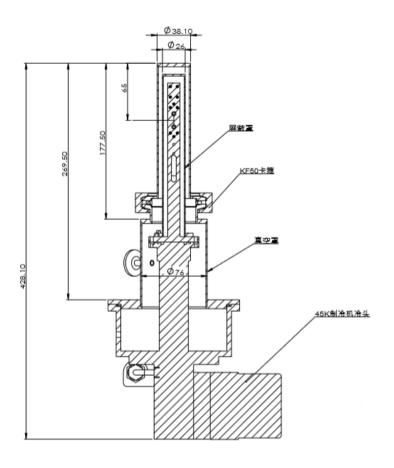
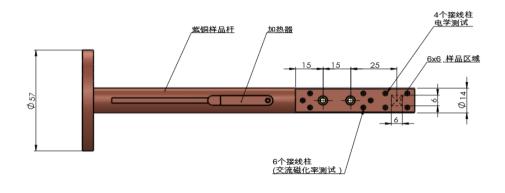


图 E1-5 (45K)循环制冷机冷头结构示意图



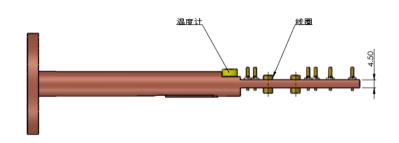


图 E1-6 (循环制冷机上的)冷指恒温块设计图



图 E1-7 (循环制冷机上的)冷指恒温块实物照,为更准确地测量超导样品的温度,用石墨带把 PT1000 温度传感器固定在超导样品的表面后,再塞入线圈架孔内【实际上,超导样品被放在图中的右侧线圈内】。



图 E1-8 (45K)循环制冷机测量电接口,交流磁化率测量接口(BNC连接器)

【预习思考题】(实验目的1)

- 1. 深低温系统为什么要抽真空?真空度要求多高?
- 2. 真空泵产生一定的噪声,在达到真空要求后,是否可以关真空泵?关真空泵前,是否要先关真空阀门?
- 3. 为什么要安装屏蔽罩(防辐射屏)?屏蔽罩用哪一类材料最好?
- 4. 请估计直径为 12mm、长为 100mm,温度为 4K 的恒温器在无防辐射屏时的漏热约为多少?在采用一层防辐射屏后,其与环境之间的辐射漏热减少了多少?如果将防辐射屏的温度降到液氮温度(77K),则该防辐射屏的辐射漏热又为多少?
- 5. 铂电阻温度计位置不在样品旁边,有什么因素会影响样品温度偏离温度计的温度? 偏离有多大? 能否测量或通过建模进行定量分析?

2. 强磁场技术

常用的人造强磁场包括脉冲磁场、超导磁场和电磁铁产生的磁场。脉冲磁场通过 LC 放电,即先对大电容充电,然后对螺线管(电感)放电,通过在 1ms 量级的时间内产生数十特斯拉(T)的磁场;由于螺线管内的磁场、电感、阻性损耗以及放电时间相互制约,脉冲磁场存在一个上限。超导磁场是用超导线绕制的螺线管在超导温度下通入大电流所产生的,除制冷损耗外,它可以极低的功耗产生十特斯拉量级的稳恒磁场;电磁铁是利用铁磁材料的高磁导率(10³量级)作为磁芯外绕螺线管(线圈)制成¹,通过对线圈施加较小的电流就可以在电磁铁的磁隙中获得较高的磁场,磁隙两旁的铁磁体通常采用锥形结构进一步聚集磁场,其极限磁场取决于铁磁材料的饱和磁化强度(或饱和磁场),一般在数特斯拉量级;根据磁路定理,磁隙越宽,磁隙内的磁场就越弱。

本实验都采用电磁铁来产生磁场。出于安全考虑,近代物理实验室的电磁铁的最大磁感应强度为 0.6T。并要求将与实验无关的物品存放在实验区外;也不允许将铁磁材料(金属)带入实验区。由于磁化或退磁化过程中,铁磁材料内部的磁畴运动不可避免地受到阻碍,造成"磁滞"现象,电磁铁磁隙内的磁场并不与外加电流形成严格的对应关系。因此,在使用电磁铁时,建议使用电磁铁电源中的磁场模式(FIELD),一方面,该模式自带自动消磁的功能(需要在设定磁场为 0 时等待较长的一段时间);另一方面,该模式是通过特斯拉计测量磁场值反馈控制、从而准确获得所需磁场。

对于液氮恒温器,电磁铁相对固定,即样品相对于磁隙的位置相对固定;对于循环制冷机恒温器,电磁铁可通过导轨水平移动,即相对于恒温器可进行水平调节,使用前**请注意标** 定磁场及相应的电磁铁位置。

电磁铁磁隙内的磁场(磁通线密度)分布并不均匀,样品位置的磁场与控制点(特斯拉 计的位置)的磁场可能存在偏差,当样品位置和控制点位置固定后,两者磁场的相对关系也 即固定,可以通过校正或数值模拟得到该关系^[9]。

磁场标定

实验用的电磁铁自配特斯拉计,但特斯拉计不能直接放置在样品的位置。如果要求高,则需要在安装样品的位置用霍尔探头测量磁场的磁感应强度,或者可通过用特斯拉计测量磁隙内不同的位置的磁感应强度,获得样品位置与传感器位置的磁感应强度关系,此时应采用电流模式(CURRENT),该模式下施加到电磁铁的电流受输入电流值控制,而不受特斯拉计测量值的反馈控制,因此,当电流稳定后,电磁铁磁隙内的磁场分布就已固定。

【预习思考题】(实验目的3之磁场)

1. 高磁场下电磁铁长时间工作会导致线圈温度升高,如何在满足实验需求的同时,使线圈

¹ https://baike.baidu.com/item/电磁铁/3067338?fr=aladdin

² <u>https://en.wikipedia.org/wiki/Hysteresis</u>

电流最小、且实验时间最短? 然后如何保护自己避免烫伤、又不影响线圈散热?

- 本实验中样品位置的磁场与霍尔探头测量的磁场有多大的偏差?如何校正(将方案写入预习报告)?校正时电磁铁电源能选用"磁场模式"吗?为什么?
- 3. 如果采用"电流模式"加磁场,请在现场预习时测量电磁铁的剩磁有多大?
- 4. 如果采用"磁场模式"加磁场,会有剩磁问题吗?

3. 直流四引线测量电阻

两引线测量电阻时,不可避免地引入了引线电阻和接触电阻。当测量小电阻时,引线电阻和接触电阻对误差的贡献大,不能被忽略。为消除引线电阻、接触电阻,可采用四引线法测量电阻(见(E1-5)式);因电压表的输入阻抗大($10M\Omega$ 量级),流过电压表测量引线的电流小,即接触电阻和引线电阻所造成的电压降小,可以忽略。

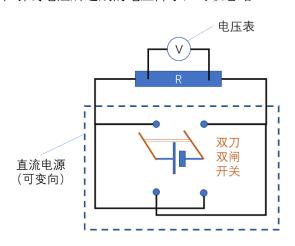


图 E1-9 直流四引线法测量电阻的原理图

四引线法分直流四引线法和交流四引线法。由于样品的电极不一定对称,当电流流经电极时,在正、负电极所产生的焦尔热量³不一定相同;另一方面,样品的形状、安装时的接触热阻等也未必对称,则两电极的温度未必一致,进而导致温差电势;电极处还可能存在接触电势的不对称,对于小电阻测量,因其电压降小,温差电势或接触电势的影响不可忽略。

直流四引线法测量电阻时,是通过改变电流的方向来消除温差电势和接触电势:

$$V_{+} = IR + V_{T} + V_{C} \tag{E1-3}$$

$$V_{-} = -IR + V_T + V_C \tag{E1-4}$$

$$R = \frac{V_{+} - V_{-}}{2I} \tag{E1-5}$$

其中, V_+ 为正向电流时测量到的电压降, V_- 为反向电流时测量到的电压降, V_T 为温差电势, V_C 为接触电势。

低温实验平台 1 配备 IT6411S 可编程直流恒流源,并且可通过面板或计算机指令改变

³ 对于小电阻测量,为提高电压降,通过测量电流不能太小,而焦尔热与电流的平方成正比,因此, 焦尔热的影响通常比大电阻测量时明显。

电流(电压)的方向,而无需在电流源外部配用双刀双闸开关来实现这一功能。

4. 交流四引线测量电阻

对于交流四引线法,电源输出的是交流电流,则电阻上的电压降也是交流电压,通过测量交流电压的有效值($V_{pp}/2\sqrt{2}$,与热电势和接触电势无关),可求得电阻(交流<u>电抗,即包含了感抗和容抗</u>)。对于小电压测量,采用锁相放大器是一个不错的选择,它不但不会放大直流(电压)信号,而且可有效地滤除噪声的影响(详见《近代物理实验 I》,D1 锁相放大器与微弱信号测量)。目前交流稳流源的最大电流输出为 100mA,对于电阻法测量中电流对超导转变温度影响的研究而言,这个电流输出偏小。

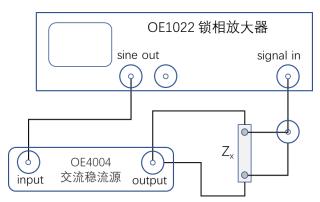


图 E1-10 交流四引线法测量电阻的原理图

5. 互感法测量交流磁化率

5.1 原理

磁化率表征材料对外加磁场(变化)的响应,对外加磁场响应的定义为直流磁化率χ, 对外加磁场变化响应的为交流磁化率χ。对于小振幅交变磁场,交流磁化率χ,反映的是材料**磁 化曲线**的斜率,亦称微分磁化率。

$$M = \gamma H \tag{E1-6}$$

其中,H为磁场强度,M为磁化强度,反映材料的磁性质, χ 为磁化率。

$$\chi = \frac{M}{H} \tag{E1-7}$$

$$\tilde{\chi} = \frac{\partial M}{\partial H} \tag{E1-8}$$

交流磁化率通常通过一对缠绕在一起的互感线圈来测量:负责产生磁场的线圈称为初级线圈,负责检测样品磁响应的线圈称为次级线圈。单个次级线圈感应的电动势与线圈内部磁感应强度 *B(t)*的变化率成正比:

$$\tilde{\mathcal{E}}_2 = k_2 \frac{\partial \tilde{B}}{\partial t} \tag{E1-9}$$

$$\widetilde{B} = \mu_0 (\widetilde{H} + \widetilde{M}) \tag{E1-10}$$

$$\tilde{\mathcal{E}}_2 = k_2 \mu_0 (1 + \tilde{\chi}) \frac{\partial \tilde{H}}{\partial t} = k_1 k_2 \mu_0 (1 + \tilde{\chi}) \frac{\partial \tilde{l}_1}{\partial t}$$
 (E1-11)

$$\tilde{\chi} = \frac{\tilde{\mathcal{E}}_2}{k_1 k_2 \mu_0 \frac{\partial \tilde{I}_1}{\partial t}} - 1 \tag{E1-12}$$

其中, \tilde{I}_1 为通过初级线圈的电流,与它在线圈内部所产生的磁场强度 \tilde{H} 成正比,则 $k_1k_2\mu_0(1+\chi')$ 为互感系数。可见,通常交流磁化率是个复数,即 $\tilde{\chi}=\chi'+i\chi''$ 。一般来说,当在线圈内插入待测样品后(其 $\chi\neq 0$),则待测样品的磁性改变了原线圈的互感系数,从而改变了其次级交流响应强度,但次级线圈的感应电动势并不直接正比于样品的交流磁化率。

对于铁磁性材料,由于其磁化率 $\chi'\gg1$,互感系数约等于 $k_1k_2\mu_0\chi'$,即单个次级线圈的感生电动势约正比于交流磁化率,则一对线圈就能以较小的误差测出磁化率。

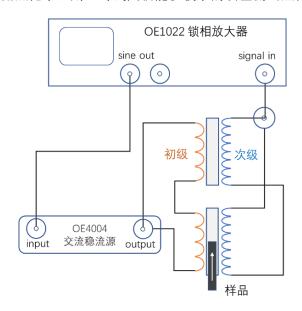


图 E1-11 交流磁化率测量原理图。互感线圈的半桥连接,通过锁相放大器信号源 (sine out) 输出触发交流稳流电源,以控制其输出频率与电流有效值大小

对于顺磁性和弱抗磁性材料, $\chi'\ll 1$,(E1-11)式所示的信号远小于其本底 $k_1k_2\mu_0\frac{\partial \tilde{l}_1}{\partial t}$,用一对互感线圈测量磁化率的相对误差大。此时,通过两对线圈反接(初级与初级正接、次级与次级反接;或反之)构成半桥(详见图 E1-11),从而在物理上扣除大部分本底。

对于两对完全一样(对称)的线圈所构成的半桥,其中一对线圈为空,另一对线圈插入样品,其差分电动势输出为:

$$\Delta \tilde{\mathcal{E}}_2 = k_1 k_2 \mu_0 \tilde{\chi} \frac{\partial \tilde{l}_1}{\partial t} \tag{E1-13}$$

或
$$\tilde{\chi} = \frac{\Delta \tilde{\mathcal{E}}_2}{k_1 k_2 \mu_0 \frac{\partial \tilde{I}_1}{\partial t}}$$
 (E1- 14)

其中θ为锁相放大器测得相对于参考信号的相位差,差分电动势与样品的交流磁化率成正比。

对于本实验装置(线圈参数见5.2节),由于锁相放大器输入阻抗(~10MΩ)远高于半

桥次级线圈组的最大输出阻抗(\sim 440 Ω)⁴,即次级线圈"内阻"造成的电压降只占电动势小于十万分之二(20ppm),故可忽略;则次级线圈组输出的差分电压信号等于输出电动势。

$$\Delta \tilde{\mathcal{E}}_2 \cong \Delta \tilde{V}_2 = V_2 e^{i(\omega t + \theta)}$$
 (E1-15)

对于超导样品,当发生超导转变时,样品的磁化率实部 χ' 从 0 变为-1,会导致差分信号的变化,或幅值绝对值的增加。

5.2 互感线圈

本实验装置的交流互感线圈由约 72 匝的初级线圈绕制在约 66 匝5的次级线圈上,初级线圈线径 0.2mm;次级线圈线径为 0.1mm。材料为 6J12 锰铜漆包线,绕制后初级线圈在室温下的电阻约为 $23\Omega/$ 个、电感约为 10μ H/个,次级线圈在室温下的电阻约为 $80\Omega/$ 个、电感约为 7.7μ H/个,线圈架尺寸如图 E1-12 所示。

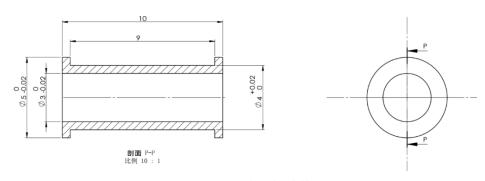


图 E1-12 线圈架结构图

因系数 k_1 、 k_2 未知,通常通过用标样校正的方式来定标磁化率的实部(χ')。校正时请注意标样体积与线圈内腔容积的比例。

5.3 交流稳流电源

OE4004 是一款浮地的压控电流稳源设备,可为其他仪器设备提供电源,它输出大小为 $1mA\sim100mA$,频率为 $10~Hz\sim100~kHz$ 的交流稳定电流,频率和电流的大小通过压控信号的大小和频率控制;当负载从 $0~{\rm \Xi}~60\Omega$ 改变时,输出变化 $\leq\pm0.5\%~{\rm FS}$ 。

设稳流源的输入控制电压为(锁相放大器的参考电压输出):

$$\tilde{V}_{s} = V_{0}e^{i\omega t} \tag{E1-16}$$

则稳流源输出为:

$$\tilde{I}_1 = CV_0 e^{i(\omega t + \theta_I)}$$
 (E1-17)

其中,C=0.1 (A/V),等效于电导, θ_I 为电流输出的相位延迟(OE4004 的 θ_I 实测结果很小)。

5.4 交流磁化率

 4 按最高频率 100kHz 计算,一个二级线圈最大感抗约为 210Ω ,电阻 62Ω ,总阻抗约 220Ω /单个线圈。两个次级线圈独立(即次级线圈之间没有互感,初级线圈与次级线圈之间才存在互感),最大总阻抗约 440Ω 。

⁵ 匝数主要受线圈尺寸的(恒温器尺寸)的限制。

将(E1-15)和(E1-17)式代入(E1-14)式,得:

$$\tilde{\chi} = \frac{1}{k_1 k_2 \mu_0} \frac{V_2}{C \omega V_0} \left[\cos \left(\theta - \theta_I - \frac{\pi}{2} \right) + i \sin \left(\theta - \theta_I - \frac{\pi}{2} \right) \right] \tag{E1-18}$$

由此可得到交流磁化率的实部和虚部;互感系数或常数k,k,可通过标样标定。

实部与虚部

对于理想的线圈(电阻为零),感生电动势相位比初级线圈磁场超前 $\Delta \phi = \pi/2$,由于串联初级线圈的电流(即稳流源电流)同相,它所产生的磁场强度和相伴相同;因而,感生电动势(或次级线圈的输出电压)与初级线圈电流同相的为虚部,与电流相差 $\pi/2$ 的为实部。

对于实际情况,不仅线圈电阻不为零,而且还有位相延迟(注意上述 $\Delta \phi$ 不是直接从锁相放大器中读出来的 θ),更重要的是在绕制线圈时,很难做到绝对对称,即两个次级线圈输出电压不能做到幅值完全相同而相位完全相反。一般情况下是,两者的幅值不相同,同时相位也不相反。

如何在实际情况下尽可能精确地分离出实部(χ ')和虚部(χ "),是本实验项目的(选择)研究内容之一。

磁化率的虚部χ"可提供样品另一维度的物理信息——能量耗散。当没有样品时,它反映出系统(包括线圈)的能量耗散;将系统耗散作为本底扣除后,它可反映出 II 类超导体磁流阻导致的能量耗散,提供超导体内部磁通线运动及其(钉扎)阻力的信息。因此,准确地分离出样品的磁化率实部和虚部很重要。当然,对于基本要求而言,即测量超导体的迈斯纳效应(抗磁性)和超导转变温度,只需大致区分实部和虚部就可以了。

【预习思考题】(实验目的3之电磁测量)

- 1. 外加磁场与电流方向的夹角不同,洛伦兹力不同,从而超导体的磁流阻大小不同。针对研究磁场(矢量)对超导转变的影响,写出你的实验方案。
- 2. 用直流法和交流法测量电阻有何差异?对于交流法测量电阻,是否可以有效地扣除测量系统中感抗和容抗的贡献?
- 3. (现场预习时, 能否通过实验结果回答)直流四引线法测量中的双绞线(twisted pair⁶) 起到什么作用? 用屏蔽线如何?
- 与标准四引线法(四电极)相比,两电极四引线有何不同,请画出等效电路图,并说明 在超导态能否测出零电阻。
- 5. 测量交流磁化率的实验装置上的两个已经连接好的次级线圈不能做到完全对称,测试人员并不知道单个线圈的输出电压是多少,如何判断次级线圈是以抵消本底的方式连接?
- 6. 交流信号包含幅值(R)和相位(θ),或实部和虚部,由于实际制备时两个**次级线圈**不

.

⁶ https://en.wikipedia.org/wiki/Twisted pair

可能做到完全对称,那么,

- 1) 可以在物理上抵消本底信号(含幅值和相位)吗?
- 2) 由两对线圈完全对称假设而推出的式(E1-18)会是怎样?请推导。
- 3) 实部与虚部的区分依赖于相位差测量,如何扣除交流磁化率测量**系统**的相位差本 底? (如下图参考**双通道锁相放大器**微小阻抗测量实验中的用取样电阻获得初级 线圈电流相位θ_t)
- 4) 如何在锁相放大器中设置相位角 (θ), 使得测量的 X、Y 值分别对应于交流磁化率的实部和虚部?

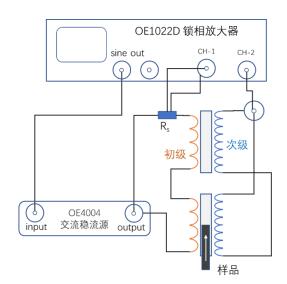




图 E1-11-2 (a) 用双通道锁相放大器测量超导体的交流磁化率(实部与虚部) (b) 取样电阻 (R_s) 模块 (左上角 ZKY 厚膜电阻⁷) 及连线

- 7. 如何对磁化率定标? 实部或虚部能同时定标吗?
- 8. 交流互感一级线圈的电阻为 34Ω,对于稳流源的最大输出 0.1A,所产生的焦尔热为 0.34W,它对样品温度产生多大的影响?有什么方法降低该影响?【提示,设线圈与恒温器的接触热阻为 20K/W。】

⁷ 厚膜电阻的电感可忽略不计,适用于交流取样。

- 线圈架用材料做合适?为什么不能用金属?【提示:应用电磁学中的电磁感应知识。】
- 10. (选)互感线圈为何要用锰铜丝绕制?如果用纯铜漆包线绕制会如何?

Labview 实验管理技术

本实验的低温与磁场系统由东方晨景提供,其温控系统和加场系统已固定(厂家提供 Labview 驱动程序),可接受电脑指令,将温度控制在指定的温度、或将磁场加至所指定的 强度。

数据采集系统

- 1) 直流四引线法测量电阻, NI PXIe4081、PXIe4083/4, IT6411S;
- 交流四引线法测量电阻, OE4004 交流稳流电源(引线浮地), OE1022 锁相放大器;
- 3) 交流磁化率测量,OE4004 交流稳流电源(引线浮地),OE1022 锁相放大器:

Labview 实验管理系统应达到以下要求:

- 1) 向低温系统、磁场系统发送目标温度和目标磁场指令;并接收目前温度和目前磁场 的测量数据,采样周期~10秒;(已实现分立控制)
- 2) 直流四引线法测量电阻:向直流恒流源 IT6411S 发送指令,包括电流方向、与电流 值(mA),发送指令的周期可以键盘输入触发,也可以内部周期重复,且周期、电 流方向、电流大小等可通过外部键盘输入;(已实现分立控制)
- 3) 交流四引线法电阻测量: 向 OE1022 锁相放大器发送指令,并通过锁相放大器输出 (sin out) 信号控制 OE4004 稳流源电流幅值和频率; 同时通过该 OE1022 输入采 集样品压降信号:(己实现)
- 4) 交流磁化率测量: 向 OE1022 锁相放大器发送指令,并通过锁相放大器输出(sin out) 信号控制 OE4004 稳流源电流幅值和频率,输出到初级线圈;同时通过该 OE1022 输入采集次级线圈信号;(已实现次级线圈信号测量)
- 5) NI PXIe4081、PXIe4083/4 读数采样,与温度、磁场采样同步; (己实现)
- 6) 锁相放大器读数采样,与温度、磁场采样同步:(已实现)
- 7) 实时显示交流磁化率(实部和虚部、或幅值和相位)随温度变化图,即y'(T)和y"(T)。 (进阶内容)
- 8) 为更准确地测量线圈内样品的温度,已用石墨带把 PT1000 与样品绑在一起;请用 数字万用表测量其电阻, 并转换为温度⁸。此内容要求将热辐射实验的测温程序移植 到本实验: (高阶内容,选)
- 9) 在采集数据后,完成初步处理(如求平均、机器判断数据可靠性、机器筛选数据); (高阶内容,选)
- 10) 采样周期控制。(高阶内容)

8 在基础物理实验 III 的热辐射实验中,我们已用过这一技术,只是在热辐射实验中,温度在室温以 上,而本实验在室温以下。

【研究问题】

选其中一个问题开展探索,但不局限于以下问题。也可以自己提出问题,经教师同意后, 围绕自己提出的问题开展研究。

[科学问题]

- 1. 高温超导体基本性质:
 - a) 超导现象是否历史相关(如先降温后加场或先加场后降温)?
 - b) 外磁场或外加电流如何影响超导转变时的电阻随温度(T_c)的变化?
 - c) 外磁场如何影响超导转变时磁化率随温度的关系[包括(T_c)和抗磁性($\mathfrak{F}(T)$)]?
- 2. 高温超导体在超导转变时交流磁化率的虚部如何变化?与什么因素有关?为什么?
- 3. 频率、振幅会影响交流磁化率的超导转变行为吗? 是怎样影响的?
 - a) (初级线圈电流的)频率、振幅对抗磁性($\tilde{\chi}(T)$)的影响。
 - b) (初级线圈电流的)频率、振幅对超导转变温度(T_c)的影响。
- 4. 升温测量与降温测量有差别吗?

[技术问题]

- 1. 如何校正、降低、或扣除被测量的物理量与传感器测量值的偏差? 具体地,
 - a) (温度定标)样品实际温度与测温点温度之差有多大?它与什么因素有关?如何在相同的测量精度范围内,如何缩短测量时间?
 - b) (磁场定标)特斯拉计测量的磁感应强度与样品位置的磁感应强度之差有多大?
 - c) (磁化率定标)用交流磁化率法测量到的输出电压代表的样品磁化率有多大(理想的、 完全超导转变的长条样品 $\chi' = -1$)?这是测量抗磁性的前提。
 - d) (系统误差分析之焦尔热的影响)初级线圈的电流振幅对样品温度是否有影响?影响有多大(能否设计实验探索该影响)?如何扣除?
- 2. 对交流磁化率的实部和虚部分离方法进行系统误差分析,如用双通道锁相放大器测量取 样电阻与次级线圈之间的相位差的方法。(提示影响因素:锁相放大器测量的相位差、包 括稳流源、传输线在内的系统延时、非对称次级线圈等)
- 3. 通过编程控制系统的升温或降温速率,从而获得更高的测量精度;
- 4. 通过编程控制直流四引线法测量电阻过程中的电流反向,以取代手动控制;
- 5. 电测量实验方案的电阻测量极限是多少(Ω)? 如何提高测量微小电阻及其变化的精度?

[辅助工具]

1. 用 Labview 编程管理整个实验过程, 使之自动化控制和测量(选); 提供各仪器、设备单独控制的子程序。

【背景知识】

高温超导性实验研究

1. 超导电性

1) 什么是超导?

超导是一种热力学态:通过改变外部物理条件(如温度、磁场、外加电流)可以使超导体发生从正常态到超导态的可逆相变。

超导是一种宏观量子态:在发生玻色-爱恩斯坦凝聚(即超导相变)后,所有的超导电子对(玻色子)都处于同一种量子态(可用同一个波函数来描述)。作为一种宏观量子现象,超导电性一般都发生在远低于室温的温度,使与之竞争的热涨落降到足够低。

超导有两个基本特征:零电阻和抗磁性(即迈斯纳效应)。

零电阻:通过测量超导环电流衰减的实验,其衰减常数比宇宙年龄还长。

抗磁性:与历史无关(先降温后加磁场或是先加磁场后降温),证明超导态是一种热力 学态。

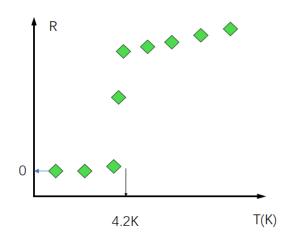


图 E1-13 超导转变——零电阻

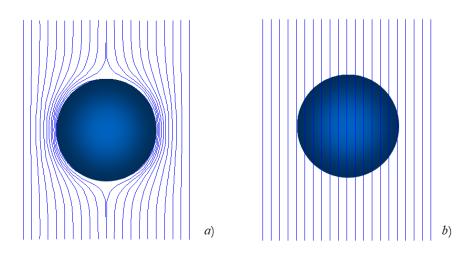


图 E1-14 超导转变——迈斯纳效应; a) 超导态下的抗磁性($\chi = -1$, $\mu_r = 0$),与加磁 场的历史无关; b) 理想导体先加磁场后降温的磁通线(磁场线)分布

- 2) 什么是高温超导?
- 一般指超导转变温度超出 BCS 理论预言极限(~33K)的超导体。BCS 理论的机制是电-声相互作用机制。
 - 3)超导材料与实验样品

高温超导块材(体材)(bulk material)

高温氧化物超导块材有两类:一类是通过固相反应烧结而成,因其微结构与陶瓷相同,称为陶瓷超导体,它由超导氧化物晶粒堆积而成。由于超导晶体结构所决定的超导各向异性以及高温超导体的短的超导相干长度,超导晶粒之间通过弱连接⁹耦合才能使得整块超导体处于超导状态,但这种弱连接很容易被磁场或电流所破坏,因而基本上不能实用;另一类是通过类似于晶体生长的液-固相变生长而成,通常是具有 c 轴取向的多晶大晶粒,使负责超导的晶面(ab 面)大尺度生长且相互连接,因而也称织构体。织构体的 ab 面基本没有弱连接,可承载大电流(密度),超导电性也不易被磁场破坏,因而成为良好的超导磁悬浮材料。

本实验中交流磁化率测量用的是高温超导烧结样品。

高温超导带材(tape)

由于高温超导体弱连接对实用性的障碍使得高温超导体不宜像常规超导体那样制备成线材,但可以通过特殊的工艺制备成厚度很薄的织构化带材,应用于超导磁体的绕制和大电流传输导线(电缆)等应用。常用的工艺是把超导粉体填入金属管(如银管)内,再把填充好粉体的管扎制成带材,再高温烧结。目前国产高温超导带材可达数千米长度一次成型。高温超导带材主要应用于超导磁体的绕制[7],应用于高分辨核磁共振成像。

本实验**电阻测量**用的是第二代高温超导带材 $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$,它是一种层状结构,在柔软 金属基带(哈氏合金)外延生长缓冲层、超导层(层厚 $2\mu m$)、保护层(银层,层厚 $2\mu m$)、稳定层(Cu 层,层厚 $5\mu m$),更详细的结构见图 E1-15。零场下超导膜的转变温度在 $90\pm 3K$ 范围内,c 轴垂直于膜面,即超导电流方向在 ab 面内。

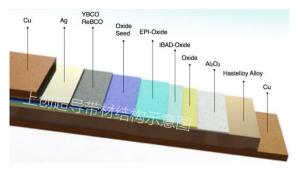


图 E1-15 实验用高温超导带材结构示意图

在常温温下,高温超导样品处于正常态,其电阻明显高于金属包层,因此,测量得到的

⁹ 对于多晶超导陶瓷材料,晶粒本身是超导的,但杂质晶界或大角晶界不超导;但通过超导电子的隧道效应或称邻近效应,使晶界处的超导电子波函数不为零,即超导电子在晶界出现的几率尽管低但不为零,使晶界也处于(弱)超导态(参考图 E1-19);晶界的超导电流载流能力低,超导耦合易被外磁场或强电流(自磁场)破坏,因此称之为超导弱连接。

是金属包层(轴向)的电阻;在超导状态下,超导体电阻为零,此时测量得到的电阻是(电流穿过金属包层)沿包层厚度方向的金属电阻(远小于沿轴向的金属电阻)。金属包层的电阻本身已是非常小,因此,精确测量超导转变时的电阻变化是一项挑战。

高温超导薄膜(film)

高温超导薄膜通常通过气相沉积法将高温超导材料生长在结构及其晶格常数与高温超导晶体生长面相近的、并具有化学兼容性的衬底上,厚度只有微米、甚至亚微米量级。高温超导薄膜具有至今为至最高的测量临界电流密度,但由于膜面积、长度有限,高温超导薄膜只应用于超导弱电器件上,包括变电设备上用的超导限流器(current limiter),基于约瑟夫森结的超导电子器件。

2. 超导(转变)临界参量及其之间的关系

从热力学的角度看,温度、磁场、电流的增加都使超导态的自由能增加,从而降低超导态的稳定性甚至破坏超导电性;温度、磁场、电流三者同时与超导存在竞争的关系。

1)临界温度(T_c)或转变温度,它与测量所加的电流密度和磁场相关 $T_c(H,J)$,如图 E1-16 所示。对于高温超导体(单晶),超导电子对具有强耦合,即形成超导电子对使超导体的自由能有较大的下降,从而使超导体有较高的临界温度。

定义:

- (1) 对电阻测量,**起始转变温度**:电阻开始下降时,拐点两旁切线交点所定义的温度; 中点转变温度: 当电阻下降到起始转变温度所对应的电阻的一半时,所对应的温度;转变结束温度: 一般指刚不能测量到电阻时对应的温度。
- (2) 对磁化率测量,当交流磁化率陡降时,拐点两旁切线交点所对应的温度,它一般对应于电阻测量的中点转变温度。

应用型高温超导体都是脏二类超导体,且临界磁场高(~10²T),对于单晶样品,磁场对临界温度不会产生显著的影响,即上临界场高;对于(多晶)陶瓷样品,由于存在晶粒间的弱连接,较弱的磁场就可以穿透样品表面进入到晶界,从而降低了整个样品的抗磁性,因此实验现象上表现出比**下临界场**更低的"弱连接"临界场。

2) 临界电流 (I_c) 与临界电流密度 (J_c)

定义:在某超导状态下,保持超导体的温度和外磁场不变,加大测量电流至样品转变为正常态,此时,对应的电流称临界电流 ($I_c(T,H)$),根据样品的横截面积和该临界电流计算出来的电流密度称为临界电流密度($J_c(T,H)$),如图 E1-16 所示。

对于 I 类超导体,临界电流比较好理解。对于 II 类超导体¹⁰,在外加磁场超过下临界场 (见下面的临界磁场)后,磁场以超导电流的量子涡旋线(也称磁通线)的形式进入超导体,磁通线在电流产生的洛伦兹力的作用下生产运动,导致类似于切割磁力线所产生的电压,因 其像电阻产生的电压降那样被称之为"磁流阻"。磁流阻的出现也可以从另一角度去理解:即

_

¹⁰ https://en.wikipedia.org/wiki/Type-II superconductor

磁通线克服阻力运动而消耗能量,从而等效于"电阻"的出现;本质上它不是超导电子被散射 所导致的能量耗散。

由于磁流阻的存在,净 II 类超导体临界电流密度低,无法实用。要提高临界电流密度,就要在 II 类超导体中引入磁通线钉扎中心,以阻止磁通线的运动。钉扎中心是尺度上与磁通线中心大小(或超导相干长度)相当的正常相或其他处于正常态的缺陷,因而,把引入磁通钉扎中心后的 II 类超导体称为脏超导体。

对于弱连接超导体,不但外磁场容易进入晶界,而且晶界处的磁通更容易运动,造成体 材的临界电流(密度)更低。

3) 临界磁场(H_c)

定义:在某超导状态下,加大外磁场至样品转变为正常态,此时,对应的磁场称临界磁场。对于 II 类超导体,当加大外磁场至样品先进入混合态(量子磁通线进入超导体,而量子磁通线的中心是处于正常态的),此时所对应的磁场称为下临界磁场(H_{c1});当再加大外磁场至样品进入正常态时,所对应的磁场称为上临界磁场(H_{c2}),如图 E1-17 所示。

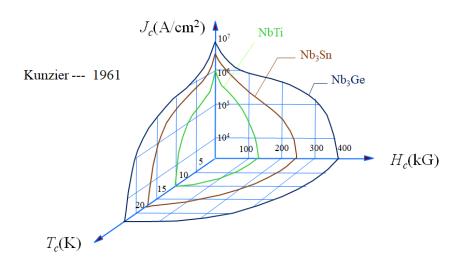


图 E1-16 超导临界温度、临界电流密度与临界磁场之间的关系

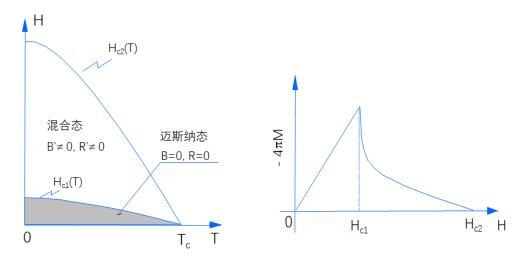


图 E1-17 二类超导体相图 (左)及其磁化曲线 (右,高斯单位)

4) 磁通线 (Abrikosov vortex¹¹)

磁通线是关于超导电流的量子涡旋线,它是由围绕正常态芯线的超导涡旋电流组成,其量子磁通量为 $\phi_0 = \frac{\hbar}{2e}$,(约为 2.067 833 758×10⁻¹⁵Wb),是物理常数,亦称磁通量子(magnetic flux quantum),是自然界已发现的最小磁通量单位。处于磁通线中心的正常态线径约为超导相干长度,其磁通密度为上临界场磁感应强度;超导涡旋电流的分布范围半径约为超导穿透深度(见图 E1- 18)。

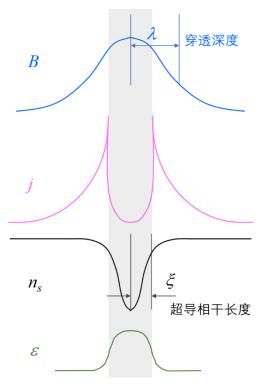


图 E1-18 磁通线结构示意图,即磁通线内部及其附近的磁感应强度 B、超导电流密度 i、超导载流子密度 n_s 、以及自由能 ϵ 的空间分布

5) 超导隧道结与弱连接

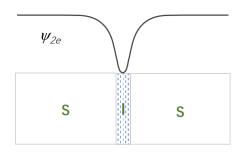


图 E1-19 超导隧道结示意图,两超导体(S)之间的区域为正常态(N,可以是绝缘体 I 或金属)。超导截流子跨结区的分布类似于二维的磁通线,但在结区超导载流子浓度不为零。隧道结本身可视为弱连接的一种

¹¹ https://en.wikipedia.org/wiki/Abrikosov vortex

6)磁流阻

外加磁场对超导转变的影响。高温超导体为 II 类超导体,当外磁场高于下临界场(图 E1-17)后,磁场就会以磁通线的方式进入超导体(图 E1-18),此时对超导体施加电流,则磁通线会在洛伦兹力的作用下运动,从而产生电压降,它等效于在超导体上有一个电阻,被称为"磁流阻"(由于磁通线流动所导致的电阻)。可见,当外加磁场与电流平行时,洛伦兹力为零;而当它们相互垂直时,洛伦兹力最大。

【无需单独回答,但要求融入实验报告的问题】

- 1. 本实验如何判断待测样品是否超导? (实验目的 2)【提示:超导体的两个基本特性是什么?】
- 2. 本实验如何判断待测样品的超导态是否热力学状态? (实验目的 2)【提示:零磁场降温后再加磁场与先加磁场后降温的区别,即是否与历史相关?请分别对Ⅱ类超导体的迈斯纳态和混合态进行:
 - (1) 定性讨论;
 - (2) 估算所需外加磁场的强度(选)。】
- 3. 在磁化率定标前,如何把测量次级线圈的电压信号转换为磁化率(相同的量纲)?
- 4. 超导带材应用时大电流所产生的(自)磁场沿什么方向?它与实验台上施加的磁场方向是否相同?哪个对超导电性的破坏力更大?为什么?(实验目的3)
- 5. 交流磁化率的实部和虚部分别代表什么? (有关 YBa₂Cu₃O₇₋₈ 高温超导体的交流磁 化率的讨论,见参考文献 1) (实验目的 2)
- 6. 请在分析环节推导非理想线圈(R≠0)以及非对称半桥线圈组的差分输出信号与样品的交流磁化率的关系;并就非理想线圈和非对称所造成的系统误差进行分析。(实验目的3)
- 7. (选)超导测量中,交流激励频率应选多少? (实验目的3)
 - (1) 请计算抗磁性测量中的线圈交流感抗,并分析是否与仪器输入、输出阻抗 匹配:
 - (2) 请估算该频率下样品的**趋肤深度(skin depth)**¹²,并说明其对实验测量结果 会产生多大影响。

25

 $^{^{12}}$ 式 (8.8),337 页,Classical Electrodynamics (second edition), John David Jackson, John Wiley & Sons, Inc.

高温超导实验研究可提供不少的实验内容和对应的岗位。不提倡同学们都做,那些含 "(选)"的内容仅提供给那些不仅有兴趣,而且在完成基本要求后仍有余力的,并且喜欢挑 战的同学,而且一个小组最多只能选一项含"(选)"的内容。

岗位分工建议(可1人多岗)

- 1. 实验条件控制(温度、磁场)
 - 1) 温度定标;样品位置不在温度控制点所带来的误差,与传热关系;
 - 2) 磁场定标:确定样品位置,确定样品位置磁场与磁场控制点(高斯计位置)磁场 的关系;
 - (选)温度线性变化控制(涉及Labview编程);随时间线性变化,变温速率 可控:
- 2. 实验管理及数据采集的自动化
 - 1) 交流磁化率定标; 纯镍样定标;
 - 2) (选)已有基本的数据自动采集程序,可以优化;
- 3. 超导实验设计(提供去年优秀实验报告作为形式参考)
 - 1) 对象(选择研究问题)、方法,包括调研;
 - 2) 方案、步骤:包括测量温度区间、磁场区间,施加电流;(选)实验系统或分系 统的物理建模、数学建模、数字建模以及模拟分析;
 - 3) 多个实验内容的顺序安排;
- 4. 实验操作;两次实验,原则上每人都有操作的机会,组内分工;
- 5. 结果分析:
 - 1) 共享数据,集体讨论,各自写实验报告;
 - 2) (选)被研究对象的物理建模、数学建模、数字建模以及模拟分析;

实验报告要求

- 1. 在分析环节,通过分析用实验结果回答问题。
- 2. 在结论中回答,是否达到实验目的。

【参考文献】

- 1. 互感法交流磁化率测量:纪圣谋,丁世英,徐健健,超导体的交流磁化率测量,《低温物理学报》2007年3期,207-214页。
- 2. 裴朝,崔益民,李华,钱建强,提高锁相放大器测量交流磁化率精度的方法,《物理实验》2010,30卷,38-40页。
- 3. 王三胜,褚向华,宁晓帅,李华,超导体电输运及交流磁化率双模式测量系统研制,《低温与超导》2013年4月,41卷,4期,50-54页。
- 4. 超导电性: https://en.wikipedia.org/wiki/Superconductivity
- 5. 高温超导电性: https://en.wikipedia.org/wiki/High-temperature_superconductivity
- 6. 《第二类超导体和弱连接超导体》,吴杭生著,北京大学出版社。
- 7. 王伟,刘林飞,李贻杰,《漫谈第二代高温超导带材》现代物理知识 2018 年 03 期。
- 8. 宋俊,梁国星,张宏,李文辉, 平行对极电磁铁磁场分布特性实验与研究,《科学技术与工程》2014年第14卷第2期,27-31页。
- 9. 《电磁学》(有关趋肤深度),
- 10. 林良真,我国超导技术研究进展及展望[J].《电工技术学报》2005年20卷1期:1-7页。

【附录】

附录一、变温恒温器引线在定义

附表 1 SV-12 变温恒温器引线定义

密封 19 芯插 头标号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
颜色	棕	红	橙	黄	兰	绿	浅兰	灰	白	黑
用途 (样品号/极)	1/N	1/P	1/C	1/O	1/M	2/N	2/P	2/C	2/O	2/M
接到航空插头(芯/号)	19/1	19/2	19/3	19/4	19/5	19/6	19/7	19/8	19/9	19/10

密封 19 芯 插头标号	11	12	13	14	15	16	17	18	19	
颜色	棕	红	橙	黄	兰	绿	浅兰	灰	白	黑
用途	无	无	温度	温度	温度	温度	加热	加热	备用	无
(样品号/极)	<i>)</i> L	儿	計 I+	₩ V+	计 V-	计 I_	ህሀንለየ	ህሀንለየ	番用	<i>)</i> L
接到航空插头(芯/号)			7/1	7/2	7/3	7/4	7/6	7/7		

注: 13、14、15、16 接温度计 Pt100, I_+ 表示电流输入正极, V_+ 表示电压输出正极, I_+ 表示电流输入负极, V_- 表示电压输出负极。



附录二、 G-M 循环制冷机工作原理

Startup

Starting the compressor(s) starts the cold head's valve motor.

NOTE

Breaking the insulating vacuum while the cold head is below room temperature will cause frosting of the outside vacuum vessel. It is preferable to break the vacuum with dry nitrogen or dry air. This prevents the accumulation of moisture in the vacuum space, facilitating faster, subsequent pumpdowns.

MARNING

AVOID INJURY. When relieving the vacuum with dry air or dry nitrogen, backfill only to atmospheric pressure (zero psig). The vacuum shroud is not a pressure vessel. Serious injury and equipment damage can result.

MARNING

AVOID INJURY Never use compressed helium gas from a cylinder without a proper regulator. Overpressure can cause serious injury if the system equipment ruptures.

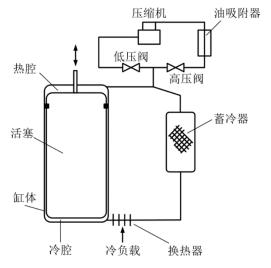
NOTE

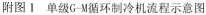
During cooldown, the cold head may be noisy. When the unit is cooled down, the noise level will decrease to normal. If this does not occur, refer to the procedure in Cold Head Orifice Adjustment that follows.

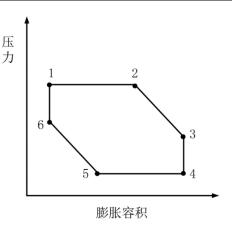
Vacuum Bake the Cold Head

CAUTION

PREVENT EQUIPMENT DAMAGE. Do not heat cold head assemblies above 80° C (176° F).







附图 2 制冷流程压力—容积关系曲线 (每一循环周期)

制冷原理如下:当活塞运动到下死点(冷腔体积近于零、热腔体积 z*大)位置 6 时,进气阀打开(排气阀关闭),常温高压氦气充入热腔和蓄冷器,气体压力从 6 位置突然升高到位置 1,气体压缩热在冷腔接近于零。接着活塞变为向上运动,热腔中的常温高压氦气经过蓄冷器被冷却后进入冷腔,这时气体比容随之减小,压力降低,常温高压氦气经进气阀不断补人,气体压力如线段 1-2、维持压力不变。当活塞运动到接近上死点位置 2 时,进气阀关闭,充气结束。活塞继续向上运动,工质压力沿曲线 2-3 下降,直到活塞运动到上死点位置 3,排气阀打开,冷腔中的低温高压氦气与压缩机进气端接通,氦气绝热膨胀制冷,获得净冷量,压力变化为 3-4。之后,活塞向下运动,冷腔中的低压冷氦气经过蓄冷器、使蓄冷器内的填料温度进一步降低后分别流入热腔和压缩机的进气端,压力维持不变(4-5)。当活塞接近 z*低位置时,排气阀门关闭,气体压力沿 5-6 升高,活塞回到位置 6 时,进气阀门打开,开始下一个循环。

从能量传输的角度看,在压缩机出口至高压阀段,压缩气体温度升高,通过换热器向环境排热,使压缩气体温度下降;在低压阀与压缩机入口之间,气体绝热膨胀温度下降,从冷头吸热使冷头温度下降,使膨胀气体温度升高。每个循环都实现将冷头的热量排出到环境中。冷头温度越低,换热越少,制冷效率就越低。本实验的小型制冷机是通过二级制冷实现的。

每次循环中,通过进气阀经过蓄冷器冷却流入冷腔的高压氦气的初温比上个循环审更低,在冷腔中绝热膨胀阶段后的温度也就更低,进一步冷却冷腔壁和蓄冷器内填料,这样经过多次循环不断降温,直到热量的动平衡建立为止。

为了使结构紧凑,实用的 G-M 循环制冷机中的蓄冷器放在活塞内

附录三、低温实验平台的使用说明

- 一、 电学液氮恒温器: 见《液氮恒温器使用说明》, 东方晨景;
- 二、 小型制冷机: 见《小型制冷机使用说明书》, 东方晨景;
- 三、EM3 电磁铁:见《EM 系列电磁铁使用手册-EM1 EM3》,东方晨景;
- 四、 控温仪: 见《TC202 控温仪使用说明书》, 东方晨景;
- 五、 数字万用表: Rigol DM3058E 数字万用表用户手册;

附录四、Pt100 铂电阻温度与电阻值对照表

(注: Pt1000 铂电阻温度对照表请在此表阻值基础上乘 10)

温度←	0₽	1∉	2₽	3₽	4₽	5₽	6₽	7₽	8₽	9₽
.C.⊕	电阻值 (Ω) ↔									
-200+	18.52₽	Ð	Ð	ø	٠	ø	₽	43	₽	Ð
-190	22.83↓	22.40↓	21.97↓	21.54↓	21.11↓	20.68↓	20.25↓	19.82↓	19.38↓	18.95
-180	27.10↓	26.67↓	26.24↓	25.82↓	25.39↓	24.97↓	24.54↓	24.11↓	23.68↓	23.25
-170	31.34↓	30.91↓	30.49↓	30.07↓	29.64↓	29.22↓	28.80↓	28.37↓	27.95↓	27.52
-160	35.54↓	35.12↓	34.70↓	34.28↓	33.86↓	33.44↓	33.02↓	32.60↓	32.18↓	31.76
-150+	39.72₽	39.31₽	38.89₽	38.47₽	38.05₽	37.64₽	37.22₽	36.80₽	36.38₽	35.96
-140	43.88↓	43.46↓	43.05↓	42.63↓	42.22↓	41.80↓	41.39↓	40.97↓	40.56↓	40.14
-130	48.00↓	47.59↓	47.18↓	46.77↓	46,36↓	45.94↓	45.53↓	45.12↓	44.70↓	44.29
-120-	52.11↓	51.70↓	51.29↓	50.88↓	50.47↓	50.06↓	49.65↓	49.24↓	48.83↓	48.42
-110-	56.19↓	55.79↓	55.38↓	54.97↓	54.56↓	54.15↓	53.75↓	53.34↓	52.93↓	52.52
-100+	60.26₽	59.85₽	59.44₽	59.04₽	58.63₽	58.23₽	57.82₽	57.41₽	57.01₽	56.60
-90↓	64.30↓	63.90↓	63.49↓	63.09↓	62.68↓	62.28↓	61.88↓	61.47↓	61.07↓	60.66
-80+	68.33↓	67.92↓	67.52↓	67.12↓	66.72↓	66.31↓	65.91↓	65.51↓	65.11↓	64.70
-70↓	72.33↓	71.93↓	71.53↓	71.13↓	70.73↓	70.33↓	69.93↓	69.53↓	69.13↓	68.73
-60↓	76.33↓	75.93↓	75.53↓	75.13↓	74.73↓	74.33↓	73.93↓	73.53↓	73.13↓	72.73
-50₽	80.31₽	79.91₽	79.51₽	79.11₽	78.72₽	78.32₽	77.92₽	77.52₽	77.12₽	76.73
-40↓	84.27↓	83.87↓	83.48↓	83.084	82.69↓	82.29↓	81.89↓	81.50↓	81.10↓	80.70
-30↓	88.22↓	87.83↓	87.43↓	87.04↓	86.64↓	86.25↓	85.85↓	85.46↓	85.06↓	84.67
-20↓	92.16↓	91.77↓	91.37↓	90.98↓	90.59↓	90.19↓	89.80↓	89.40↓	89.01↓	88.62
-10+	96.09↓	95.69↓	95.30↓	94.91↓	94.52↓	94.12↓	93.73↓	93.34↓	92.95↓	92.55
0₽	100.004	99.61₽	99.22₽	98.83₽	98.44	98.04₽	97.65₽	97.26₽	96.87₽	96.48
0+	100.00	100.394	100.78	101.17	101.56	101.95	102.34	102.73	103.12	103.51
10↓	103.90	104.29	104.68	105.07	105.46	105.85	106.24	106.63	107.02	107.40
20↓	107.79	108.184	108.57	108.96	109.35	109.73	110.12	110.51	110.90	111.29
30↓	111.67	112.064	112.45	112.83	113.22	113.61	114.00	114.38	114.77	115.15
40₽	115.54	115.93	116.31	116.70	117.08+	117.47	117.86+	118.24	118.63	119.01
50↓	119.40	119.784	120.17	120.55	120.94	121.32	121.71	122.09	122.47	122.86
60↓	123,24	123.634	124.01	124.39	124.78	125.16	125.54	125.93	126.31	126.69
70↓	127.08	127.464	127.84	128.22	128.61	128.99	129.37	129.75	130.13	130.52
80↓	130.90	131.284	131.66	132.04	132.42	132.80	133.18	133.57	133.95	134.33
90₽	134.71	135.09	135.47	135.85	136.23+	136.61	136.99	137.37	137.75∢	138.13
100+	138.51	138.884	139.26	139.64	140.02+	140.40	140.78	141.16	141.54	141.91
110↓	142.29	142.674	143.05	143.43	143.80-	144.18	144.56	144.94	145.31	145.69
120↓	146.07	146.444	146.82	147.20	147.57	147.95	148.33-	148.70	149.08	149.46
130↓	149.83	150.21	150.58	150.96	151.33-	151.71	152.08	152.46	152.83	153,21
140₽	153,58+	153.96	154.33+	154.71	155.08+	155.46	155.83+	156.20+	156.58	156.95
150↓	157.33	157.704	158.07	158.45	158.82	159.19	159.56	159.94	160.31	160.68

附录五、纯镍物理性质



6.777J/2.751J Material Property Database

Material: Nickel (PVD or electroplated)

Property	Value	Reference	Image/URL (optional)
Mass density	8900 kg/m^3 (bulk)	A. F. Mills, Basic Heat and Mass Transfer, 2 nd Ed.	
Young's modulus	200GPa	S. Basrour, Materials Science and	
Poisson ratio	.31 (bulk)	Engineering A288 (2000) 160-163 Thin film value reported to be lower than bulk, but could not get full paper with data, only abstract. J. A. Rudd, Journal of Mat. Reas. (1993) 8(1) 112-117	www.matweb.com (bulk)
Stiffness Constants	C11 = 2.45, C12 = 1.40, C44 = 1.25	G.A. Alers et al, J. Phys. Chem. Solids, 13, 40 (1960)	
Tensile or fracture strength	Function of thickness (see table 2, pp 7)	Electrodeposition - The Materials Science of Coatings and Substrates by Dini, J.W. © 1993	
Residual stress on silicon	Plots given for various thickness	K. Van Acker et al, J. Appl. Cryst. (1994) 27, 56-66	
*Specific heat	444 J/kg/K (bulk)	A. F. Mills, Basic Heat and Mass Transfer 2 nd Ed.	
*Thermal conductivity	91 W/m/K (bulk)	A. F. Mills, Basic Heat and Mass Transfer, 2 nd Ed.	
Dielectric constant	Function of frequency (data given in paper for various frequencies)	D.W. Lynch, Solid State Communications, Vol. 9, 2195 (1971)	
Index of refraction	Function of frequency (data given in paper for various frequencies)	D.W. Lynch, Solid State Communications, Vol. 9, 2195 (1971)	
*Electrical conductivity	1.43 x 10^7/Ohm-m	Web elements	www.webelements.com
Magnetic permeability	1240, for frequencies below MHz.		www.matweb.com
Piezoresistivity	N/A for metal		
Piezoelectricity	N/A for metal		
Wet etching method	Transene Nickel TFB 0.1096 um/min.		www.mems-exchange.org
Plasma etching method	Lam Rainbow 9600		www.mtl.mit.edu/mtlhome/
	Metal Etch System		3Mfab/sop/rainbow.html
Adhesion to silicon dioxide	Good, and is used to help bond other materials to SiO2	IEEE, vol 26, 1 (2003) pp80-88	
Biocompatibility	Yes for Ni alloys, e.g., TiNi. Ni in small amounts is not harmful to humans	Materials Science Forum, v 426-432, pt.4, 2003, p 3055-60	
Hydrophobicity	Hydrophobic	Socha, Robert Piotr: The Influence of SiC Oxidation on Electrochemical Codeposition of SiC Particles with Nickel. University of Turku, Department of Physics, FIN-20014 Turku, Finland.	

超导发展历程

1911年,荷兰物理学家 Heike Kamerlingh Onnes 在成功液化氦气后,想通过测量金属汞在低温下电阻来研究"纯"金属电阻是否继续随温度线性下降到零,却(由他的学生)意外发现电阻的急陡下降为零(仪器精度以内);他敏锐地感觉到这不是电阻为零的理想导体,是一种新的物态,并命名为超导态;因为他在低温的获得及低温物性研究方面的贡献获得了 1913 年诺贝尔物理奖(https://www.nobelprize.org/prizes/physics/1913/summary/)。随后人们发现许多金属在足够低的温度下也具备超导电性。

柯林斯(Collins)用 Pb 超导环感应出超导电流可持续二年半,没有发现衰减。 奎恩(Quinn)进一步得出对应的衰减时间常数大于 10¹⁰⁷ 秒,而宇宙年龄不到 10¹⁸ 秒!

1933 年 Meissner 发现(I类)超导体具有抗磁性,且抗磁性与外加场历史无关,超导是一种热力学状态。这被后人称为 Meissner 效应。

1934年,London 兄弟提出假设:超导电流密度由局域磁感应强度决定,结合 Maxwell 方程组,解释了 Meissner 效应和零阻;并引入磁穿透深度 (λ) 的概念。

1937 年,当人们寻找超导的范围从纯金属转向合金时,L.V. Shubnikov 从实验上发现 II 类超导体,即外磁场超过某一值时,超导体内部磁感应强度不为零(非完全抗磁性);该磁值被称为下临界场(H_{cl})。1957 年,A.A. Abrikosov 通过解 G-L 方程,发现量子涡漩(磁通)及磁通格子的存在;其最小磁通单元为 $\Phi_0 = h/2e$ (约为 2.067 833 758×10⁻¹⁵Wb,是物理常数),亦说明超导电荷由双电子组成。2003 年,阿布里科索夫(A.A. Abrikosov)与维塔利•金兹伯格(Vitaly Ginzburg),安东尼•莱格特(Anthony Leggett,因提出解释 3He 超流的理论),分享诺贝尔物理奖(https://www.nobelprize.org/prizes/physics/2003/press-release/)。

1957年,John Bardeen, Leon Cooper 和 J.Robert Schrieffer 提出 BCS 理论,即费米面附近的动量相反且自旋相反的两个电子通过交换虚声子降低能量,组成自旋为零的超导电子对(库柏对 Cooper pair),库柏对整体不再被散射而产生电阻,从而产生超导电性。他们为此荣获 1972 年诺贝尔物理奖

(https://www.nobelprize.org/prizes/physics/1972/press-release/)。

1962 年,约瑟夫森(Brian Josephson)用 BCS 理论研究超导隧道结,即库柏对的隧穿效应,获得结超导电流的表达式,被称为 Josephson 效应。为此荣获 1973 年诺贝尔物理奖(https://www.nobelprize.org/prizes/physics/1973/press-release/)。

高温超导体

1986年1月美国国际商用机器公司设在瑞士苏黎世实验室中工作的科学家柏诺兹和缪勒(Georg Bednorz 博士和 K. Alex Müller 教授),发现钡镧铜氧化物是高温超导体,将超导温度提高到 30K;从而带动了铜基氧化物高温超导研究的浪潮,超导临界温度纪录不断被刷新,他们为此荣获 1987 年诺贝尔物理奖(https://www.nobelprize.org/prizes/physics/1987/press-release/)。

1987年1月初日本川崎国立分子研究所将超导温度提高到43K;不久日本综合电子研究所又将超导温度提高到46K和53K。中国科学院物理研究所由赵忠贤、陈立泉领导的研究组,获得了48.6K的LaBaSrCuO氧系超导体,并看到这类物质有在70K发生转变的迹象。1987年2月16日美国国家科学基金会宣布,朱经武与吴茂昆获得转变温度为98K的YBaCuO超导体;突破了液氮的"温度壁垒"(77K)。1987年底,TIBaCaCuO系材料又把临界超导温度的记录提高到125K。从1986年—1987年的短短一年多的时间里,临界超导温度提高了近100K。大约1993年,HgBaCaCuO系材料又把临界超导温度的记录提高到138K。