

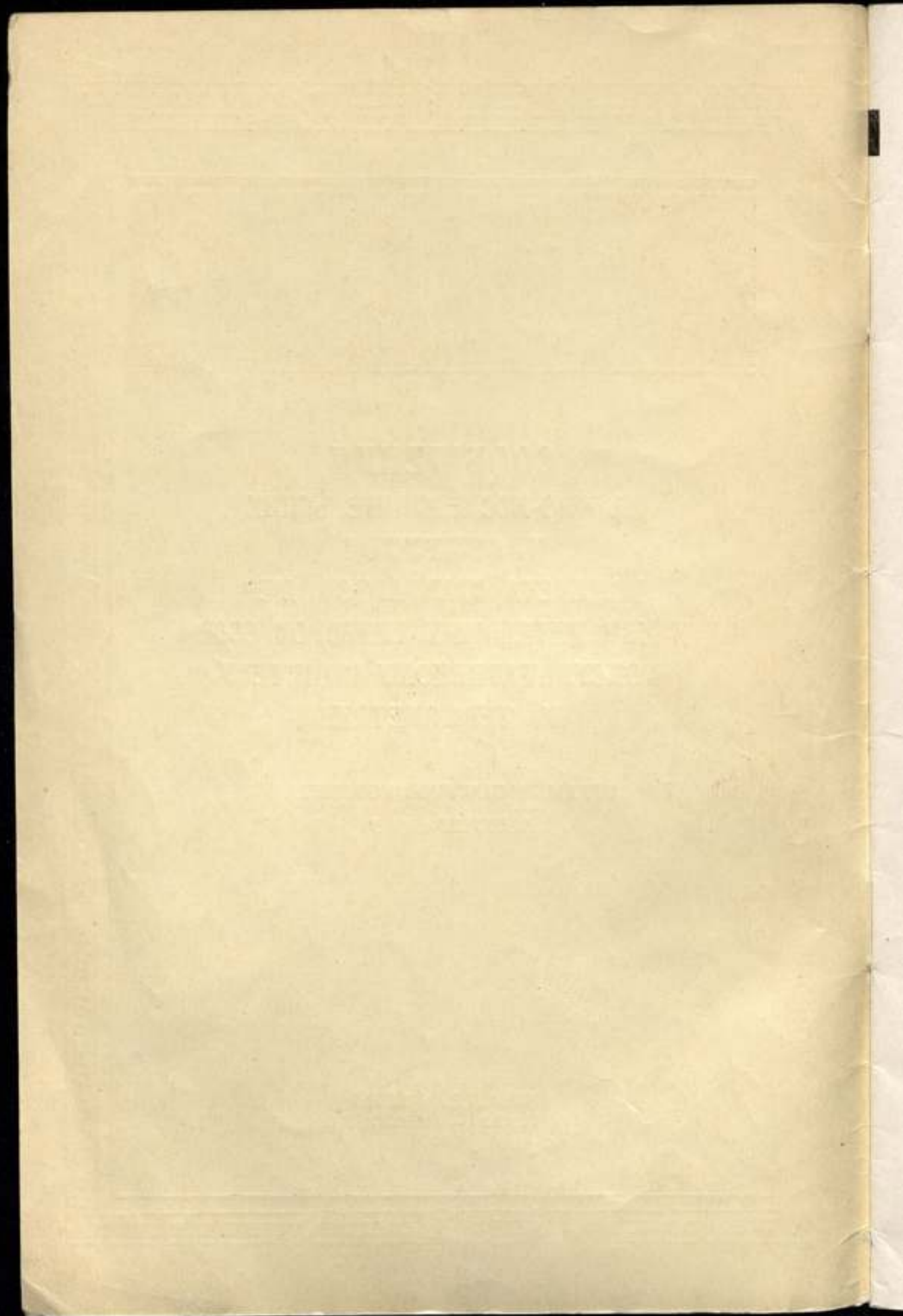
КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ, МЕР И ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ ПРИБОРОВ
ПРИ СОВЕТЕ МИНИСТРОВ СССР
**ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ**
ИМ. Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА

**СООБЩЕНИЯ
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИХ
ИНСТИТУТОВ
КОМИТЕТА СТАНДАРТОВ, МЕР
И ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ ПРИБОРОВ СССР
КОНСУЛЬТАТИВНОМУ КОМИТЕТУ
ПО ТЕРМОМЕТРИИ**

ТРУДЫ ИНСТИТУТОВ КОМИТЕТА
ВЫПУСК 49 (109)

СТАНДАРТГИЗ
МОСКВА — ЛЕНИНГРАД
1960

Ж 12333/2



КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ, МЕР И ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ ПРИБОРОВ
ПРИ СОВЕТЕ МИНИСТРОВ СССР
ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИИ имени Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА

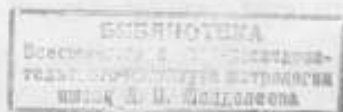
СООБЩЕНИЯ

НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИХ ИНСТИТУТОВ
КОМИТЕТА СТАНДАРТОВ, МЕР
И ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ ПРИБОРОВ СССР
КОНСУЛЬТАТИВНОМУ КОМИТЕТУ
ПО ТЕРМОМЕТРИИ

ТРУДЫ ИНСТИТУТОВ КОМИТЕТА

ВЫПУСК 49 (109)

Под редакцией
канд. техн. наук Е. Т. ЧЕРНЫШЕВА



ГОСУДАРСТВЕННОЕ ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
СТАНДАРТГИЗ

МОСКВА — ЛЕНИНГРАД
1960

mc 12333/2

ВНИИМ
Институт проблем механики
Академии наук СССР

КОМПЕТЕНЦИОННО-ЭКСПЕРТНО-ОЦЕНОЧНЫЙ КОМИТЕТ
ПО ТЕРМОДИНАМИКЕ

НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ

МЕХАНИКИ

Академии наук СССР



Ответственный редактор директор ВНИИМ
д-р. техн. наук проф. В. О. АРУТЮНОВ

5/2882/200

ПРЕДИСЛОВИЕ

Работы по уточнению значений температур затвердевания и кипения некоторых веществ являются одной из основных задач тепловых лабораторий метрологических институтов мира.

Полученные значения температурных репер дают возможность, осуществляя переход от абсолютной термодинамической шкалы температур к международным практическим шкалам, уменьшить расхождения между этими шкалами.

В последние годы вновь внимание метрологических институтов оказалось привлеченным к этому разделу исследований. Среди задач по определению температурных репер наиболее актуальны сейчас задачи, связанные с определением температуры затвердевания золота и цинка.

Определение точки затвердевания золота особенно важно в связи с большими расхождениями в ее значении, полученными исследователями Федеративной Республики Германии и Японии, а точки затвердевания цинка — в связи с предстоящим переходом на эту точку взамен неудобной серной точки.

Исследования Всесоюзного научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева (ВНИИМ) по золоту велись в связи с решениями 5-й сессии Консультативного комитета по термометрии двумя группами исследователей под руководством А. Н. Гордова и И. И. Киренкова на двух различных приборах и различными методами.

Эти исследования показали достаточно хорошее согласие в результатах, которые соответственно оказались равными 1064,5 и 1064,4° С с ожидаемыми средними квадратичными погрешностями $\pm 0,2^\circ \text{C}$ в обоих случаях.

ВНИИМ считает целесообразным принять для вывода нового окончательного международного значения температуры затвердевания золота оба значения с весами, соответствующими их погрешностям.

Следует отметить, что результаты ВНИИМ разошлись в пределах средних квадратичных погрешностей с результатами опытов крупного немецкого исследователя Мозера, что взаимно существенно повышает вес как исследований Мозера, так и исследований А. Н. Гордова и И. И. Киренкова.

Значение точки затвердевания цинка нами получено равным 419,57° С со средней квадратичной погрешностью 0,02° С.

К сожалению, мы сейчас не имеем возможности опереться для сравнения на данные других метрологических институтов. Здесь обращает

на себя внимание значительное расхождение с данными, полученными с помощью серной точки, по которой температура затвердевания цинка оказалась равной $419,505^{\circ}\text{C}$.

Полученное во ВНИИМ значение, приближая значение температуры затвердевания цинка к термодинамической шкале, может, очевидно, после получения данных других институтов послужить для вывода наиболее вероятного значения температуры затвердевания цинка как реперы международной шкалы температур.

В качестве информации мы сообщаем о наших исследованиях новых методов абсолютных измерений в области низких температур.

Редактор

А. С. АРЖАНОВ, А. Н. ГОРДОВ, У. В. ДИЙКОВ

НОВЫЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ЗАТВЕРДЕВАНИЯ ЧИСТОГО ЗОЛОТА

В статье излагаются результаты определения термодинамической температуры затвердевания чистого золота с помощью азотного газового термометра постоянного объема. Приведены результаты исследования вновь созданного газового термометра и коэффициентов давления рабочего газа. Значение температуры затвердевания золота получено равным $1064,5 \pm 0,2^\circ \text{C}$.

Со времени известных экспериментов Дея и Сосмана [1] и Дея и Клемента [2] по измерению температуры затвердевания чистого золота, послуживших основой для установления числового значения (1063°C) этой реперной точки международной шкалы температур, прошло столетия.

В связи с тем, что за истекшее время повысились требования к точности измерения температур по термодинамической шкале, в ряде стран были проведены исследования по уточнению температуры затвердевания чистого золота. Так, в 1956 г. опубликованы результаты исследований Ойши, Авано и Мошизуки (Япония, [3]) и в 1957 г. — Мозера, Отто и Томаса (ФРГ, [4]).

Значение термодинамической температуры затвердевания золота авторы первой работы нашли равным $1063,69 \pm 0,05^\circ \text{C}$, а второй — равным $1064,76 \pm 0,1^\circ \text{C}$. Таким образом, их данные различаются более чем на 1° .

Исходя из этого, 5-я сессия Консультативного комитета по термометрии в 1958 г. в своих решениях признала, что необходимы новые работы по термодинамической температуре постоянных точек шкалы [5], и указала, что новые результаты могут быть получены в Институте метрологии в Ленинграде, в Германском институте мер и весов (ФРГ) и в Национальном бюро стандартов (США).

В порядке выполнения принятых на себя обязательств ВНИИМ в последний год усовершенствовал ранее созданный азотный газовый термометр постоянного объема [6] и провел ряд газотермических исследований.

Созданный в результате этих исследований прибор представляет собой газовый термометр постоянного объема, наполняемый азотом и работающий по обычной классической схеме. Для длинного колена

ртутного манометра была выбрана трубка с внутренним диаметром 20 мм, который на длине 1,5 м изменялся в пределах $\pm 0,17$ мм, а толщина стенок менялась соответственно от 1,66 до 1,74 мм. Благодаря этому использование этой трубки позволило практически исключить влияние изменений капиллярной депрессии и клиновидности стеклянных стенок на результаты измерений высоты ртутного столба.

Вакуум над поверхностью ртути в длинном колене манометра создавался непрерывной откачкой форвакуумным и диффузионным насосами. Измерение остаточного давления (не выше $1 \cdot 10^{-3}$ мм) осуществлялось термоэлектрическим вакуумметром.

Температура ртутного столба определялась по показаниям восьми медь-константановых термопар, рабочие концы которых были прижаты вдоль всей длины наружной поверхности трубки длинного колена манометра на одинаковых расстояниях друг от друга. Для уменьшения влияния колебаний температуры помещения на показания термопар манометр был окружен слоем хорошей тепловой изоляции. Свободные концы термопар помещали в сосуд с маслом и их температуру измеряли ртутно-стеклянным термометром с ценой деления $0,1^\circ\text{C}$. Для учета возможной разницы в плотности ртути, вызванной различием тепловых условий в коротком и длинном коленах манометра ниже уровня пробки короткого колена с острием, на этом участке были установлены три дифференциальные термопары.

В коротком колене манометра уровень ртути устанавливали всегда на одной и той же высоте, для чего ртуть подводили до образования оптического контакта ее поверхности с острием. Визирование при этом осуществляли с помощью микроскопа с 45-кратным увеличением. Высоту ртутного столба измеряли на инварной шкале длиной 2 м с делениями через 1 мм и со штрихами толщиной 10—12 мк. Шкала поверена в лаборатории мер длины с точностью ± 5 мк.

Вершину мениска ртути по шкале компарировали катетометром с 20-кратным увеличением, снабженным автоколлимационной системой подсветки. Окулярный микрометр катетометра имел бисекторы; цена одного деления барабана микрометра равнялась 1,6 мк.

Платино-иридиевый резервуар газового термометра емкостью 200 мл соединялся с пространством над поверхностью ртути в коротком колене манометра с помощью капилляров платино-иридиевого (внутренний диаметр 0,8 мм, длина 520 мм) и платинового (диаметр 0,4 мм, длина 500 мм). Температуру вредного объема термометра как над поверхностью ртути в коротком колене, так и в капилляре измеряли с помощью пяти термопар.

Объем вредного пространства определяли частично геометрическим путем, а частично компрессионным методом с помощью набора калиброванных сосудов; давление газа при этом измеряли с помощью манометра самого термометра. Объем вредного пространства термометра был найден равным 452,2 мкл, что составляет 0,225% от емкости рабочего резервуара термометра. Среднее квадратичное результата, полученное из 14 серий измерений, оказалось равным $\pm 1,5$ мкл.

В качестве термометрического газа применялся азот, полученный испарением свежесобранной порции жидкого азота. От возможной примеси кислорода избавлялись, медленно пропуская газ через две последовательно соединенные печи с медными стружками при температуре около 900° . Остатки загрязняющих примесей вымораживали жидким азотом. Такой способ добывания азота при тщательном его осуществлении практически исключает возможность попадания в рабочий газ нежелательных примесей других газов из воздуха.

Для интервала 20—1000° С средний температурный коэффициент расширения материала, из которого был изготовлен резервуар газового термометра, был принят* равным $1,016 \cdot 10^{-6} \text{ град}^{-1}$. При определении барометрического коэффициента емкости резервуара найдено, что с изменением давления внутри резервуара на 1 атм его емкость меняется на 30 мкл. Вследствие уменьшения модуля упругости платино-иридия по мере возрастания температуры в значения барометрического коэффициента емкости резервуара при разных температурах вносили соответствующие изменения.

Температурный коэффициент давления азота определяли с помощью основных реперных точек шкалы — температур плавления льда и кипения воды. Для приготовления льда дистиллированную воду замораживали твердой углекислотой. Точку кипения воды осуществляли в кипятильнике с хорошо изученным однородным температурным полем. Температуру равновесия определяли по отсчетам точного барометра.

Соответствующие начальным давлениям P_0 средние арифметические значения температурных коэффициентов давления азота α_V , найденные из 6—8 серий измерений, и средние квадратичные погрешности результатов этих измерений приведены в табл. 1.

Таблица 1

P_0	980,311	780,572	536,543	311,952
$\alpha_V \cdot 10^8 \text{ град}^{-1}$	$367\,369 \pm 6$	$367\,123 \pm 7$	$366\,785 \pm 9$	$366\,500 \pm 23$

Материалы по измерению температурного коэффициента давления азота, представляя самостоятельный интерес, могут характеризовать величины случайных погрешностей измерения на созданном газовом термометре. Воспроизводимость измеренных в разные дни значений P для данного наполнения может быть характеризована средним квадратичным отклонением, которое составляло 4—6 мк рт. ст. Эта величина определяется не только инструментальными погрешностями газового термометра, но и недостаточно высокой воспроизводимостью температуры плавления льда, которая может быть оценена приблизительно в $\pm 0,001^\circ \text{C}$. Точно так же средние квадратичные погрешности результатов, приведенные в табл. 1, обусловлены не только погрешностями газотермических измерений, но и невоспроизводимостью примененных реперных точек.

На основании линейного характера связи α_V и P_0 и данных табл. 1 была найдена по способу наименьших квадратов формула

$$\alpha_V = (0,00366092 + 1,13065P_0 \cdot 10^{-7}) \text{ град}^{-1}.$$

При составлении системы нормальных уравнений веса отдельных уравнений принимались обратно пропорциональными дисперсии результатов измерений.

Средние значения коэффициентов давления азота для разных начальных наполнений позволяют определить термодинамическую тем-

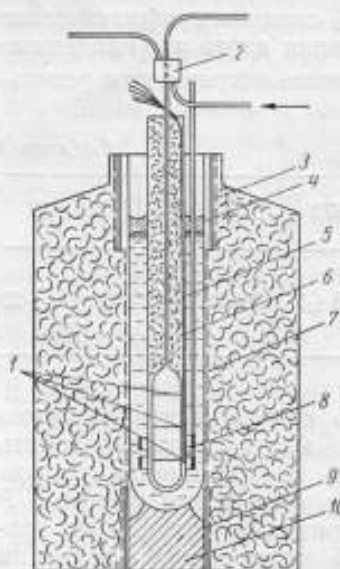
* На основании литературных материалов с их опытной проверкой [1].

пературу плавления льда. Способ экстраполяции к нулевому начальному давлению дал

$$T_0 = 273,159 \pm 0,013^\circ \text{K}.$$

Созданный азотный газовый термометр постоянного объема был использован для определения температуры затвердевания чистого золота.

Учитывая, что в ряде работ других авторов при определении температуры затвердевания золота были применены воздушные термостаты, в которых трудно достигнуть высокой однородности температурного поля вокруг рабочего резервуара термометра, большое внимание было уделено созданию жидкостного термостата. В качестве такого термостата была использована ванна с жидким, хорошо перемешиваемым оловом [6], схематически представленная на рисунке.



На боковую поверхность толстостенной, с оттянутым полусферическим дном, трубы 7 из плавящего кварца намотаны витки нихромовой ленты (основной нагреватель). Длина трубы 450 мм и внутренний диаметр 90 мм. Нижним концом труба 7 входит внутрь фарфоровой трубы 9 диаметром 40 мм и высотой 150 мм, на боковую поверхность которой также намотана нихромовая лента (нижний дополнительный нагреватель).

Для улучшения теплоотдачи от дополнительного нагревателя трубе 7 последняя установлена на теплопроводном вкладыше 10, смонтированном внутри трубы 9. Под вкладышем расположен слой тепловой изоляции. На верхнюю часть трубы 7 надета тонкостенная труба 3 диаметром 115 мм и высотой 140 мм с нихромовой намоткой по боковой поверхности (верхний дополнительный нагреватель).

В трубе 7 под слоем расплавленной поваренной соли 4 плавится олово. В расплавленное олово через трубу 7 погружают пробирку 5 из прозрачного кварца (высотой 500 мм и диаметром 50 мм) на такую глубину, чтобы ее дно не доходило приблизительно 2 см до дна трубы 7. Концентрично пробирке 5 внутрь олова вводят кварцевую мешалку 8.

Внутри пробирки 5 вводят до ее дна платино-иридиевый резервуар газового термометра, к которому привязаны платиновыми проволоками три термометры 1. Все остальное пространство внутри пробирки 5 выше резервуара заполняют хорошо пережженной на воздухе асбестовой крошкой 6.

С целью внесения большей определенности в температуру отдельных участков вредного объема, вблизи среза пробирки 5 на капилляр напаян холодильник 2, непрерывно охлаждаемый проточной водой.

Использованные при работе с газовым термометром три термометры имели положительные термоэлектроды из сплава 30% Rh и 70% Pt, а отрицательные термоэлектроды — из сплава 6% Rh и 94% Pt. Термометры армированы кварцевыми соломяками, рабочие концы их подвешены на $1/4$, $1/2$ и $3/4$ высоты резервуара газового термометра.

Градуировку термомпар по температуре затвердевания чистого золота проводили как до, так и после каждой группы газотермических измерений. Для этого в тигле из спектрально-чистого графита, с внутренним диаметром 30 мм и высотой 150 мм, плавил специально очищенное золото с высотой навески 120 мм.

Чтобы исключить возможное влияние на показание термомпар неоднородности их термоэлектродов, термомпары градуировали в описанной выше ванне с расплавленным оловом. Для этого тигель с золотом помещали внутрь кварцевой пробирки 5 вместо резервуара газового термомметра. Каждую термомпару вводили в золото в тонкостенной кварцевой пробирке диаметром 5—6 мм, пробирку опускали так, чтобы спай термомпары находился на высоте около 2 см ото дна тигля.

Очищенное золото было исследовано в оптической лаборатории методами эмиссионного количественного анализа в дуге переменного тока 5 а при экспозиции 30 сек и предварительном обыскривании 15 сек.

При этом режиме в образцах золота обнаружена только слабая линия серебра 3280,7 А, содержание серебра оценено в 0,0001%, а содержание как меди, так и железа — меньше 0,0001%. Таким образом, чистота использованного золота может быть оценена не ниже 99,9997%.

Применяемые термомпары показали очень высокую степень стабильности градуировочных характеристик. За все время измерения (с марта по декабрь 1959 г.) градуировки этих термомпар давали результаты, совпадающие в пределах точности измерений, которую по опыту лаборатории высоких температур следует оценить в $\pm 0,1^\circ\text{C}$.

Порядок измерений на газовом термомметре при температурах его резервуара, близких к температуре затвердевания золота, был следующий. Термостатную ванну разогревали и заполняли под слоем жидкой поваренной соли нужным количеством олова. В олово опускали мешалку и кварцевую пробирку 5 (см. рисунок). Внутри кварцевой пробирки (вместо резервуара газового термомметра) помещали вспомогательную термомпару, по показаниям которой проводили дальнейший подогрев печи до температуры, на несколько градусов отличающейся от температуры затвердевания золота. Под резервуар газового термомметра подводили устройство для осуществления точки плавления льда и измеряли P_0 . Для всех описываемых экспериментов по измерению температуры затвердевания золота P_0 , в зависимости от наполнения, было в пределах 315—324 мм рт. ст. Затем к резервуару привязывали три платинородий-платинородиевые термомпары, под резервуар газового термомметра подводили оловянную ванну, доведенную до нужной температуры, резервуар опускали до дна пробирки 5 и все пространство пробирки выше резервуара заполняли пережженной асбестовой крошкой. Двигая мешалку вверх и вниз, перемешивали олово вокруг резервуара в течение всего времени газотермических измерений.

Температурное поле ванны выравнивали по показаниям трех термомпар. Для этого при непрерывно работающей мешалке изменяли силу тока во всех трех нагревателях таким образом, чтобы при данном уровне температуры в ванне разность показаний термомпар не превышала $0,1^\circ$.

По достижении требуемой однородности температурного поля проводили в течение 1—2 ч несколько десятков серий измерений (по 5 отсчетов) на газовом термомметре, снимая одновременно показания всех трех термомпар. Такая многократность измерений была необходима для исключения влияния на результаты небольших случайных колебаний однородности температурного поля ванны. Чтобы исключить влияние термической инерции резервуара газового термомметра, во время

газотермических измерений температуру ванны, регулируемую по показаниям термометра, медленно повышали и понижали, и она несколько раз проходила температуру затвердевания золота.

После окончания указанных измерений при температуре, близкой к точке затвердевания золота, производили контрольное определение начального давления P_0 .

«Газовая» температура затвердевания золота рассчитывалась по формуле

$$t = \frac{P_t - P_0}{P_0 \alpha_V}$$

Специально выполненное теоретическое исследование температурного режима системы резервуар — капилляр газового термометра в условиях работы в оловянной ванне показало, что вследствие теплопроводности вдоль капилляра имеет место отток тепла от верхней части резервуара термометра, вызывающий ощутимое снижение средней объемной температуры газа в резервуаре. Исходя из условий искусственного выравнивания температур на $3/4$ высоты резервуара и условий теплообмена платино-иридиевого капилляра со стенками кварцевой пробирки δ , нашли, что снижение средней температуры газа в резервуаре вследствие оттока тепла по капилляру составляет приблизительно $0,1^\circ \text{C}$. Эта величина и учитывалась в качестве поправки к показаниям газового термометра.

Такое теоретическое исследование позволило определить характер распределения температуры вдоль погруженной в оловянную ванну части капилляра и вывести формулу для вычисления температуры этой части объема вредного пространства.

За время с марта по декабрь было выполнено несколько групп измерений температуры затвердевания золота, из них четыре группы можно считать надежными. Результаты измерений, приведенные ниже, хорошо согласуются между собой. Результаты же некоторых измерений пришлось исключить из рассмотрения из-за обнаруженной неисправности газового термометра. Так, в мае после очередной группы газотермических измерений при контрольном определении начального давления P_0 была обнаружена негерметичность рабочей системы термометра. Оказалось, что в платино-иридиевом капилляре вблизи места его приварки к резервуару образовалась небольшая трещина. Поэтому был изготовлен и приварен к резервуару новый платино-иридиевый капилляр с приблизительно такими же геометрическими параметрами, что и вышедший из строя.

В сентябре во время газотермических измерений была обнаружена закупорка капилляра несколько выше холодильника, установленного над срезом кварцевой пробирки оловянной ванны. После нагрева этого места в последующих двух группах измерений были получены ненормально высокие значения температуры затвердевания золота (1066 и 1068°C), которые, по-видимому, следует объяснить проникновением в рабочую систему термометра какого-то постороннего вещества (например, ртути), пары которого сильно изменили температурный коэффициент давления рабочего газа. Рабочая система термометра была разобрана, тщательно очищена, затем собрана и заполнена вновь добытой порцией чистого азота. Измерениями было установлено, что значение температурного коэффициента давления новой порции азота в пределах точности определений совпадало со значениями температурного

коэффициента давления азота, детально исследованного ранее. После этого газовый термометр стал давать надежные результаты измерений.

В итоге газотермических измерений, помимо указанной выше поправки, вызванной оттоком тепла по капилляру, была внесена поправка на отступление свойств азота от свойства идеального газа, для данной температуры и данного начального давления равная $+0,21^{\circ}\text{C}$.

Окончательные, заслуживающие доверия данные о термодинамической температуре затвердевания золота приведены в табл. 2.

Таблица 2

1959 г.	Число серий измерений	$t^{\circ}\text{C}$ затвердевания золота	Средняя квадратичная погрешность результата, $^{\circ}\text{C}$	Вес
Март	78	1064,43	$\pm 0,10$	0,14
Октябрь	24	1064,55	$\pm 0,06$	0,38
Ноябрь	37	1064,60	$\pm 0,07$	0,28
Декабрь	49	1064,49	$\pm 0,08$	0,20

Среднее взвешенное $1064,54 \pm 0,08^{\circ}\text{C}$.

При вычислении среднего взвешенного веса измерений принимали обратно пропорциональными дисперсии. Следует отметить, что значения температуры затвердевания золота, полученные осенью после смены платино-иридиевого капилляра, существенно не отличаются от значений, полученных в марте. Это может служить косвенным указанием на отсутствие ощутимых погрешностей определения объема каналов каждого из капилляров, выполненных в обоих случаях расчетом по данным измерений диаметра канала на срезе капилляра. Приведенные в табл. 2 значения средней квадратичной погрешности результата характеризуют только сходимость измерений внутри каждой группы. Они определяются погрешностями измерения давления газа, температуры вредного пространства и нарушениями однородности температурного поля термостата.

Для оценки суммарной погрешности найденной температуры затвердевания золота к указанной выше средней квадратичной погрешности ($\pm 0,08^{\circ}$) следует прибавить: 1) погрешность $\pm 0,02^{\circ}\text{C}$, вызванную неточностью определения объема вредного пространства; 2) погрешность $\pm 0,02^{\circ}\text{C}$, вызванную неточностью определения температурного коэффициента давления азота, и 3) погрешность $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$, вызванную неточностью определения т. э. д. с. термопар при температуре затвердевания золота; 4) погрешность, ориентировочно оцениваемую в $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$, вызванную неточностью определения коэффициента расширения материала резервуара.

Учитывая эти погрешности, получим окончательную температуру затвердевания золота.

$$t_{\text{Au}} = 1064,5 \pm 0,2^{\circ}\text{C}.$$

ЛИТЕРАТУРА

1. Day Arthur L. and Sosman Robert B., High Temperature Gas Thermometry, Washington, 1911.
2. Day Arthur L. and Clement J. K., Some New Measurements with the Gas Thermometer, Am. Journal of Science, v. XXVI, № 155, 1908.
3. Oishi Jiro, Awano Mitsuru and Moshisuki Takeshi, New Determination of the Temperature of Gold and Silver Points on the Thermodynamic Scale, Journal of the Physical Society of Japan, v. 11, № 3, 1956.
4. Moser H., Otto J. und Thomas W., Gasthermometrische Messungen bei hohen Temperaturen, Neue gasthermometrische Methode, Z. für Physik, 13, 147, 1 Heft, 1957.
5. Procès-Verbaux des séances, Comité Consultatif de thermometrie, 1959.
6. Гордов А. Н. и Киренко И. И., Азотный газовый термометр постоянного объема, Труды ВНИИМ, вып. 25 (85), 1955.

Н. В. АРЕФЬЕВА, У. В. ДИЙКОВ, К. С. ИЗРАИЛОВ,
И. И. КИРЕНКОВ, Н. В. ШЕМИЛЛО

ИЗМЕРЕНИЕ ТЕРМОДИНАМИЧЕСКОЙ ТЕМПЕРАТУРЫ РАВНОВЕСИЯ МЕЖДУ ТВЕРДЫМ И ЖИДКИМ ЦИНКОМ И МЕЖДУ ТВЕРДЫМ И ЖИДКИМ ЗОЛОТОМ

В статье описан новый газовый термометр повышенной точности. Приведены результаты измерений термодинамических температур равновесия между жидким и твердым золотом и между жидким и твердым цинком и рассмотрены частные погрешности, с которыми были определены параметры термометра. Усовершенствование конструкции манометра и применение новых узлов обеспечило повышение точности измерения давления.

Газовый термометр

Для измерений термодинамической температуры равновесия между твердым и жидким цинком и между твердым и жидким золотом применялся газовый термометр постоянного объема, принципиальная схема которого изображена на рис. 1.

Резервуар 1 из кварцевого стекла, объемом 120—180 см³ снабжен кварцевым капилляром 2 диаметром 0,4—0,7 мм и длиной 400—450 мм, присоединенным с помощью капилляра 3 из нержавеющей стали диаметром 0,5 мм к разделительной камере 4 и через нее — к ртутному манометру.

Для соединения кварцевого капилляра 2 со стальным 3 последний снабжен наконечником с полированной торцевой поверхностью. Торцы капилляра 2 также полированы. Полированные торцы соединены между собой путем оптического контакта и дополнительной стяжки; кроме того, по периметру поверхности их соприкосновения наложена герметизирующая замазка.

Вредное пространство определено путем измерения объема кварцевого капилляра (отдельные участки его заполняли ртутью, которую затем взвешивали) и объема стального капилляра вместе с разделительной камерой (методом сжатия газа).

Давление чистого азота, заполнявшего резервуар 1, при измеряемой температуре было близко к атмосферному.

Разделительная камера (рис. 2) с помощью мембраны отделяет рабочий газ в резервуаре термометра от газа, создающего давление на ртуть в нижнем колене манометра, и представляет собой нулевой дифферен-

циальный манометр, позволяющий фиксировать равенство давлений этих газов.

Соединение камеры с резервуаром производится с помощью капиллярной трубки 2, а с манометром — трубкой 1.

Применение разделительной камеры дает следующие основные преимущества:

- 1) облегчает термостатирование манометра;
- 2) позволяет увеличить диаметр мениска ртути без увеличения объема вредного пространства;

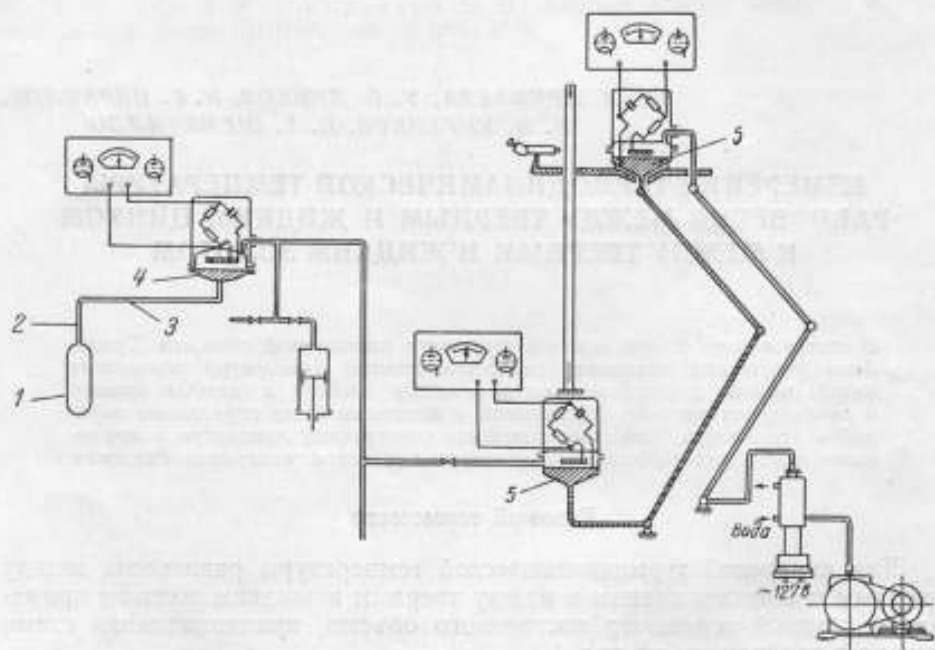


Рис. 1. Принципиальная схема газового термометра.

- 3) облегчает подготовку измерений и чередование измерений с разными резервуарами при различных температурах;
- 4) исключает возможность загрязнения рабочего газа парами ртути;
- 5) облегчает контроль работы манометра.

Индикатором равенства давлений газа служит изготовленная из фосфористой бронзы толщиной 0,025 мм чувствительная мембрана 3, диаметром 75 мм. Она натянута на медное основание 4 разделительной камеры и герметично соединена с ним.

Детали, прилегающие к мембране с обеих сторон, образуют охраняющие поверхности сферической формы, защищающие ее от перегрузки при односторонних давлениях. Зазор между мембраной и охраняющей поверхностью в центральной части составляет 0,07—0,08 мм и соответственно объем этого промежутка (один из этих объемов входит в объем вредного пространства) равен приблизительно 150 мм³.

Смещение мембраны из положения равновесия контролировалось емкостным методом. Средняя часть (диаметром около 50 мм) одной из

охранных поверхностей, электрически изолированная от остальных деталей, в паре с мембраной образует конденсатор, емкость которого изменяется при смещениях мембраны. Конденсатор включен в плечо моста переменного тока (частота 1000 гц), уравновешенного при нулевом положении мембраны. Нарушение равновесия моста позволяло судить о знаке и величине разности давлений сверху и снизу мембраны.

Испытания показали, что погрешности разделительной камеры определяются главным образом остаточными деформациями мембраны и не выходят за пределы 1 мк рт. ст.

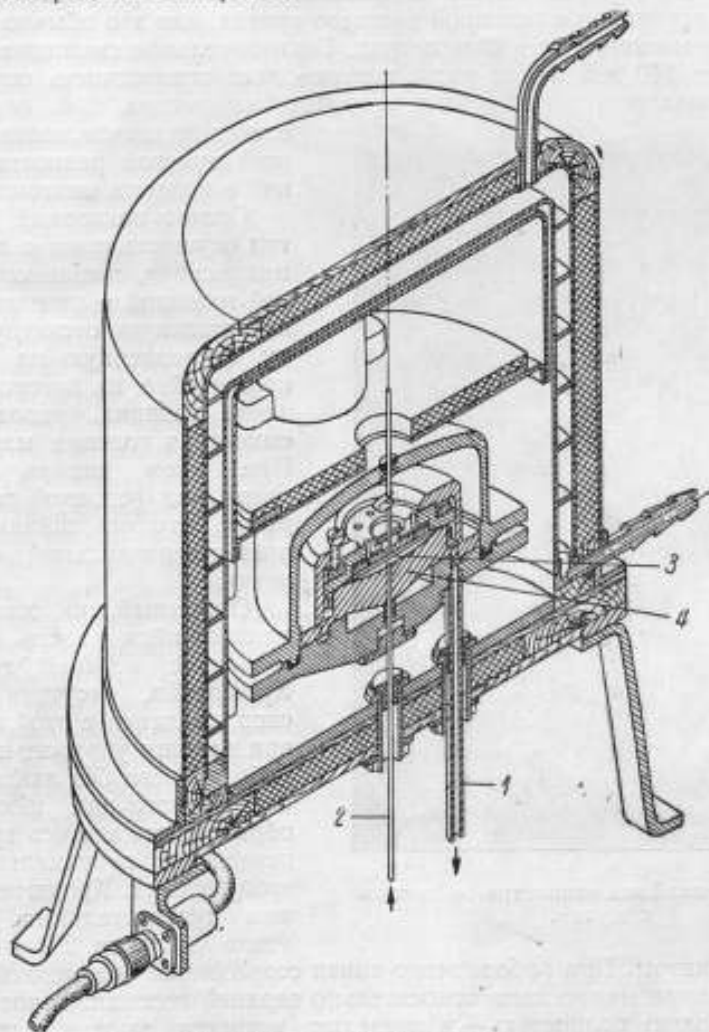


Рис. 2. Разделительная камера.

В газовом термометре применен ртутный манометр с емкостной фиксацией уровня ртути. Внешний вид манометра со снятым кожухом представлен на рис. 3.

Манометр снабжен двумя емкостными головками (5 на рис. 1), конструкция которых дана на рис. 4: неподвижной — в нижнем колене и подвижной — в верхнем колене манометра. Постоянство уровня ртути

в них контролировалось с высокой точностью по электрической емкости, образуемой поверхностью ртути 1, диаметром 80 мм, и плоским стальным электродом 2, неподвижно расположенным в головке и имеющим диаметр 50 мм.

Конструкция головки выполнена таким образом, чтобы влияние разности внешнего и внутреннего давлений на точность фиксации уровня ртути (барометрический эффект) не выходило за пределы $\pm 0,2-0,3$ мм, причем предусмотрена возможность контроля этого влияния.

Головка в верхнем колене описываемого манометра расположена не на одной вертикали с головкой нижнего колена, как это обычно принято в ртутных манометрах и барометрах. Горизонтальное смещение головок составляет 140 мм. Такое расположение дает возможность определять «нулевое положение» отсчетных устройств манометра, т. е. определять

отсчет по шкале, соответствующий нулевой разности давлений в коленах манометра.

Отсчет показаний манометра осуществлялся с помощью микроскопа, связанного с верхней головкой и наведенного на неподвижную отсчетную шкалу, закрепленную на том же кронштейне, на котором закреплена нижняя, неподвижная, емкостная головка манометра. При этом шкала установлена над головкой таким образом, что ось шкалы совпадает с вертикальной осью головки.

Отсчетный микроскоп, перемещающийся вдоль шкалы, связан с верхней головкой. Кронштейн, несущий микроскоп, соединен с этой головкой при помощи упругого шарнира, работающего без люфта и расположенного над нею таким образом, что его ось вращения пересекает вертикальную ось этой головки. Кронштейн снабжен чувствительным уровнем (цена деления $2''$) и юстиро-

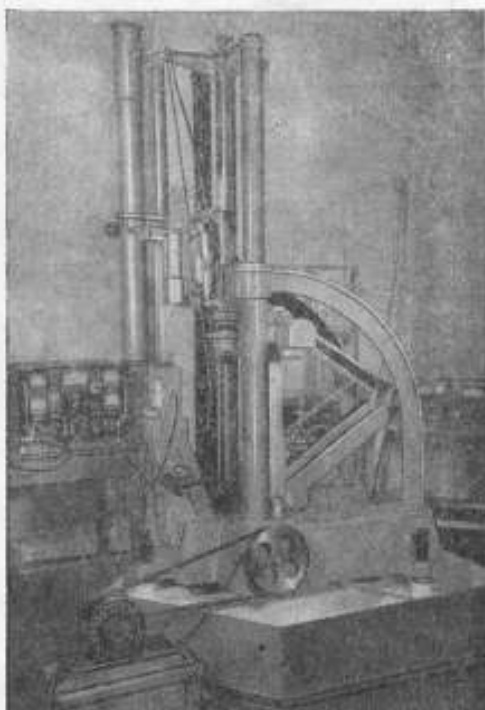


Рис. 3. Внешний вид манометра со снятым кожухом.

вочным винтом. При работе этого винта сохраняется неизменной высота расположения микроскопа относительно верхней головки. Такое устройство позволяет полностью — в пределах точности уровня — устранить влияние перекосов манометра на его показания.

Контроль температуры манометра осуществлялся следующим образом. Вдоль наружной поверхности стеклянных трубок, несущих ртуть, были приклеены рабочие концы 12 медь-константановых термопар. Эти трубки вместе с термопарами были покрыты слоем ваты в качестве тепловой изоляции. Таким же образом были установлены термопары на шкале. Весь прибор помещен в кожух, внутри которого с помощью двух вентиляторов непрерывно поддерживается круговая замкнутая циркуляция воздуха, обеспечивающая выравнивание температуры внутренних

деталей. Все источники тепла вынесены из кожуха наружу, кроме мостовых устройств емкостных головок, мощность рассеивания которых составляет около 1 мвт.

Манометр обеспечивает точность измерения давления примерно $\pm 1 \div \pm 2$ мк рт. ст.

Термостаты

Тройная точка воды осуществлялась общепринятым образом. Для этого пользовались сосудами, изготовленными из стекла пирекс или термометрического стекла № 29 и отличающимися от применяемых обычно для этой цели лишь увеличенными размерами. Они имели общую высоту 550 мм, диаметр 150—180 мм и емкость 9—12 л; диаметр колодца 44—48 мм и глубина его 480 мм.

Ледяная рубашка по всей высоте колодца имела толщину 3—5 см. В колодец сосуда наливали ртуть, в которую при измерениях погружали резервуар газового термометра. При расчетах значений измеряемой температуры давление газа в резервуаре при температуре тройной точки воды принимали равным значению, полученному непосредственно после измерений при искомой температуре.

Плавление цинка осуществляли в вертикальной электрической печи с тремя независимо регулируемым нагревателями 1, 2, 3 (рис. 5). Тигель 4 из чистого графита (зольность около 0,02%) с внутренним диаметром 90 мм и высотой 240 мм наполняли цинком, имеющим не более 0,0003% примесей, в который при измерениях погружали резервуар газового термометра 5. При плавлении или затвердевании цинка температура резервуара оставалась неизменной от 40 мин до 2 ч.

Термодинамическую температуру затвердевания золота определяли следующим образом. Были использованы три платино-родиевые термопары (30 и 6% родия), предварительно градуированные при температуре затвердевания золота. Спаи термопар привязывали платиновой проволокой к рабочему резервуару 1 (рис. 6) газового термометра в трех точках на различной высоте. После этого резервуар, помещенный в защитную кварцевую пробирку 2, погружали в олово, расплавленное в кварцевом тигле 3 специальной ванны. По показаниям термопар температуру олова устанавливали равной температуре затвердевания золота, при этом их показания сравнивали с показаниями газового термометра.

Ванна для олова представляет собой специальную электрическую печь с тремя независимыми нагревательными обмотками 4, 5, 6. Силу тока в них регулируют по показаниям термопар. Внутренний диаметр кварцевого тигля печи 100 мм, а внутренний диаметр кварцевой про-

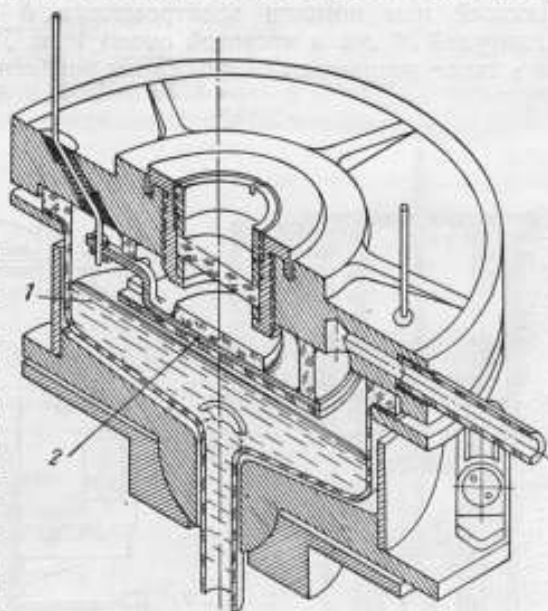


Рис. 4. Емкостная головка.



бирки, защищающей резервуар, — около 45 мм. Олово между пробиркой и стенками тигля непрерывно перемешивали кварцевой мешалкой, совершающей при помощи электромотора 8 вертикальные колебания с амплитудой 80 мм и частотой около 1 гц. Для защиты от окисления олово в тигле покрывали сверху слоем поваренной соли.

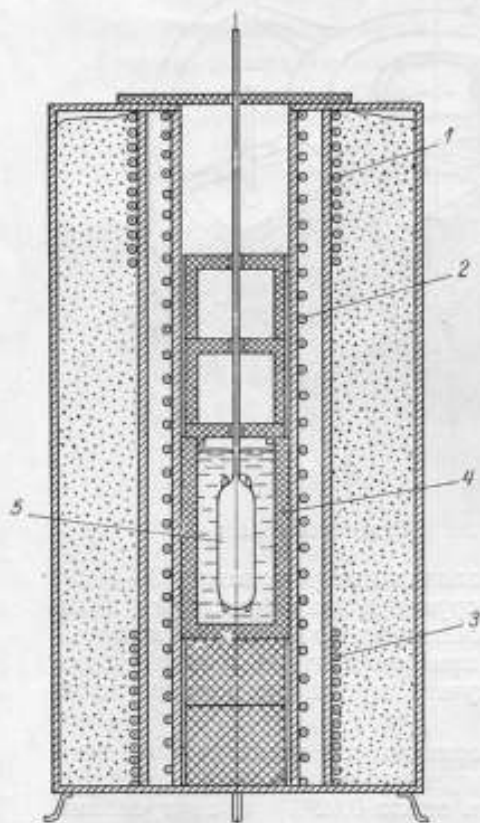


Рис. 5. Печь для цинка.

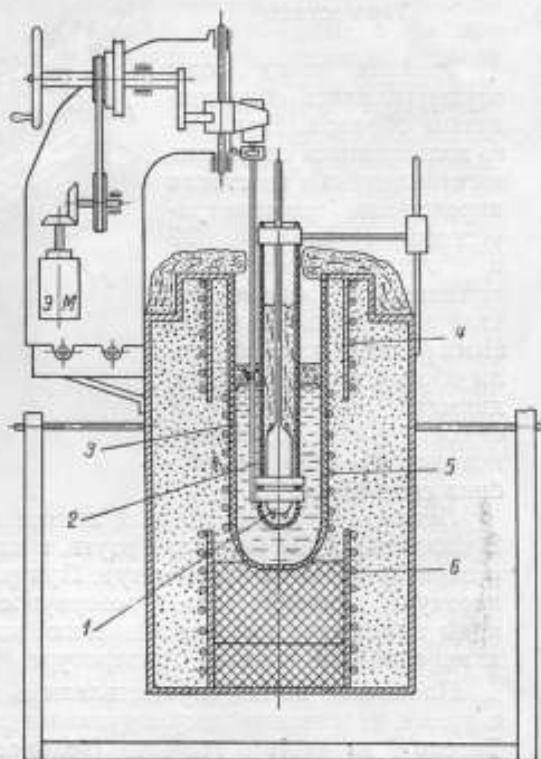


Рис. 6. Печь для золота.

При измерениях температура спаев термопар отклонялась от точки золота в среднем на $\pm 0,8$ град, разности температур между спаями составляли в среднем $\pm 0,1$ град.

Для уменьшения влияния термоэлектрической неоднородности электродов термопар тигель с чистым золотом (около 0,0003% примесей) при их градуировке устанавливали в той же печи, в которой их сравнивали с газовым термометром. В обоих случаях глубина погружения электродов в печь поддерживалась приблизительно одинаковой.

Результаты измерений

Для определения термодинамической температуры равновесия между жидким и твердым цинком было проведено пять серий измерений. Из них три серии — при затвердевании цинка и две — при плавлении его. Результаты измерений приведены в табл. 1.

Значение термодинамической температуры рассчитывалось по формуле

$$t = 273,16 \cdot \frac{P_t}{P_0} - 273,15,$$

где P_t и P_0 — давления рабочего газа при измеряемой температуре и при температуре тройной точки воды, соответственно.

Таблица 1

Дата	Металл и фазовый переход	Число измерений	Результат, °С	Случайная погрешность результата, град
26/ХІІ 1959 7/І 1960 1/ІІ 1960	Цинк—затвердевание Среднее взвешенное	17	419,569	±0,002
		12	419,579	±0,004
		21	419,560	±0,002
			419,566 ± 0,004	
27/ХІІ 1959 2/ІІ 1960	Цинк — плавление Среднее взвешенное	17	419,605	±0,005
		8	419,553	±0,003
			419,567 ± 0,015	
29/ХІІ 1959	Золото — затвердевание	15	1064,36	±0,11

Все необходимые поправки, кроме поправки на второй вириальный коэффициент азота, и поправки, учитывающей разность между температурой резервуара в данный момент и искомой температурой (при измерениях в точке золота), вводились до расчета по последней формуле. Второй вириальный коэффициент азота, выраженный в единицах «Амга», принимался равным

$$B_0 = -0,449 \cdot 10^{-3};$$

$$B_{419,5} = 1,102 \cdot 10^{-3};$$

$$B_{1063} = 1,43 \cdot 10^{-3}.$$

Каждое измерение, указанное в табл. 1, состояло из 2—7 отсчетов давления газа по манометру, из 7—10 отсчетов э. д. с. терморпар, показания которых сравнивались с показаниями газового термометра (при измерениях в точке золота), и из 1—2 отсчетов всех остальных величин, контролируемых во время измерений. При вычислении средних взвешенных значений веса считались обратно пропорциональными квадратам погрешности результата для каждой серии.

Погрешности

1. Средняя квадратичная погрешность измерения температуры ртути в манометре в пересчете на погрешность измеряемой термодинамической температуры составила:

для точки цинка

$$\Delta_1 T_{Zn} = \pm 0,003 \text{ град};$$

для точки золота

$$\Delta_1 T_{Au} = \pm 0,005 \text{ град}.$$

2. Погрешность от неточного учета температуры вредного пространства составила:

для точки цинка

$$\Delta_2 T_{Zn} = \pm 0,003 \text{ град};$$

для точки золота

$$\Delta_2 T_{Au} = \pm 0,015 \text{ град}.$$

3. Коэффициент линейного теплового расширения материала резервуара газового термометра был измерен абсолютным интерференционным методом для нескольких значений температуры в интервале $0 \rightarrow 400^\circ \text{C}$ со средней квадратичной погрешностью $\pm 1 \cdot 10^{-8} \text{ град}^{-1}$. Измерения проводились с образцами из кварца, вырезанными из резервуаров, принадлежащих партии, из которой был выбран рабочий резервуар газового термометра. По результатам измерений, с учетом неисключенных остатков систематических погрешностей, было принято:

для интервала температур, $^\circ\text{C}$. . . $0 \div 419$	$0 \rightarrow 1063$
коэффициент объемного расширения, град^{-1}	$(1,92 \pm 0,06) \cdot 10^{-6}$ $(1,9 \pm 0,1) \cdot 10^{-6}$

Соответствующая погрешность в пересчете на термодинамическую температуру составляет:

для точки цинка

$$\Delta_3 T_{Zn} = \pm 0,015 \text{ град};$$

для точки золота

$$\Delta_3 T_{Au} = \pm 0,1 \text{ град}.$$

4. Применение термопар вызывает дополнительные погрешности в точке золота, ориентировочно равные

$$\Delta_4 T_{Au} = \pm 0,1 \text{ град}.$$

При измерениях в точке цинка этот источник погрешности отсутствует.

5. Ориентировочное значение погрешности, определяемой неточным значением свойств азота и их отличия от свойств идеального газа, составило:

для точки цинка

$$\Delta_5 T_{Zn} = \pm 0,01 \text{ град};$$

для точки золота

$$\Delta_5 T_{Au} = \pm 0,1 \text{ град}.$$

6. Средняя квадратичная погрешность, вызванная колебанием нулевого положения манометра, составляет ± 1 мк рт. ст. В пересчете на термодинамическую температуру это даст:

для точки цинка

$$\Delta_6 T_{Zn} = \pm 0,003 \text{ град};$$

для точки золота

$$\Delta_6 T_{Au} = \pm 0,01 \text{ град.}$$

7. Погрешность, возникающая от теплового расширения шкалы манометра, составляла:

для точки цинка

$$\Delta_7 T_{Zn} = \pm 0,005 \text{ град.};$$

для точки золота

$$\Delta_7 T_{Au} = \pm 0,01 \text{ град.}$$

8. Неоднородность температурного поля в рабочем пространстве термостата, окружающего резервуар газового термометра, может привести к тому, что средняя температура резервуара (и газа в нем) не будет равна температуре равновесия между твердым и жидким металлом (при измерениях в точке цинка) или средней температуре закрепленных на резервуаре термодпар (при измерениях в точке золота). При этом необходимо учесть, что неоднородное температурное поле не может оставаться стационарным в течение длительного времени в условиях как затвердевания или плавления большой массы металла, так и интенсивного перемешивания жидкого металла, и распределение температуры должно контролироваться термомпарами. Поэтому систематическая погрешность, вызванная неоднородностью температуры, вряд ли может быть в этих условиях больше случайной погрешности результата, определяемой по разбросу отсчетов, и в дальнейшем эта систематическая погрешность считается равной случайной погрешности результата, вычисленной для каждой серии измерений. Таким образом, неисключенный остаток рассматриваемой систематической погрешности принимается равным:

для точки цинка

$$\Delta_8 T_{Zn} = \pm 0,005 \text{ град.};$$

для точки золота

$$\Delta_8 T_{Au} = \pm 0,1 \text{ град.}$$

Неоднородность температурного поля в сосуде тройной точки воды составляет десятитысячные доли градуса.

9. Средняя квадратичная погрешность, возникающая вследствие случайного разброса результатов измерений, на основании данных, приведенных в табл. 1, составляет:

для точки цинка

$$\Delta_9 T_{Zn} = \pm 0,01 \text{ град.};$$

для точки золота

$$\Delta_9 T_{Au} = \pm 0,1 \text{ град.}$$

Следует отметить, что остальные перечисленные выше погрешности (от $\Delta_1 T$ до $\Delta_8 T$), если и входят в случайную погрешность $\Delta_9 T$, то лишь в весьма незначительной степени.

10. Существует еще ряд источников погрешностей измерения термодинамической температуры, к которым относятся: погрешности поверки шкалы манометра и окулярмикрометра отсчетного микроскопа; погрешности измерения вакуума в верхней головке манометра; влияние имеющихся в азоте примесей (количество этих примесей меньше 1%, причем известно, что полностью отсутствуют примеси, которые могут конденсироваться); погрешности определения неравенства давлений в резервуаре и в манометре по показаниям разделительной камеры; погрешности учета изменения объема вредного пространства из-за прогиба мембраны при отсчете; погрешности определения барометрического коэффициента резервуара.

Однако все перечисленные здесь погрешности малы и их можно не учитывать.

11. Еще одним источником погрешности является адсорбция и реадсорбция газа (азота) стенками резервуара при изменении температуры, т. е. при переходе от тройной точки воды к измеряемой температуре. В связи с принципиальной неизбежностью этой погрешности для всех газовых термометров и полной ее неопределенностью она в дальнейших расчетах не учитывалась. Возможно, что некоторое уменьшение влияния переменной адсорбции может быть достигнуто с газовым термометром, работающим по методу «постоянной температуры резервуара», предложенному Мозером.

Нами этот метод не применялся, так как он неизбежно приводит к загрязнению рабочего газа парами ртути, причем концентрация их изменяется в процессе эксперимента. Кроме того, при применении этого метода не контролируется стабильность температуры резервуара во время измерений.

Суммарная погрешность

Суммарная погрешность результата измерений была вычислена путем квадратичного сложения всех частных погрешностей. Эти погрешности приведены в табл. 2.

Таблица 2

Погрешности	Источники погрешности (или измеряемая величина)	Погрешность, град	
		T_{Zn}	T_{Au}
$\Delta_1 T$	Температура ртути в манометре	$\pm 0,003$	$\pm 0,005$
$\Delta_2 T$	Температура вредного пространства	$\pm 0,003$	$\pm 0,015$
$\Delta_3 T$	Расширение резервуара	$\pm 0,015$	$\pm 0,1$
$\Delta_4 T$	Термопары	—	$\pm 0,1$
$\Delta_5 T$	Вириальный коэффициент азота	$\pm 0,01$	$\pm 0,1$
$\Delta_6 T$	Нулевое положение манометра	$\pm 0,003$	$\pm 0,01$
$\Delta_7 T$	Расширение шкалы	$\pm 0,005$	$\pm 0,01$
$\Delta_8 T$	Температурное поле термостата	$\pm 0,005$	$\pm 0,1$
$\Delta_9 T$	Случайные погрешности (разброс)	$\pm 0,01$	$\pm 0,1$
Средняя квадратичная		$\pm 0,02$	$\pm 0,2$

Таким образом, результатом измерений можно считать

$$t_{Zn} = 419,57 \pm 0,02^\circ \text{C}; \quad t_{Au} = 1064,4 \pm 0,2^\circ \text{C}.$$

Сравнение полученных результатов с литературными данными

В 1956—1957 гг. впервые после 1911 г. были представлены две новые работы, Ойши и Мозера, по измерению термодинамической температуры

равновесия между твердым и жидким золотом. Кроме того, во ВНИИМ под руководством А. Н. Гордова в 1959 г. независимо от настоящей работы также выполнено измерение температуры затвердевания золота.*

Оценка самими авторами результатов этих работ приведена в табл. 3.

Таблица 3

Год	Автор	$t_{Au}^{\circ}C$	Погрешность по оценке авторов, град
1956	Ойши и др.	1063,66	$\pm 0,05$
1957	Мозер и др.	1064,76	$\pm 0,1$
1959	А. Н. Гордов	1064,5	$\pm 0,2$
1959	Настоящая работа . . .	1064,4	$\pm 0,2$

В работе Ойши, Авано и Мошизуки могут вызывать сомнения следующие обстоятельства:

- 1) применение воздушной электропечи для сличения газового термометра с термодарами, градуированными в точке золота;
- 2) контакт рабочего газа со ртутью, пары которой могли конденсироваться и испаряться в резервуаре;
- 3) отсутствие убедительного анализа этих двух погрешностей;
- 4) расхождение полученного значения с результатами трех остальных работ.

Преимуществами работы Мозера, Отто и Томаса являются:

- 1) погружение резервуара непосредственно в золото без применения термодар;
- 2) применение различных рабочих газов;
- 3) применение нового метода «постоянной температуры резервуара», предположительно уменьшающего влияние переменной адсорбции газа стенками резервуара.

К сожалению, Мозер не приводит каких-либо цифр в подтверждение последнего преимущества. Возможно, что количественная проверка преимущества нового метода была затруднена переменной концентрацией паров ртути в резервуаре или нестабильностью температурного поля, связанной с малыми размерами тигля, окружающего резервуар. Эти два обстоятельства, а также отсутствие их анализа и контроля стабильности средней температуры резервуара во время фазового перехода, являются недостатками работы Мозера, Отто и Томаса.

В работе А. Н. Гордова применена та же печь с термодарами, что и в настоящей работе. Но газовый термометр, его резервуар и вся методика работы и исключения погрешностей были существенно различными. Поэтому все инструментальные погрешности, включая влияние теплового расширения резервуара, в обеих работах не могли совпасть по величине и знаку. Следовательно, близкое совпадение результатов обеих работ в известной степени подтверждает их надежность.

Сравнивать результаты измерений в точке цинка с другими работами не представляется возможным, так как эту температуру до сего времени никто точно не измерял.

* См. статью настоящего сборника, стр. 5.

А. Д. БРОДСКИЙ, В. П. КРЕМЛЕВСКИЙ, А. В. САВАТЕЕВ

НОВЫЕ МЕТОДЫ ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ ТЕРМОДИНАМИЧЕСКОЙ ШКАЛЫ В ОБЛАСТИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУР

В статье сообщается о предварительных результатах осуществления термодинамической шкалы низких температур методом электроакустического газового термометра и методом счета числа термошумовых импульсов напряжения. Приводятся результаты измерения температуры кипения водорода естественного состава и температуры кипения кислорода. В применяемых методах измерение температуры осуществляется с помощью частотоизмерительных приборов, тем самым достигается высокая чувствительность методов, которая возрастает с понижением температуры.

В последние годы в различных метрологических учреждениях ведутся работы по осуществлению термодинамической шкалы температур новыми методами, основанными на классических законах термодинамики, определяющих зависимость скорости звука и величины тепловых шумов от температуры.

В отличие от ранее известных приборов во ВНИИМ создана новая аппаратура, основанная на применении частотоизмерительных средств в термометрии, располагающих в настоящее время наиболее точными измерительными приборами. Изготовлен специальный генератор электромагнитных колебаний с акустической обратной связью — электроакустический газовый термометр, частота которого зависит от температуры окружающей среды, и генератор шумовых импульсов напряжения, число которых также зависит от температуры, — термошумовой термометр.

На этой аппаратуре проведены предварительные измерения температуры жидкого кислорода и жидкого водорода. Целью настоящей работы является усовершенствование акустических и термошумовых методов для осуществления термодинамической шкалы температур с повышенной точностью.

Электроакустический газовый термометр

Осуществление термодинамической шкалы температур посредством электроакустического газового термометра основано на зависимости от температуры резонансной частоты колебаний звуковой волны в акустическом трубчатом резонаторе. Акустический резонатор является

составной частью генератора электромагнитных колебаний с акустической обратной связью.

Принципиальная схема генератора с акустической обратной связью и вспомогательной аппаратурой представлена на рис. 1. Трубчатый резонатор из меди диаметром в 3,5 см заполняется химически чистым гелием. Высокое значение добротности резонатора ($Q \approx 500$) достигается путем полировки поверхности его стенок и применением малых отверстий (диаметром 0,05 см) для возбуждения в нем звуковых коле-

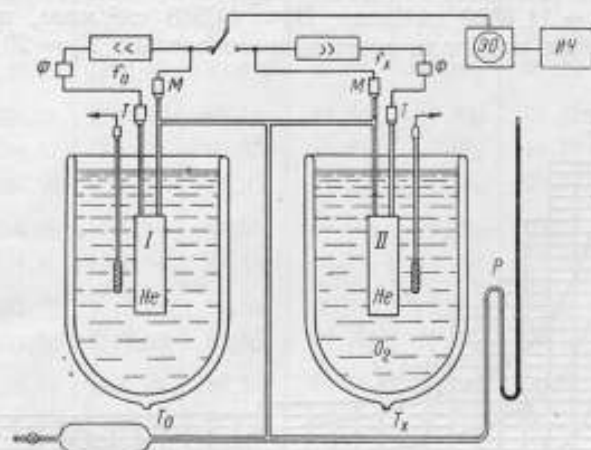


Рис. 1. Принципиальная схема электроакустического газового термометра.

T — телефон; Φ — фазовращатель; M — микрофон; $НЧ$ — измеритель частоты; $ЭО$ — электронный осциллограф.
 I и II — резонаторы.

баний. Последние воспроизводятся и воспринимаются соответственно при помощи электродинамического телефона и микрофона, связанных через мельхиоровые трубки с трубчатым резонатором. Микрофон и телефон соответственно подключены к входу и выходу широкополосного усилителя, тем самым превращая его в генератор с акустической обратной связью. Для правильного согласования фазовых соотношений в усилителе и электроакустических преобразователях применяется фазовращатель. Частота генератора измеряется при помощи электронного частотомера. Температура резонатора T_x определяется по формуле

$$T_x = (1 + \alpha t)^2 \left[\left(\frac{f_x}{f_0} \right)^2 \left(T_0 + \frac{2B_0 P_0}{R} \right) \right] - \frac{2B_x P_x}{R},$$

где α — коэффициент линейного расширения трубчатого резонатора;

t — температура, °C;

f_0 — резонансная частота при температуре T_0 (определяется в тройной точке воды);

f_x — резонансная частота при температуре T_x ;

R — универсальная газовая постоянная;

B_0, B_x — вторые вириальные коэффициенты;

P_0, P_x — давление газа в резонаторе.

Чувствительность термометра без учета поправок на коэффициент линейного расширения и вириальные коэффициенты будет равна

$$\frac{df_x}{dT_x} = \frac{f_0}{2\sqrt{T_0 T_x}}$$

Из рис. 2 видно, что она возрастает с понижением температуры.

При помощи электроакустического газового термометра были определены предварительные значения точки кипения водорода естественного состава и кислорода при нормальном атмосферном давлении.

При определении точки кипения водорода естественного состава $T_0 = 273,15^\circ \text{K}$ (резонатор был погружен в тающий лед) $f_0 = 2246,06 \text{ гц}$. При погружении в жидкий водород частота генератора $f_x = 617,24 \text{ гц}$. Принимая общепринятые значения вторых вириальных коэффициентов для гелия $B_0 = 11,4826 \text{ см}^3/\text{моль}$, $B_x = 4,0368 \text{ см}^3/\text{моль}$, получим температуру кипения водорода естественного состава $T_x = 20,421$.

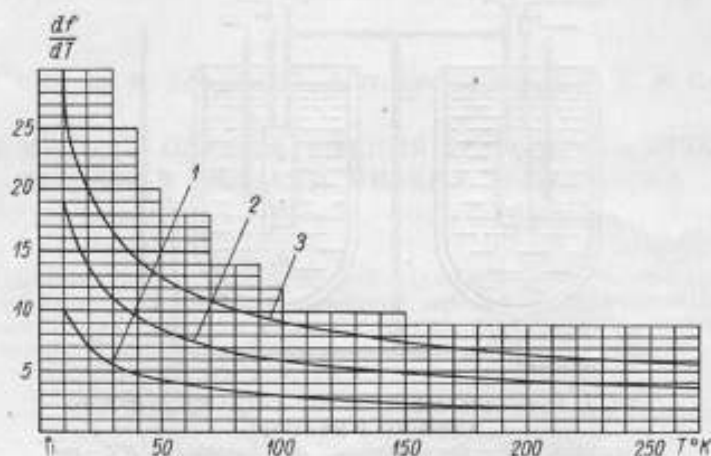


Рис. 2. Чувствительность электроакустического термометра при различных частотах f_0 .
1) $f_0 = 1000 \text{ гц}$; 2) $f_0 = 2000 \text{ гц}$; 3) $f_0 = 3000 \text{ гц}$.

В табл. 1 даны результаты определения температуры кислорода вблизи точки кипения. При этом нами были использованы два трубчатых резонатора разной длины L_1 и L_2 , один из которых находился при температуре тающего льда, а другой — при температуре жидкого кислорода. Средняя квадратичная погрешность результата составляет $S_x = \pm 0,008$ при числе измерений $n = 13$. С вероятностью $\alpha = 0,9$ получим (в $^\circ\text{K}$).

$$T_{O_2} = 90,18 \pm 0,01.$$

Температура кипения кислорода, определенная с помощью акустического термометра Ван Иттербеком и др. [1], равна (в $^\circ\text{K}$).

$$T_{\text{ак}} = 90,7 \pm 0,2^\circ.$$

Как видно, полученные нами значения температуры кипения кислорода и водорода, хотя и хорошо согласуются с данными международной шкалы температур, однако являются предварительными, так как влияние систематических погрешностей на результаты измерений еще недостаточно изучено.

Таблица 1

№ изме- рения	1959 г.	Резонатор I, $f_0 \cdot k^{-1}$	Резонатор II, f_x	$T_{\text{МШТ}}$	$T_{\text{ак}}$	ΔT	T_{O_2}	$v_f \cdot 10^4$	$v_f^2 \cdot 10^4$
1	25/XI	2238,08	1751,72	89,71 ₆	89,72 ₉	-0,01 ₃	90,20	2	4
		2237,97	1752,44	89,79 ₄	89,81 ₂	-0,01 ₈	90,21	3	9
2	25/XI	2236,50	1751,27	89,81 ₇	89,81 ₂	+0,00 ₅	90,18	0	0
		2237,31	1752,96	89,91 ₈	89,92 ₂	-0,00 ₄	90,19	1	1
3	27/XI	2235,08	1740,76	88,81 ₄	88,84 ₉	-0,03 ₄	90,22	4	16
		2234,92	1740,76	88,87 ₂	88,86 ₁	+0,01 ₁	90,18	0	0
		2233,97	1740,47	88,93 ₈	88,92 ₄	+0,01 ₄	90,18	0	0
4	27/XI	2234,01	1741,12	89,05 ₄	88,97 ₀	+0,08 ₄	90,11	7	49
		2234,40	1742,54	89,10 ₆	89,08 ₄	+0,02 ₂	90,17	1	1
5	28/XI	2233,12	1745,40	89,49 ₆	89,81 ₁	+0,01 ₅	90,17	1	1
		2232,04	1744,90	89,56 ₀	89,51 ₆	+0,04 ₄	90,15	3	9
6	30/XI	2238,74	1751,08	89,63 ₈	89,61 ₃	+0,02 ₅	90,17	1	1
		2238,01	1750,75	89,63 ₈	89,63 ₈	+0,00 ₀	90,19	1	1

$$T_{O_2} = 90,17_9; \quad \Sigma v_f^2 = 0,0092$$

Примечания. 1. Каждому измерению соответствует новое заполнение резонатора гелием.

2. T_{O_2} — температура кипения кислорода по электроакустическому термометру, приведенная к нормальным условиям.

3. $T_{\text{МШТ}}$ — температура жидкого кислорода по международной шкале температур, измеренная с помощью эталонного платинового термометра сопротивления, проградуированного в точке кипения кислорода.

$$4. k = \frac{L_1}{L_2} = 1,3608.$$

Термошумовой термометр

Термошумовой термометр основан на общеизвестном законе Найквиста. В отличие от термошумовых термометров конструкций других авторов [2] в термошумовом термометре ВНИИМ установлена связь между числом импульсов напряжения шума сопротивления, амплитуды которых превышают заданный порог дискриминации, и температурой. Эта связь определяется по формуле

$$N = D e^{-\frac{V^2}{2(g+cT)}},$$

где N — число имп/сек;
 V — значение порога дискриминации, v ;
 T — температура, °К;
 D, g, c — константы термометра.

Чувствительность термошумового термометра, так же как и акустического, возрастает с понижением температуры.

Принципиальная схема прибора изображена на рис. 3. Два сопротивления R_0 и R_x помещают соответственно в тройную точку воды

и в среду, температуру которой надо определить. Предварительно сопротивления подбираются так, чтобы $\frac{R_0}{R_x} \approx \frac{T_x}{T_0}$, и с помощью дополнительной емкости добиваются условия $R_0 C_0 = R_x C_x$, где C_0 и C_x — емкость трубки, в которой закреплено сопротивление.

Тогда искомая температура T_x будет

$$T_x = \frac{R_0}{R_x} T_0 + \Delta T,$$

где

$$\Delta T = \frac{g_0 - g_x}{c_x} + \frac{V^2 (\ln N_x - \ln N_0)}{2c_x \ln \frac{D}{N_0} \ln \frac{D}{N_x}}.$$

Величина ΔT определяется с помощью электронного счетчика импульсов по количеству шумовых импульсов N_0 и N_x от сопротивлений R_0 и R_x . При этом методе сопротивления поочередно подключаются ко входу одного и того же усилителя. Значения R_0 и R_x измеряются

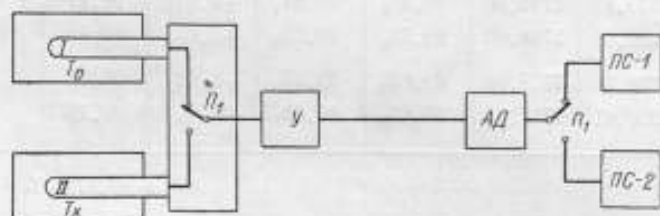


Рис. 3. Блок-схема импульсного термшумового термометра.

Π_1 — переключатель; $У$ — усилитель; $АД$ — амплитудный дискриминатор; $ПС$ — счетчики импульсов. I и Π — датчики.

при соответствующих температурах с большой точностью. Погрешности определения ΔT меньше 1%, при этом ΔT практически составляет около 1—1,5°K.

Тем самым этот метод позволяет осуществлять измерения температуры со средней квадратичной погрешностью результата не более $\pm 0,01^\circ$.

Предварительные данные по определению температуры жидкого технического кислорода приведены в табл. 2 и сопоставлены с показаниями платинового термометра сопротивления.

Таблица 2

1960 г.	$T_{\text{мшт}}$	$T_{\text{итшт}}$	ΔT
15/III	87,70	87,82	-0,12
16/III	88,31	88,27	+0,03
17/III	87,84	87,48	+0,36
18/III	87,07	87,67	-0,60
19/III	88,62	88,76	-0,14

$T_{\text{итшт}}$ — температура, определенная импульсным термшумовым термометром.

Полученные расхождения между значениями температуры, определенной по МШТ и ИТШТ, носят случайный характер и в основном объясняются нестабильностью температурного поля в кристате. Аналогичные измерения термозумовым термометром конструкции Е. Патрониса и др. [3] в жидком азоте дают значения $T_{\text{МШТ}} = 77,3^\circ\text{K}$ и $T_{\text{шум}} = 75,7^\circ\text{K}$, что составляет систематическое расхождение между ними в $1,6^\circ\text{K}$.

В настоящее время продолжаются работы по уточнению значений термодинамической шкалы температур в интервале $4 \rightarrow 273^\circ\text{K}$ с помощью электроакустического и термозумового термометров, а также работы по стабилизации температурного поля и исключению систематических погрешностей методов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Itterbeek A. et al., Temperature Measurement with an Acoustical Thermometer, Bull. de l'Inst. International du Froid, № 1, 1958, p. 155—169.
2. Fink H. J., A new Absolute Noise Thermometer at Low Temperatures, Canadian J. of Phys., v. 37, № 12, 1959.
3. Patronis E. T. et al., Low Temperature Thermal Noise Thermometer, Rev. Sci. Instr., v. 30, № 7, 1959.

Главный редактор *Н. Н. Александрова*

Техред *Р. Г. Польская*

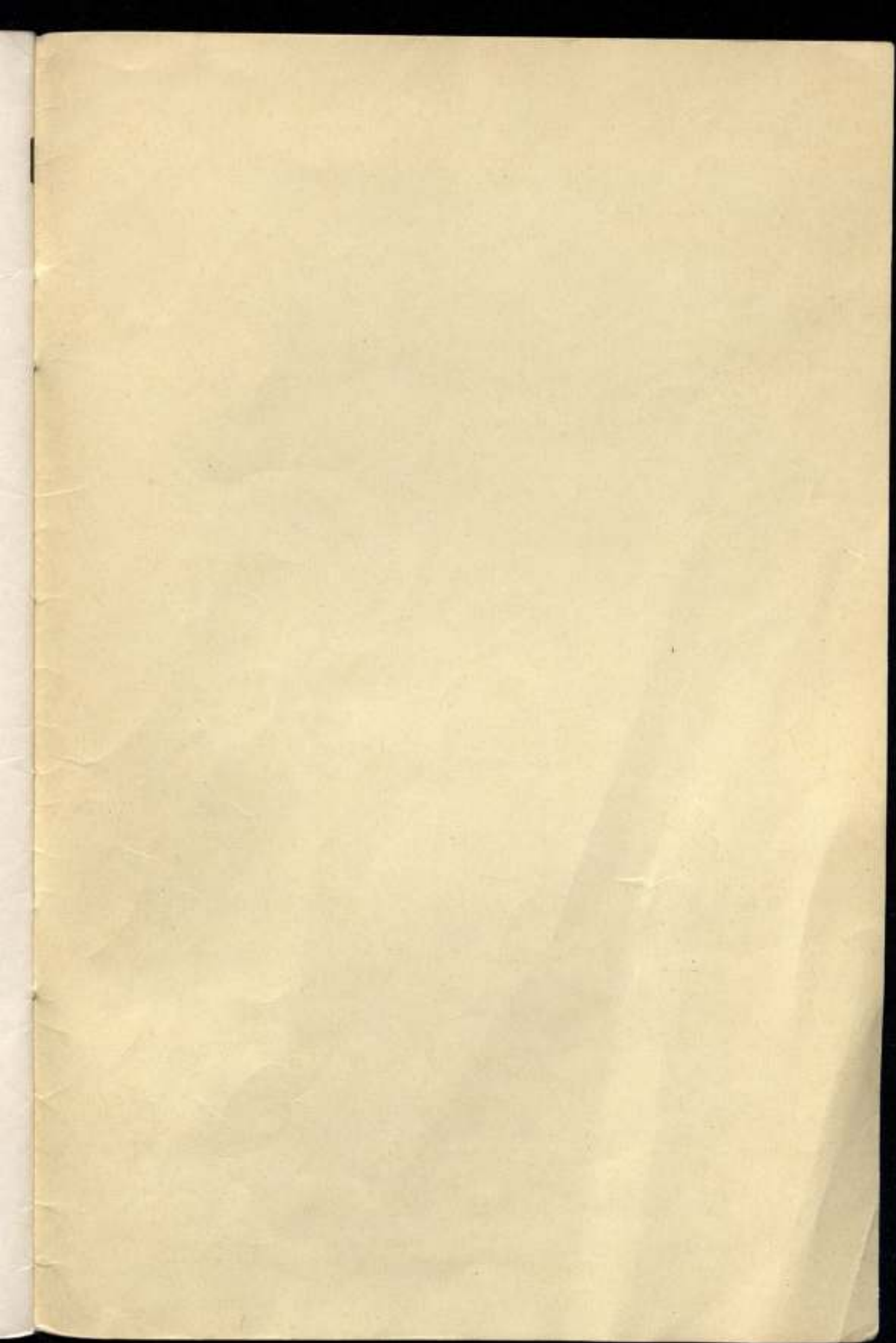
Корректор *В. А. Белехов*

Подписано к печати 5/IX 1960 г. Уч.-изд. л. 26. Формат бумаги 70 × 108^{1/16}.
Печ. л. 1,9. М-46204. Тираж 1000 экз. Заказ 1976

Картфабрика ВМФ

THE UNIVERSITY OF CHICAGO
LIBRARY

UNIVERSITY OF CHICAGO
LIBRARY



Цена 1 р. 80 к.

51