

预习报告		实验记录		分析讨论		总成绩	

年级、专业：	19	组号：	
姓名：		学号：	
日期：		教师签名：	

[标题]实验 E1 低温技术与高温超导研究

1. 实验报告由三部分组成：
- 1) 预习报告：（提前一周）认真研读**实验讲义**，弄清实验原理；实验所需的仪器设备、用具及其使用（强烈建议到实验室预习），完成讲义中的预习思考题；了解实验需要测量的物理量，并根据要求提前准备实验记录表格（由学生自己在实验前设计好，可以打印）。预习成绩低于 10 分（共 20 分）者不能做实验。

2) 实验记录：认真、客观记录实验条件、实验过程中的现象以及数据。实验记录请用珠笔或者钢笔书写并签名（**用铅笔记录的被认为无效**）。**保持原始记录，包括写错删除部分，如因误记需要修改记录，必须按规范修改。**（不得输入电脑打印，但可扫描手记后打印扫描件）；离开前请实验教师检查记录并签名。

3) 分析讨论：处理实验原始数据（学习仪器使用类型的实验除外），对数据的可靠性和合理性进行分析；按规范呈现数据和结果（图、表），包括数据、图表按顺序编号及其引用；分析物理现象（含回答实验思考题，写出问题思考过程，必要时按规范引用数据）；最后得出结论。
- 实验报告就是预习报告、实验记录、和数据处理与分析合起来，加上本页封面。
2. 每次完成实验后的一周内交**实验报告**。
3. 除实验记录外，实验报告其他部分建议双面打印。

[标题]

【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. 复习巩固信号获取方法之“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）

【仪器用具】

编号	产品名称	数量	主要参数（型号，规格等）	备注
1	锁相放大器	1	OE1022 (BNC 接口)	
2	NI 数据采集器	1	PXIE4081、PXIE4083/4	
3	数字多用表	1	RIGOL DM3058E	
4	直流源流源	1	IT6411S (ITECH)	
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	
8	制冷机	1	CTI 微型制冷机，45 320K	
9	高温超导带（截片）	1	基带哈氏合金上 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ 膜，银包裹（层厚 $2\mu\text{m}$ ），稳定层（铜）厚 $5\mu\text{m}$	用于电测量
10	高温超导陶瓷	1	$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ 陶瓷样品， $2 \times 2 \times 10\text{mm}^3$	用于磁测量
11	取样电阻	2	SMA 接口， 10Ω ， 1Ω	

【原理概述】

一、低温技术

1. 制冷：

(1)将制冷剂运输到实验室利用制冷剂的相变潜热降温，投入少，实验过程中的噪声小，冷却快，但利用率低，成本高。1、运用制冷剂，主要是液氮，好处就是投入小，而且噪声小，仅仅是利用汽化吸热，热传导，没有机械噪声，而且快；但是缺点就是冷却效率极低，这个我们也理解，大部分的液氮直接汽化掉了，只有很小的一部分参与制冷，所以使用成本很高，维持低温时间也很短。

(2)利用微型循环制冷机冷却样品，效率和冷量利用率高，但制冷时间长，有噪声和振动。注：由于我们组测量磁化率，使用的是制冷剂的相变潜热。并且仪器的缺陷就是：功率只能从 0，15%，100%里选择。于是很容易出现：当选择 15%时，PID 总是调整到预设温度以下 2℃；当选择 100%时，PID 总是调整到预设温度以上 2℃。于是我们需要花很多时间调整液氮的量。

2 隔热：

(1)真空可以基本阻值热传导和对流。

(2)采用低温防辐射屏或多层绝材料，阻隔样品和环境之间的热辐射。设防辐射屏的温度为 T_M ，环境温度 T_E ，样品温度 T_L ，达到热平衡后漏热为无屏时的一半，如下。

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

3 . 恒温器与测温：

(1)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，冷指通过控制冷端与冷源的接触或通过冷颈加热补偿，达到某一温度的热平衡。恒温器与环境之间有真空和防辐射屏的隔离。

二、强磁场技术

电磁铁是用高磁导率的铁磁材料作为磁芯外绕螺线管制成，通过对线圈施加较小的电流在电磁铁的边缘或磁隙中获得较高的磁场，铁磁体通常采用锥形结构进一步聚集磁场，极限磁场取决于铁磁材料的饱和磁化强度；磁隙越宽，磁隙内的磁场就越弱。电磁铁电源建议使用磁场模式，因为该模式自带自动消磁的功能，而且通过特斯拉计测量磁场值反馈控制来获得所需磁场。正常情况下，由于有磁滞，磁场和电流并不是线性关系，所以最好使用 FIELD 模式，可以自动消除磁滞。对于液氮制冷，电磁铁是固定的，可以移动样品。

磁场标定：1)在安装样品的位置用霍尔探头测量磁场；2)电磁铁采用电流模式，用特斯拉计测量磁隙内不同的位置的磁场，获得样品位置与传感器位置的磁场关系。

三、互感法测量交流磁化率

I > 原理

磁化率表征材料对外加磁场（变化）的响应，当交流磁场振幅很小时，交流磁化率 χ 反映的是材料磁化曲线的斜率（复数），如下，其中， M 为磁化强度， H 为磁场强度。

$$\chi = \frac{M}{H}$$

$$\partial\chi = \frac{\partial M}{\partial H}$$

交流磁化率通常通过一对缠绕在一起的互感线圈来测量，分别称为初级线圈（产生磁场）和次级线圈（检验磁响应）。此时， χ 可被表示为 Eq.4。

I_1 为通过初级线圈的电流，与内部的磁场强度 \tilde{H} 成正比， $k_1 k_2 \mu_0 (1 + \chi')$ 为互感系数。

当在线圈内插入待测样品后（其 χ_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，有磁化率 $\chi' \gg 1$ ，所以互感系数为 $k_1 k_2 \mu_0 \chi'$ ；对于顺磁性和弱抗磁性材料，有磁化率 $\chi' \ll 1$ ，此时需通过两对线圈反接（两个初级与初级正接、两个次级与次级反接，或反过来）构成半桥，从而可以输出差分信号，最大限度地抵消本底信号。

对于本实验装置，由于锁相放大器阻抗较大，因此次级线圈组输出的差分电压信号等于输出电动势，如下。

2) 互感线圈

OE4004 是一款通过压控信号大小控制频率和电流大小的电流源设备。设稳流源的输入控制电压为：

$$Vs = V_0 e^{i\omega t}$$

则稳流源输出为：

$$I_1 = CV_0 e^{i(\omega t + \theta_I)}$$

所以，得交流磁化率为

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

当线圈不完全对称时，相位超前不为 $\pi/2$ ，于是我们需要测量差分电动势，使得其为 0 才满足要求。

【实验前思考题】

实验目的 1

1. 深低温系统为什么要抽真空？真空度要求有多高

① 热传递有三种方式：热辐射 热传导和热对流，系统内的残余空气可以作为系统和外界进行热传导和热对流的介质，影响制冷效率

② 不抽真空会导致深低温系统中结露，结冰，堵住通道。

真空度 $< 0.08\text{MPa}$

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？

真空泵会产生高频的机械噪声。达到真空度要求后可以关闭真空泵，关闭真空泵前必须先关闭真空阀门，防止漏气

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？

高真空环境中热传导和热对流对热传递的贡献远小于热辐射的，因此需要安装防辐射屏来减少系统通过热辐射的漏热。

屏蔽罩用多层的防辐射屏构成。

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？

由式(E1-1)知，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为： $\Delta Q \times S = \sigma(T_E^4 - T_L^4) \times S = 5.673 \times 10^{-12} \text{W/cm}^2 \text{K}^4 \times (300^4 \text{K}^4 - 4^4 \text{K}^4) \times 3.14 \times 0.12 \text{cm} \times 10 \text{cm} = 1.731 \text{W}$

有一层防辐射屏后，辐射漏热减少至原先的一般，变化量为 0.866W

77K 温度下，有防辐射屏： $\frac{1}{2} \Delta Q \times S = \frac{1}{2} \sigma(T_E^4 - T_L^4) \times S = 5.673 \times 10^{-12} \text{W/cm}^2 \text{K}^4 \times (300^4 \text{K}^4 - 77^4 \text{K}^4) \times 3.14 \times 1.2 \text{cm} \times 10 \text{cm} = 0.862 \text{W}$

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？能否通过建模进行定量分析？

固体热传导：

$$\dot{Q} = \kappa \Delta T \frac{S}{L}$$

$$\Delta T = \frac{JL}{\kappa}$$

其中, $J = \dot{Q}/S$ 。由此公式可以看出, 热流密度 J , 样品和铂电阻之间的距离 L , 样品和铂电阻之间材料的热导率 κ 都能影响两者的温差 ΔT 。

当等待时间较长, 系统趋于稳态, 热流密度 J 趋于零, 则温差也趋于零。所以温度测量的效率和准确不能兼顾。

若导热性极好, 热导率 κ 趋于无穷, 则温差为零, 所以最好的办法是尽量将铂电阻安装在样品上或者尽量靠近样品。

实验目的 3 之磁场

6. 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?

为了避免电磁铁长时间工作导致线圈温度升高, 在做实验时, 只有当需要用到磁场时才将磁场打开, 其余时间把电磁铁磁场关闭, 让其散热冷却。让电磁铁间歇式工作可以让磁场处于工作的较佳状态。

7. 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? 校正时电磁铁电源能用“磁场模式”吗? 为什么?

可知载流 I 的圆形导线在其轴线上 (距圆心 x 处) 的磁场为

$$B = \frac{\mu_0}{2} \cdot \frac{IR^2}{(R^2 + x^2)^{\frac{3}{2}}}$$

所以总磁场为

$$B = \frac{\mu_0 IR^2}{2} \cdot \left(\frac{1}{(R^2 + (x_0 - x)^2)^{\frac{3}{2}}} + \frac{1}{(R^2 + (x_0 + x)^2)^{\frac{3}{2}}} \right)$$

其中 x_0 为中点到线圈的距离

然后泰勒后得到一阶项为

$$B = -\frac{3\mu_0 IR^2 x_0 x}{(R^2 + x_0^2)^{\frac{5}{2}}}$$

将 x 为霍尔探头到线圈中点的距离代入可算得偏差

当样品位置和控制点位置确定时, 两者相对磁场关系也确定, 通过特斯拉计测量磁隙不同位置, 得到样品位置和传感器位置的磁场关系, 最后放入样品测量磁隙位置磁场算出样品位置的磁场。不能用磁场模式, 因为磁场模式时通过特斯拉计反馈控制, 如果未到达设定值则会一直加磁场 (可能会有危险或者导致测量不精确) 所以要改用电流 (CURRENT) 模式

8. 如果采用“电流模式”加磁场, 电磁铁的剩磁有多大? 实验中可以消除剩磁到什么水平?

由于磁畴运动不可避免地受到阻碍, 造成铁磁材料的“磁滞”现象, 电磁铁磁隙内的磁场 (或磁化强度) 并不与外加电流形成严格的对应关系。需要实验具体测量。

9. 如果采用“磁场模式”加磁场, 会有剩磁问题吗?

不会有剩磁问题, 因为该模式是通过特斯拉计测量磁场值反馈控制, 从而获得所需磁场, 且该模式自带自动消磁的功能。

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。



（左 1）样品安装方式；

（右 2）样品与外磁场平行/垂直时，电流与外电场方向平行/垂直

原理：当外加磁场与电流平行时，洛伦兹力为零，磁流阻最小；而当它们相互垂直时，洛伦兹力最大，磁通会在洛伦兹力的作用下运动，从而产生电压降，磁流阻最大。

设计：在直流四引线测电阻方法的装置，先根据基础实验得到的某一温度下比下临界磁场强度稍大的磁场强度值，调节装置先降温使其变为超导态，再加磁场使其进入混合态，此时施加直流电流测得一个电阻值，其他条件不变，将固定样品的装置水平旋转 90° 、 180° 分别测此时电阻值的变化情况。

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？

直流法测量需要考虑到热电势和接触电势的影响，通过改变电流方向分别完成两次测量来消除热电势和接触电势的影响。因为需要改变电路方向，所以在电路接线上可能就需要有两套导线和双刀双闸开关，但是低温实验平台 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。交流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 ($U/\sqrt{2}$, 与热电势和接触电势无关)，可求得电阻(交流电抗)。所以并不需要特别考虑热电势和接触电势的影响。

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？

可以被扣除, 严格一点需要单独测量每个次级线圈得到的幅值和相位, 如 2) 公式, 单独把 $k_2, k_2', \theta_1, \theta_2$ 测量出来, 但是需要花费大量时间。不那么严格的做法可以分别将次级线圈正接和反接:

$$\text{正接: } \tilde{\chi} = \frac{1}{k_1 k_2' \mu_0 C \omega V_0} \exp \left[i \left(\theta - \theta_l - \theta_1 - \frac{\pi}{2} \right) \right] + \frac{k_2}{k_2'} \exp [i(\theta_2 - \theta_1)] - 1$$

$$\text{反接: } \tilde{\chi} = \frac{1}{k_1 k_2' \mu_0 C \omega V_0} \exp \left[i \left(\theta' - \theta_l - \theta_1 - \frac{\pi}{2} \right) \right] - \frac{k_2}{k_2'} \exp [i(\theta_2 - \theta_1)] - 1$$

得到结果相加:

$$\tilde{\chi} = \frac{1}{2k_1 k_2' \mu_0} \left\{ \frac{V_2}{C \omega V_0} \exp \left[i \left(\theta - \theta_l - \theta_1 - \frac{\pi}{2} \right) \right] + \frac{V_2'}{C \omega V_0} \exp \left[i \left(\theta' - \theta_l - \theta_1 - \frac{\pi}{2} \right) \right] \right\} - 1$$

可以扣除幅值和相位差的影响

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。

当不完全对称时, 没有放样品的线圈感应电动势为:

$$\tilde{\varepsilon}_1 = k_1 k_2 \mu_0 \frac{\partial \tilde{I}_1}{\partial t}$$

放来样品的线圈感应电动势为:

$$\tilde{\varepsilon}_2 = k_1 k_2' \mu_0 (1 + \tilde{\chi}) \frac{\partial \tilde{I}_2}{\partial t}$$

则差分电势为:

$$\Delta \tilde{\varepsilon} = k_1 \mu_0 [(1 + \tilde{\chi}) k_2' \frac{\partial \tilde{I}_2}{\partial t} - k_2 \frac{\partial \tilde{I}_1}{\partial t}]$$

由于两个线圈不完全对称, 所以会造成幅值和相位一定程度上的偏差, 将 $\Delta \tilde{\varepsilon} = V_2 e^{i(\omega t + \theta)}$, $\tilde{I}_1 =$

$C V_0 e^{i(\omega t + \theta_1 + \theta_1)}$, $\tilde{I}_2 = C V_0 e^{i(\omega t + \theta_1 + \theta_2)}$ 代入, 得到:

$$V_2 e^{i(\omega t + \theta)} = k_1 \mu_0 C \omega V_0 [(1 + \tilde{\chi}) k_2' e^{i(\omega t + \theta_1 + \theta_2 + \pi/2)} - k_2 e^{i(\omega t + \theta_1 + \theta_1 + \pi/2)}]$$

$$\tilde{\chi} = \frac{1}{k_1 k_2' \mu_0 C \omega V_0} \exp \left[i \left(\theta - \theta_l - \theta_1 - \frac{\pi}{2} \right) \right] + \frac{k_2}{k_2'} \exp [i(\theta_2 - \theta_1)] - 1$$

在完全对称条件下, $k_2 = k_2'$, $\theta_1 = \theta_2$ 且 θ_1 很小即初级线圈和次级线圈的延迟很小时, 代入则得到式

(E1-18)

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_l)

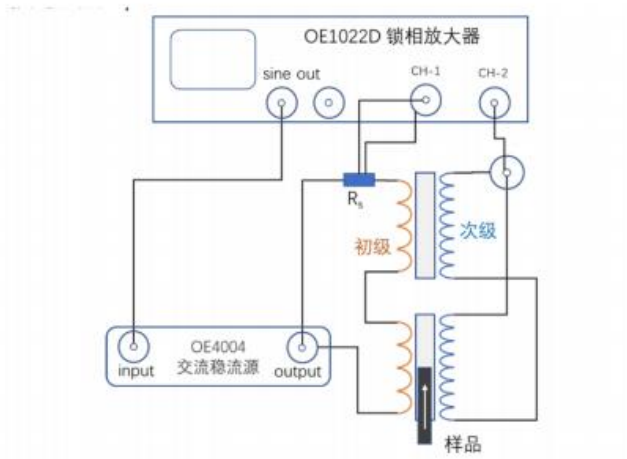


图 E1-11-2 用双通道锁相放大器测量超导体的交流磁化率（实部与虚部）

如果是单通道锁相放大器，分别测量取样电阻和次级线圈的输出相位与内部参考信号的对比，然后相减；如果是双通道锁相放大器，可以直接读出两个信号的相位差，如图所示。

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？

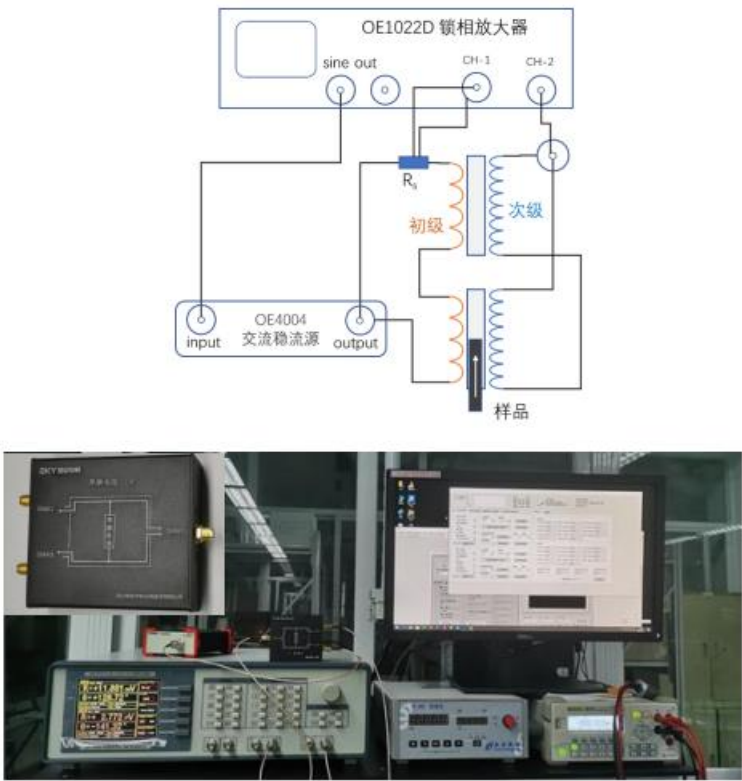


图 E1-11-2 (a) 用双通道锁相放大器测量超导体的交流磁化率（实部与虚部）

(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？

通过已知磁化率的标样可以对系数定标。将标样放进样品槽中，设定一个确定的频率值，后续实验不改变频率值，然后通过锁相放大器的相位读数，得到 $\frac{V_2}{C\omega V_0} \cos\left(\theta - \theta_l - \frac{\pi}{2}\right)$ 和 χ 的关系，其比值就是互感系数。由于实部和虚部的系数一致，所以两者可以同时定标。

8. 交流互感一级线圈的电阻为 34 Ω ，对于稳流源的最大输出 0.1A，所产生的焦耳热为 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 。】

由固体热传导 $\Delta T = 0.34 \times 20 / \lambda = 6.8^\circ\text{C}$ ，减少影响的方法有：①减少一级线圈与样品的接触面积，减慢热量传导的过程；②将测温的 pt1000 安装到更靠近样品的位置，减少测温误差。

9. 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。】

用塑料做较为合适，使用金属会在磁场作用下产生感应电流，进而产生磁场，造成磁场分布的不均匀性，影响实验结果。

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？

低温对互感器带来的最大问题是对互感器结构和绝缘的破坏。如常规塑料或普通环氧制作的互感器在低温下会因为热胀冷缩而开裂，影响测量的精度，甚至损坏互感器；常规绝缘材料在低温下可能出现开裂，导致绝缘破坏，威胁到整个测试系统的安全。

【研究问题】

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 $(\chi(T))$]？

【实验内容、步骤、结果】

A)

1. 选定两个态，在这里我们选定的态为 $(85\text{K}, 0\text{kGs})$ 和 $(79\text{K}, 2\text{kGs})$ 。然后分别沿着两条路径，从第一个态转变到第二个态。

路径一：先从 85K 转变到 79K ，然后再增加磁场到 2kGs 。温度的步进是 1K ，然后磁场的步进是 0.5kGs 。

路径二：在 85K 下，先增加磁场到 2kGs ，然后再逐步降温到 79K 。步进同上。

我们想要验证的是，无论沿着哪一条路径，样品最终抵达的态的参数 (R, θ) 是相同的。也就是说，我们要验证的态是热力学态，因为热力学态的转变与路径无关。

B)

1. 控温至 78K 左右

2 设置电流为 50mA ，外加磁场为 1kGs

3 以 0.5K 为间隔升高温度，一直测到 100K 为止

4 记录每次改变温度并稳定后的测量电压，正反各一次

5 改变外加磁场分别为 2kGs 和 3kGs ，重复步骤 1、2、3、4

6 改变设置电流分别为 100mA ， 150mA ， 200mA ，重复步骤 1、2、3、4

