

文件编号：Q/WU FLHA19020016R011

版本号：V1.1

受控状态：

分发号：

物质科学公共实验平台 质量管理文件

无液氦综合物性测量系统 Dynacool 操作规程

2022 年 11 月 01 日发布

年 月 日实施

物质科学公共实验平台 发布

目录

1. 目的	4
2. 范围	4
3. 职责	4
4. 综合物性分析实验室安全管理规范	4
5. 综合物性分析实验室设备管理规范	5
6. Dynacool 使用注意事项	8
7. 系统状态检查及准备	8
8. 样品的安装和测试（以 DC 测量为例）	10
9. Sequence 编写及测量	12
10. 测试结束	15
11. 技术参数	15
12. Dynacool 数据的处理	18
13. 相关/支撑性文件	19

1. 目的

建立无液氦综合物性测量系统（以下简称 Dynacool）标准操作流程，使其被正确、规范的使用。

2. 范围

本规程适用于所有使用无液氦综合物性测量系统 Dynacool 的用户。

3. 职责

- 3.1 用户应严格按照本程序操作，不得进行培训内容以外的操作，发现异常情况请及时汇报实验室技术员。
- 3.2 用户有保持实验室整洁的义务，未经技术员允许不得动用房间内的任何物品。
- 3.3 实验室技术员应确保操作人员经过相关培训，并按本规程进行操作。

4. 综合物性分析实验室安全管理规范

4.1 实验人员进入实验室前必须通过学校相关安全准入培训，应熟悉消防安全基本知识、化学危险品安全知识、用电/用水/用气常识；所有实验人员应了解消防器具与紧急逃生通道位置，实验过程中做好防护措施；严禁无关人员进入实验室。

4.2 实验人员应穿戴整齐，服装应符合实验要求，严禁穿凉鞋、高跟鞋。

4.3 经培训考核后方可操作仪器，严格遵守仪器标准操作规程并做好实验记录；严禁私自将实验室物品带离实验室；未经考核者严禁触碰和使用仪器。

4.4 应如实填写、告知样品的真实信息，严禁测试有毒有害或有可能损害设备的物质。

4.5 仪器使用中碰到任何疑问、异常和故障报警，及时联系仪器设备责任人，严禁盲目操作。

4.6 严格遵守实验室的各项安全警示、标识；严禁心脏起搏器或金属关节的使用者接近磁体，切勿携带铁磁性物质，如钥匙、手表、耳机、手机、银行卡等物品靠近磁体；不要在磁体附近使用螺丝刀、扳手等易磁化工具，严禁碰撞磁体。

4.7 进入综合物性分析实验室后应远离磁体，除放样品之外，应保持在五高斯线（黄色警示线）范围以外；不要在实验室频繁走动，以免对实验造成干扰。

4.8 严禁戴手套接触门把手、鼠标、键盘；将实验废弃物、普通垃圾、废液、尖锐物等进行分类处理，禁止随意丢弃；禁止将锐器、玻璃、枪头丢弃在常规垃圾箱中。

4.9 实验室应保持整洁，严禁摆放与实验无关的物品如食品和饮料等；严禁在实验室进食

与吸烟；严禁携带动物进入实验室；应及时将个人物品带离实验室。

4.10 因人为原因造成仪器故障或损坏的，其导师课题组须承担相关责任。

4.11 非常规实验应提前与技术员沟通，须技术员同意并指导方可进行。

4.12 保持试验区整洁，相关工具放置在指定位置；样品制备、装送样品时必须戴手套，禁止直接用手触摸样品台及样品架；

4.13 低温实验时，若发现磁体温度过高，液氮面低于安全值，应立即停止实验并将磁场降为零。

4.14 统一使用综合物性分析实验室规定的数据传输、下载方式，严禁使用 USB 拷贝数据；严禁查看、下载其他人的数据；严禁私自修改电脑、安装软件等；严禁私自接入网络；严禁私自使用远程控制软件。

4.15 灌输液氮、液氮时应穿戴实验服、护目镜、低温手套等，打开排风及门窗，防止窒息进入实验室的所有师生应熟悉消防安全基本知识、化学危险品安全知识、用电/用水/用气常识；综合物性分析实验室通道及消防紧急通道必须保持畅通，所有实验人员应了解消防器具与紧急逃生通道位置。

5. 综合物性分析实验室设备管理规范

5.1 无液氮综合物性测量系统使用制度

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

综合物性测量系统使用方案分为五类：

- 1) 培训测试：用户提出培训申请，技术员安排培训。培训时需用户准备样品并制样，培训内容包括：实验室规章制度说明，Dynacool 基本原理、硬件构造及各部分功能；常规样品制样、仪器的标准操作流程，数据处理及测试注意事项。该过程中用户在技术员指导下进行仪器操作并进行数据处理。
- 2) 自主测试-初级：用户独立制样、装样；独立操作 Dynacool 使用电阻测量选件及磁场实验。
- 3) 自主测试-中级：用户独立制样、装样；独立使用部分选件，包括转角杆选件、磁扭矩选件、高级电输运选件、比热选件、多功能样品杆、高压包和磁测量选件；每个测量选件都要进行单独培训。

- 4) 自主测试-高级：用户独立制样、装样；独立操作并使用稀释制冷机选件。
- 5) 送样测试：用户预约时提供样品信息及测试要求；用户负责制样，技术员操作仪器并做基本数据处理；

该仪器的使用实行预约制度，请使用者根据样品的测试要求在学校“大型仪器共享管理系统”(以下简称大仪共享)进行预约，并按照规定在实验记录本上做详细记录。

5.2 预约制度

为充分利用仪器效能、服务全校科研工作，根据测试内容与时间的不同，综合物性分析实验室实行 7×24 小时预约制度。根据预约制度可登陆大仪共享网站最少提前 2 小时预约机时；寒暑假及国庆、春节假期至少提前 2 天预约机时。特殊选件的使用需要提前与技术员沟通确定测试时间。

请严格遵守预约时间使用仪器，以免浪费机时。如需调换时间段，在技术员同意下可与其他使用者协商。因故不能在预约时间内测试者，请提前 2 小时取消预约并通知技术员。如无故不遵预约时间，将被取消一个月的预约资格。

- 1) 校内使用者须经过技术员的实验操作培训，考核合格后方可上机使用；
- 2) 实验开始时务必在实验记录本上登记，结束时如实记录仪器状态；
- 3) 严禁擅自处理、拆卸、调整仪器主要部件。使用期间如仪器出现故障，使用者须及时通知技术员，以便尽快维修或报修，隐瞒不报者将被追究责任，加重处理；
- 4) 因人为原因造成仪器故障(如硬件损坏)，其导师课题组须承担维修费用；
- 5) 不可擅自做除培训操作之外的测试，如有需求请务必联系技术员；
- 6) 测试数据不允许在仪器电脑中删改，尤其不允许用 U 盘与移动硬盘直接拷贝。使用者应根据要求通过‘公共仪器共享存储平台’下载原始数据至本地电脑，以保存并做数据处理；实验数据在本实验室电脑中保留 2 个月。
- 7) 使用者应保持实验区域的卫生清洁，测试完毕请及时带走样品，本实验室不负责保管样品。使用者若违犯以上条例，将酌情给予警告、通报批评、罚款及取消使用资格等惩罚措施；
- 8) 严禁夜间无人值守时进行磁场实验。

5.3 培训考核制度

校内教师、研究生均可提出预约申请，由技术员安排时间进行培训，培训分为三部分：

第一部分：由实验室负责人或仪器负责人介绍实验室规章制度、安全管理规范、仪器设备

原理、基本硬件知识。

第二部分：上机培训，内容包括：样品送样及制样、仪器标准操作规程（自主测试-初、中、高级 SOP）、相应数据处理。

第三部分：上机培训结束后，培训者需在两周内进行至少两次自主上机预约，在实验室技术员的监督下进行独立操作。

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

注意：培训通过后用户需保证每 2 月至少 1 次的自主上机测试，若超过该时间需要重新联系实验室技术员监督考核，否则将无法预约该仪器设备。

对接受培训人员的核心要求：

- 1) 熟悉 PPMS-Dynacool 的原理、构造及各部分的功能，严格遵守仪器部件的注意事项，在突然停电时能及时处理仪器并上报，关注仪器各部件有无异常；
- 2) 熟练掌握 PPMS-Dynacool 以及测试参数设置，严格按照标准操作规程操作，防止因人为操作不当造成仪器故障，特别是样品托、样品杆的损坏（此种情况属人为事故，所属课题组须承担维修费用），认真做好 PPMS-Dynacool 的使用及故障记录。

5.3 仪器故障报告

- 1) 仪器使用过程中，仪器出现故障及错误提示信息时：应即时通知技术员；
- 2) 请在第一时间将故障及错误提示信息截屏，并保存在桌面“screenshot”文件夹，截屏文件命名请按照“日期-用户名”；在《仪器设备使用记录本》中做简要说明。

5.4 数据存储制度

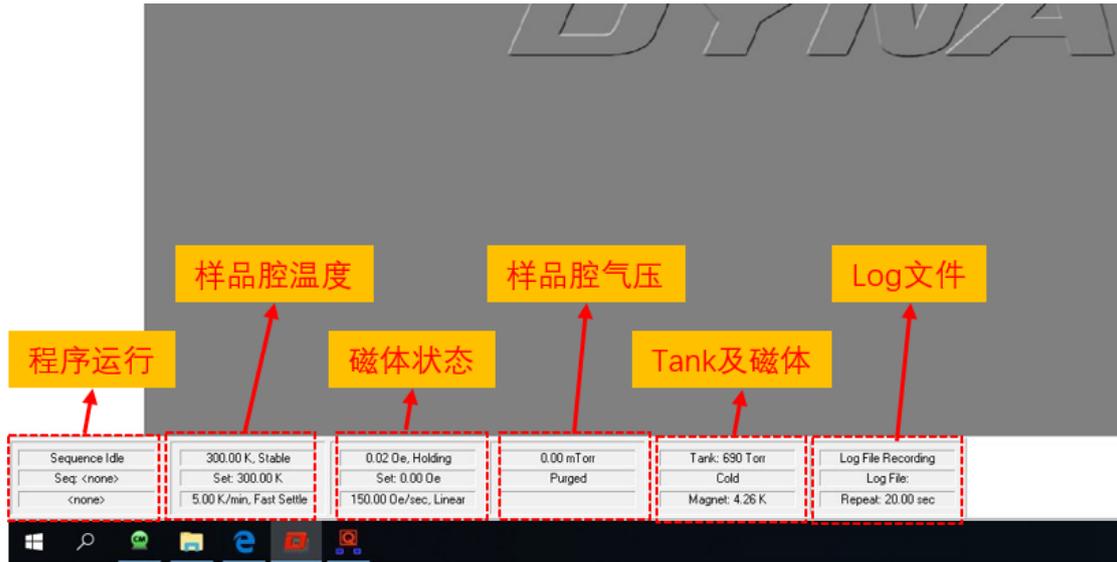
数据的上传、存储、下载使用‘公共仪器共享存储平台’，在校园信息门户的业务系统可找到，使用教程详见 https://iscps.westlake.edu.cn/storage_manual.pdf；数据现在连接：<http://172.16.75.31:7000/login.html>。

6. Dynacool 使用注意事项

- 6.1 实验室内有磁场，佩戴心脏起搏器、金属关节等会受磁场影响的人员禁止入内；
- 6.2 将私人物品（书包、水等）放在储物柜中；
- 6.3 使用时间与预约时间匹配好，不要出现预约 1 小时使用几天的情况；
- 6.4 样品腔气压有时会显示为 0.00mTorr，原因是气压计在 10Torr 左右时测不准；
- 6.5 扫磁场测试、扫温度测试、扫角度测试不能同时执行；
- 6.6 如果使用样品杆或者高真空模式需要执行两次 purge；
- 6.7 敏感样品操作时需佩戴静电手环；
- 6.8 平台样品托不允许焊接，不能擅自改动；
- 6.9 降温速度不大于 7K/min，10K 不需要等待；升温不超过 8K/min，室温需等待 5min 以上；变场速度不大于 150Oe/min；
- 6.10 磁场实验应尽量安排在工作日的上班时间，夜间实验应两人在场；
- 6.11 不测试有毒性、腐蚀性样品；在低温、磁场、真空环境下无挥发，对腔体无污染；
- 6.12 使用基系统的线路施加电压不能超过 100V，电流不能超过 20mA；
- 6.13 遇到故障请及时截图、拍照并联系管理员，遇到危险先撤离，保证人身安全。

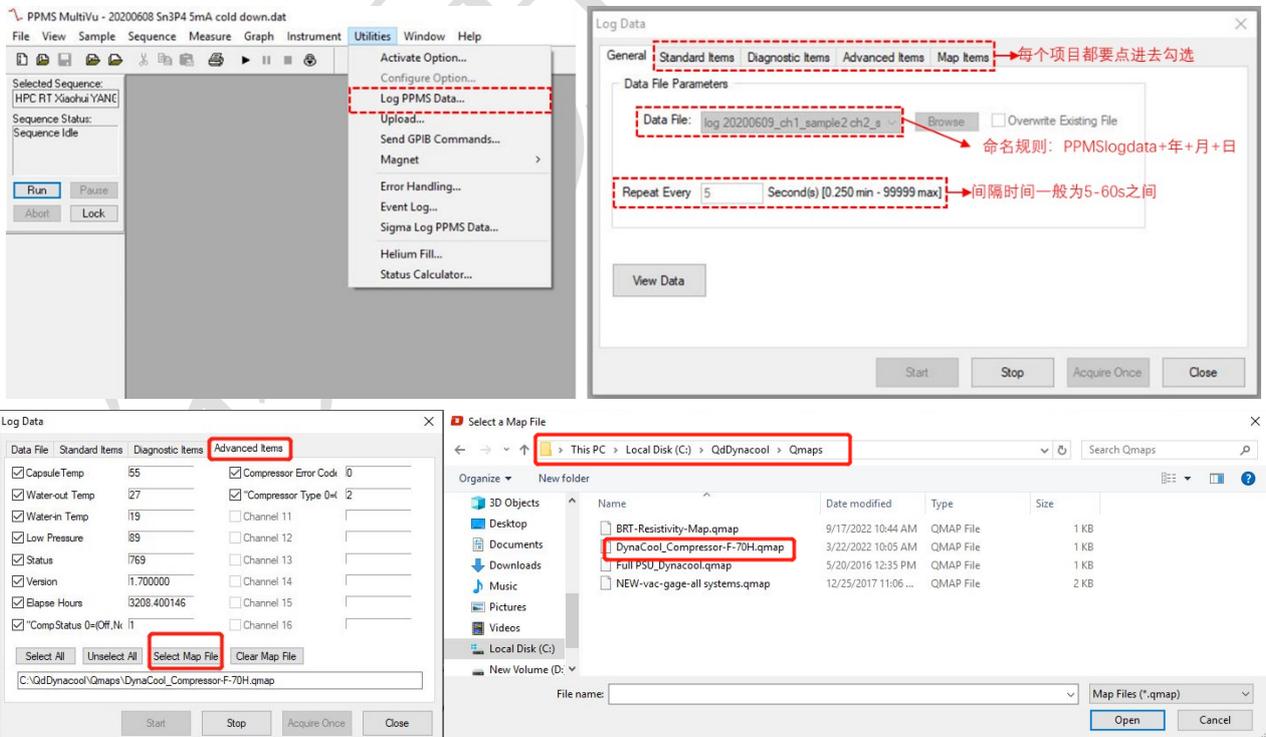
7. 系统状态检查及准备

7.1 根据预约时间登陆系统，查看 Dynacool MultiVu 软件，检查下图中的状态，使用前应确认无 Sequence 运行，温度在 300K，磁场为零，样品腔气压应在 10Torr 以下（或显示 0.00Torr），tank 气压在 700torr 左右，磁体温度在 4.25K 左右，log 文件在记录中；

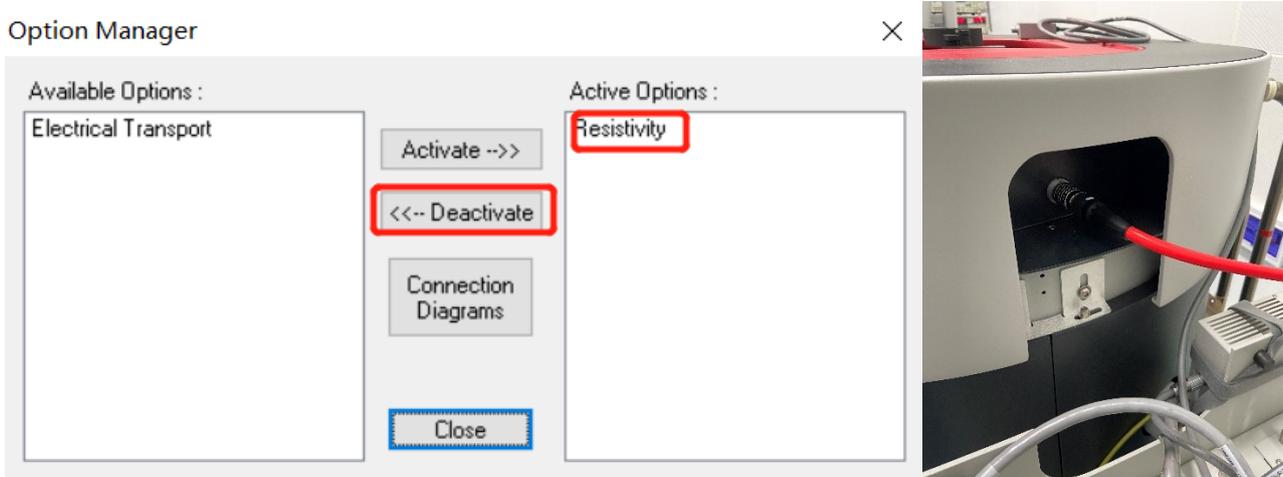


7.2 使用系统自带的截图软件全屏截图，并保存在桌面“screen shot”文件夹中，命名方式为‘日期-用户名-start’。

7.3 建立新的 log 文件，Utilities>log ppms data>Browse>保存在 D 盘 logPPMSdata 文件夹，命名方式为 logdataDynacool-日期-姓名>Repeat 时间一般为 30s>把 Standard/Diagnostic 内的所有的数据都勾选>Advanced 内的 select map 可按下图的路径选择>点击 Start>点击 View Data；测试过程中应观察设备参数是否正常。



7.4 退激活所有选件，Utilities>Activate option>选择已经激活的选件>Deactivate；检查接线的连接方式，设备的引线口在 dewar 的右侧，将相应的选件线路更换好。

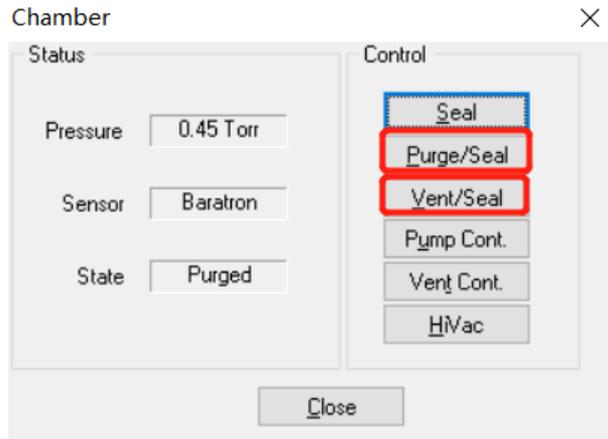


8. 样品的安装和测试（以 DC 测量为例）

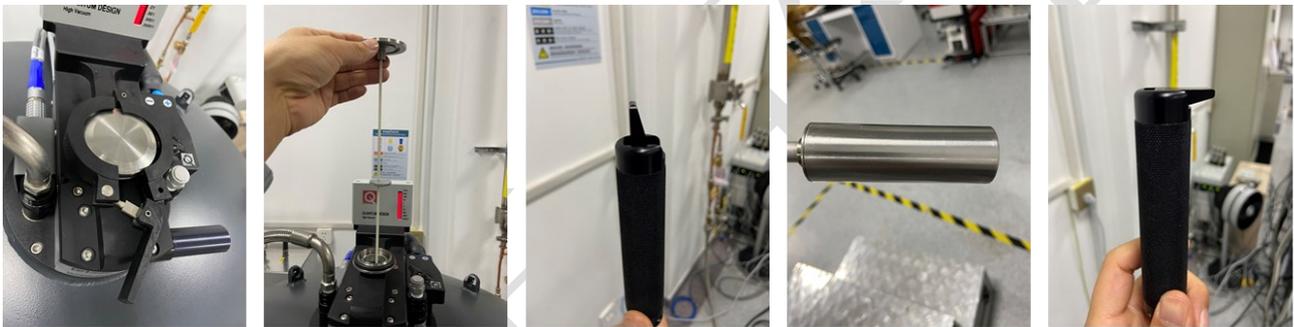
8.1 实验前将样品安装在样品托上，连接方式如下，薄膜样品推荐使用引线键合机；连接好的样品放置在测试盒上检测（敏感样品不要进行测试），确保样品没有问题，记录样品的连接方式和通道。需要注意的是如果是导电样品或时间 gate 电压需要使用导电材料（一般选择氧化铝陶瓷片）与 PUCK 底部隔开。



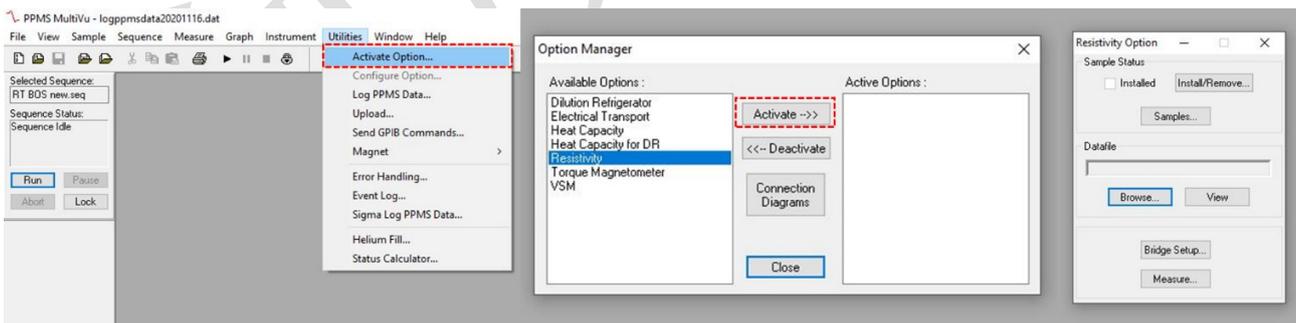
8.2 工具栏中点击 Utilities >>>Activate Option， Deactivate(退激活)前次测量所用的选件。将系统温度设定到 298K，磁场设为 0，等温度和磁场达到并稳定 10 分钟后，点击 Vent/Seal，给样品腔充氦气；



8.3 取下样品腔顶部密封用的盲板/隔热串，利用取样工具将前次测量所用的 PUCK 或线圈等取出。利用取样工具将装上样品的 PUCK 放入样品腔中，再放入隔热辐射的隔热串，扣紧卡箍后 Purge/Seal（如果安装的是样品杆或者使用高真空，Purge 完后再点一次）；



8.4 如下图所示激活‘Resistivity’选项：点击‘Utilities’选项下的‘Activate Option’，在弹出的对话框中选择‘Resistivity’，然后点击‘Activate’，此时会弹出 Resistivity Option 对话框；



Install/Remove: 取样或放样的标准指导步骤；

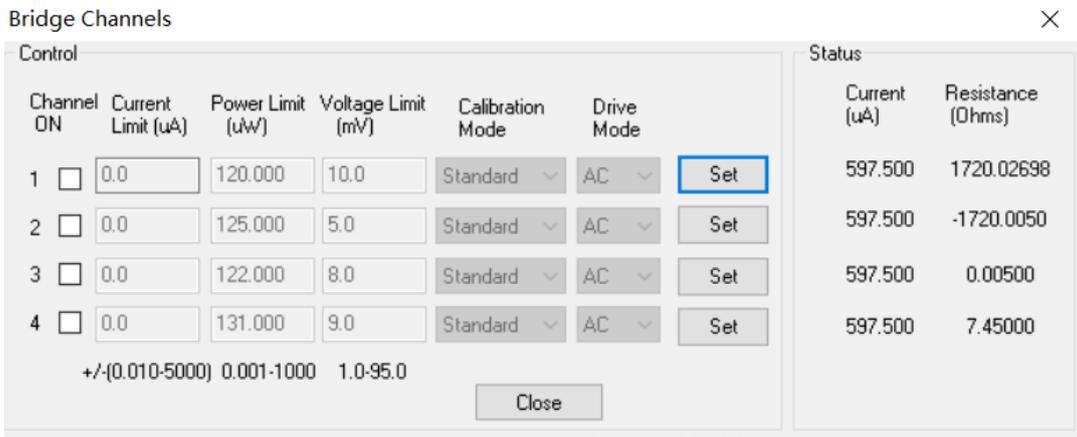
Sample: 样品信息；

Browse: 选择存储数据的位置、文件名和样品信息（前两项必填；这一步必须做，否则后面执行 sequence 时会有提示）；**View:** 查看数据；

Bridge Setup: 选择使用的通道和相关参数，修改后要点击 Set，否则改动无法生效。

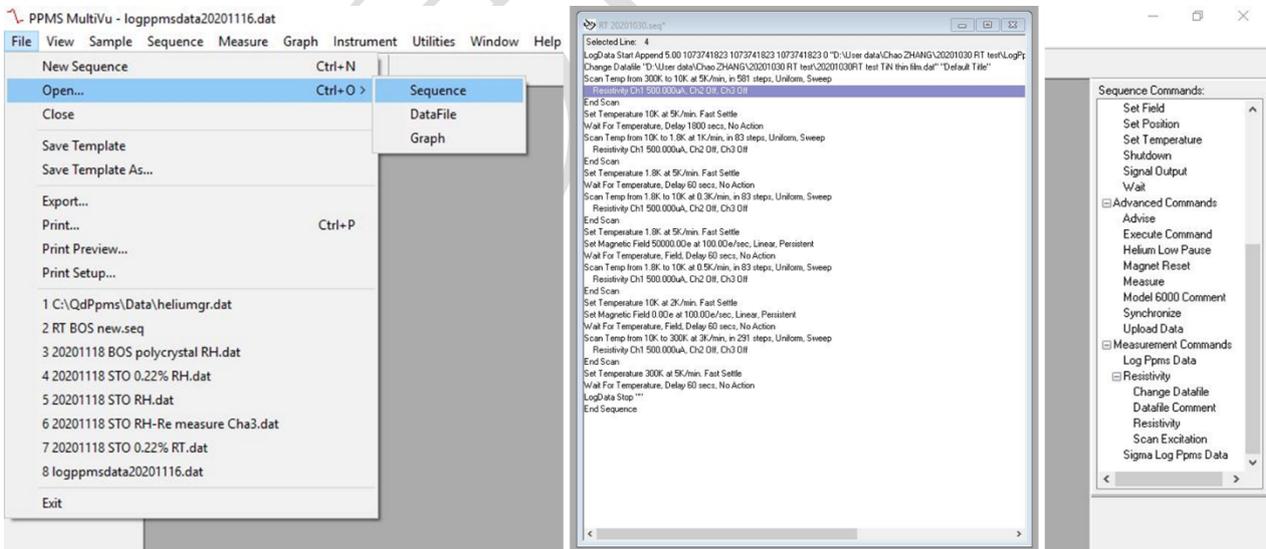
Calibration Mode 一般选 Standard, Drive Mode 选 AC (实际上 AC Mode 仅是采用正反电流法，尽量减小系统误差)；

Measure: 手动测量。与工具栏的 Measure>>Resistivity(激活 Resistivity 后)或 sequence 命令中的 Resistivity 的功能完全相同

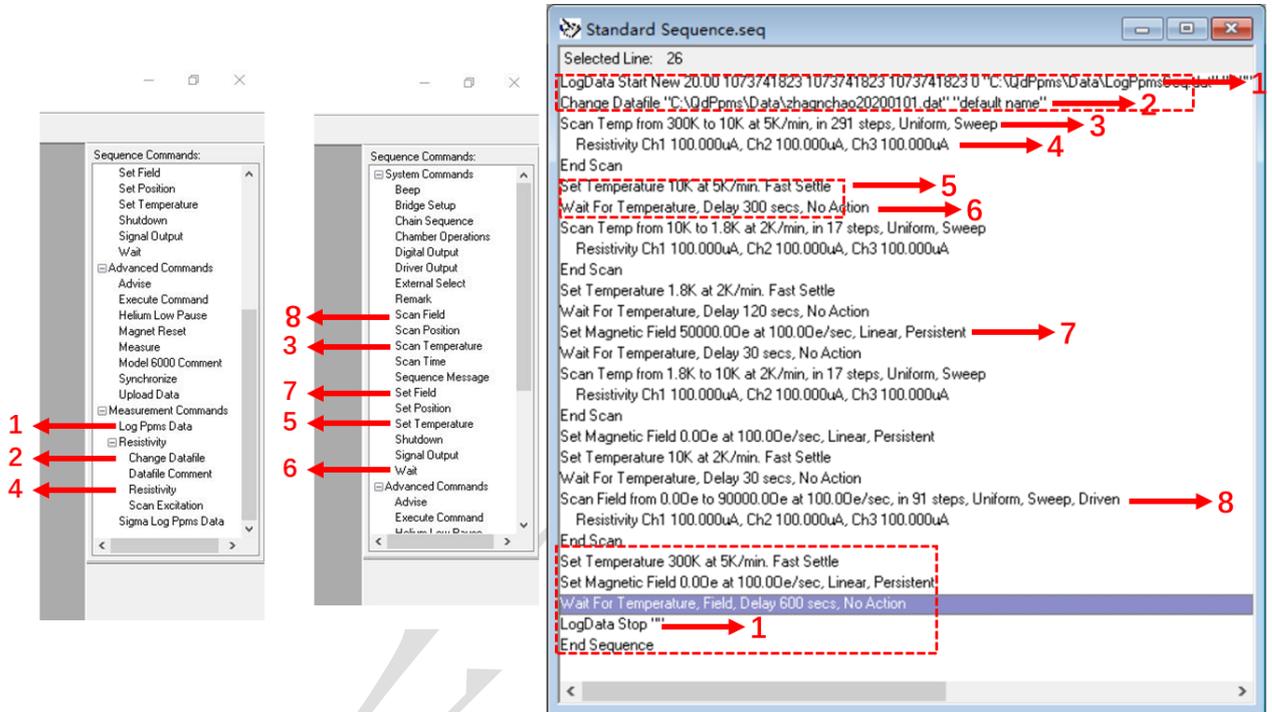


9. Sequence 编写及测量

9.1 编写 Sequence 测量程序：如下图所示，点击‘File’选择‘New Sequence’，建立一个新的程序，或者选在‘Open’下的‘Sequence’打开一个已有的程序；通过选择 MultiVu 软件右侧‘Sequence Commands’中的语句进行编写；



9.2 Sequence 程序示例，该程序可以在 D 盘‘Standard Sequence’文件夹中找到：如下图所示，这是一个测试样品电阻随温度变化的程序，其中红色方框内的内容是通用的，也是必须包含的；Sequence 中的语句都是从‘Sequence Commands’中选择的，图片中用数字进行的对应。



9.3 下图展示了几个常用语句的设置界面：1.logPPMSdata，这里可以按照自己的命名方式命名，保存在自己的文件夹下，便于数据的追踪；2.测量数据的保存，实际测量的数据将保存在这个文件中；3.Scan Temperature，根据需要选择温度区间，变温模式和变温速率，需要注意的是变温速度 $\leq 7.5K/min$ ；4.磁场的设置，设置目标磁场和变场速度 $\leq 150Oe/s$ ；有三种变场方式‘Linear’线性，‘No O’Shoot’非过冲，‘Oscillate’震荡；无特殊需求应选择‘Linear’；5.电阻测量语句，其中前三个通道可用，第四个为温度计，无需设置，根据需要设置对应通道的电流、电压等参数；6.温度的设定，设置目标温度和变温速率（ $\leq 7.5K/min$ ）；7.等待，可以在达到目标温度、磁场等后设定等待的时间；8.扫场：注意扫场的速度，速度 $\leq 150Oe/s$ ，只有‘diven’模式。

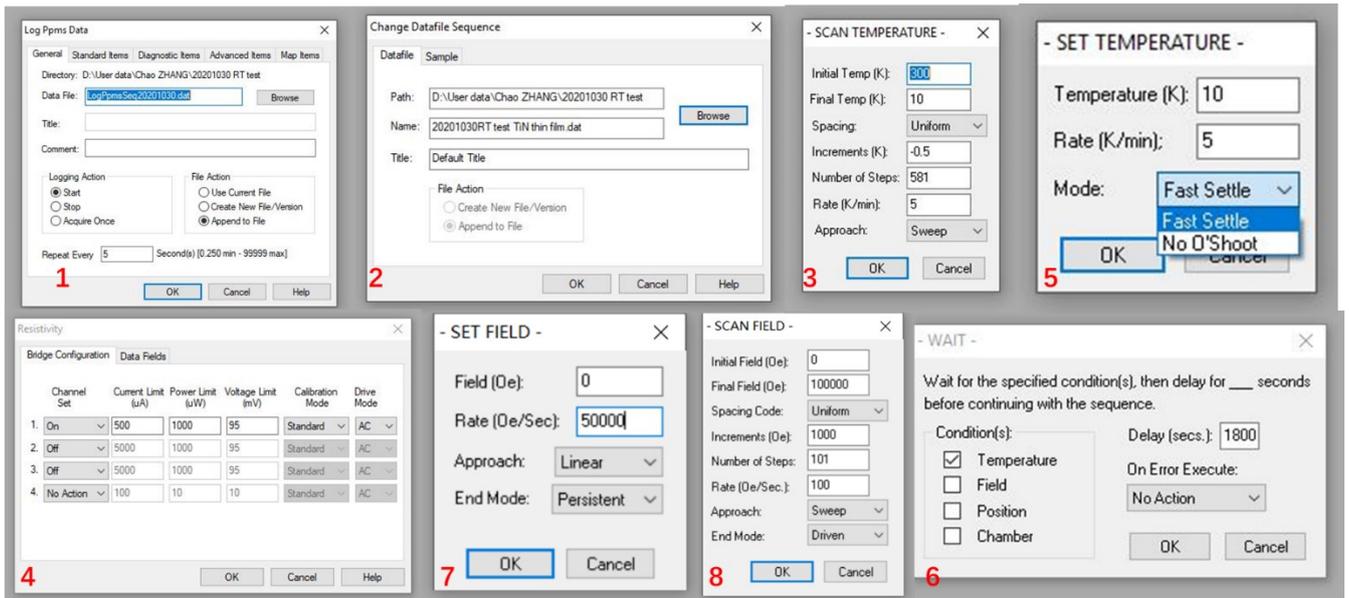


图 6.13 Sequence 语句示例

9.4 Sequence 程序编写完成后，点击‘File’选择‘Save’，保存在自己的文件夹中，方便下次调用；检查无误后，点击左侧的‘Run’，程序开始运行；

注意：Sequence 程序运行后再进行更改是无效的，需要更改必须点击‘Abort’，再进行修改和保存，然后再次运行；程序中的扫磁场测试、扫温度测试、扫角度测试不能同时执行。

10. 测试结束

10.1 测试完成后，按照装样方式进行操作，具备换样条件后，点击 Vent/Seal；开腔后按照以下顺序进行装样：（1）将卡箍拆下；（2）轻轻地将隔热串垂直拉出，水平放置在桌面上，或者放在专用架子上；（3）将装样器锁扣打开；（4）将装样器垂直放入样品腔；（5）将装样器锁扣关闭；（6）垂直取出装样器；（7）用手托住样品托，将装样器锁扣打开，将样品托从装样器底部取出；（8）将隔热串装回样品腔；（9）安装好卡箍；（10）此时点击 purge/Seal，当 Chamber 状态变为 ‘Purged’，确保气压在 10Torr 以下后再进行下一步。

10.2 利用截图工具全屏截图，并保存在桌面“screenshot”文件夹，截屏文件命名请按照“日期-用户名-stop”

10.3 MultiVu 软件保持运行，LogPPMSData 文件保持运行，退出账号；将样品小心的从样品托上拆下，太牢固时可以涂抹少量酒精，不可使用蛮力，以免产生划痕或损坏；将 puck 上残留的低温胶、银胶等用酒精清理干净，放回原处。

11. 技术参数

11.1 基系统：

- 1) 温控范围：1.9-400 K 连续控制；
- 2) 温度拓展：50mK 稀释制冷机，1000K VSM 高温炉；
- 3) 温度扫描速率：0.01-8K/min；
- 4) 温度稳定性： $\pm 0.2\% T < 10K$ ， $\pm 0.02\% T > 10K$ ；
- 5) 温度控制模式：快速模式，非过冲模式，扫描模式；
- 6) 磁场范围： $\pm 9T$ ；
- 7) 磁场分辨率：0.02mT to 1T，0.2mT to 9T；
- 8) 磁场稳定性：1PPM/hour；
- 9) 变场速率：10-150 Oe/s；
- 10) 磁体操作模式：驱动模式；
- 11) 磁场逼近模式：震荡模式，非过冲模式，线性模式，扫描模式；

11.2 直流电阻率选件：

- 1) 可以同时测量 3 个样品；
- 2) 采用标准四引线测量法；
- 3) 电流范围：10nA-8mA；
- 4) 电压范围：max 4V；
- 5) 功率范围：0.001-5000 μ W；

- 6) 测量精度： $4\mu\Omega$;
- 7) 最大测量电阻： $5M\Omega$;
- 8) 配合旋转样品杆选件可测量电流与磁场存在一定夹角下的直流电阻;

11.3 高级电输运选件:

- 1) 噪声基： $1nV/rtHz$;
- 2) 电压输出范围： $\pm 4.5V$;
- 3) 电流范围： $10nA-100mA$;
- 4) 频率范围：直流或交流（ $0.1Hz-200Hz$ ）;
- 5) 电阻测量精度： 0.1% （ $R < 200k\Omega$ ）， 0.2% （ $R > 200k\Omega$ ）;
- 6) 相对灵敏度： $\pm 10n\Omega$ RMS;
- 7) 电阻测量范围：四线法 $10^{-8}\Omega-10^6\Omega$ ，两线法 $10^6\Omega-5*10^9\Omega$;

11.4 磁扭矩磁强计:

- 1) 用于测量样品的磁各向异性;
- 2) 配合样品旋转杆使用，可进行全自动角度相关的磁矩测量;
- 3) 测量过程中可进行温度扫描;
- 4) 采用压电传感器来测量扭 0，芯片内集成高精度惠斯通电桥来测量压电传感器的电阻变化;
- 5) 芯片上集成的电流环能产生标准大小的磁矩，用来自动校准扭矩的大小;
- 6) 测量灵敏度： $1*10^{-7}emu$;
- 7) 可重复性： $1*10^{-8}Nm$;
- 8) 测量范围： $\pm 10^{-5}Nm$;
- 9) 样品尺寸： $1.5*1.5*0.5mm^3$;
- 10) 样品质量： $< 10mg$;
- 11) 角度范围： 360° ;

11.5 振动样品磁强计:

- 1) 全新的长程电磁力驱动马达能够高频大振幅精确振动;
- 2) 便于从 PPMS 系统中安装或卸载;
- 3) 加热炉配件可以使系统测量温区扩展到 $1000K$;
- 4) 测量灵敏度： $< 10^{-6}emu$;
- 5) 最大测量磁矩： $\sim 120emu$;
- 6) 样品振动频率： $40Hz$;
- 7) 样品振动振幅： $0.5-10mm$;

11.6 比热测量选件：

- 1) 全自动的弛豫法测量技术，测量速度更快；
- 2) 艺术性的双 τ 模型拟合技术，更加精确地计算样品的比热；
- 3) 全自动样品托标定；
- 4) 测量程序自动进行背景比热减除；
- 5) 专用的比热样品安装平台使得安装比热样品变得更简单；
- 6) 可以配合 He3 制冷机和稀释制冷机选件使用；
- 7) 全自动测量过程；
- 8) 在高真空环境下完成测量；

11.7 稀释制冷机选件：

- 1) 最低温度达到 50mK；
- 2) 整个系统没有任何阀门；
- 3) 无限长时间停留在 50mK；
- 4) 整个降温过程全自动计算机控制；
- 5) 从 300K 降至 100mK 小于 8 个小时；
- 6) 使用于电输运测量和比热测量；
- 7) 温度区间：50mK—4K；

11.8 高真空选件：

- 1) 用高吸附性材料在低温下吸附气体来达到高真空；
- 2) 效率非常高，系统能快速进入高真空状态；
- 3) 结构简单，设计精巧，维护方便；
- 4) 吸附性材料可以自动再生；
- 5) PPMS 以下选件要求同时配合高真空选件运行：比热选件、热输运选件、稀释制冷机选件、带高温炉的 VSM 选件；

11.9 样品旋转杆选件：

- 1) 用于交直流电输运测量以及磁扭矩测量；
- 2) 全自动计算机控制转动角度；
- 3) 用于测量具有电各向异性或者磁各向异性的样品；
- 4) 转动平台上内置温度计；
- 5) 转角范围：-10—370 度；
- 6) 转动精度和速度：0.05 度、10 度/s (标准型)；0.0045 度、1 度/s (高精度型)；
- 7) 温度范围：1.9-400K；

11.10 多功能样品杆选件：

- 1) 预留较大的接口方便用户在样品腔里导入光纤、微波等实验条件；

- 2) 可以安装较大功率的电流引线进行强电实验；
- 3) 可以直接应用 PPMS 主机的测量功能进行实验控制和数据采集；
- 4) 在样品台下安装了温度计用于对样品温度进行监控；
- 5) 提供可直接插入的样品安装板方便电学测量；
- 6) 可实现铁电、介电、以及激光照射下的电输运等测量功能；

11.11 电测量高压腔：

- 1) 由日本 ElectroLab 公司专门为 PPMS 系统设计制造，带有全套兼容工具；
- 2) 可在 PPMS 上提供高压环境进行电测量，实现变温、变磁场、变压力的三相测量环境；
- 3) 该选件集成了内部温度计，并预留 10 根电测量引线；
- 4) 最大压力：3.0 GPa（约 3 万个大气压）或更高（金刚石对顶，DAC）；
- 5) 样品空间尺寸：最大直径为 4.4 mm，样品空间长度：4 mm；

11.12 磁测量高压腔：

- 1) 最大压强：1.3 Gpa 或更高（金刚石对顶，DAC）；
- 2) 样品空间尺寸：Φ2.1 or 2.6 mm；
- 3) 样品空间长度：7 mm；
- 4) 腔体直径：8.5 mm；

12. Dynacool 数据的处理

- 1) 将数据解压，有效数据为.dat 文件。
- 2) 用记事本方式打开.dat 文件，将 data 以上的内容删除，保存文件；



- 3) 打开 Origin 软件，导入.dat 数据即可，下面就一些重要数据名称进行解释：

