

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

综合物性测量系统 PPMS-16T
标准操作规程

2020年6月10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	5
2. 范围	5
3. 职责	5
4. 低温实验室安全管理规范	5
5. 低温实验室设备管理规范	6
5.1 综合物性测量系统使用制度	6
5.2 预约制度	7
5.3 培训考核制度	7
5.3 仪器故障报告	8
6. 综合物性测量系统的基础操作	8
6.1 设备基本信息	8
6.2 设备介绍	9
6.3 技术参数	10
6.3.1 基系统:	10
6.3.2 直流电阻率选件:	10
6.3.3 高级电输运选件:	10
6.3.4 磁扭矩磁强计:	10
6.3.5 振动样品磁强计:	11
6.3.6 比热测量选件:	11
6.3.7 稀释制冷机选件:	11
6.3.8 高真空选件:	12
6.3.9 样品旋转杆选件:	12
6.3.10 多功能样品杆选件:	12
6.3.11 电测量高压腔:	12
6.3.12 磁测量高压腔:	12
6.4 液氮的灌输	13
6.4.1 灌输条件及准备工作:	13
6.4.2 液氮罐输流程	13

6.5 液氮的灌输.....	15
6.5.1 液氮灌输的准备工作.....	15
6.5.2 液氮灌输流程.....	16
7. 直流电阻率选件的使用.....	16
7.1 样品要求.....	16
7.2 样品安装.....	17
7.3 开腔进样.....	17
7.4 Sequence 编写及测量	19
7.5 测试结束.....	23
8. 相关/支撑性文件	24

物质平台

1. 目的

建立综合物性测量系统（以下简称 PPMS-16T）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综合物性测量系统 PPMS-16T 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. 低温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 进入低温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，液氦面低于安全值，应立即停止实验并将磁场降为零。

4.14 统一使用低温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 灌输液氦、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；低温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. 低温实验室设备管理规范

5.1 综合物性测量系统使用制度

该仪器遵从学校“科研设施与公共仪器中心”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，PPMS-16T 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 PPMS-16T 使用电阻测量选件及 10T 以下的磁场实验。
- 3) 自主测试-中级：用户独立制样、装样；独立使用部分选件及最高 16T 磁场，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 PPMS-16T 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(见 8. 相关/支撑性文件)。

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，低温实验室实行 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 WinSCP 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 10T 以上高场实验。

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-16T 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-16T 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-16T 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-导师名-用户名”；在《仪器设备使用记录本》中做简要说明。

6. 综合物性测量系统的基础操作

6.1 设备基本信息

仪器型号：PPMS-16T；产地：美国；官网链接：<https://www.qdusa.com/products/ppms.html>

综合物性测量系统（Physical Property Measurement System PPMS）PPMS 系统的设计理念是在一个精细控制的低温和强磁场平台上，集成全自动的磁学、电学、热学和形貌，甚至铁电和介电等各种物性测量手段。这样的设计使得整个系统的低温和强磁场环境得到了充分的利用，大大减少了客户购买仪器的成本，避免了自己搭建实验的繁琐和误差，可以迅速地实现研究人员珍贵的研究思路。

一个 PPMS 系统由基本系统和各种测量和拓展功能选件构成：基本系统提供低温和强磁场

的环境，以及整个系统的软硬件控制中心；用户在基本系统平台的基础上选择自己感兴趣的各
种测量选件和拓展功能选件。

对于绝大多数常规实验项目，PPMS 已经设计好了全自动的测量软件，和具有标准测量功
能的硬件，如交直流电阻率、磁电阻、微分电阻、霍尔系数、伏安特性、临界电流、交流磁化
率、磁滞回线、热磁曲线、比热、热电效应、塞贝克系数、热导率和形貌表征等等。这些测量
方法的可靠性和便捷性在过去的十几年中已经得到世界科学界的认可。经过独特而巧妙设计，
PPMS 系统上的各种测量选件之间能够互不干扰，且能够简单快速地相互切换。

6.2 设备介绍

如图 6.1 所示，系统主要由设备主体、主机、计算机控制系统、氦气回收管路组成；其中
设备主体包括 dewar、样品腔、超导磁体、温控系统等；主机包括磁体电源、测试选件仪表、
Model6000 控制器等；计算机控制系统包括电脑主机、显示器、控制程序和软件等；本系统搭
载的选件包括：直流电阻率测量选件；高级电输运测量选件；振动样品磁强计；比热测量选件；
稀释制冷机选件；电测量专用高压包；磁测量专用高压包；多功能样品杆；磁扭矩选件；样
品旋转杆选件；高真空选件；

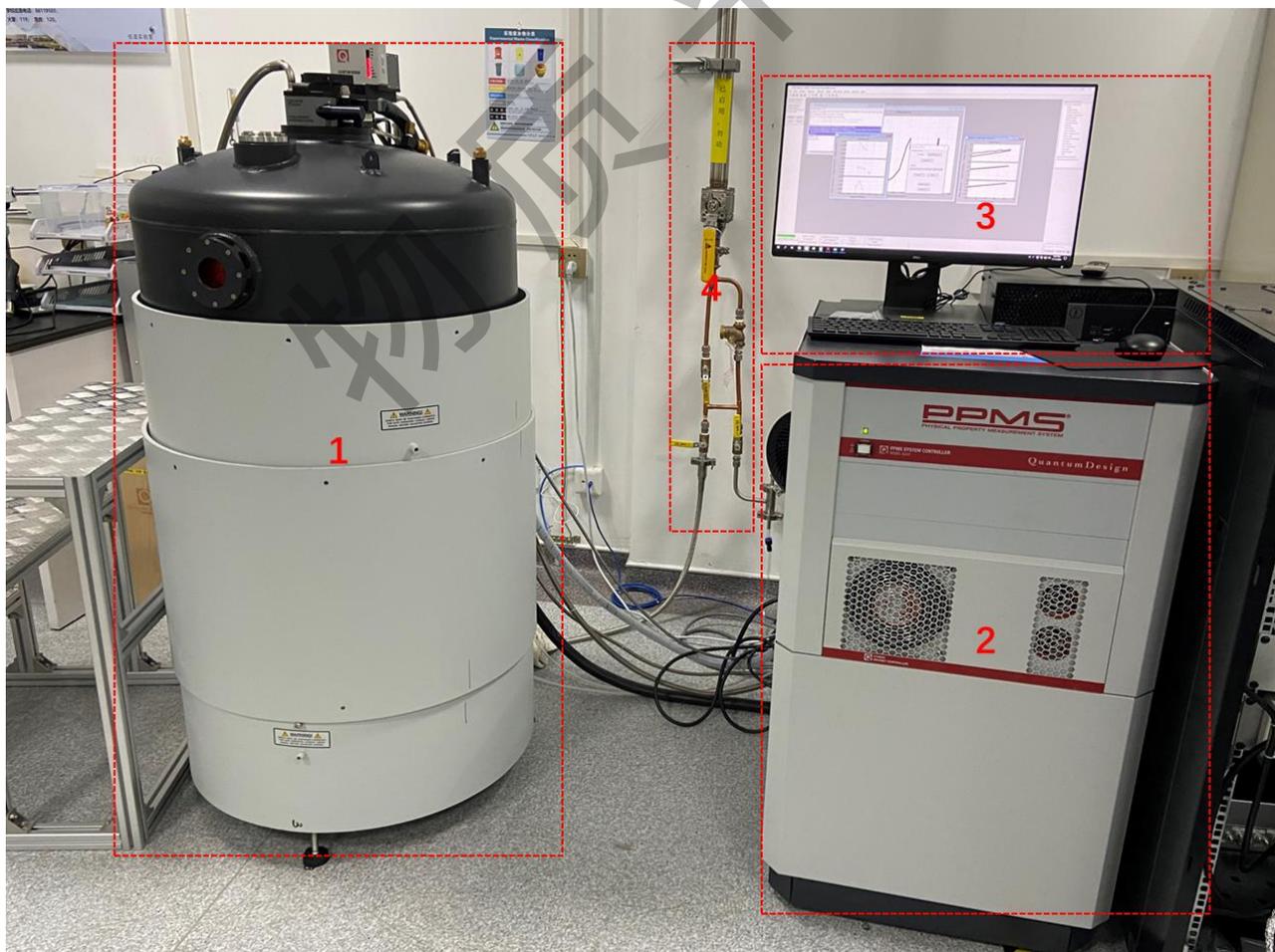


图 6.1 PPMS-16T 系统的组成：1.设备主体；2.主机；3.电脑控制系统；4.氦气回收管路；

6.3 技术参数

6.3.1 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： $\pm 16T$ ；
- 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：10-200 Oe/s；
- 10) 磁体操作模式：闭环模式和驱动模式；
- 11) 磁场逼近模式：震荡模式，非过冲模式，线性模式，扫描模式；

6.3.2 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：5nA-5mA；
- 4) 电压范围：1-95mV；
- 5) 功率范围：0.001-5000 μ W；
- 6) 测量精度：4 μ Ω ；
- 7) 最大测量电阻：4M Ω ；
- 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；

6.3.3 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 $10^6\Omega$ - $5 \times 10^9\Omega$ ；

6.3.4 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： $1 \times 10^{-7} \text{emu}$ ；
- 7) 可重复性： $1 \times 10^{-8} \text{Nm}$ ；
- 8) 测量范围： $\pm 10^{-5} \text{Nm}$ ；
- 9) 样品尺寸： $1.5 \times 1.5 \times 0.5 \text{mm}^3$ ；
- 10) 样品质量： $< 10 \text{mg}$ ；
- 11) 角度范围： 360° ；

6.3.5 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： $< 10^{-6} \text{emu}$ ；
- 5) 最大测量磁矩： $\sim 120 \text{emu}$ ；
- 6) 样品振动频率：40Hz；
- 7) 样品振动振幅：0.5-10mm；

6.3.6 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；

6.3.7 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；

6.3.8 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；

6.3.9 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；

6.3.10 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；

6.3.11 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；

6.3.12 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： Φ 2.1 or 2.6 mm；
- 3) 样品空间长度：7 mm；
- 4) 腔体直径：8.5 mm；

6.4 液氮的灌输

6.4.1 灌输条件及准备工作：

- 1) 液氮量低于 60%不能施加磁场；需要高场实验（>9T），保证液氮面不低于 70%；只做变温时液氮最低可到 50%；正常变温测试的液氮挥发量约为 8%/天，高场实验时会高很多，因此需要时刻关注液氮量；
- 2) 准备好液氮：液氮来自氮液化回收系统，保证转运杜瓦中液氮量>50L，转运 dewar 连接在回收管路上，使用前通过回收管路充分释放掉内部压力；
- 3) 准备好高纯（>99.9995%）氮气，用于增压；
- 4) 需要至少两个人配合操作，佩戴好好低温手套和防护面罩等防护装备；

6.4.2 液氮罐输流程



图 6.2 液氮罐输：1.输液管；2.液氮量；3.转运 dewar 气压；4.增压/排气阀门；5.增压管路（连接到钢瓶 10）；6 出液阀门；7. PPMS dewar 蒸发排气口；8.输液口；9.回收管路；10.减压表；11.显示软件；

- 5) 停止所有试验，退激活所有选件，将系统温度设置到 300K，并稳定；将磁场降为零；
- 6) 如图所示，将转运杜瓦放置在设备旁，检查压力是否接近零；将输液管用酒精擦拭干净，检查接头是否拧紧，长的一端连接转运 dewar，短的一端连接 PPMS，长的一端保留有最后一级宝塔头，转运杜瓦上有三级宝塔头；
- 7) 将回收管路的旁路打开（图 6.2 中的开关 9 打开），两个人配合，分别抓住输液管的两头（必须佩戴低温手套），先将长的一端小心的插入转运杜瓦中，打开输液阀门（图 6.2 中的 6），将输液管继续插入，插入 1/3 时，将最后一级宝塔头旋紧，再继续插入，直到底端到达液氮面以下，此时等待氢气从另一端排除，当有较快速的白气冒出时，将输液口的塞子拔出，将输液管插入输液口，一定要插到最底部（如图 6.2 中的 8 所示）；

- 打开 PPMS MultiVu 软件，点击菜单栏中的 Utilities，选择 Helium Fill，在弹出的对话框中可以查看当前液氦量和输液速度（如图 6.2 中的 11 所示），软件默认的记录时间较短（30 min），可以通过点击箭头增加时间；

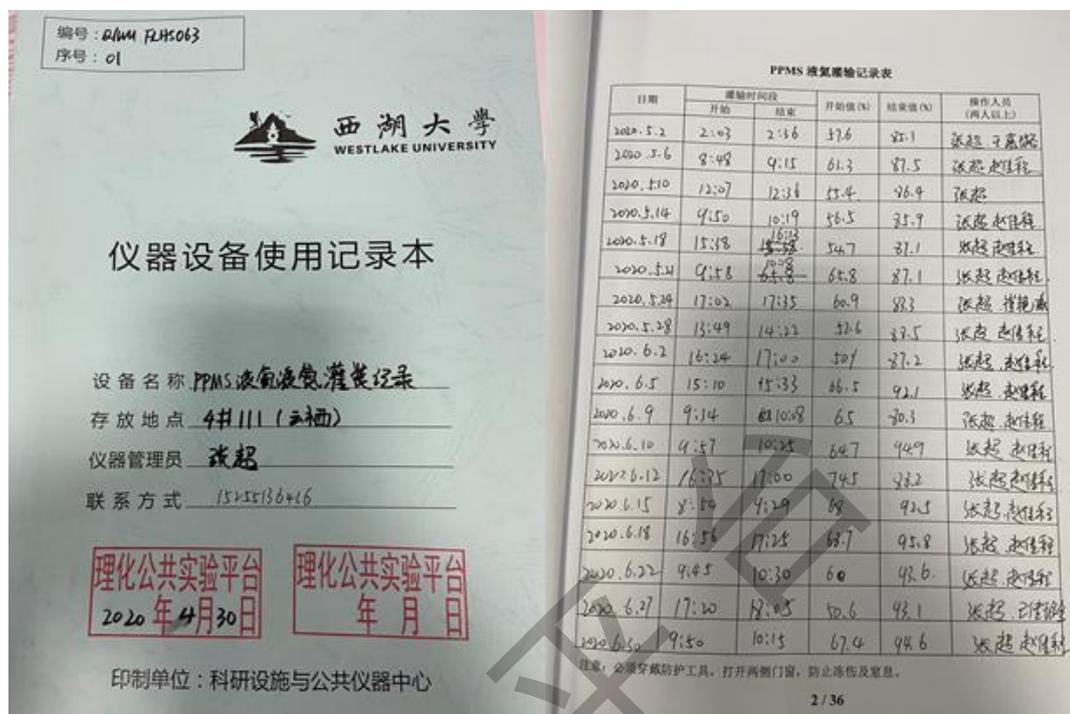


图 6.3 PPMS 液氮/液氮灌装记录本

- 将氦气瓶的管路与转运 dewar 通过 KF25 法兰连接（如图 6.2 中 5 所示），需要注意的是连接接头时两端同时放气，保证没有空气混入管路，连接后先把增压/排气阀门关掉（如图 6.2 中 4 所示），将气瓶减压阀调至 0.1MPa 左右；
- PPMS dewar 蒸发排气口温度非常低，因此需要用吹风机不断加热（如图 6.2 中的 7 所示），吹风机设置为恒温、强风；
- 观察转运杜瓦压力（如图 6.2 中的 3 所示），为了调节灌输液氦的速度，此压力应保持在 1-2PSI 之间，此时软件上的输液速度应该在 1%/min 左右，因此我们需要通过不断的开关增压/排气阀门（如图 6.2 中的 4 所示）来增加压力，方法是短暂打开增压/排气阀门当 dewar 压力达到 2PSI 左右时关掉，观察输液速度的变化（有延迟），注意千万不要长时间打开阀门；
- 液氦量的上限为 90%，当液氦量大于 85%时，系统就会发出“滴滴”的报警声，此时不要再增加 dewar 压力，将氦气瓶的管路与转运 dewar 断开即可；此时，等待液氦灌液速度降为零，同时转运 dewar 的压力也小于 1PSI，可以准备将输液管拔出；
- 仍然是两人配合，先将转运 dewar 一端轻轻拔出，当离开液氦面时，另一端拔出，将输液阀门插回原处；将转运 dewar 上的后两级宝塔头拆下，与输液管一起拔出，立即关闭出液阀门；

- 14) 将输液管放回原处，将回收管路旁路阀门关闭（如图 6.2 中 9 所示）；若 PPMS 上有结冰，用吹风机加热，用毛巾擦干；将输液氮的信息记录在“PPMS 液氮/液氮灌装记录本”上（如图 6.3 所示）；将 PPMS MultiVu 软件中的 Helium Fill Status 关闭；将转运 dewar 运至液氮回收系统房间，并连接回收管路，将增压/排气阀门打开 1/3。
- 15) 静止等待 30min 以上方可开始正常的实验。

6.5 液氮的灌输

6.5.1 液氮灌输的准备工作

- 1) PPMS 每 3-4 天必须要灌输一次液氮，建议 1-2 天灌输一次，灌输液氮时系统可以正常工作；
- 2) 确保液氮罐内有液氮，通过液氮罐上的液位计观察；
- 3) 若液氮罐的气压较高，须打开排放阀（如图 6.4 中的 1 所示），将液氮罐内的压力降至 8PSI 左右；若液氮罐的气压较低，须打开增压阀增加压力至 8PSI 左右，注意增压完成后必须将增压阀关闭；



图 6.4 液氮灌输：1.排放阀；2.进出液阀；3.增压阀；4.PPMS 输液口；5.PPMS 排放口；

6.5.2 液氮灌输流程

- 1) 穿戴好防护用品，将专用输液管安装在液氮罐的进出液阀门上（如图 6.4 中的 2 所示），将 PPMS 两侧液氮口（如图 6.4 中的 4、5 所示）上的螺帽拧下来，将输液管插入 PPMS 输液口；
- 2) 缓慢打开液氮罐的进出液阀门上（如图 6.4 中的 2 所示），半圈即可，观察 PPMS 排放口的出气速度，调节至有 30cm 高度即可，注意输液速度不能过快；
- 3) 当 PPMS 排放口（如图 6.4 中的 5 所示）有液氮喷出时，立即关闭液氮罐的进出液阀门，将输液管拔出，拔出时注意管路内部有液氮；将螺帽安装回原处；
- 4) 在记录本上如实记录相关信息（如图 6.3 所示）；

7. 直流电阻率选件的使用

直流电阻选件使用标准的四电极法测量材料的电阻/电阻率，配合磁场可以测试霍尔效应，进而得出载流子浓度，迁移率等；样品托如图 6.5 所示，样品安装在中间凹槽区域，可以同时测量 3 个样品；

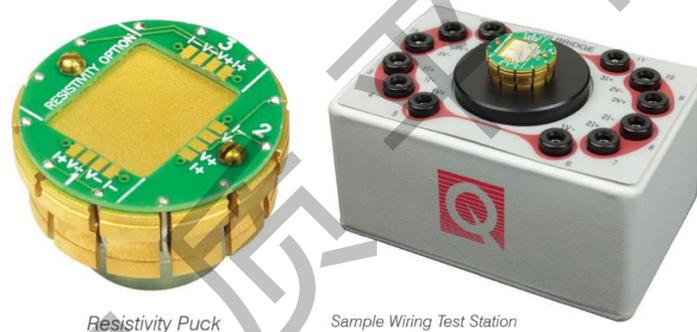


图 6.5 直流电阻样品托和测试盒

7.1 样品要求

- 1) 不测试有毒性、腐蚀性样品；样品在低温、磁场、真空环境下无挥发，对腔体无污染；
- 2) 样品为固体块状，样品清洁较平整，也可是板状、片状，带衬底材料的薄膜或带基材的镀层等原始形状，长和宽小于 5mm；在测试信号强度符合要求的情况下，样品尽量小；
- 3) 非常规、易变质等特殊样品需提前与技术员联系，预约测试时间，请注明样品保存条件；

7.2 样品安装

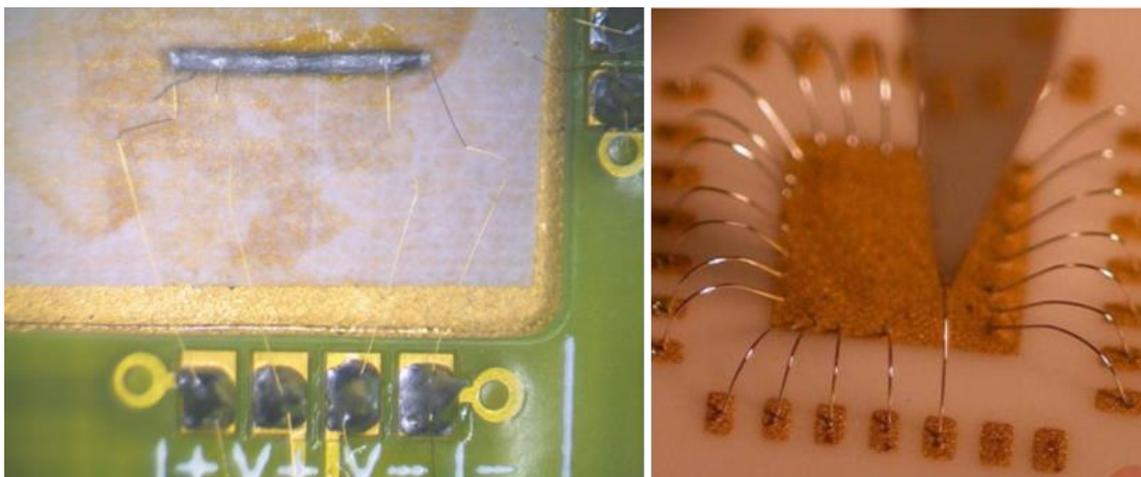


图 6.6 样品安装方式：左图：银胶+金属导线；右图：wire bonding；

- 1) 样品首先要与样品托粘牢，保证良好的热基础，粘结材料可以选择银浆、低温清漆（GE 7031 varnish）、低温导热脂（Apiezon N Grease），需要注意的是确保样品与样品托底部绝缘，也可以在样品下面垫上导热较好的材料，如紫铜、 Al_2O_3 、 AlN 等；
- 2) 样品连接方式最常见的有两种，如图 6.6 所示：一种是银胶加导线，导线可以选择金线、银线、铜线等，导线与样品托之间的连接一般为欧姆接触，需要注意的是导线与样品之间的接触良好，大部分情况下需要在样品表面镀制金属薄膜电极；另一种是 wire bonding，主要针对薄膜材料，导线一般为铝线或金线，这种方式方便快捷；
- 3) 样品安装好后，将银浆和导热胶晾干，将其放置在测试盒上，用万用电表测试线路是否连通或者短路；

注意：样品托和导线之间不能焊接，如需要焊接请自备样品托；

7.3 开腔进样

- 1) 该设备 24 小时处于开机状态，因此不需要开机操作，按照预约时间登陆系统，PPMS MultiVu 软件应该出在打开状态，可以在任务栏中找到，若软件没有在运行，在桌面找到‘PPMS MultiVu’快捷方式，右键以管理员方式打开，打开软件后应先检查以下几点：（1）没有程序在运行；（2）温度处于 300K；（3）磁场为零；（4）样品腔处于“Purged”状态；气压不高于 10Torr；（4）点击‘Utilities’选项中的‘Activate Option’，在弹出的窗口中退激活所有选件；（5）设备是否存在其它异常；房间内是否有异味；发现不正常情况应及时报告负责人，不得开展实验。

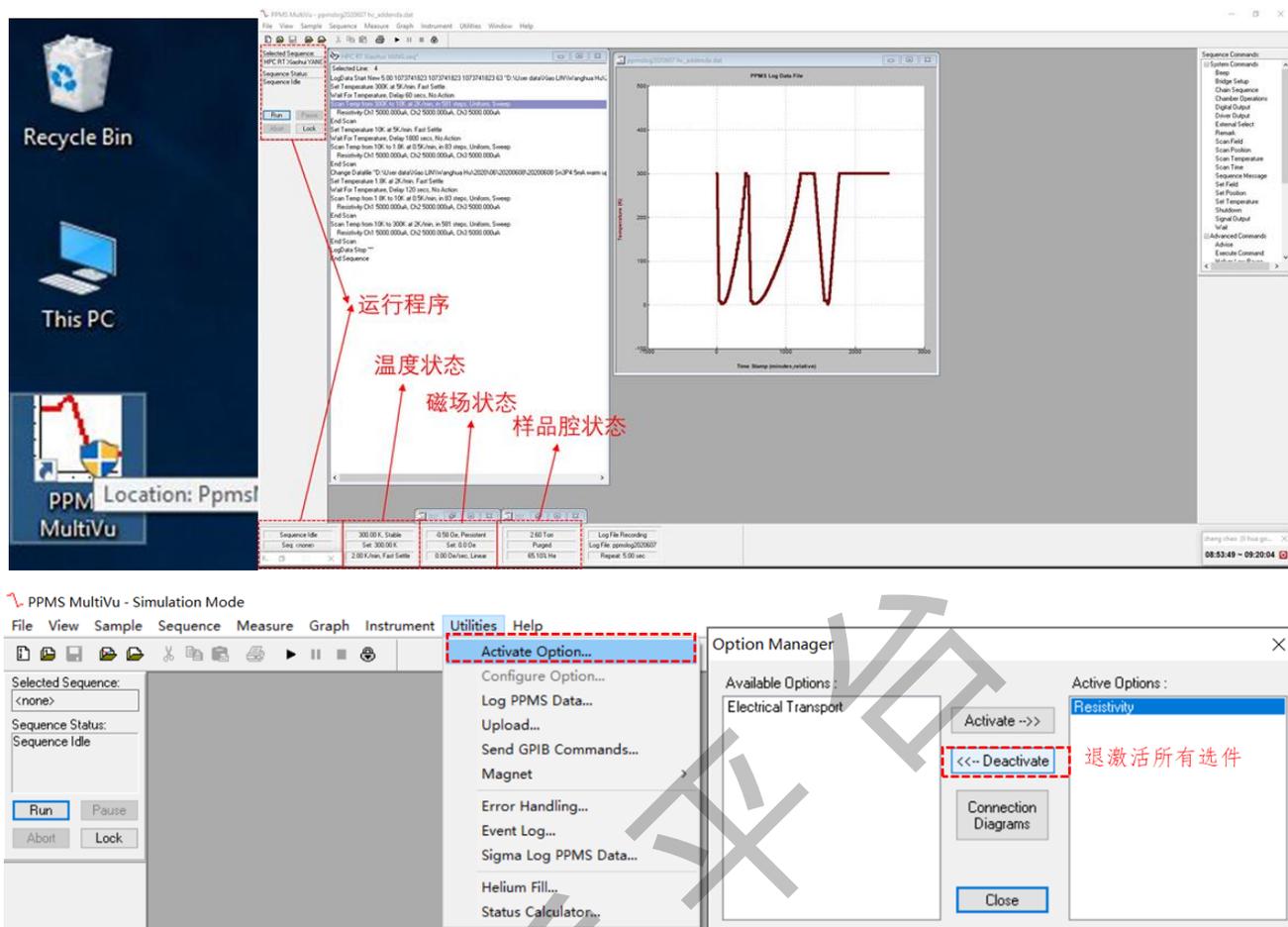


图 6.7 软件的使用及开腔前的系统检查，退激活所有选项。

- 2) 如图 6.8 所示，设定温度：若温度不在 300K，双击红色区域，弹出对话框，‘Set Point’ 设置为 300K，‘rate’ 设置为 5，‘Mode’ 选择 ‘Fast Settle’；设定磁场：若磁场不为零，双击红色区域，弹出对话框，‘Set Point’ 设置为 0，rate’ 设置为 50，‘Approach’ 选择 ‘Linear’，‘Mode’ 选择 ‘Persistent’；待温度和磁场到达目标值，双击样品腔状态区域，弹出对话框，点击 ‘Vent Cont.’，状态变为 ‘Venting’ 后，进行下一步。注意：若系统在 10K 以下快速升温至室温，必须在 300K 保持 30min 以上才能开腔。

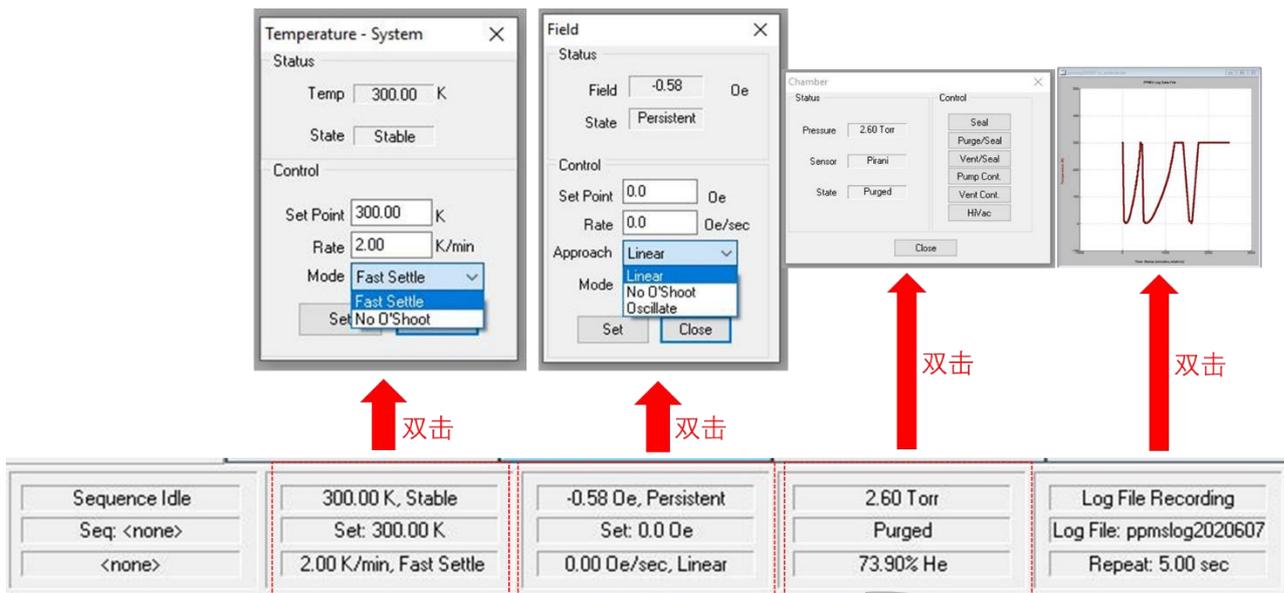


图 6.8 从左到右依次为：设置温度、设置磁场、更改样品腔状态、log 数据；

- 3) 开腔后按照以下顺序进行装样：（1）将卡箍拆下；（2）将隔热串垂直拉出；（3）检查样品腔内是否有样品；（4）将装样器锁扣打开；（5）将样品托安装在装样器底部；（6）将装样器锁扣关闭，此时一定要检查样品托是否锁紧，以防掉落；（7）将装样器垂直放入样品腔，触底后旋转，找到卡槽对应位置后，稍用力插入，不可使用蛮力；（8）将装样器锁扣打开；（9）垂直取出装样器；（10）将隔热串装回去；（11）安装好卡箍；（12）双击样品腔状态区域，弹出对话框，点击 ‘Purge/Seal’，状态变为 ‘Purged’，确保气压在 3Torr 以下后再进行下一步。

注意：装样的速度要快，不能在 ‘Venting’ 状态长时间等待。



图 6.9 安装样品步骤示意：从左到右依次为拆卡箍、隔热串、装样器锁扣打开、装样器底部、装样器锁扣关闭

7.4 Sequence 编写及测量

- 1) 如图 6.10 所示，建立 LogPPMSData 文件，这个文件记录了系统的状态，用于原始数

据的查找和故障检测；点击 MultiVu 软件中的 ‘Utilities’，选择 ‘LogPPMSData’（或者双击底部 Log File 区域），点击 ‘Stop’ 终止正在进行的记录；点击 ‘Browse’，将文件保存在 LogPPMSData 文件夹下，命名方式为 ‘LogPPMSData+年月日+使用人’，例如 ‘LogPPMSData20201001zhangchao’，‘Repeat Every’ 可选择 5-60s；分别点击 ‘Standard Items’ 等选项，在相应的窗口选择 ‘Select All’；注意：点击 ‘Map Items’ 后需要点击 ‘Select Map File’，在弹出的窗口中选择 ‘Full PSU-new’ 文件，点击 ‘Open’，点击 ‘Select All’。

以上设置确定后，回到 ‘General’ 界面，点击 ‘Start’，系统开始记录数据，点击 ‘View Data’ 可以查看数据。

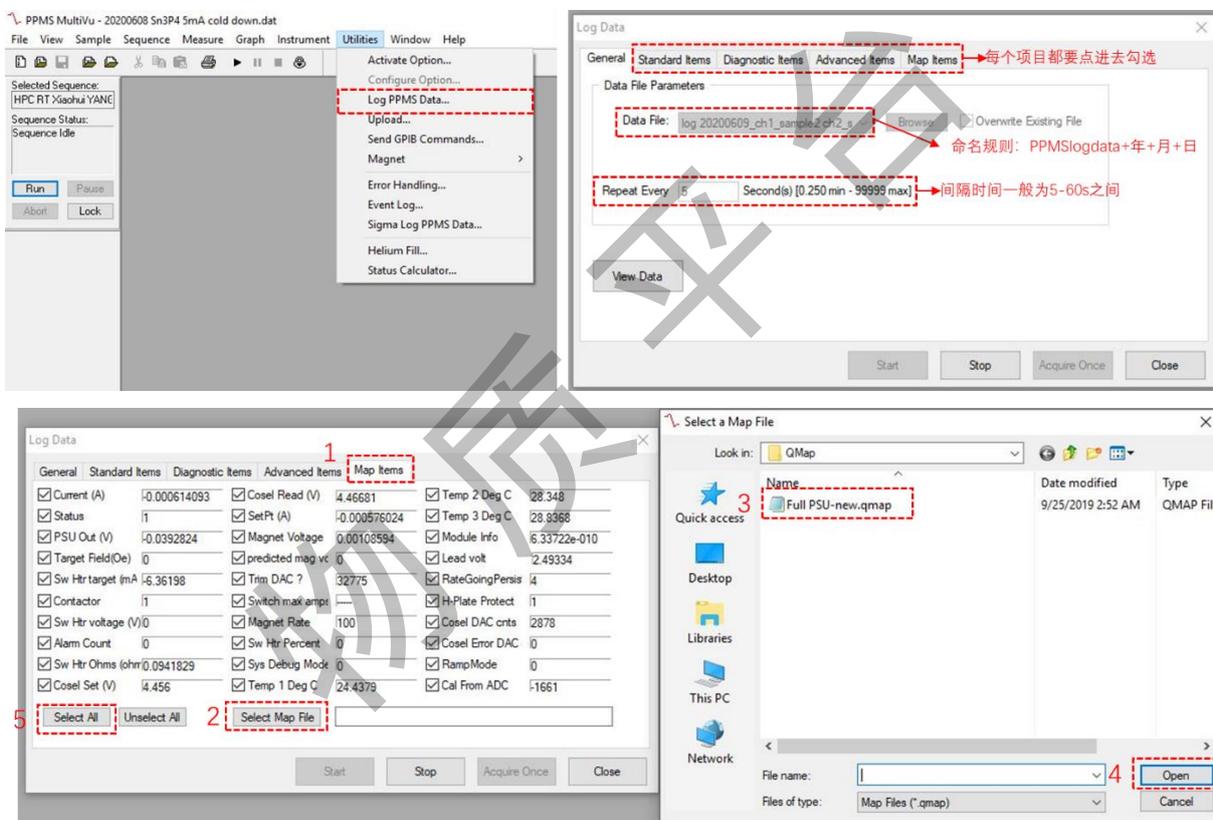


图 6.10 建立 LogPPMSData 文件

- 2) 如图 6.11 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；

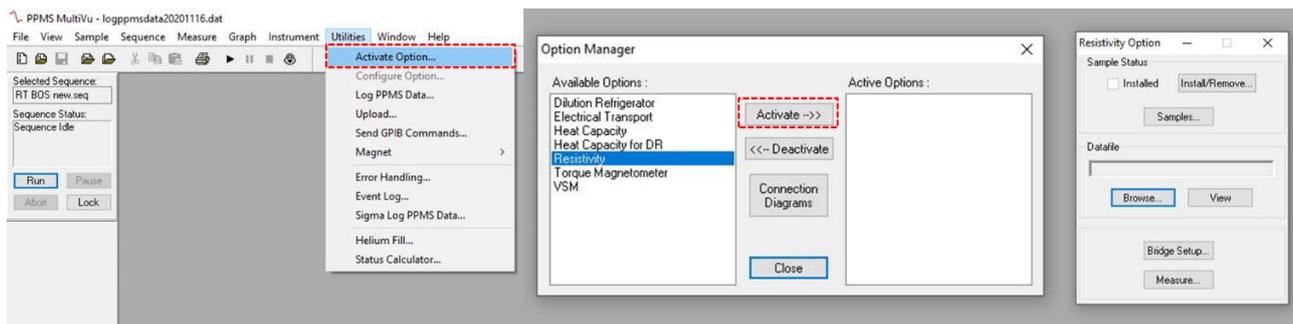


图 6.11 激活 Resistivity 选项

3) 编写 Sequence 测量程序：如图 6.12 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；

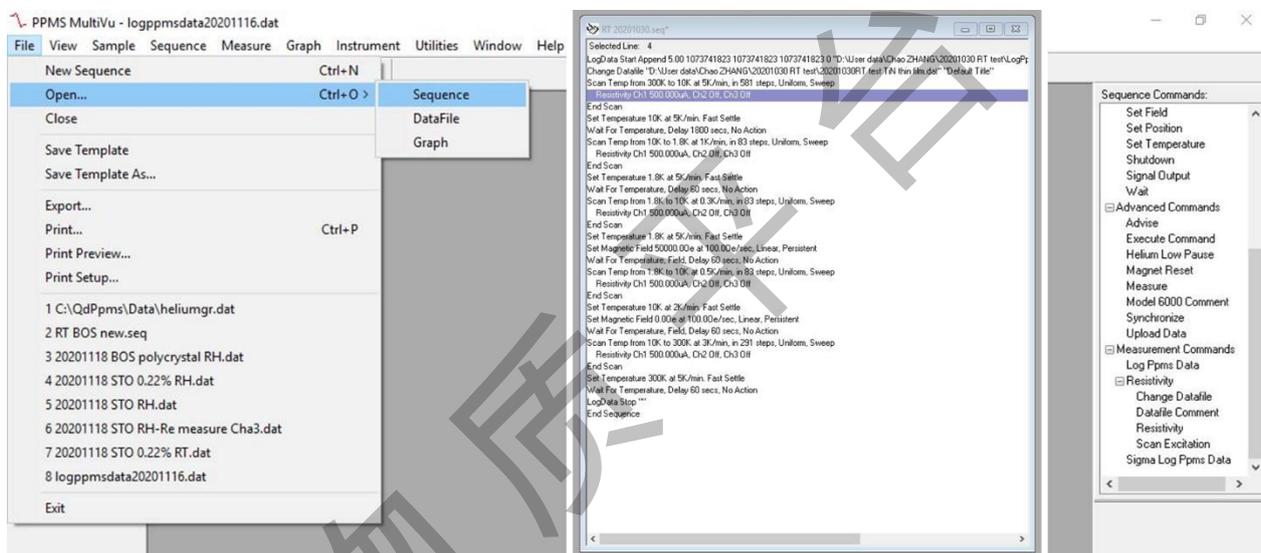


图 6.12 Sequence 测量程序的编写

4) Sequence 程序示例，该程序可以在 D 盘 ‘Standard Sequence’ 文件夹中找到：如图 6.13 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；一个 Sequence 程序一般包含三部分：第一部分：数据的保存，如 1 和 2 所示；第二部分：测试内容，如 3 和 4 所示；第三部分：测试完成后的系统恢复，如最后四行语句所示；需要注意的是当温度需要降至 10K 以下时，必须在 10K 保持 30min 以上，如 5 和 6 所示；绿色方框内展示了几个常用的测试项目，①是定场扫温，②是定温扫场，③是零场扫温。

注意：磁场超过 10T 的实验须告知技术员，不能在夜间进行实验，试验期间须全程监视。

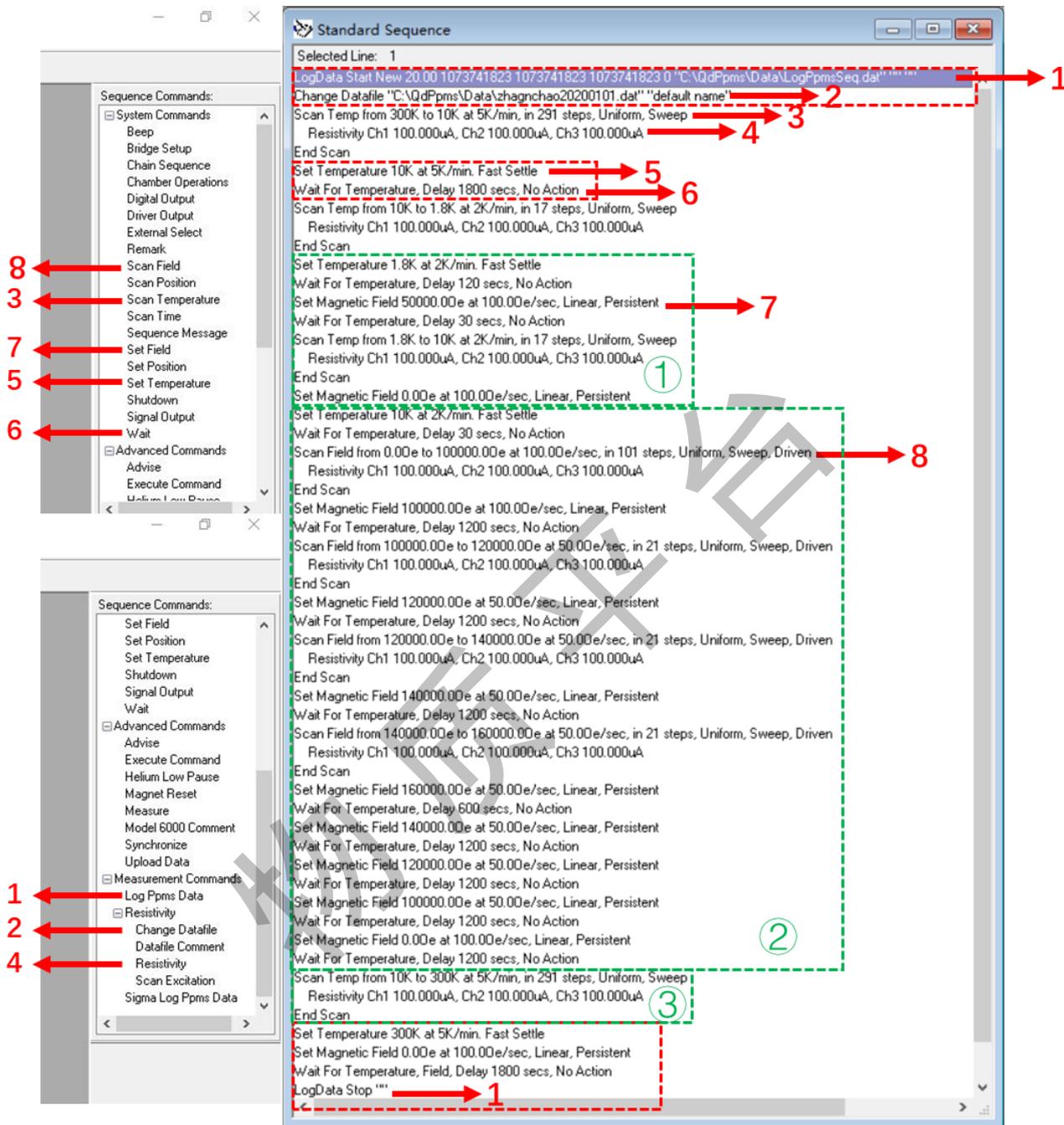


图 6.13 Sequence 程序示例

- 5) 图 6.14 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 $\leq 5K/min$ ；4.磁场的设置，设置目标磁场和变场

速度，10T 以下 $\leq 100\text{Oe/s}$ ，10T 以上 $\leq 50\text{Oe/s}$ ；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（ $\leq 5\text{K/min}$ ）；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，10T 以下 $\leq 100\text{Oe/s}$ ，10T 以上 $\leq 50\text{Oe/s}$ ，模式选择 ‘diven’，并在 10T，12T，14T，16T 使用 ‘persistent’ 模式等待 20min。

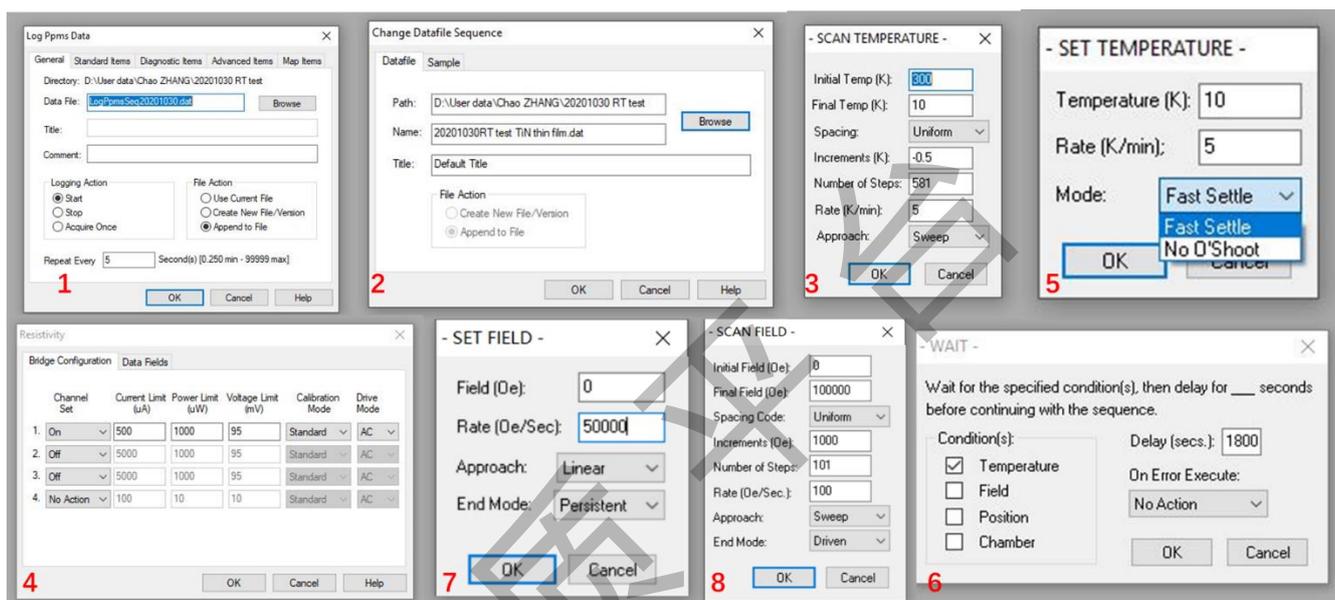


图 6.13 Sequence 语句示例

6) 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；

7.5 测试结束

1) 测试完成后，双击样品腔状态区域，如图 6.7 所示，在弹出的对话框中点击 ‘Vent Cont.’，状态变为 ‘Venting’ 后，按照 ‘6.6.3 开腔进样’ 顺序将样品取出，放入隔热串并关闭样品腔；

注意：如果系统在 10K 下保持了较长时间（大于 10h），快速升至 300K 后需要等待 30min 以上再开腔取样；

2) MultiVu 软件保持运行，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。

8. 相关/支撑性文件

综合物性测量系统记录本 V1.0；在实验过程中必须如实填写。

仪器设备使用记录

测试方式	<input type="checkbox"/> 自主操作 <input type="checkbox"/> 委托测试	日期	年 月 日
测量选项	<input type="checkbox"/> 直流电阻 <input type="checkbox"/> 高级电输运 <input type="checkbox"/> VSM <input type="checkbox"/> VSM 高温 <input type="checkbox"/> 磁扭矩 <input type="checkbox"/> 高压 <input type="checkbox"/> 稀释制冷机 <input type="checkbox"/> 比热 <input type="checkbox"/> 多功能样品杆 <input type="checkbox"/> 转角杆 其它: _____		
测试人员		课题组/导师	
电话		邮箱	
测试时间段	开始: _____ 结束: _____		
截图保存	请在开始和结束时将系统状态截图保存至桌面“Screenshot”文件夹 命名方式“排序+日期+PI 姓名拼音”		
液氦量	开始: _____ 结束: _____		
最大磁场		最低温度	
样品名称:			
测试时间段	测试内容（必须包括温度和磁场的变化、测试内容）		
设备问题 解决方法	注：出现问题及时截图、记录，并通知管理员		