

采用液氮压力恒定和辅助加热技术实现 超高精度低温控制的解决方案

Solution of Ultra-High Precision Low Temperature Control by Constant Liquid Nitrogen Pressure and Auxiliary Heating Technology

摘要：当前各种测试仪器中的低温温度控制过程中，普遍采用电增压液氮泵进行制冷和辅助电加热形式的控温方式。由于液氮温度和传输压力的不稳定，这种方式的控温精度仅能达到0.5K，很难实现小于0.1K的高精度控温。为此本文基于饱和蒸气压原理提出了液氮温区高精度温度控制解决方案，通过对液氮罐内的正压压力进行恒定控制，使液氮温度处于准确稳定状态并提供恒定的液氮输送流量，为后续试验台的电加热控温提供了稳定的制冷量。

1. 问题的提出

液氮作为一种廉价且易于获得的低温介质，在科学仪器领域的低温环境实现中应用十分广泛，如各种各种探测器、热分析仪（TGA，STA，TMA，DMA，DMTA）、激光器、电子显微镜和各种低温试验平台等，都在采用液氮进行低温控制。在这些液氮温度范围内的低温控制系统中，普遍采用加压泵送方式将液氮传输到指定容器或试验平台中，如果进行低温宽温区的温度控制则还需在低温管路和试验平台上增加辅助加热器进行温度调节和控制。

现有的加压输送液氮的手段主要是基于增大液氮罐内压力，从而将液氮压出，具体增加罐内压力的方式是通气法和电加热法。这两种方式利用了液氮自身物理变化而获得液氮蒸汽压力，没有借助其他介质的加压，不会影响液氮的纯度，关键是可以采用不同压力输送出低温氮气和气液混合液氮，以满足不同低温温度的需要。

由于电加热方式结构简单，加热功率大且易于控制，液氮输送速度速度快，目前绝大多数低温温度控制多采用这种电加热方式的液氮泵，结合试验台上配备辅助电加热器，可对试验台或样品温度进行一定精度的低温温度控制。这种液氮试验平台的温度控制系统典型结构如图1所示。

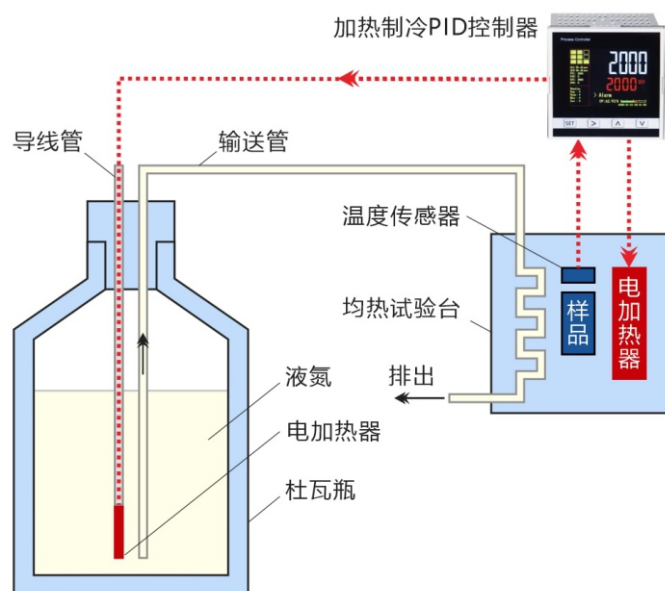


图1 常用液氮冷却低温温度控制系统结构示意图

如图1所示的常用低温控制系统，通过液氮冷却并配合电加热器的正反向PID调控可实现低温温度控制，但这种方式只适用于远离液氮沸点区域($\geq 110\text{K}$)的低温控制，不能在接近液氮沸点附近(77~110K)达到优于 $\pm 0.1\text{K}$ 以内的高精度控温，因为在接近液氮沸点附近存在气液两相共存状态，这两种状态在接近液氮沸点的温度区域非常不稳定，特别是在杜瓦瓶内压力波动较大时极易出现两相互转现象，从而导致冷却温度出现比较大的无规律波动。

另一个影响低温温度产生无法控制波动的因素是室温环境对输送管路和阀门内液氮的加热作用，这对高精度的低温控制影响十分明显且不稳定。

由于冷却温度波动较大，尽管在试验台上采用了高导热材料进行快速均温，以及辅助电加热器进行补偿调节，但这种常用的流动液氮形式低温控制方法也只能勉强达到 $\pm 0.5\text{K}$ 的控温精度，基本无法提高低温温度的高精度控制。由此可见，在必须采用流动液氮进行低温冷却的情况下，实现高精度的低温控制是个需要解决的技术问题，为此本文提出如下解决方案。

2. 解决方案

根据影响高精度低温控制的压力因素和室温环境加热因素，基于饱和蒸汽压时气液处于两相平衡的物理现象，本文提出的解决方案所设计的流动液氮高精度低温温度控制系统如图2所示，实现高精度低温控制的具体方法主要包括以下两方面的内容：

(1) 对液氮罐内气体压力进行高精度恒定控制，使杜瓦瓶中的液氮始终处于已知可控的温度下，由此获得温度和流量稳定的液氮输出源。

(2) 液氮输出管路中，避免使用很难进行绝热处理的阀门，而是采用了真空输送管，最大限度减小室温环境对管路内液氮的影响。

此解决方案的核心是将液氮温度控制和试验台温度控制分开构成两个独立控制回路，通过双通道PID控制器同时进行控制，具体如下：

(1) 压力控制通道是由压力传感器、电加热器和PID控制器第一通道构成的闭环回路，通过调节电加热器功率使杜瓦瓶内气体的正压压力保持恒定，使得整个杜瓦瓶内的气液两相液氮温度相同，此压力同时将液氮压出进行输送。

(2) 加热控制通道是由温度传感器、电加热器和PID控制器第二通道构成的闭环回路，在加载到均热试验台上的制冷量恒定的条件下，通过调节电加热器功率使样品控制在不同的设定温度上，由此最终实现样品不同低温温度的精密控制。

对于液氮输送管的热防护，尽管采用了液氮真空输送管，但要做好输送管两端的隔热防护，尽可能减少室温环境的加热影响。

3. 总结

综上所述，通过上述解决方案，可很好的解决液氮温度精密控制问题，关键是采用控压方式可使得杜瓦瓶内的液氮温度保持恒定，压力稳定的同时也使得所液氮介质的压出流量也同样稳定，这使得液氮介质的整个输送过程处于可控稳定状态，为高精度低温控制提供了最为重要的温度稳定的冷媒。

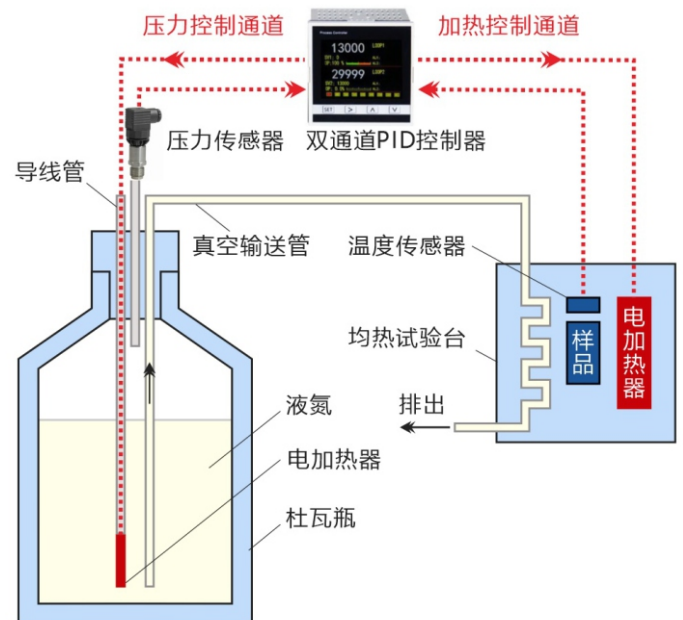


图2 高精度液氮冷却低温控制系统结构示意图