实验用低温恒温器及相关制冷技术研究进展

注杰¹ 熊磊² 王帅¹ 郭凯² 刘鸿俊¹ 李顶房² 张维² 沈冰² 方应翠^{1,3*}
(1. 合肥工业大学 真空与过程装备系 合肥 230009; 2. 武汉嘉仪通科技有限公司 武汉 430206;
3. 合肥工业大学智能制造技术研究院 合肥 230051)

Research Progress of Cryostats Used in Experiments and Related Refrigeration Technology

WANG Jie¹, XIONG Lei², WANG Shuai¹, GUO Kai², LIU Hongjun¹, LI Dingfang², ZHANG Wei², SHEN Bing², FANG Yingcui^{1,3*}

(1. School of Mechanical Engineering, Hefei University of Technology, Hefei 230009, China; 2. Wuhan Jouleyacht Technology Co., Ltd., Wuhan 430206, China; 3. Intelligent Manufacturing Institute of Hefei University of Technology, Hefei 230051, China)

Abstract Cryostat is a device that utilizes refrigeration technology to provide and maintain a stable lowtemperature environment. It is widely used in the fields of magnetic resonance systems, superconductivity, cryogenic spectroscopy, large scientific devices, and other low temperature tests in the laboratory. The dominant technologies to obtain low temperatures are refrigerants and cryogenic cooling. However, due to the limited cooling capacity of passive cooling, experimental cryostats still predominantly rely on refrigerant and active cooling. This paper presents several common experimental cryostat structures based on cryogenic liquid and active refrigeration, discusses the development of cryostats and associated issues, and analyzes the solutions adopted by leading products in the market. Additionally, the paper also outlines the progress of domestic cryostats and their related technologies, including a self-developed cryogenic thin film resistance test instrument. Finally, the paper provides a brief outlook on the research prospects for cryostats. This study offers technical references for domestic peers/colleagues within the field.

Keywords Cryostat, Refrigerator, Refrigeration technology

摘要 低温恒温器通过制冷技术提供稳定的低温环境,广泛应用于磁共振系统、超导、低温光谱、大型科学装置以及实验室低温测试等领域。目前获得低温的方式主要有制冷剂和低温制冷机,受限于被动式制冷机的制冷量,现有实验用低温恒温器仍以制冷剂和主动式制冷机为主。文章介绍了常见的实验用低温恒温器结构及其发展与问题,并分析了市场上主流产品的解决方案。同时,介绍了国内低温恒温器技术的发展,包括一款自研的低温薄膜电阻测试仪,最后简要地展望了低温恒温器的发展前景。本研究为国内同行提供技术参考。

关键词 低温恒温器 制冷机 制冷技术
 中图分类号: TB65 文献标识码: A doi: 10.13922/j.cnki.cjvst.202303018

低温技术在日常生活中随处可见,如家用冰箱 冷藏食物;医用保存血液、细胞;某些材料在低温下 会失去电阻发生超导现象等。随着科技发展,低温 技术得到快速发展,广泛应用在物理学、材料学、医 学、天文学和化学等领域实验中^[14]。 如核磁共振成像系统中使用制冷机、液氦以及 液氮对磁体冷屏和超导线圈等进行预冷,以满足临 床应用需求^[5]。超高真空扫面隧道显微镜与低温恒 温器连用^[6],能够在温度低于 20 K 的环境下,对紧 密堆积的金属表面进行原子分辨率分析。低温恒

收稿日期: 2023-03-31

基金项目: 武汉嘉仪通校企合作项目 (W2021JSKF1119);合肥工业大学智能制造技术研究院科技成果培育项目 (IMIPY2021005)

^{*}联系人: E-mail: ycfang@hfut.edu.cn

温器与太赫兹脉冲光谱仪结合[4],可测量宽温区内 光学各向异性介质的偏振敏感光谱。CUORE (Cryogenic Underground Observatory for Rare Events) 低温恒温器^[7]能够将1m³的实验空间冷却到8mK, 同时在 15 mK 下稳定运行,从而将吨级探测器冷却 到几毫开尔文温度,为中微子的双β衰变的探索提 供了条件。在 Herschel 太空天文台上, 外差光谱仪 的焦平面单元安装在超流氦低温恒温器内^[8],其寿 命由低温恒温器的维持时间决定。Quantum Design 公司的低温物理特性测量系统^[9-10],包括 PPMS (Physical Property Measurement System), SQUID (Super-conducting Quantum Interference Devices)等 产品,广泛应用于物理、化学、材料科学和纳米技术 等领域,能够提供 1.9-400 K 的温度环境(搭配低温 选件最低可以达到 50 mK),可兼容电学、磁学、热 以及光学测量等。中国科学院高能物理研究所为 中国散裂中子源(CSNS)设计制造了多种低温恒温 器^[11], 为中子散射谱仪提供了 0.3-300 K 的变温环境。

目前获得低温的方式主要有制冷剂和低温制 冷机,制冷机包括主动式低温制冷机和被动式低温 制冷机,主动式制冷机包括回热式制冷机和间壁式 制冷机,被动式制冷机包括光学制冷、半导体制冷、 磁制冷等制冷方式^[12]。间壁式制冷机采用间壁式换 热器作为冷热交换部件,冷、热流体被壁面隔开,通 过壁面导热完成热交换,如透平布雷顿制冷机、J-T(Joule-Thompson)制冷机及克劳德制冷机等;回热 式制冷机中使用回热器进行热交换,冷热流体共用 一个流道,并在其中往复振荡,将冷量逐级向冷端 输运,包括 G-M(Gifford-Memahon)制冷机、斯特林 制冷及脉冲管制冷机等^[13]。

回热式制冷机制冷量大,制冷温度低,被广泛研究和使用。但是回热式制冷机的原理限制,在3 K以下,很难获得有效制冷,所以人们将目光转向复 合制冷机,利用回热式制冷机进行预冷,再利用其 他制冷方式进行更低层次的制冷。1 K 以下的制冷 被称为亚开尔文制冷,主要有三种技术可以实现。 第一种是蒸发冷却^[14],对液氦进行减压,液氦的温度 随之降低,⁴He 的最低温度限制在 700 mK 左右, ³He 在 230 mK 左右。第二种是稀释制冷,在 1960-1965 年期间逐渐发展成型,利用³He-⁴He 混合溶液 的特性来进行制冷,在³He-⁴He 混合溶液中根据³He 溶液的上方,通过外部抽吸泵将溶液下方稀相中的 ³He 抽走, 此时为了维持浓度平衡, ³He 原子会从焓 值高的浓相进入焓值低的稀相,在这个过程中由于 ³He 能量不足, 需要从周围环境中吸收热量, 实现对 周围环境的制冷,可以持续地提供低至几 mK 的低 温^[15]。2002年, Uhling^[16]利用两级脉冲管制冷机进 行预冷,设计了一款稀释制冷机,可以连续提供毫 开尔文低温,最低温度达到15mK。第三种是磁制 冷,磁制冷^[17]基于磁热效应,利用磁热材料在强磁 场中放出热量,在绝热退磁的过程中吸收热量进行 制冷。1957年^[18], Daunt JG 通过磁制冷循环冷却的 方法,获得了可以连续保持低于1K的温度(低至 200 mK)。2022 年, 瑞士的研究者^[19] 在脉冲管制冷 机上利用磁热材料的样品盒包围样品,在 300 uK 以 下保持 27 h, 最低温度能够达到 160 μK, 是目前能 达到的最低温度。

被动式低温制冷机中光学制冷^[20]使用调谐的 激光入射材料内部,光子与材料原子碰撞,抵消分 子本身动能,降低分子热运动,从而降低材料温度, 是唯一可以提供无振动冷却的制冷机。目前基于 全固态材料的光学制冷已经能够冷却到 90 K^[21]。 半导体制冷^[22]利用半导体材料的 Peltier 效应, P 型 半导体与 N 型半导体联结组成 P-N 结,通入直流电, 载流子由低能级向高能级运动时需要向外界吸收 能量,在 P-N 结的接头处温度会下降,进而实现制 冷。通过对电流的调节^[23]控制温度变化。

无论哪种制冷方式,目的都是为了获得稳定的 低温环境。低温恒温器是获得稳定低温环境的基 本设备,因此,低温恒温器的发展对低温技术及其 与其他设备联用具有重大意义。被动式低温制冷 具有独特的优点,但是制冷温差小,制冷效率较低, 或受制于材料一直没有非常大的突破。在实验用 低温恒温器中主要以制冷剂和回热式制冷机(尤其 是 G-M 制冷机)提供冷量为主。本文基于制冷剂 和 G-M 制冷机的制冷方式,介绍了典型的低温恒温 器结构,总结了低温恒温器和相关制冷技术的发展, 介绍了一些国外高性能产品的相关设计,分析了其 高性能的原因,为国内低温设备的发展提供思路。

1 低温恒温器的类型和结构

低温恒温器是利用制冷剂或制冷机等方法来 提供稳定低温环境,并能测量样品物理量的装置。 根据工作原理的不同^[24],分为贮液式低温恒温器、 连续流动式低温恒温器以及闭循环低温恒温器。

1.1 贮液式低温恒温器

如图 1(a)所示, 贮液式低温恒温器^[25] 早期利用 杜瓦容器 1(一种双层玻璃或金属容器, 中间夹层抽 真空)储存制冷剂 2, 样品 3 固定在样品台 4 上, 放 进真空室 5 中, 然后浸没在制冷剂里, 使样品得到 冷却。



1. 杜瓦容器; 2. 制冷剂; 3. 样品; 4. 样品台; 5. 真空室; 6. 加 热器; 7. 冷头

1. Dewar container 2. refrigerant 3. sample 4. sample stage 5. vacuum chamber 6. heater 7. cold head

图1 贮液式低温恒温器示意图。(a)液浴式,(b)贮液式

Fig. 1 Schematic diagram of storage liquid cryostat. (a) Liquid bath, (b) liquid storage

工作温度一般在制冷剂的沸点到三相点(物质 气相、液相、固相共存的温度值)之间,如需高于制 冷剂沸点之上的温度,则需要设置加热器 6,由冷热 对冲来维持样品温度。由于将样品直接浸没在制 冷剂中进行测试,对样品材料有很大限制,同时不 适用于低温光学、热学等特性测试,后来逐渐被淘 汰,转而利用杜瓦容器冷却样品台结构^[26],如图 1(b) 所示。杜瓦容器 1 中储存制冷剂 2,样品 3 固定在 样品台 4 上,杜瓦容器和样品台均置于真空室 5 内, 样品台固定在杜瓦容器下方的冷头 7 上,制冷剂通 过冷头传热冷却样品台,冷头上设有加热器,根据 设定温度控制加热器的功率从而控制温度。

贮液式恒温器可以快速冷却样品,温度波动相 对较小,但是制冷剂的消耗非常大。

1.2 连续流动式低温恒温器

如图 2 所示, 连续流动式低温恒温器^[27] 由存储 在杜瓦容器 1 中的制冷剂冷却。制冷剂经由同轴传 输管 2 进入恒温器内部的蒸发器 3, 通过蒸发器将 冷量传递到样品台 4, 蒸发器和样品台都在真空室 5 内。蒸发器中有加热装置, 通过控制蒸发器中加 热功率以及制冷剂的流量实现对样品的控温, 蒸发 后的气体通过同轴传输管进入气体回收装置 6 中,



1.杜瓦容器; 2.输液管; 3.蒸发器; 4.样品台; 5.真空室; 6.气体 回收装置

Dewar container 2. transfer tube 3. evaporator 4. sample stage
 vacuum chamber 6. gas recovery device

图2 连续流动式低温恒温器示意图

Fig. 2 Schematic diagram of continuous flow cryostat

对废气进行回收利用。

连续流动式恒温器因杜瓦容器在真空室外,所 以体积相对小巧,可以侧放或倒放,更易联用,但输 液管传输制冷剂时也会损耗制冷剂,同时制冷剂的 蒸发会产生两相流,影响温度的稳定性。

1.3 闭循环低温恒温器

闭循环低温恒温器利用制冷机来代替制冷剂 提供冷量,并实现温度控制^[28],图 3 所示为 G-M 制 冷机,一级冷头 1 可以冷却到 65-80 K,二级冷头 2 冷却到 2-10 K,通过冷屏 3 屏蔽冷头之间的热辐射, 二级冷头传递冷量给与之相连的样品台 4。氦气通 过进气口和排气口 5 连接外部的压缩机。闭循环低 温恒温器消耗相对大量的电力,但不消耗制冷剂, 并且可以长时间连续运行,但相较于使用制冷剂的 恒温器而言,降温所需时间较长,另外由于制冷机 内存在运动部件,引入了机械振动。



1.一级冷头; 2.二级冷头; 3.冷屏; 4.样品台; 5.进气口和排气口 1. Primary cold head 2. secondary cold head 3. cold shield 4. sample stage 5. inlet and Outlet

图3 G-M 制冷机的低温恒温器

Fig. 3 Cryostat of G-M refrigerator

综上, 贮液式低温恒温器结构简单, 价格便宜, 升降温速度快; 但使用时会消耗大量制冷剂, 使用 成本高, 低温维持时间较短。连续流动式低温恒温 器体积小巧, 与其他设备联用方便, 低温维持时间 相对较长, 升降温速度快; 但使用成本高, 输液管也 会损耗制冷剂。闭循环低温恒温器不消耗制冷剂, 节省了使用成本, 可以长时间维持低温; 缺点是降 温速度慢,压缩机会带来振动影响温度稳定性。

2 低温恒温器和相关制冷技术的发展

在低温技术发展之初,使用低温液体作为冷源, 但低温液体保存时间非常短,导致无法获得一个稳 定的低温环境,所以低温技术发展非常缓慢。 1893年,Dewar^[29]首次报道了双层玻璃结构的低温 恒温器,后来被称为杜瓦瓶,这也是最早的贮液式 低温恒温器,大大降低了冷量损失,此后低温恒温 器进入了快速发展的阶段。1917年,Onnes发明了 连续流低温恒温器^[30],通过控制液氢流量能够实现 27-55 K之间温度稳定,误差控制在±0.01 K,大大提 高了低温维持时间。1960年,Gifford和McMahon^[31] 设计了一种结构简单的小型制冷机,利用西蒙绝热 膨胀的原理提供稳定的冷源,可以长时间的维持低 温环境,且不需要消耗制冷剂,大大降低了低温恒 温器的使用成本。

由制冷剂作为冷源的低温恒温器,发展早,已 经具有稳定的结构性能和成熟的商业化应用,虽然 成本高,但是制冷剂作为冷源的低温恒温器温度稳 定性好且无振动,目前在费米国家加速器实验室 (Fermilab)以及医学核磁共振等应用^[32,33]中基于低 温制冷剂的制冷方法仍是其他方法暂时无法完全 替代的。另一方面,以制冷机为冷源的闭循环低温 恒温器^[34-35],可以长期稳定地提供低成本冷量,自出 现就得到了长足的发展和应用,在实验室及大科学 装置中占据重要地位。

在低温恒温器的发展过程中,一个非常重要的 技术是减少冷量损耗。为了减少冷量损耗,主要通 过真空夹层以及多层绝热系统等方式实现。真空 容器将冷物质和环境中辐射或传导的热量隔离开^[35], 提供一个较为稳定的低温环境。多层绝缘技术 (MLI, Multi-Layer Insulation)是通过在低温恒温器 的冷壁和热壁之间设置多层辐射屏蔽层,对辐射进 行多次反射和折射来减小热负荷。2022年, Singh 等^[36]综述了辐射屏蔽的材料组成、几何形状以及空 间布置等因素对热负荷的影响。

对于制冷机制冷的低温恒温器而言,由于其内部机械结构的运动引入了大量的机械振动,一般使用橡胶波纹管作为低温冷却器和冷级之间的热连接以减少刚性机械接触。Kikuchi等^[37]在二级冷头设置了一个由银片制成的柔性连接,并在样品台下

设置了四根支撑杆,将振动抑制在 10 μm 以内。随 着制冷技术的发展,低振动的脉冲制冷机开始逐渐 取代 G-M 制冷机,因为脉冲制冷机的冷头上没有运 动部件,振动幅度更低。Li 等^[38]在脉冲制冷机的冷 头以及恒温器上的波纹管设置减振柔性连接,将振 动抑制到 50 nm 以下。2019 年,德国 Micke P等^[39] 设计了一款用于离子阱的 4 K 闭循环低温恒温器, 首先在声学上将噪音元素与安静区域分开,其次将 各种组件安装在连接到地板的减振支架上,最后在 真空系统中引入高度灵活的波纹管,将振动幅度抑 制在 10 nm 以下。

对于低温恒温器而言,足够的温度稳定性也很 重要,这很大程度上决定了测试的精度。对于 G-M 制冷机来说,二级冷头固有的温度波动约为 500 mK, 相关研究报道^[40-41],添加液氦池可以将 4 K 温区的 温度波动抑制到 50 mK 左右。进一步抑制温度波 动的方法主要有热容法和热阻法^[28,32,42],在冷头和样 品架之间添加热容或热阻材料,可以显著降低温度 波动,温度波动能够抑制在 0.2 mK^[43]以下。此外, 将热阻法和 PID(Proportional-Integral-Derivative)控 制结合可将温度波动抑制到 0.021 mK^[44]。

3 当前液氦温区商用低温恒温器的主要产品

目前基于制冷剂制冷和 G-M 制冷机制冷的商 业低温恒温器发展已经较为成熟,各种类型的低温 恒温器在市场上均有丰富的产品,制冷方式、温度 范围、冷却时间等也不尽相同,不同公司根据不同 的应用场景需求也有着不同的设计。这里介绍几 款性能优越的产品及相关设计。

3.1 连续流动式低温恒温器商业产品

以制冷剂为冷源的低温恒温器可以快速且稳 定地获得低温环境,其中连续流恒温器因为装置重 量轻、体积小,能够支持更长时间的实验,对液氦的 消耗相对较小,且容易与各种测量仪器搭配在一起, 所以更加受科研人员的青睐。表1中给出了几款性能 优越的液氦连续流制冷恒温器产品及其主要参数。

从表格中可以看出,英国Oxford公司的产品是 市面上液氦消耗量相较小的; ARS公司的LT3型恒 温器具有最高的温度稳定性; CIA公司产品能够冷 却到更低的温度; Janis 的产品综合来说性能较为 均衡。

英国 Oxford 公司生产的 Optistat CF-X^[45], 从室

| | Tab. 1 Related parameters of | Related parameters of commercial liquid helium continuous flow cryostat | | | | |
|--------------|------------------------------|---|----------------|---------|--|--|
| 生产公司和型号 | 液氦消耗速度 | 温度范围 | 冷却时间 (到 4.2 K) | 温度稳定性 | | |
| Oxford CF-V | <0.55 L/h | 2.3–500 K | 10 min | ±100 mK | | |
| Oxford CF-X | <0.55 L/h | 4.2–500 K | 25 min | ±100 mK | | |
| ARS LT3 | 0.7 L/h | 4.2-350 K | 20 min | <2 mK | | |
| ARS LT4 | | 4.2-350 K | 20 min | <100 mK | | |
| CIA RC110 | 0.75 L/h | 1.8-300 K | 10 min | ±5 mK | | |
| CIA RC102 | 0.55 L/h | 1.8-300 K | 10 min | ±50 mK | | |
| Janis ST-100 | 0.6 L/h | 2-500 K | 15 min | ±50 mK | | |
| Janis ST-200 | 0.6 L/h | 2.5–500 K | 15 min | ±50 mK | | |

表1 商用液氦连续流低温恒温器相关参数



- 图4 不同公司生产的连续流液氦恒温器示意图。(a)Oxford 公司的 Optistat CF-X 型恒温器,(b)ARS 公司的 LT3 型恒温器,(c) CIA 公司的 RC102 型恒温器
- Fig. 4 Schematic diagram of continuous flow liquid helium cryostats produced by different companies. (a) Optistat CF-X cryostat from Oxford Company, (b) LT3 cryostat from ARS Company, (c) RC102 cryostat from CIA Company

温降到 4.2 K 需要 25 min, 其产品结构如图 4(a) 所示, 样品通过样品杆从顶部装载, 装载完成后, 样品 杆可垂直移动 32 mm, 移动精度 0.5 mm, 也可以旋 转, 可以很好地满足光学性能测试。同时顶部装载 的样品杆可以支持快速换样, 减少换样时间。但其 温度稳定性相对较低, 在±100 mK 以内。同时, 其液 氦消耗速度是市场上最低的, 小于 0.55 L/h。主要 原理是使用了 LLT(Low-Temperature Liquid Transfer) 液氦传输管^[46], 在液氦传输管外面有一个真空空间, 可以将液氦制冷剂与周围环境隔开。在系统开始 工作之前, 液氦传输管被抽到高真空, 减少了传输 损耗,从而实现市场上最低的液氮消耗量。

在连续流液氦恒温器中,长距离连续传输液氦 的过程中,一些液氦被气化,这种气体不能从传输 管道中排出,形成了气液两相流,液氦蒸气和液氦 分别与冷头撞击时,会造成温度的不稳定,尤其是 在 6-20 K 范围内温度波动较大。

美国 ARS 公司^[47] 生产的 LT3 型液氦恒温器结构如图 4(b) 所示,温度波动小于 2 mK,是市面上温 控精度最高的产品。

他们在液氦传输管中采用了同轴屏蔽传输线 结构,如图 4(b)插图所示,在同轴屏蔽线中心管外 设置一个喷嘴,中心管外通入屏蔽流,喷嘴可以使 屏蔽流中的压力和温度下降,从而让中心管内的液 氦过冷,防止产生氦气,保证中心管内通过100%的 液氦流。此外,还在液氦与样品之间采用独特的矩 阵热交换器来替代传统的液氦池,防止了液氦沸腾 产生气泡带来的振动,从而使温度稳定在±2 mK 以 内。但是由于增加了屏蔽流增加了液氦的总消耗 量,液氦消耗量相对其他产品较高。

为了解决这个问题,美国 Cryo Industries of America(CIA)公司^[48]提供了另一种解决方案,增加 了一个金属的气液两相分离器,在 6-20 K 温度范围 内时,将传输管道内的液氦全部汽化,只使用气相 冷却冷头,从而使温度稳定。在这个过程中,液氦 的流量相应减少,但是由于使用液氦蒸气冷却也增 加了液氦的消耗量。 该公司生产的 RC102 连续流低温恒温器如 图 4(c) 所示, RC102 型低温恒温器的液氦消耗速度 为 0.55 L/h, 温度稳定在±50 mk。RC110 型在 RC102 的基础上增设了一个气液两相分离器,可以 将液氦中蒸发的氦气和液氦分离,从而消除温度波 动,温度稳定在±5 mK,但液氦消耗速度增加到 0.75 L/h。RC110 型和 RC102 型从室温冷却到 4.2 K 只 需要 10 min,最低温度能够达到 1.8 K。

3.2 闭循环低温恒温器商业产品

相比于制冷剂作为冷源,制冷机制冷的低温恒 温器受结构、材料等因素的限制更小,可以针对性 的进行设计,从而应用到更多领域,越来越多的研 究人员开始以制冷机为冷源搭建低温平台。表2中 收集了一些知名的制冷机制冷的恒温器,给出了制 冷量以及温度稳定性等相关参数。

表 2 商用制冷机制冷的低温恒温器相关参数

| Tab. 2 | Related parameters | of commercial | refrigerator-cooled | cryostats |
|--------|--------------------|---------------|---------------------|-----------|
|--------|--------------------|---------------|---------------------|-----------|

| 生产公司和型号 | 制冷量 | 最低温度 | 冷却时间 (到 4.2 K) | 温度稳定性 |
|----------------|-------------|--------|----------------|---------|
| Cryomech ULV | ≥0.5 W@4.2K | 3.2 K | 4 h | ±5 mK |
| ARS DE-202SE | 0.1 W@4.2K | <4.2 K | 1.5 h | ±100 mK |
| ARS DE-204SE | 0.2 W@4.2K | <4.2 K | 1.5 h | ±100 mK |
| Oxford DryBLV | 0.2 W@4.2K | <3 k | 2.5 h | ±100 mK |
| Oxford DryTLEX | 0.16 W@4.2K | <4 K | 6 h | ±100 mK |
| Janis SHI-4-10 | 1.0 W@4.2K | <4 K | 1 h | ±50 mK |
| Janis SHI-4-18 | 1.8 W@4.2K | <4 K | 1 h | ±50 mK |

在这些产品中 Cryomech 公司的恒温器具有最好的温度稳定性; ARS 公司产品能够将振动抑制到 3-5 nm 的极低水平; Oxford 公司的恒温器可以快速 换样; Janis 公司的恒温器可选配住友集团不同制冷 功率的制冷机。针对 G-M 制冷机内部结构的移动 带来振动这个问题, 各公司通过设计不同的样品架 以及冷头之间的传递结构来解决。

美国 Cryomech 公 司 的 ULTRA LOW-VIBRATION 4K CRYOSTAT 产品如图 5(a) 所示^[49], 采用了套筒和液氦储层设计,将制冷机冷端与样品 空间隔开,保证了样品空间和制冷机冷端之间没有 机械接触,从而降低振动。与此同时液氦储层中积 累的液氦增加了热惯性,从而拥有出色的温度稳定 性。该产品 4.2 K 时能提供 0.5 W 的制冷量,最低 温度能够达到 3.2 K,从室温冷却到 4.2 K 需要 4 h, 是市场上制冷机制冷的恒温器中温度稳定性相对 较好的产品,可以控制在±5 mK 以内。

ARS 公司^[47]的 DS-CS204AF-DMX-20-R5 闭循

环恒温器结构如图 5(b)所示,使用氦交换气体将制 冷机冷端和样品空间隔开,同时设置有橡胶波纹管, 减小了振动,这可以杜绝大部分的振动传递到样品 空间,最大限度地减少了传递给样品的振动,将振 动幅度抑制在 3-5 nm 的极低水平。不过由于使用 氦气交换制冷,制冷效率相对较低,同时由于氦气 的流动,温度稳定性不高,维持在±100 mK 范围内。

此外,由于制冷机制冷从室温冷却到低温需要 较长时间,更换样品时重新冷却往往需要大量时间。 为了解决这个问题,可以通过相关设计从而实现快 速换样。英国 Oxford 的闭循环恒温器 DryTLEX^[45] 将制冷机与样品室隔开,从样品室顶部插入样品杆, 更换样品仅需要五分钟,如图 5(c)。同时整个恒温 器装置可以在光具座上固定,更换样品后无需重新 对准,可直接进行测量,适用于多个样品的测试。 初次制冷时间需要 6 h。

美国 Janis^[50] 的闭循环制冷机恒温器使用日本 住友集团的制冷机,该公司的制冷机种类丰富,在



- 图5 不同公司的闭循环低温恒温器。(a)Cryomech公司的低振动闭循环恒温器,(b)ARS公司的低振动闭循环恒温器,(c)Oxford公司的闭循环低温恒温器
- Fig. 5 Closed-cycle cryostats from different companies. (a) Low-vibration closed-cycle cryostat from Cryomech, (b) low-vibration closed-cycle cryostat from ARS, (c) closed-cycle cryostat from Oxford

4.2 K 的制冷量从 0.2 到 2.0 W 可供选择,同时冷却时间只需要 1 h,是市面上降温时间最短的产品。

4 国内低温恒温器及相关技术进展

国内的低温研究工作始于上世纪 50 年代开始 的。1966年,周洁等^[25]使用贮液式低温恒温器,在 样品周围套一个黄铜管作为加热电源,控制温度, 实现了 20-300 K之间的电学测量。1979年,中国 科学院物理研究所研制成功氦连续流动恒温器^[51], 通过控制样品架上加热丝电流大小控制样品温度, 可以在 4.2-300 K 宽温度范围内实现±0.1 K 的精度。 1990年,合肥低温电子研究所郭良珠等^[52]利用自行 研制的 G-M 制冷机搭建了一款闭循环恒温器,能够 在 4.4 K 温度下连续运行 30.5 h,制冷温度范围 3.7-4.5 K 可调,制冷量≥1.8 W,降温时间小于 3.75 h。

2013年,中国电子科技集团第十六研究所丁先 庚等^[53]设计了一款贮液式的液氦恒温器,用于低温 下的超导重力仪,温度稳定在<5 mK内,稳态工作 时,液氦蒸发量约为0.8 L/h。2022年,上海技物所^[54] 使用四级脉冲管预冷 J-T 循环进行制冷,最低端温 度降至1.8 K,能够连续运行360h保证温度波动< 6 mK;中国电子科技集团第十六研究所^[55]使用两级 脉冲管预冷 J-T 循环,在最低端温度达到2 K 以下 的同时将整机重量控制在45 kg 以内。

除了研究所之外,国内很多公司也积极自主开 发新产品,应用于科研和工业。如中船重工鹏力(南 京)超低温技术有限公司^[56]研制了一款用于量子电 阻测量的低温强磁场系统,使用4K级G-M制冷机 作为冷源,实现1.5K极低温和8T强磁场的应用环 境。赋同量子科技(浙江)有限公司^[57]公开了一种 用于亚开尔文温区多点取冷的装置,通过设置多个 冷凝器,可实现氦吸附式制冷机等亚开尔文温区制 冷系统的连续不间断取冷。仪晟科学仪器(嘉兴) 有限公司^[58]发明了一款低温金刚石氮空位色心光 学显微镜,在低温恒温器内部的高真空腔室内集成 了高分辨率磁学成像显微镜扫描头,可对磁学材料 进行低温环境下的研究。

由于国产设备目前达不到 50 mK 的极低温^[9]、 振动抑制也达不到 3-5 nm^[47]的精度,所以在极低温、 极低振动等测试场合下不得不采用进口产品,这使 得国产设备的研制及推广受到一定的影响。

下面介绍作者自主研发的一款低温薄膜电阻 测试仪,以展示低温恒温器与其他设备联用的场景。 该套设备基于液氮恒温器,可以实现 100-700 K 宽 温区薄膜方阻的测量。结构如图 6 所示,由真空系 统、液氮室、电阻率测试系统以及温控系统组成,样 品台置于真空室内,真空系统提供一个稳定的真空 环境,减少热传导和对流换热从而减小冷量损失。 液氮室下方冷头上设有温度传感器和加热棒,温控 仪通过冷头上的温度传感器测量冷头上的温度,通 过控制冷头上加热棒的加热功率,利用冷热对冲实 现温度稳定。该设备在 100 K 温度可以维持 5 h,通 过 PID 控温可以将温度波动抑制 50 mK 以下。该 结构可以实现宽温区无损测量,并可以快速换样。

5 总结和展望

实验用低温恒温器主要有贮液式、连续流动式 以及闭循环式三种,使用制冷剂和制冷机为冷源。



图6 武汉嘉仪通低温薄膜电阻测试仪系统与样品台结构示意图

Fig. 6 Schematic diagram of the low-temperature film resistance tester system and sample stage of Wuhan Jouleyacht Company

在低温恒温器的研制中,面临的主要问题有减少漏 热、抑制振动以及温度波动等。为了解决这些问题, 可以通过设计真空夹层,多层绝热系统、隔振台、柔 性连接、增加液氦池、使用热容热阻材料等方法来 解决,根据不同的需求针对性地设计相关产品从而 满足需求。

随着低温技术的不断发展,低温下的测试应用 逐渐广泛,这也对低温恒温器有了更高的要求。低 温恒温器的发展趋向于小型化和便捷化,这要求复 合制冷机的进一步改进同时还需要快速换样;为了 解决振动和温度波动带来的影响,对制冷机的结构 还可以做进一步优化;为了减少冷量损失和环境热 量辐射,需要探索更多绝热屏蔽系统。此外,光制 冷与磁制冷还有很大的发展空间,可以探索相关的 制冷材料从而获得更高的制冷量。国内的产品近 些年发展迅速,性能逐渐接近国际水平,但在品牌 影响力和应用普及性等方面和国际产品相比还有 一定差距,未来可以进一步发展。

致谢

感谢北京大学物理学院斯梦亭博士对本论文 修改提出的宝贵建议。

参考文献

- [1] Sozzi E, Nilsson F, Kajtez J, et al. Generation of human ventral midbrain organoids derived from pluripotent stem cells[J]. Current protocols, 2022, 2(9): e555
- [2] Cantat-Moltrecht T, Cortiñas R, Ravon B, et al. Longlived circular Rydberg states of laser-cooled rubidium atoms in a cryostat[J]. Physical Review Research, 2020,

2(2):022032

- [3] Dutt S, Erickson D, Sivanandam S, et al. Preliminary mechanical design of the Gemini Infrared Multi-Object Spectrograph (GIRMOS) Cryostat[C]//Ground-based and Airborne Instrumentation for Astronomy VIII. SPIE, 2020, 11447: 1516-1536
- [4] Komandin G A, Anzin V B, Ulitko V E, et al. Optical cryostat with sample rotating unit for polarization-sensitive terahertz and infrared spectroscopy[J]. Optical Engineering, 2020, 59(6): 061603–061603
- [5] Ardenkjær Larsen J H, Bowen S, Petersen J R, et al. Cryogen - free dissolution dynamic nuclear polarization polarizer operating at 3.35 T, 6.70 T, and 10.1 T[J]. Magnetic Resonance in Medicine, 2019, 81(3): 2184–2194
- [6] Behler S, Rose M K, Dunphy J C, et al. Scanning tunneling microscope with continuous flow cryostat sample cooling[J]. Review of scientific instruments, 1997, 68(6): 2479–2485
- [7] Alduino C, Alessandria F, Balata M, et al. The CUORE cryostat: An infrastructure for rare event searches at millikelvin temperatures[J]. Cryogenics, 2019, 102; 9–21
- [8] Pilbratt G L, Riedinger J R, Passvogel T, et al. Herschel Space Observatory-An ESA facility for far-infrared and submillimetre astronomy[J]. Astronomy & Astrophysics, 2010, 518: L1
- [9] Quantum Design Inc. [EB/OL]. USA. 2023. https://qdusa. com/
- [10] Hannachi E, Slimani Y, Ekicibil A, et al. Magneto-resistivity and magnetization investigations of YBCO superconductor added by nano-wires and nano-particles of titanium oxide[J]. Journal of Materials Science:Materials in Electronics, 2019, 30; 8805–8813
- [11] Hu D S, Yuan B, Bai B, et al. Study on sample variable

temperature environmental equipment technology in China spallation neutron sourc[J]. Cryogenics, 2019(228): 17-20(胡海韬, 袁宝, 白波, 等. 中国散裂中子源样品变 温环境设备技术 [J]. 低温工程, 2019(228): 17-20(in chinese))

- [12] Chen G B, Tang K. Principle of small low-temperature refrigeration machine[M]. Beijing: Science Publishers, 2010 (陈国邦, 汤珂. 小型低温制冷机原理 [M]. 北京: 科学出版社, 2010 (in chinese))
- [13] Zhang T. Theoretical and experimental investigations on multi-stage precooling JT hybrid cryogenic technology around 2 K and below[D]. University of Chinese Academy of Sciences(Shanghai institute of technical physics Chinese academy of sciences), 2022 (张涛. 2K 及以下极 低温区多级预冷 JT 复合制冷技术的理论与实验研究 [D]. 中国科学院大学 (中国科学院上海技术物理研究 所), 2022 (in chinese))
- [14] Duband L, Prouve T, Bock J, et al. Sub-kelvin cooling for the bicep array project[J]. arXiv preprint arXiv:2009, 0999, 7: 2020
- [15] Zu H, Dai W, de Waele A. Development of dilution refrigerators—A review[J]. Cryogenics, 2022, 121: 103390
- [16] Uhlig K. 3He/4He dilution refrigerator with pulse-tube refrigerator precooling[J]. Cryogenics, 2002, 42(2): 73–77
- [17] Gottschall T, Skokov K P, Fries M, et al. Making a cool choice: the materials library of magnetic refrigeration[J].
 Advanced Energy Materials, 2019, 9(34): 1901322
- [18] Daunt J G. The Magnetic Refrigerator for Temperatures below 1° k[J]. Proceedings of the Physical Society. Section B, 1957, 70(7): 641
- [19] Samani M, Scheller C P, Sedeh O S, et al. Microkelvin electronics on a pulse-tube cryostat with a gate Coulombblockade thermometer[J]. Physical Review Research, 2022, 4(3): 033225
- [20] Sheik-Bahae M, Epstein R I. Optical refrigeration[J]. nature photonics, 2007, 1(12): 693–699
- [21] Püschel S, Kränkel C, Tanaka H. Ytterbium-doped KY3F10 as a promising material for optical cryocoolers
 [C]//Photonic Heat Engines: Science and Applications V. SPIE, 2023, 12437: 23-28
- [22] Mardini-Bovea J, Torres-Díaz G, Sabau M, et al. A review to refrigeration with thermoelectric energy based on the Peltier effect[J]. Dyna, 2019, 86(208): 9–18
- [23] Xu Y, Li Z, Wang J, et al. Man-portable cooling garment with cold liquid circulation based on thermoelectric refrigeration[J]. Applied Thermal Engineering, 2022, 200: 117730
- [24] Chen S M, Shi Y M. Brief introduction of cryostat[J]. Cryogenics & Superconductivity, 2009, 37(06): 1-5 (陈

书敏,石玉美. 低温恒温器简介 [J]. 低温与超导, 2009, 37(06): 1-5 (in chinese))

- [25] Zhou J, Wang Z G, Liu Z G, et al. Low temperature electrical properties of silicon material[J]. Acta Physica Sinica, 1966(04): 404-411 (周洁, 王占国, 刘志刚, 等. 硅的低 温电学性质 [J]. 物理学报, 1966(04): 404-411 (in chinese))
- [26] Brebner J L, Mooser E. Cryostat for optical measurements between 300° K and 4.2° K[J]. Journal of Scientific Instruments, 1962, 39(2): 69
- [27] Kandori A, Ueda M, Ogata H, et al. Development of semiportable DC-SQUID magnetometer[J]. IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 1995, 5(2): 2474– 2477
- [28] Dong B, Zhou G, Liu L Q, et al. A new cryostat for precise temperature control[C]//AIP Conference Proceedings. American Institute of Physics, 2013, 1552(1): 825-829
- [29] Dewar J, Fleming J A. XXVI. The electrical resistance of metals and alloys at temperatures approaching the absolute zero[J]. The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science, 1893, 36(220): 271–299
- [30] Onnes H K. Methods and apparatus used in the cryogenic laboratory. XVII. Cryostat for temperature between 27 K and 44 K[C]//KNAW, Proceedings. 1917, 19: 1049-1058
- [31] McMahon H O, Gifford W E. A New Low-Temperature Gas Expansion Cycle: Part I[C]//Advances in Cryogenic Engineering: Proceedings of the 1959 Cryogenic Engineering Conference University of California, Berkeley, California September 2–4, 1959. Springer US, 1960: 354-367
- [32] Capozzi A. Design and performance of a small bath cryostat with NMR capability for transport of hyperpolarized samples[J]. Scientific Reports, 2022, 12(1): 19260
- [33] Koshelev S, Tope T, Theilacker J, et al. Design of the cryostat for High Field Vertical Magnet Testing Facility at Fermilab[C]//IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. IOP Publishing, 2022, 1240(1): 012081
- [34] Ferreira-Teixeira S, Carpinteiro F, Araújo J P, et al. Versatile Seebeck and electrical resistivity measurement setup for thin films[J]. Review of Scientific Instruments, 2021, 92(4): 043904
- [35] Wiens E, Kwong C J, Müller T, et al. A simplified cryogenic optical resonator apparatus providing ultra-low frequency drift[J]. Review of Scientific Instruments, 2020, 91(4): 045112
- [36] Singh D, Singh M K, Singh V. Quantifying the Performance of Multilayer Insulation Technique for Cryogenic

Application[C]//Proceedings of the National Workshop on Recent Advances in Condensed Matter and High Energy Physics: CMHEP-2021. Singapore: Springer Nature Singapore, 2022: 163-168

- [37] Kikuchi K, Yamada T, Kohjiro S. Development of superconductor-insulator-superconductor (SIS) terahertz receiver with mechanical and thermal vibration-reduced cryocooler[J]. IEEE transactions on applied superconductivity, 2010, 21(3): 649–653
- [38] Li R, Ikushima Y, Koyama T, et al. Vibration-free pulse tube cryocooler system for gravitational wave detectors, part ii: cooling performance and vibration[C]//Cryocoolers 13. Springer US, 2005: 703-710
- [39] Micke P, Stark J, King S A, et al. Closed-cycle, low-vibration 4 K cryostat for ion traps and other applications
 [J]. Review of Scientific Instruments, 2019, 90(6): 065104
- [40] Li R, Onishi A, Satoh T, et al. A simple method of temperature stabilization for 4 K GM cryocooler[C]//Proceedings of the Sixteenth International Cryogenic Engineering Conference/International Cryogenic Materials Conference. Elsevier Science, 1997: 355-358
- [41] Okidono K, Oota T, Kurihara H, et al. Temperature oscillation suppression of GM cryocooler[C]//Journal of Physics: Conference Series. IOP Publishing, 2012, 400(5): 052026
- [42] Allweins K, Qiu L M, Thummes G. Damping of intrinsic temperature oscillations in a 4 K pulse tube cooler by means of rare earth plates[C]//AIP Conference Proceedings. American Institute of Physics, 2008, 985(1): 109-116
- [43] Dubuis G, He X, Božović I. Sub-millikelvin stabilization of a closed cycle cryocooler[J]. Review of Scientific Instruments, 2014, 85(10): 103902
- [44] Gao B, Pan C, Chen Y, et al. Realization of an ultra-high precision temperature control in a cryogen-free cryostat
 [J]. Review of Scientific Instruments, 2018, 89(10): 104901
- [45] Oxford Instrument, Inc. Product list, [EB/OL]. 2023. https://andor.oxinst.com/products/optical-cryostats-forspectroscopy
- [46] van der Linden P, Vitoux H, Steinmann R, et al. An open flow helium cryostat for synchrotron x-ray diffraction experiments[C]//Journal of Physics: Conference Series. IOP Publishing, 2013, 425(1): 012015
- [47] Advanced Research Systems, Inc. Product list, [EB/OL]. 2023. https://www.arscryo.com/helium-flow-cryostats
- [48] Cryo Industries of America. Product list, [EB/OL]. 2023. http://www.cryoindustries.com/index.html

- [49] Cryomech Inc. Product list, [EB/OL]. 2023. https://www. cryomech.com/cryostats/
- [50] Lake Shore Cryotronics. Product list, [EB/OL]. 2023. https://www.lakeshore.com/products/categories/environment-by-janis/lhe-and-ln-cryostats
- [51] Zhu Y Z, Shao X Y. 4.2—300K liquid helium continuous flow thermostat[J]. Low Temperature Physical Letters, 1979(04): 295–298 (朱元贞, 邵岫渝. 4.2—300K 液氦 连续流动恒温器 [J]. 低温物理, 1979(04): 295–298 (in chinese))
- [52] Guo L Z, Wang G X, Feng S R. Experimental study on the performances of a 4.4K cryostat[J]. Cryogenics & Superconductivity, 1990(03): 9–12 (郭良珠, 王国香, 冯寿 仁. 4.4K 制冷恒温器制冷特性的实验研究 [J]. 低温与 超导, 1990(03): 9–12 (in chinese))
- [53] Ding X G, He C F, Zhang J F, et al. Development of liquid helium cryostat for superconductor gravimeter[J]. Cryogenics & Superconductivity, 2013, 41(08): 5-9 (丁 先庚,何超峰,张俊峰,等. 超导重力仪用液氦恒温器研 制 [J]. 低温与超导, 2013, 41(08): 5-9 (in chinese))
- [54] Dang H Z, Zhang T, Zhao B J, et al. A hybrid cryocooler achieving 1.8 K with He-4 as the only working medium and its application verification[J]. Chinese Science Bulletin, 2022, 67(09): 896–905 (党海政, 张涛, 赵帮健, 等. 以氦-4 为唯一工质的 1.8 K 复合制冷机及其应用验证 [J]. 科学通报, 2022, 67(09): 896–905 (in chinese))
- [55] Yuan H Q, Yin C L, Man C C. Development of the hybrid cryocooler in 2K temperature range[J]. Cryogenics & Superconductivity, 2022, 50(12): 81-85 (袁汉钦, 尹传林, 满长才. 2K 温区复合制冷机发展 [J]. 低温与超导, 2022, 50(12): 81-85 (in chinese))
- [56] Liu H, Wang H, Chen S Z, et al. R&D of superconducting magnet and cryogenic system for quantum resistance measurement[J]. Cryogenics & Superconductivity, 2022, 50(02): 1-4 (刘辉, 王晖, 陈顺中, 等. 用于量子电阻测量超导磁体及低温系统的研制 [J]. 低温与超导, 2022, 50(02): 1-4 (in chinese))
- [57] Futong Quantum Technology (Zhejiang) Co., Ltd. A device for multi-point cooling in subkelvin temperature zone: CN202211675692.0[P]. 2023-04-04 (赋同量子科技(浙江)有限公司.一种用于亚开尔文温区多点取冷的 装置: CN202211675692.0[P]. 2023-04-04 (in chinese))
- [58] Yisheng Scientific Instruments (Jiaxing) Co., Ltd. A low-temperature diamond nitrogen-vacancy color center optical microscope: CN202210354343.2[P]. 2022-07-29 (仪 晟科学仪器 (嘉兴) 有限公司. 一种低温金刚石氮空位 色心光学显微镜: CN202210354343.2[P]. 2022-07-29 (in chinese))