

完全无液氦综合物性测量系统

PPMS® DynaCool™



For Scientist, By Scientist



北京办公室
北京市朝阳区酒仙桥路10号
恒通商务园B22座 501 室 100015
电话: 010-8512 0277/78/79/80
传真: 010-8512 0276
邮箱: info@qd-china.com
网站: www.qd-china.com

上海办公室
上海市静安区威海路511号
上海国际集团大厦1405室 200041
电话: 021-5228 0980
传真: 021-5228 2156
邮箱: info@qd-china.com
网站: www.qd-china.com

广州办公室
广州市番禺区汉溪大道东290号
保利大都汇A3栋1509室 511495
电话: 020-8920 2739
传真: 020-8920 2750
邮箱: info@qd-china.com
网站: www.qd-china.com

Quantum Design 中国子公司

美国 Quantum Design 公司简介

美国 Quantum Design 公司是由世界上第一台 SQUID 磁强计的设计者创立，坐落于美国加州圣迭戈市。在公司成立的三十年里，Quantum Design 公司专注于打造两种产品线——SQUID 磁学测量系统（MPMS）和综合物性测量系统（PPMS），它们已经成为实验数据可靠的标志，被广泛应用于物理、化学及材料科学等众多研究领域，遍布几乎所有世界一流相关实验室。

随着液氦供应趋于紧张，Quantum Design 公司开始在各种低温测量系统上研发液氦自循环解决方案，相继推出了均只需要氦气启动的 PPMS EverCool 二代和带 EverCool 的 SQUID – VSM。2007 年美国 Quantum Design 公司推出了首款直接利用制冷机冷却磁体和控温的多功能振动样品磁强计（VSM）——VersaLab，可以全自动高精度的进行磁、电、热等多种物性测量。

2010 年初，公司推出了新一代的完全无需液氦或液氮等制冷剂的综合物性测量系统——PPMS DynaCool，从而彻底解决了系统对液氦的依赖，而且 PPMS DynaCool 相比以往的低温测量系统有着更多技术上的优势和特点。



图 1 Quantum Design 全球总部

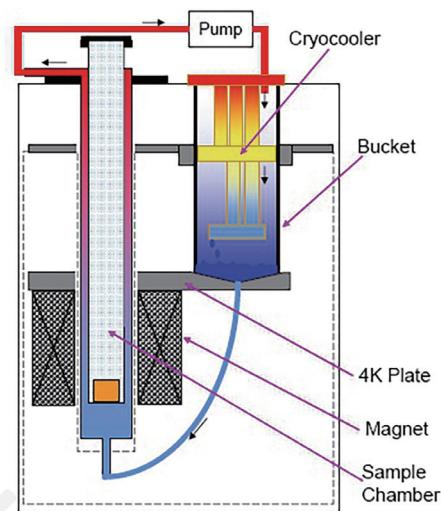


图 2 PPMS DynaCool 利用一个脉冲管式制冷机同时用于冷却超导磁体和进行低温控制

PPMS DynaCool 系统总述

PPMS DynaCool 系统是全新一代的综合物性测量系统。从系统的名称上可以看出，PPMS DynaCool 延续了以往综合物性测量系统（PPMS）的设计理念和测量方法，是一个在自动控制的极低温和强磁场完美平台上，集成全自动的磁学、电学、热学甚至形貌观测等各种物性测量手段。而且，由于采用了全新的设计架构和专利技术，PPMS DynaCool 将不再需要任何液态制冷剂来维持运行，而是通过一个二级脉冲管式制冷机，同时用于冷却超导磁体和进行低温控制，并且基于脉冲管式制冷机极低振动的特点，使得测量处于一个非常低的振动环境中。

主要特点：

- 完全无需液氦或液氮等任何制冷剂
- 精确控温在 $<1.9\text{K} - 400\text{K}$ ，并可直接兼容 He3 制冷机和稀释制冷机
- 脉冲管式制冷机为测量提供超低的振动环境
- 提供 9T 和 14T 两种磁场大小
- 更精确的温度控制模式：CLTC 连续低温控制模式和可控的温度扫描模式。低温下噪音更低。
- 基系统自带高真空和磁屏蔽，功能更全面并降低了选件升级成本
- 今后能够兼容 VSM、VSM 高温炉、比热、热输运、电输运、He3 制冷机、稀释制冷机等所有 PPMS 功能选件
- 所有测量选件采用 CAN 架构，大大提高了系统的兼容性和稳定性

PPMS DynaCool 系统的主机包含以下几个部分：温度控制平台，磁场控制平台、样品室、高真空系统、磁屏蔽系统、操作控制软件等。基本系统的硬件包括样品室、超导磁体及电源组件、电子控制系统和变频压缩机等等。

温度控制平台

不依赖液氮及液氦，PPMS DynaCool 系统利用脉冲管制冷机实现样品升降温控制，并整合了多项专利技术使得控温更稳定和精准。

PPMS DynaCool 系统采用新型流阻系统，大大提高了制冷功率和温度稳定性，并使系统能够更容易地兼容 He3 制冷机或稀释制冷机选件。另外通过一套高智能的温度控制软件，系统能够在需要最小制冷量的常温区（250K ~300K）、需要较大制冷量和快速往复扫描的中温区（<10K~250K）、以及通过冷氦气提供最大制冷量来稳定运行的低温区（<1.9K~10K）之间进行连续、快速、稳定的变换。通过这套全新的温度控制系统，PPMS DynaCool 能够使样品台上的温度在 40 分钟内从 300K 降至 1.9K。

▶ 技术参数：

温度范围：1.9K - 400K

VSM 高温炉可扩展高温至 1000K

He3 制冷机可扩展低温至 0.5K

稀释制冷机可扩展低温至 50mK

降温时间：从 300K 降至 1.9K 稳定 < 40min

温度稳定性：±0.1% for T < 20K (典型值)

±0.02% for T > 20K (典型值)

控温模式：连续低温控制和温度扫描模式



图 3 PPMS DynaCool 的主机示意图 (不包括压缩机)

磁场控制平台

PPMS DynaCool 现有 9T 和 14T 两个磁场型号。均配备的是传导制冷式超导磁体，该磁体还具有 switch-less 的性质，大大加快了励磁速度。系统采用数字模拟混合式磁体控制模式，以达到控场时同时具有高精确性和低噪声。同时双极性磁体电源还具有电流平滑过零性质。

▶ 技术参数：

9T 磁体

磁场范围：±90,000 Oe

达到满场时间：小于 8 分钟

扫场速率：0.1-200 Oe/s

初次启动时间：~ 16 小时

14T 磁体

磁场范围：±140,000 Oe

达到满场时间：小于 40 分钟

扫场速率：0.2-120 Oe/s (低场时速率更高)

初次启动时间：~ 40 小时

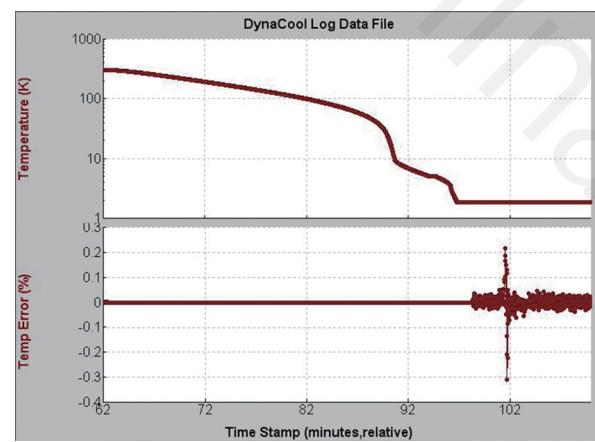


图 4 PPMS DynaCool 的温度扫描曲线

——300K 至 1.9K 不到 40 分钟！

内置高真空系统和磁屏蔽系统

PPMS DynaCool 主机中内置的冷泵能够使样品腔在 10 分钟内达到优于 10^{-4} Torr 的高真空，因此如系统要升级到 VSM 高温炉、比热、热输运、He3 制冷机和稀释制冷机等选件时，无需先升级高真空选件，极大的降低了选件升级的成本。

另外，主机中还内置了磁屏蔽系统，使得 9T 超导磁体的逃逸磁场在主机外壳边缘小于 5 Gs，从而避免了系统对周围其他仪器的磁场干扰。

测量样品室

PPMS DynaCool 延续了 PPMS 产品系列成熟的样品室设计，内径是 26mm，底部带有 12 针脚（如图 5 所示），用来读取样品上的信号以及系统温度等信息。样品安装采用了样品托（专利设计）来代替传统的样品杆设计，样品安装在样品托上，样品托底部的 12 针脚孔与样品室底部的 12 个针脚契合，进行无干扰的数据传递，从而达到高精度测量的要求。不同测量使用不同的样品托，即方便了样品的安装，同时也减少了外界环境对样品的影响（漏热更少），让样品的温度更稳定。

PPMS DynaCool 还在样品室的中上段加装了一排加热丝，从而解决了以往的低温测量系统所遗留的样品室从低温区升温后，样品室颈部仍然处于较低温度的“冷点”问题。



图 5 左图：样品托放入样品室，通过 12 针脚契合

右图：不同测量选件使用的样品托

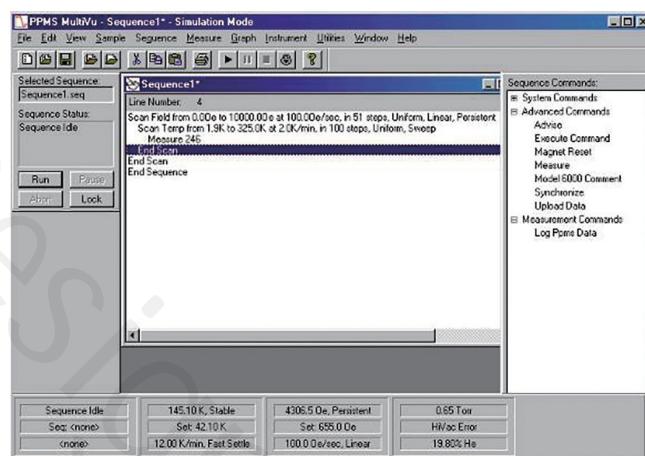


图 6 MultiVu 控制软件的测量程序界面

软件系统——MultiVu控制软件

MultiVu 是 PPMS DynaCool 系统的专用控制软件，基于微软 Windows 操作系统，使用 Windows 的通用协议，具有友好的用户界面。

主要特点：

- 可以控制系统所有的硬件设备，实时监测并记录系统所有设备的运行状况。
- 测量程序命令由软件系统提供，用户只需要填写测量时使用的参数。
- 新增加的选件对应的软件模块可以很容易的集成到整个控制软件中来。
- 当系统连接到互联网上，可以实现远程仪器的控制和维修服务。
- 提供软件接口，使得 MultiVu 可以轻松控制所有基于 IEEE488 总线的设备。

丰富的测量和拓展功能选件

振动样品磁强计选件(PPMS-VSM, D525)

与传统的电磁铁 VSM 相比, PPMS DynaCool 系统上的 VSM 在很多方面具有优越性。PPMS DynaCool 系统的磁场方向和样品振动方向是平行的, 都是沿竖直方向。而传统的电磁铁 VSM 的磁场方向与样品振动方向垂直, 这样从原理上就比传统的电磁铁 VSM 精度要高。除此之外, VSM 还有很多

独特特征:

- 背景磁场由系统主机的超导磁体提供, 目前最高可达 14T。而传统的 VSM 采用电磁铁, 最高磁场小于 3T, 并且在进行变温测量时由于需要加变温腔而使得最大可加磁场仅能达到 2T 左右。
- 系统磁体在样品位置具有高均匀度, 样品在振动时几乎感受不到磁场的变化, 磁场的噪音非常小。这是使用传统电磁铁 VSM 无法比拟的。
- 采用长程电磁力驱动马达, 没有任何机械传动, 从而避免了机械磨损和振动噪声。同时采用光学编码定位技术, 样品位置和信号精度远非传统的电磁铁 VSM 可比。
- 得益于系统的专利温度控制技术, VSM 的温控精度要远远高于传统的电磁铁 VSM。

以上这些特点使得 VSM 有极高的测量灵敏度, 是目前世界上测量精度最高的 VSM, 能够真正达到 10^{-7} emu 测量精度。

▶ 技术参数:

灵敏度: $< 10^{-6}$ emu (1 秒钟数据平均)

噪音基: 2×10^{-7} emu rms

精确度: $< 5 \times 10^{-6}$ emu/Tesla

振动频率: 5Hz - 80 Hz (推荐值 40 Hz)

振动幅值: 0.5mm - 10mm

最大可测磁矩: 40 emu/ 振动峰值 (标准线圈)

75 emu/ 振动峰值

(大线圈选件 D529)

探测线圈内径: 6.3mm (标准线圈)

12mm (大线圈选件 D529)



图 7 VSM 电磁力驱动马达及线圈



图 8 VSM 样品固定板 (针对不同类型样品)

新型交流磁学性质测量选件(ACMS II, D505)

新型交流磁学性质测量选件(ACMS II)采用独特的探测线圈和VSM线性磁力驱动马达(图7),可以一次测量就获得样品的交流磁化率(实虚部分开)和直流磁化强度信号。交流磁化率的测量采用了锁相放大技术,以及五点测量模式能有效地消除温度漂移对测量的影响。

图9是测量线圈组的结构示意图。从图中可以看出,测量线圈有

独特的设计:

- 特有的校准线圈组逐点测量并消除了背景相漂移。使得系统能够精确地确定测量时的绝对相位。
- 交流补偿线圈组抵消了测量区域以外的交流磁场,消除了对周围环境所产生的噪音影响。

集成在线圈内部的温度计,精确、实时地测量了样品的温度。

► 技术参数:

温度范围: 1.9K - 350K

交流驱动频率: 10Hz - 10kHz

交流场幅值: 0.005Oe - 15 Oe

测量灵敏度 AC: 1×10^{-8} emu

DC: 5×10^{-6} emu

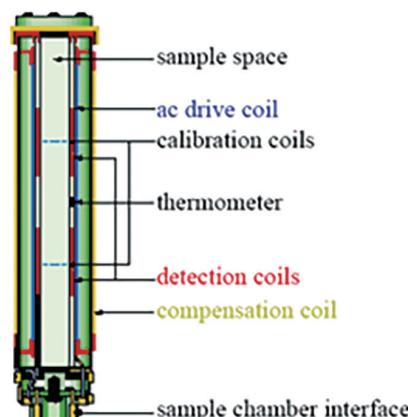


图9 测量线圈组结构示意图

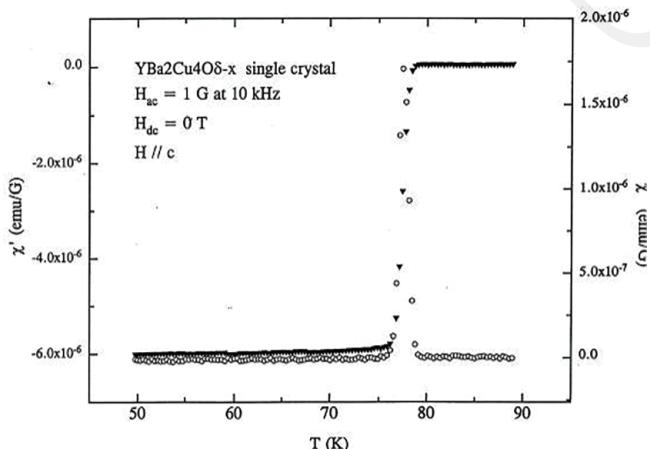


图10 超导样品的交流磁化率实部和虚部

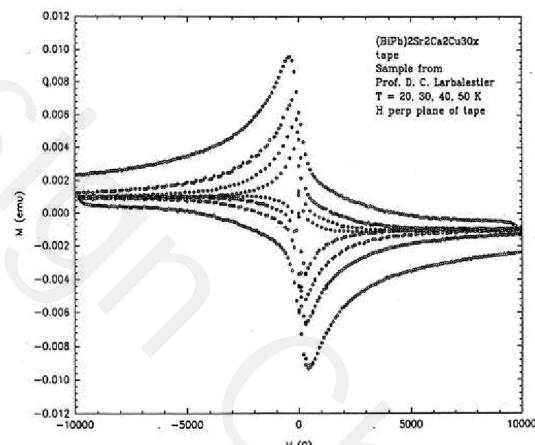


图11 超导样品的磁滞回线

VSM高温炉选件(VSM Oven, D527)

PPMS DynaCool上VSM的高温炉选件用于扩展磁学测量的温度区间,最高可以达到1000K。采用专利的样品腔真空绝热技术而没有采用任何加热炉腔,既没有引入噪声源保证了高温磁测量精度而且操作非常简单易行。主机内置的高真空系统大大方便了该选件的升级。

主要特点:

- 采用碳纤维制作样品杆,用良好绝热的氧化锆制造加热杆
- 专用安装组件使得样品安装方便快捷
- 内置 10^{-5} 托的高真空环境使得漏热极少
- 加热器和热电偶直接集成在加热杆上

► 技术参数:

稳定工作温度: 300K - 1000K

灵敏度: $< 10^{-5}$ emu rms

噪音基: $< 10^{-5}$ emu rms

测量精度: $< 1 \times 10^{-5}$ emu/tesla

温度测量精度: 0.5K



图 12 磁学高温测量样品杆



图 13 磁学高温测量样品安装组件

VSM光诱导磁测量选件(VSM FOSH, D325)

VSM 的光诱导磁测量选件可以对样品在测量样品磁学性质的同时施加光照激发。激发光通过特制的 VSM 光纤样品杆 (D320) 传输照射到样品上 (图 14)，根据不同实验需求，可分别提供红外到可见光 (D320-IR)，以及可见光到紫外 (D320-UV) 两个波段的光纤样品杆。

► 技术参数：

光源：150 瓦短弧氙灯

光源波长范围：360 - 845 nm

光纤波长范围：325 - 900 nm (V320-UV)

375 - 2250 nm (V320-IR)

样品尺寸：最大直径 1.6 mm

磁矩灵敏度： $< 1 \times 10^{-4}$ emu



图 14 VSM 光纤样品杆 (D320-IR/UV)

扭矩磁强计选件(Torque Magnetometer, D550)

扭矩磁强计选件是 Quantum Design 公司和 IBM 公司共同开发的，为精密测量具有各向异性的小样品(单晶、薄膜)而专门设计，其测量精度可以与 SQUID 磁强计相媲美。

其测量原理是：当样品安装到扭矩磁强计芯片的悬臂上后，具有各向异性的样品磁矩方向与外场方向存在夹角从而对悬臂产生扭矩作用，通过芯片上集成的高精密惠斯通电桥来测量扭矩引起的压电传感器上电阻的变化，从而得到磁场对样品产生的扭矩，进而得知样品在磁场中的磁矩大小，如图 15 所示。

主要特点：

- 测量样品须具有磁各向异性。
- 需配合样品旋转杆 D310 使用，可进行全自动的角度相关的磁矩测量，如图 16 所示。
- 在扭矩测量的过程中可以进行温度扫描。
- 采用压电传感器来测量扭矩。
- 在扭矩测量芯片内集成有高精密惠斯通电桥以测量压电传感器的电阻。
- 集成在扭矩测量芯片上的电流环，产生标准大小的磁矩，用来自动校准扭矩的大小。这样不仅完全消除重力作用和温度漂移对测量结果的影响。

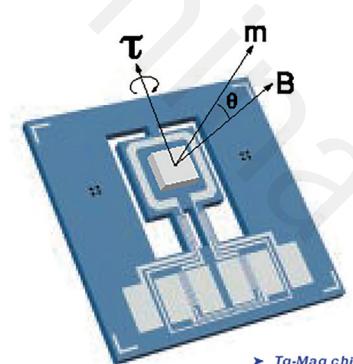


图 15 扭矩磁强计选件测量原理

► 技术参数:

扭矩背景噪音: 1×10^{-9} Nm
 磁矩灵敏度: 1×10^{-7} emu @ 9T
 1×10^{-8} emu @ 14T
 扭矩测量范围: $\pm 10^{-5}$ Nm
 芯片尺寸: $6 \times 6 \times 1$ mm³
 安装样品区域: 2×2 mm²
 最大样品尺寸: $1.5 \times 1.5 \times 0.5$ mm³
 最大样品质量: 10 mg
 转角速度: 最大 $10^\circ/\text{s}$ (标准型)
 最大 $1^\circ/\text{s}$ (高精度型)
 转角步长: 0.013° (标准型)
 0.0011° (高精度型)

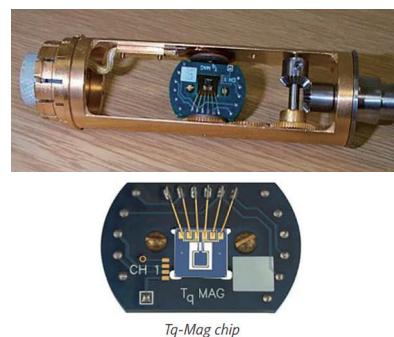


图 16 放置在样品水平旋转杆 D310 上的扭矩测量芯片

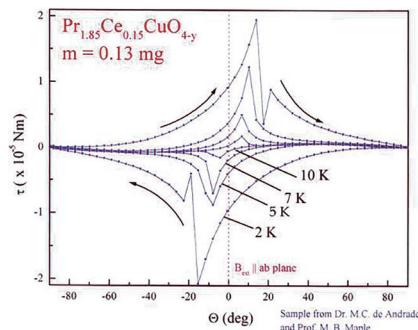


图 17 不同温度下扭矩与角度的关系

直流电输运选件(DC Resistivity, D410)

该选件采用样品托专利技术 (图 18), 用标准的四引线法测量样品的直流电阻率, 每次可同时测量 3 个样品, 全自动测量电阻率, 霍尔系数, 伏安特性和临界电流, 也可非常方便用 Van Der Pauw 方法测量形状不规则但厚度均匀的样品的电阻率 (图 19)。

► 技术参数:

电流范围: 2nA - 8mA
 最高电压: 95mV
 电压灵敏度: 20nV (典型值)
 电阻测量范围: $4\mu\Omega$ - $5M\Omega$
 测量精度: 0.01% (典型值)

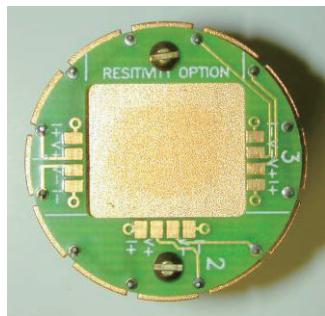


图 18 直流电阻率 DCR 样品托

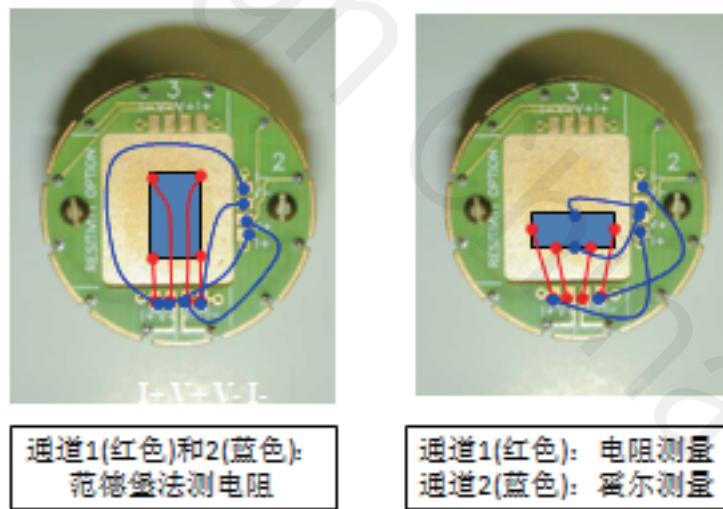


图 19 多通道电极引线接线实例

高级电输运选件(ETO, D605)

该选件是最新推出的高级电输运测量选件, 基于新型的 CAN 技术, 对高低阻抗样品分别采用两套独立的测量模式, 不同量程之间自动切换, 从而将电阻测量量程拓展至 $10n\Omega$ - $5G\Omega$, 可进行交流电阻、微分电阻、霍尔效应和伏安特

性等测量。使用与 D400 一样的专用样品托，每次可同时测量 2 个样品。

► 技术参数:

- 噪声基: 1 nV/rtHz@100Hz
- 输入电压范围: ± 4.5 V (一倍增益时)
- 电流范围: 10nA - 100mA 持续操作
- 频率范围: DC 或 AC (0.1Hz-200Hz)
- 电阻测量精度: 0.1% ($R < 200$ k Ω)
0.2% ($R > 200$ k Ω)
- 相对灵敏度: ± 10 n Ω rms (典型值)
- 电阻测量范围: 四线法 $10^{-8}\Omega$ - $10^6\Omega$
二线法 $10^6\Omega$ - $5 \times 10^9\Omega$

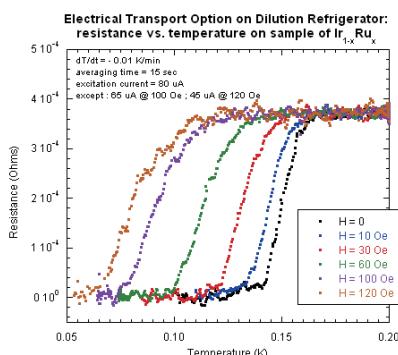


图 20 ETO 结合了稀释制冷选件测量样品的超导转变

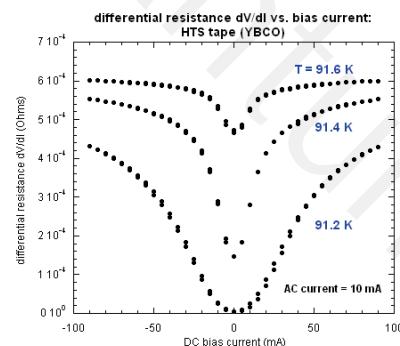


图 21 ETO 对高温超导样品进行微分电阻测量



图 22 样品旋转杆及各种样品板

样品旋转杆选件 (Sample Rotator, D310A/B)

样品旋转杆选件是用于测量与角度有关的电输运和磁学性质，例如电阻率、霍尔效应、临界电流、伏安特性以及磁各向异性等。如图 22 所示，样品安装在能够轻易拆装的带有镀金引线的样品板上，仅需要将特定功能的样品板插入到旋转台上就能进行角度相关测量，在测量的过程中转杆由步进马达控制，按照输入的转动精度进行全自动转动。

样品旋转杆选件分为和标准型和高精度型两种，其角度控制精度和转动速度不同。

► 技术参数:

- 转角范围: -10° - 370°
- 转动步长: 0.013° (标准型 D310A)
 0.0011° (高精度型 D310B)
- 转动速度: 最大 $10^\circ/\text{s}$ (标准型 D310A)
最大 $1^\circ/\text{s}$ (高精度型 D310B)
- 转动回差: $< 1.0^\circ$



图 23 比热样品托和专用样品安装工具

比热选件 (Heat Capacity, HC, D655)

比热是非常重要的物理量，但是实验上很难获得高品质的比热测量数据。Quantum Design 公司采用了热驰豫法，使用世界领先的双 τ 模型专利技术对驰豫曲线进行拟合，全自动快速精确地获得变温和变场下的高质量比热数据，该项技术曾获得 1998 年世界“R&D100”大奖。

比热的测量也采用了样品托，并且配有专用的样品安装工具对样品进行快速安装，如图 23 所示。还可兼容 He3

制冷机和稀释制冷机，使用专用比热样品托，来进行极低温下的比热测量。

主要特点：

- 高精度、高自动化程度的设计使得初次使用者也能进行精确的测量。
- 采用出色的双 τ 模型（two-tau model™）专利技术精确拟合并计算样品的比热。
- 专用样品安装工具极大简化了样品的安装。
- 比热样品托专利技术极大提高了测量精度。
- 具有完备的数据采集和数据分析软件。
- 通过两个定性参数（样品热耦合参数和曲线拟合参数）可以保证测量数据的可靠性。
- 对每一个测量数据点系统自动计算和记录德拜温度 Θ_D 。
- 测量样品时背景的比热能够自动扣除。
- 需要配合高真空选件。

▶ 技术参数：

测量温度范围：1.8K - 400K

配合 He3 制冷机可达 <0.4 K

配合稀释制冷机可达 50 mK

样品尺寸：1mg - 500mg（典型值 20mg）

测量灵敏度：10nJ/K @2K

测量精度：<5% @2K - 300K（典型值 <2%）

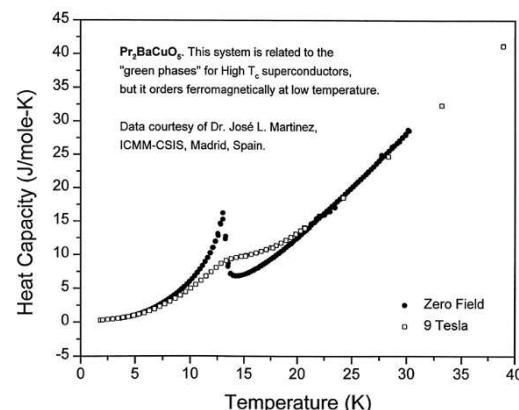


图 24 不同磁场下的比热随温度变化曲线

热输运选件(TTO, P670B)

热输运选件可以同时测量样品的热传导系数、Seebeck 系数（热电势）和交流电阻率，并根据这三个数据计算出热电材料的品质因子。样品测量采用样品托的方式，并配套有专用的样品安装工具，如图 25 和 26 所示。

主要特点：

- 能够同时测量热导率、电阻率、Seebeck 系数（热电势）、品质因数。
- 四端头引线法消除接触电阻和热阻的影响。
- 在温度不断变化的情况下进行连续测量，能够得到高密度的数据。
- 系统自适应测量方案适合研究陌生材料。
- 软件可以精确的动态建立热流量模型，补偿各种可能的系统误差。
- 全自动的测量过程，操作简单。
- 利用专用样品安装工具能够安全、方便、快速的把样品到安装到样品托上。

▶ 技术参数：

热传导测量精度

± 5 % 或 ± 2 μW/K, T < 15 K

± 5 % 或 ± 20 μW/K, 15 K < T < 200 K

± 5 % 或 ± 0.5 mW/K, 200 K < T < 300 K

± 5 % 或 ± 1 mW/K, T > 300 K

Seebeck 系数

测量精度：± 5 % 或 ± 0.5 μV/K 或 ± 2 μV

测量范围：1 μV/K - 1 V/K

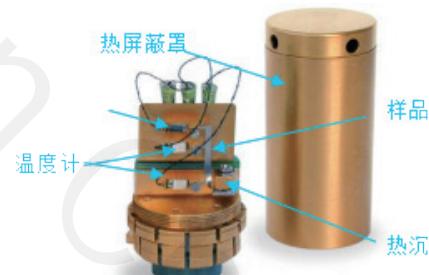


图 25 安装了标准样品的热输运样品托



图 26 热输运样品安装平台

电阻率

最大电流 200mA

其他参数见 ACT 选件相关介绍

品质因子

测量精度: $\pm 15\%$ (取决于 S)

测量速度 (典型值)

$\pm 0.5\text{ K/min}$, $T > 20\text{ K}$

$\pm 0.2\text{ K/min}$, $T < 20\text{ K}$

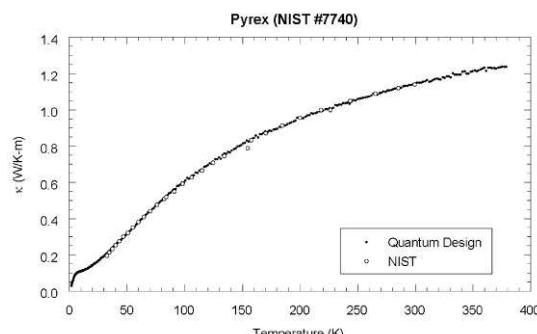


图 27 PPMS 上热输运数据与美国国家标准局数据对比

He3制冷机选件(He3 Refrigerator, D825)

He3 制冷机选件是通过降低液态 He3 的蒸气压使系统温度进一步降低至约 0.4K。目前在 He3 制冷机上能够进行电输运和比热测量 (加配 P826A)，如图 28 所示。

► 技术参数:

最低温度

连续运行模式: $< 0.5\text{K}$

单程模式: $< 0.4\text{K}$

测量温区: $< 0.4\text{K} - 350\text{K}$

冷却速度: 3 小时内从 300K 降至 0.5K



图 28 He3 制冷机小车



图 29 D825C He3 制冷机平行磁场方向样品台 (左图)



D825CV He3 制冷机垂直磁场方向样品台 (右图)

稀释制冷机选件(Dilution Refrigerator, D850)

PPMS DynaCool 系统上的稀释制冷机是一个全自动的连续闭循环 He3/He4 稀释制冷系统，最低温度达到 50mK，在稀释制冷机上可以进行电输运和比热测量 (加配 D856A)。与传统的稀释制冷机不同，该系统具有高度自动化的控制软件和引导式操作界面。即使没有任何低温经验的初用者也可以非常方便的操作该系统进行物性测量。这一选件将从事极低温研究的科研工作者彻底从繁琐的实验操作中解放出来，可以更加专注于科研本身。

► 技术参数:

温度范围: 50mK - 4K

温度稳定性: 优于 $\pm 0.2\%$

100mK 以下冷却功率:

样品台上为 $0.25\text{ }\mu\text{W}$

混合腔上为 $2 \mu\text{W}$
 冷却时间: 8 小时从 300K - 100mK
 样品空间: 直径 22mm × 高 35mm 的圆柱体
 背景比热: < 10 nJ/K @100mK
 < 15 nJ/K @500mK
 测量精度: 0.1 nJ/K



图 30 稀释制冷机前端和安装到 PPMS 上的稀释制冷机

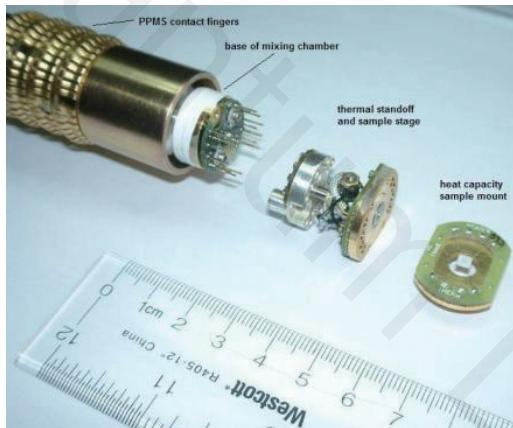


图 31 稀释制冷机的比热样品台

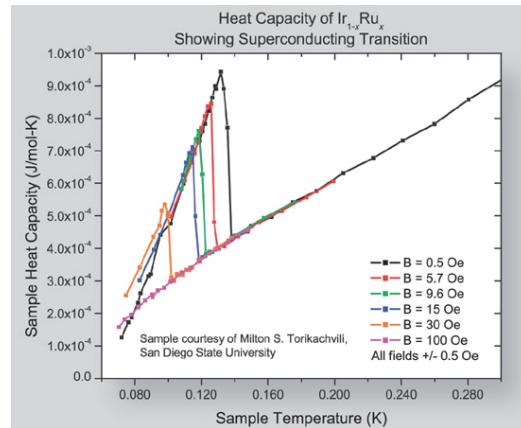


图 32 在稀释制冷机上的比热测量 (加配 P856A)

稀释制冷机交流磁化率选件(AC Option for Dilution Refrigerator)

Quantum Design 发布了用于稀释制冷机的交流磁化率选件。这终结了在 mK 温度下只能进行比热和电学测量的时代，开辟了稀释制冷温度下磁学测量的新时代，这在实验上是巨大的进步。

- 磁场大小
最大可达 $\pm 12 \text{ T}$ (取决于系统磁场大小)
- AC Susceptibility
交流场大小: 0.002 Oe – 4 Oe (peak)
测量灵敏度: $5 \times 10^{-7} \text{ emu}$ (at 10K Hz)
相位灵敏度: 2°
频率范围: 10 Hz ~ 10 kHz



图 33 AC 线圈和稀释制冷样品托

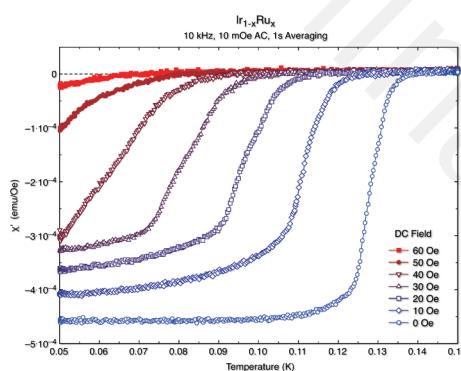


图 34 (a)1KHz, 0.5Oe 交流磁场测量不同直流磁场下金属 Ti 的交流磁化率与温度的关系,
 (b) 磁场与转变温度的关系。

多功能样品杆(Multi Function Probe, D450)

虽然 PPMS DynaCool 系统已经拥有了强大的测量功能，但是有些用户还需要进行一些比较特殊的测量。为了能够让用户利用 PPMS 系统提供的极低温和强磁场平台进行自己设计的实验，Quantum Design 特别推出了多功能样品杆，如图 33 所示。

多功能样品杆能够方便用户将外接仪表的电源引线、信号采集线、光纤、微波导管等引入 PPMS DynaCool 系统的样品室内，从而可以进行例如铁电、介电、激光或微波辐照下的电输运等测量。

主要特点：

- 样品杆上留有足够的空间让较大尺寸的电缆穿过，可以传输较大的电流或者多路信号线。
- 通过三个轴向端口可以安装光纤、微波导管等测量设备。
- 样品的安装实现即插即用。
- 测量杆上集成了温度计。
- 成功实现铁电、介电、以及激光或微波辐照条件下的电输运等测量功能。



图 35 多功能样品杆



图 36 已安装好的电测量高压腔腔体

高压腔选件(Pressure Cell, Pcell \ Mcell)

高压腔选件是由日本 ElectroLab 和 HMD 公司专门为 PPMS DynaCool 系统设计和制造的。灵巧的硬件设计结合 PPMS DynaCool 全自动测量程序把传统复杂的高压实验变得简单易行，从而用户就可以在 PPMS DynaCool 上实现变温、变场、变压的三相测量环境下的电学、磁学测量。

电测量高压腔 (Pcell):

PPMS 电输运测量专用，可实现变温、变场、变压环境下的电输运测量。该选件内部集成了温度计，并预留 10 根电测量引线（5 对双绞线）。

► 技术参数:

最大压强：3.0GPa 或更高

样品空间尺寸：Φ 4.4mm

样品空间长度：4mm

磁测量高压腔 (Mcell):

可配合 VSM 选件使用（需选用大尺寸线圈），也可用于 MPMS 上，可实现变温、变场、变压环境下的磁学测量，采用了全 BeCu 材料设计，磁背景更均匀。

► 技术参数:

最大压强：1.3GPa 或更高

样品空间尺寸：Φ 2.1mm 或 2.6 mm

样品空间长度：7mm

腔体直径：8.5mm



图 37 磁测量高压腔的专用工具箱

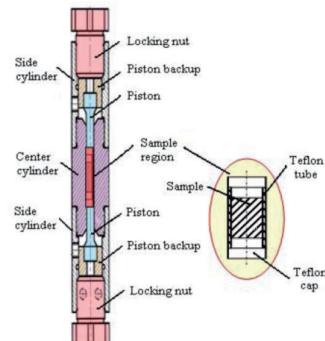


图 38 磁测量高压腔详细结构示意图

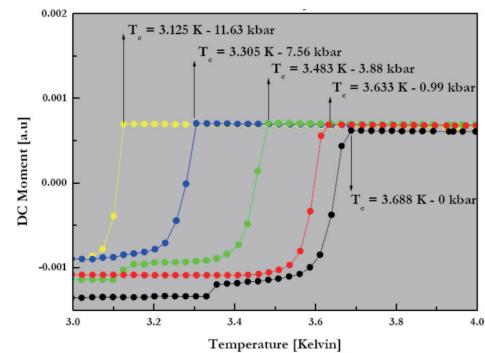


图 39 不同压力下超导样品的超导转变曲线

绝热去磁极低温直流电输运测量选件(ADR)

Quantum Design 公司联合日本东北大学材料研究所共同开发，在全系列 PPMS 平台上（包括液氦浸泡式 PPMS、Evercool I、EverCool II、和 DynaCool）使用的新功能选件——绝热去磁制冷 (ADR) 直流电输运测量功能。该选件采用先进的绝热去磁制冷原理，即对样品台内部的顺磁盐进行 3T 强磁场充磁后进行退磁吸热，能够将 PPMS 上直流电输运测量的最低温度拓展到 $<100\text{mK}$ ，从室温降到 $<100\text{mK}$ 不超过 3 个小时，并且在对顺磁盐进行 1 次充磁后，可以维持温度在 1.9K 以下超过 2 个小时。整个过程完全无需使用液氦等额外的制冷剂，也无需 He3 制冷机或稀释制冷制冷机等操作较复杂且采购成本较昂贵的制冷设备。

主要特点：

- 3 小时内全自动从室温降至 $<100\text{mK}$
- 适用于 PPMS 全系列平台：磁体浸泡式 PPMS、EverCool I 和 EverCool II 液氦循环式 PPMS 以及电制冷式 DynaCool
- 测量功能：直流电输运测量
- 带 8 根电极引线，每次可同时测量 2 个样品
- 无需 He3 制冷或稀释制冷复杂的机械操作和昂贵的购置成本

▶ 技术参数：

温度范围：300 K to $<100\text{ mK}$

降温时间：室温至最低温 <3 小时

温度计： $1000\Omega \text{ RuO}_2$

电极引线数量：8 根，可同时测量 2 个样品

样品台：与 PPMS He3 电阻样品台相同

所需 PPMS 选件：高真空选件；直流电输运选件



图 40 PPMS ADR 样品台

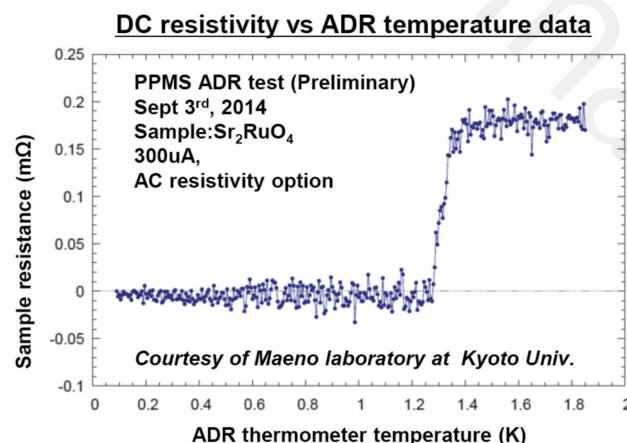


图 41 使用 PPMS ADR 对 Sr_2RuO_4 进行电阻测量

高精度铁磁共振测量选件(FMR)

由瑞士 NanOsc 公司开发的高精度铁磁共振仪 (FMR)，能够对纳米级别的磁性薄膜进行高精度的铁磁共振测量。该仪器可以在不同的磁场下测量铁磁共振，并且通过自带的分析软件可得到以下参数：饱和磁化强度 (M_s)；本征阻尼 (α)；非均匀展宽 (ΔH)；回磁比 ($\gamma / 2\pi$)

该系统采用高精度波导探测芯片，并提供了整套硬件和全自动测量分析软件。也可根据用户已有的磁体进行定制性改造。同时，该设备也可配合全系列 PPMS 以及 Montana 超低振动光学恒温器和进行极低温强磁场下的铁磁共振测试。

主要特点 / 技术参数：

- 2 - 17GHz 或 2 - 40GHz 两款可选
- 可分辨 1.4nm CoFeB 薄膜
- SNR > 10 @ 10 nm NiFe
- 样品最大尺寸：17×13mm



图 42 室温用 40GHz 的 FMR 控制器（上）
和低温用 17GHz 的 FMR 的控制器（下）

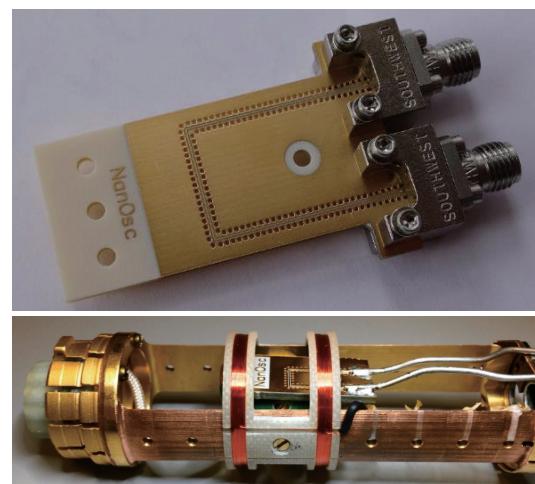


图 43 高精度波导探测芯片



图 44 在 PPMS 上进行低温强磁场下的 FMR

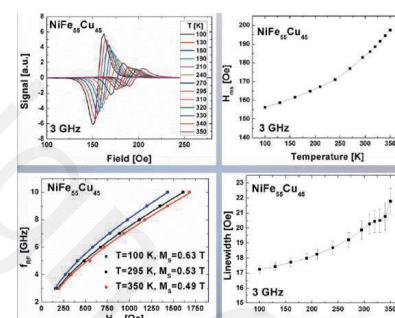


图 45 NiFeCu 合金在不同磁场温度下的铁磁共振特性

光电输运选件(D450M)

由 Quantum Design 欧洲分公司 LOT 设计开发推出了能够对不同波段光谱辐照下的样品电学输运性能进行测量的光电输运选件。该选件在原有的多功能样品杆选件的基础上集成了适应不同光波段的光纤，并标配了卤素灯和单色仪。用户能够根据测量的实际需求调节入射光线波段并配合高级电输运或直流电学选件进行电输运测量。

▶ 技术参数：

- 波长范围：400-2100nm
工作温度：2-350K
光源：100W 卤素灯
单色仪输出带宽：25mm



图 46 光电输运样品杆

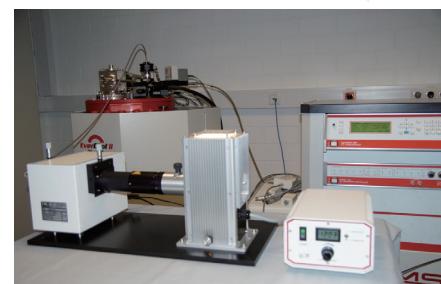


图 47 光源及单色仪

膨胀测量选件(dilatometer for PPMS)

PPMS 的膨胀率测量选件能够在全温区和全磁场范围内测量样品的热膨胀率和磁致伸缩效应。基于电容测量的设计方案使选件具有非常高的灵敏度。

样品尺寸:

长度 (dilation direction): 2 mm +/- 0.05 mm

厚度 < ~ 3 mm

宽度 < ~ 2.5 mm

分辨率:

$\Delta L/L$ 分辨率 10^{-9} (2mm 样品)

Low Temp Resolution: <.1 Å

Low Temp Noise Level: <.2 Å

膨胀计背底信号 (典型值):

热膨胀 at 300 K: 75nm

磁致伸缩 at 2K: < 1 Å



图 48 膨胀测量选件

显微学、光谱学选件

美国 Quantum Design 公司与德国 attocube 公司联合推出了多款可以在 PPMS 平台上工作的显微学和光谱学组件。涵盖了形貌、磁性、光学等多个领域的高精度测量。

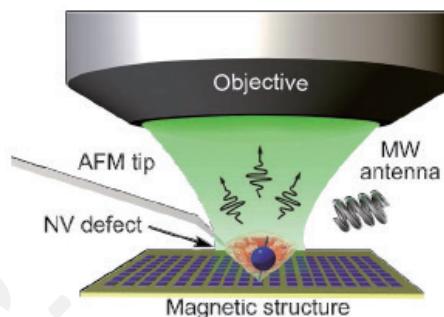


图 49 多种低温显微技术

PPMS-SPM选件(暂不兼容DynaCool)

美国 Quantum Design 公司与德国 attocube 公司联合推出了首款 PPMS-SPM 低温扫描探针显微镜系统。该系统采用先进的技术和制备工艺，具有高度的集成性和超高的分辨率。除了采用光纤干涉技术的扫描探针显微镜之外，该系统还可兼容 C-AFM、PFM 等功能来进行低温下测量。

该系统的主体支架部分由高质量的金属钛制作而成，有效减小了由温度、磁场变化带来的样品位移。三维粗位移与高精度位移定位相结合的专利技术使得该系统在几毫米的范围内具有纳米级的精度。

► 技术参数:

在 PPMS 系统上具有卓越的性能。

稳定可靠的力学、电学设计。

完全适用于 PPMS 的温度、磁场范围。

磁场范围: ± 16 T。

温度范围: 1.9 K-400 K。

高精度定位专利技术。

MFM 分辨率优于 50 nm (典型值 20nm)。

XY 方向精确定位范围: 5×5 mm。

扫描范围: $30 \times 30 \mu\text{m}$ (300 K)。

$12 \times 12 \mu\text{m}$ (4 K)。

低温原子力显微镜 (attoAFM lxs/llxs):

目前性能最好的低温原子力显微镜。扫描器将样品在固定的悬臂下进行扫描，利用光纤式干涉计对悬臂的弯曲程度进行高精度探测，结合 ASC500 SPM 控制器可以实现接触模式和非接触模式的测量。这使得 attoAFM lxs 成为形貌探测、力学谱探测以及其它多种高精度探测的有力手段。可升级为 KPFM、PFM、C-AFM 等多功能显微镜系统。

另有音叉式超高分辨非接触式原子力显微镜使得在 z 方向的分辨率可高达 7.6pm。该显微镜不采用激光干涉原理，可用于激光引入困难或对形貌有特殊要求的情况。



图 50 AFM 扫描头以及部分拓展功能

低温磁力显微镜 (attoMFM lxs):

高度集成的磁力显微镜系统是专门为低温和超低温测量所设计的。基于成熟的 AFM 技术，扫描器将样品在固定的磁性悬臂下进行扫描，样品磁场梯度对悬臂的影响可以由光纤式干涉计探测悬臂的共振频率和相位得到，从而可获得高分辨率的磁畴图像。该选件是基于 attoAFM lxs 选件的拓展功能。

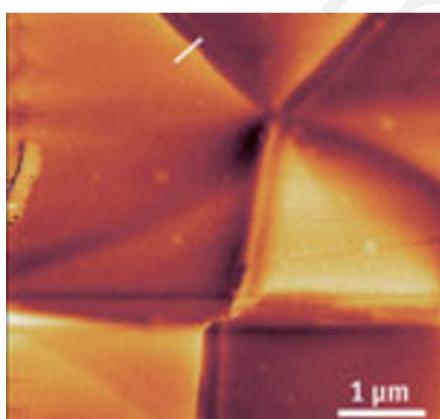


图 51 NiFe 薄带的 MFM 图，分辨率高达 10.7nm

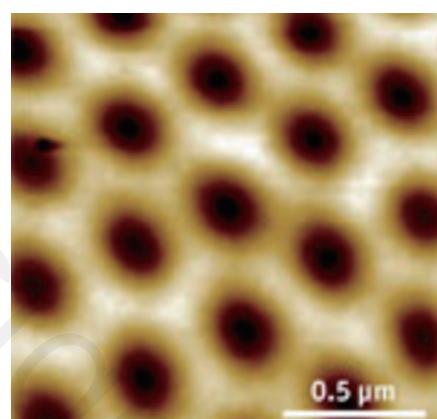


图 52 Bi(2212) 面的 Vortex 点阵 (4.1K, 45gauss)

低温扫描霍尔探针显微镜 (attoSHPM xs) 选件:

SHPM 的核心技术是利用分子束外延制备的 GaAs/AlGaAs 霍尔芯片对磁场进行超高灵敏度测量。样品局域磁性可以通过扫描器将样品在霍尔探测器下进行扫描来精确测量，霍尔探测器可以精确记录霍尔电压从而计算出局域磁场强度。

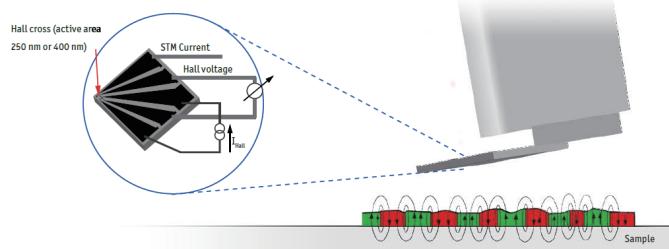


图 53 SHPM 扫描探针及原理图

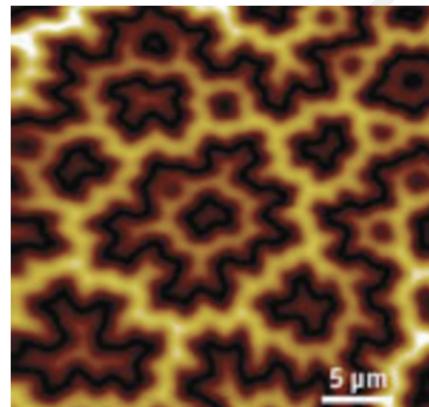


图 54 4.2K 温度下 BaFeO 的扫描霍尔探针显微镜图 (SHPM)

低温共聚焦显微镜 (attoCFM xs)选件

集成型低温共聚焦显微镜是针对低温环境而设计的高灵活性、高机械稳定性共聚焦系统。系统有光束和光纤两种光路模式可供选择。光束模式的激发和接收部分是完全独立的，可以方便的加入滤光片或偏振片等其它光学元件，用户能够结合光谱仪进行拉曼光谱测量。光纤模式的共聚焦显微镜具有超高的机械稳定性，在闭循环式低温系统上可进行时间跨度为几个星期的高精度单量子点测量。



图 55 共聚焦显微镜及其应用举例

Quantum Design 中国子公司还为需要协助在 PPMS DynaCool 系统上搭建各种自定义测量功能的用户提供应用解决方案，已成功实现介电、铁电、热释电、正、逆磁电耦合、阻抗、门电压下伏安特性以及其他用户要求的测量功能。

另外，美国 Quantum Design 公司还在不断开发新的功能选件以不断丰富 PPMS DynaCool 系统的功能，未来将推出高温电输运，拉曼光谱等功能性选件。

PPMS DynaCool 系统现有用户包括 北京大、清华大学、复旦大学、中国科技大学、中科院硅酸盐所、贵州大学、苏州科技学院、上海电力学院、南京理工大学、上海师范大学等超过 50 家用户。

	Liquid		Cryogen-free		
	Std./HC*	+RL*	Dynacool	EverCool I	EverCool II
CFM II	4	4	4	4	4
CFM I	4	4	4	1	1
Raman	4	4	4	1	1
AFM/MFM I	4	3*	2	1	1
SHPM	4	3*	2*	1	1
AFM III	4	3	2	0	0

*std. = standard dewar, HC = high capacity dewar, RL = reliquefier

* higher risk level due to costly tips

- 4 → standard system, full performance
- 3 → full performance with reliquefier (RL) OFF
- 2 → depends on application, reduced performance due to high noise level
- 1 → requires cold head OFF, not recommended for EverCool (contact Quantum Design)
- 0 → Not compatible

国内现有DynaCool系统超过50台

以下是部分用户名单(排名不分先后)

1	DynaCool-9	北京大学
2	DynaCool-9	中国科技大学 (2 套)
3	DynaCool-9	苏州科技学院
4	DynaCool-9	中科院硅酸盐所
5	DynaCool-9	贵州大学
6	DynaCool-9	清华大学
7	DynaCool-9	南京理工大学
8	DynaCool-9	上海电力学院
9	DynaCool-9	山西师范大学
10	DynaCool-9	天津大学
11	DynaCool-9	信阳师范学院
12	DynaCool-9	台州学院
13	DynaCool-9	上海师范大学
14	DynaCool-9	复旦大学 (2 套)
15	DynaCool-9	江西理工大学
16	DynaCool-9	同济大学
17	DynaCool-9	宁波工程学院
18	DynaCool-9	河北工业大学
19	DynaCool-9	河北大学
20	DynaCool-9	郑州大学
21	DynaCool-14	华中科技大学
22	DynaCool-9	南昌航空大学
23	DynaCool-9	国防科技大学
24	DynaCool-9	浙江大学