УДК 536.511

# УСТАНОВКА ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ТЕРМОДИНАМИЧЕСКОЙ ТЕМПЕРАТУРЫ МЕТОДОМ ОТНОСИТЕЛЬНОЙ АКУСТИЧЕСКОЙ ГАЗОВОЙ ТЕРМОМЕТРИИ В ДИАПАЗОНЕ (4,2-273,16) К

Г.А. Кытин, В.Г. Кытин, М.Ю. Гавалян, Э.Г. Асланян, А.Н. Щипунов

ФГУП «ВНИИФТРИ», Менделеево, Московская обл.

Kyt35@mail.ru

Описаны основы метода относительной акустической газовой термометрии в диапазоне (4,2-273,16) К. Приведена сводка основных формул. Представлена методика получения и обработки экспериментальных данных. Описана установка для относительной газовой термометрии, созданной во ФГУП «ВНИИФТРИ». Представлены данные измерения отклонения термодинамической температуры от температуры по икале МТШ-90, полученные на данной установке.

Principles of relative acoustic gas thermometry are described. Basic expressions of the method are listed. Measurement and analysis technique is presented. Measurement setup for relative acoustic gas thermometry in the temperature range (4,2-273,16) K. developed in VNIIFTRI is described. Results of the measurements of the deviation of thermodynamic temperature from the temperature according to ITS-90 scale obtained by developed setup are presented.

Ключевые слова: Относительная акустическая газовая термометрия, термодинамическая температура, Международная температурная шкала МТШ-90

#### Основы метода относительной акустической газовой термометрии

В настоящее время метод акустической газовой термометрии является одним из наиболее точных методов определения термодинамической температуры в диапазоне (7-273,16) К [1]. В основе метода акустической газовой термометрии лежит соотношение между скоростью звука и температурой в идеальном газе.

$$v_0^2 = \frac{C_p}{C_V} \frac{k_B N_A}{M} T , \qquad (1)$$

где  $v_0$  – скорость звука в идеальном газе,  $C_p$  и  $C_V$  — молярная теплоёмкость газа при постоянном давлении и объёме соответственно,  $k_B$  — константа Больцмана,  $N_A$  – число Авогадро, M — молярная масса газа, T – термодинамическая температура.

Основной определяемой величиной является скорость звука. Для прецизионного определения скорости звука измеряют частоту акустического резонанса в металлическом резонаторе, заполненном инертным газом. В настоящее время наиболее часто используют резонаторы с формой полости близкой сферической [1-3]. При такой форме резонатора минимально отношение поверхности к объёму и, следовательно, минимально влияние эффектов на границе газ-оболочка.

Для определения резонансной частоты, как правило, измеряют частотную зависимость комплексной амплитуды акустического сигнала в резонаторе U(f) и аппроксимируют её функцией вида:

$$U(f) = \frac{A}{f^2 - F_a^2} + P(f) , \qquad (2)$$

где  $F_a = f_a + ig_a$ ,  $f_a$ ,  $g_a$  – частота и полуширина линии акустического резонанса, P(f)- полином 1-го или 2-го порядка, описывающий фоновый сигнал. В работе [4] тестировались и более сложные функции для аппроксимации. Численное моделирование на основе уравнений линейной акустики акустического резонанса показало [5], что использование функции (2) с полиномом 1-го порядка даёт отклонение резонансной частоты, полученной при аппроксимации, от заложенной в моделируемую частотную зависимость менее 1,5 млн долей.

Частота акустического резонанса в сферической полости с абсолютно жесткими стенками связана со скоростью звука о соотношением:

$$f_{ln} = \frac{v z_{ln}}{2\pi a}, k_{ln} = \frac{2\pi f_{ln}}{v},$$
(3)

где *а* – средний радиус квазисферической полости, *z*<sub>*ln*</sub> - решения уравнения:

$$\frac{dj_l(z)}{dz} = \mathbf{0} \,. \tag{4}$$

Для обозначения акустических мод применяют символы (l,n). Для определения скорости звука используют радиальные моды с l=0. Такие моды не вырождены, и их энергия не рассеивается на вязкое трение с оболочкой резонатора. Кроме того, распределение амплитуды акустических колебаний в радиальных модах зависит только от расстояния до центра полости. Поэтому отклонение формы полости от сферической не влияет на резонансную частоту в первом порядке теории возмущений так, что резонансная частота зависит только от среднего радиуса a.

Скорость звука в реальном газе отличается от рассчитанной по выражению (1) на величину, определяемую вириальными поправками, пропорциональными плотности газа [1]:

$$v^{2} = v_{0}^{2} \left( 1 + \beta \frac{p}{RT} + \gamma \frac{p^{2}}{R^{2}T^{2}} + \dots \right),$$
(5)

где  $R = k_B N_A$ , p - давление газа,  $\beta$ ,  $\gamma$  - акустические вириальные коэффициенты, из которых наиболее существенен  $\beta$ .

На частоту акустического резонанса влияние оказывают также процессы теплообмена на границе газ-оболочка. Наиболее существенный сдвиг частоты акустического резонанса связан с теплотой, выделяемой при сжатии

газа и передаваемой в оболочку за полупериод колебаний и теплотой, поглощаемой газом от оболочки при разряжении. Эти процессы происходят в слое газа толщиной:

$$\delta_{th} = \sqrt{\frac{\lambda}{\pi \rho c_p f_a}},\tag{6}$$

прилегающем к оболочке. В выражении (6) ρ, λ - плотность и теплопроводность газа.

Уменьшение резонансной частоты, обусловленное этим эффектом, равно [1]:

$$\frac{\Delta f_{ath}}{f_{a0}} = -\frac{\gamma - 1}{2} \frac{\delta_{th}}{a} \,. \tag{7}$$

В настоящее время теплопроводность инертных газов с высокой точностью рассчитывается из первых принципов. Поэтому соответствующую поправку к частоте акустического резонанса обычно рассчитывают, исходя из значения теплопроводности газа.

Расстояние между атомами в газе значительно больше расстояния между атомами в оболочке резонаторе, а величину температуры (давления, плотности, теплопроводности, теплоёмкости) газа можно ввести для объёма, содержащего большое число атомов на расстояниях значительно больше длины свободного пробега атомов. Поэтому для корректного описания акустических колебаний с помощью уравнений газовой динамики необходимо считать, что температура испытывает скачок на границе газтвёрдое тело. Это приводит к относительному увеличению частоты акустического резонанса, определяемому выражением [1]:

$$\frac{\Delta f_{aacc}}{f_{a0}} = \frac{\gamma - 1}{2} \frac{l_a}{a},\tag{8}$$

$$l_a = \frac{\pi}{p} \sqrt{\frac{pMT}{2R}} \frac{(2-h)/h}{C_v/R - 1/2}.$$
 (9)

В выражении (9) *h* – коэффициент аккомодации, зависящий от типа газа, материала и состояния поверхности оболочки, C<sub>V</sub> – молярная теплоёмкость газа при постоянной объёме.

На резонансную частоту также влияют отверстия (трубки) для вывода газа, через которые рассеивается мощность акустических колебаний. Сдвиг частоты радиальных мод обусловленный таким отверстием (трубкой) даётся выражением:

$$\frac{\Delta f_{ah}}{f_{a0}} = \operatorname{Re}\left(\frac{i\beta_h}{z_{0n}}\right) \frac{\pi r_h^2}{4\pi a^2},\tag{10}$$

где аддмиттанс открытого отверстия:

$$\beta_{hole} = -i \frac{i\beta_{rad} - th(k_0 L)}{1 - i\beta_{rad} th(k_0 L)},\tag{11}$$

$$\beta_{rad} = -i \left[ \frac{8}{3\pi} \frac{z_{0n} r_h}{a} - \frac{i}{2} \left( \frac{z_{0n} r_h}{a} \right)^2 \right]^{-1},$$
(12)

$$k_{0} = \frac{z_{0n}}{a} \left[ 1 + \frac{(1-i)(\gamma_{0}-1)\delta_{th} + \delta_{v}}{2r_{h}} \right],$$
(13)

$$\delta_{\nu} = \sqrt{\frac{\eta}{\pi \rho f_{a0}}}.$$
(14)

Здесь *L* – длина отверстия (трубки), *r<sub>h</sub>* – радиус отверстия (трубки), η - вязкость газа.

Обычно геометрические параметры выходного отверстия (трубки) известны с высокой точностью. Это даёт возможность вычислить соответствующую поправку к резонансной частоте. Из выражений (11-14) следует, что сдвиг частоты, обусловленный отверстием (трубкой), имеет минимум при L=a. Исходя из этого, часто выбирают длину трубки.

На резонансную частоту также влияет присутствие микрофонов и колебания оболочки резонатора. Соответствующие сдвиги частоты в первом приближении пропорциональны давлению газа.

Кроме этого на частоту акустического резонанса влияют поправки второго порядка по относительному отклонению формы резонатора от сферической [6]. Расчёт этих поправок требует знания формы резонатора.

В связи с вышеизложенным, для определения частоты акустического резонанса, соответствующей идеальному газу обычно проводят измерения при нескольких давлениях газа. Для каждого давления вычисляют поправки, обусловленные теплообменом и отверстием для вывода газа и добавляют их к частоте, измеренной при данном давлении. Затем аппроксимируют зависимость откорректированных таким образом частот функцией:

$$f_{ac}^{2} = a_{-1}p^{-1} + a_{0} + a_{1}p + a_{2}p^{2}$$
(15)

и полагают:

$$a_0 = f_{a0}^2 \,. \tag{16}$$

При такой обработке влияние микрофонов и колебаний оболочки резонатора исключается в первом порядке по давлению, также как и вириальная поправка пропорциональная давлению газа. Поправка, обусловленная дискретностью газа (8), также исключается.

В настоящее время для определения среднего радиуса полости резонатора наиболее часто измеряют частоту электромагнитного резонанса в откачанном резонаторе. В этом случае средний радиус резонатора связан с

резонансной частотой через скорость света в вакууме. Частоты электромагнитного резонанса в вакуумированной сферической полости с идеально проводящими стенками определяются соотношениями [7]:

$$f_{m0} = \frac{cz_{ln\alpha}}{2\pi a},\tag{17}$$

где c - скорость света в вакууме. Индекс  $\alpha$  равен е для электрических мод ТЕln и равен b для магнитных мод TMln.

В выражении (17) <sub>zlnδ</sub> являются корнями уравнений:

$$j_l(z) = 0, a = e, \tag{18}$$

$$j_l(z) + z \frac{dj_l(z)}{dz} = 0, \, \alpha = b.$$
<sup>(19)</sup>

Электромагнитные волны являются поперечными. Поэтому все моды электромагнитного резонанса вырождены. Отклонение формы полости резонатора от сферической приводит к частичному или полному снятию вырождения. Для определения частоты электромагнитного резонанса обычно используют триплетные моды с l=1. Измеряют частотные зависимости комплексного коэффициента пропускания цепи, состоящей из резонатора с закреплёнными внутри него антеннами и присоединённых к антеннам коаксиальными кабелями. Измеренные для триплетных мод зависимости аппроксимируют функциями вида:

$$S(f) = \sum_{i=0}^{3} \frac{A_i}{f^2 - F_{mi}^2} + P(f),$$
(20)

где  $F_{mi} = f_{mi} + i g_{mi}$ ,  $f_{mi}$  -резонансная частота,  $g_{mi}$  - полуширина резонансного максимума для i-ой компоненты триплетной моды.

При конечной электропроводности стенок резонатора измеренная резонансная частота уменьшена на полуширину линии по отношению к резонатору с идеально проводящими стенками из-за скин-эффекта:

$$f_{mi\theta} = f_{mi} + g_{mi} \tag{21}$$

Для триплетных мод средний радиус резонатора, определяющего частоты радиальных мод акустического резонанса, рассчитывается из среднеквадратичной по компонентам моды частоты:

$$f_{m0} = \sqrt{\frac{1}{3} \sum_{i=0}^{3} f_{mi0}^2} .$$
 (22)

На частоту электромагнитного резонанса для магнитных мод может влиять наличие оксидного слоя на поверхности стенок [1]. Наличие этого эффекта определяют сравнением радиуса резонатора, рассчитанного для электрических и магнитных мод. Для наиболее точного определения средне-*Альманах современной метрологии, 2017, № 12*  го радиуса резонатора, используемого при расчёте скорости звука,

необходимо учитывать поправки второго порядка по отклонению формы резонатора от сферической [8]. Выражения для этих поправок были получены в рамках теории возмущений граничных условий [8] для резонаторов с определённой формой полости.

Различают две разновидности метода акустической газовой термометрии — абсолютную и относительную.

В методе относительной газовой термометрии температура определяется относительно реперной точки, например, тройной точки воды. В этом случае формула измерений имеет вид:

$$T = T_0 \frac{f_{a0}^2(T)}{f_{a0}^2(T_0)} \frac{f_{m0}^2(T_0)}{f_{m0}^2(T)},$$
(23)

где T – измеряемая температура,  $T_0$  – температура реперной точки. Резонансные частоты определяются по описанной выше процедуре. Из формулы (23) также видно, что неопределённость измеряемой относительным методом температуры определяется неопределённостью отношения частот акустического и электромагнитного резонанса и неопределённостью температуры реперной точки.

При относительных измерениях нет необходимости прецизионного определения среднего радиуса резонатора. Поправки второго порядка на несферичность можно не учитывать с точностью, определяемой относительным изменением формы резонатора при изменении температуры. Поэтому требования к точности изготовления резонатора для относительных измерений значительно меньше, чем для абсолютных. Важно, чтобы форма резонатора изменялась как можно меньше при нагревании или охлаждении в диапазоне температур работы установки.

## Установка для относительной акустической газовой термометрии ВНИИФТРИ

Блок-схема установки для относительной акустической газовой термометрии показанная на рис. 1.

В соответствии с представленным описанием метода относительной акустической газовой термометрии, в состав установки входят:

1) устройство для реализации акустического резонанса;

- 2) аппаратура для контроля и стабилизации температуры;
- 3) аппаратура для регулировки и измерения давления газа;
- 4) аппаратура для измерения сопротивления термометров;
- 5) аппаратура для регистрации акустического резонанса;
- 6) аппаратура для регистрации электромагнитного резонанса;

7) персональный компьютер и набор программ для управления аппаратурой и математической обработки данных.

Основной частью установки является устройство для реализации акустического резонанса. Устройство включает в себя основной узел квазисферический акустический резонатор. Акустический резонатор предназначен для реализации акустического резонанса в инертном газе. Резонатор был изготовлен во ВНИИФТРИ. Внешний вид резонатора представлен на рис. 2. Акустический резонатор состоит из корпуса, состоящего из двух частей, узлов крепления микрофонов, СВЧ антенн и трубки для подачи инертного газа. Для обеспечения максимальной однородности температуры и минимального загрязнения инертного газа корпус резонатора изготовлен из бескислородной меди.

Микрофон, расположенный в нижней точке резонатора (южном полюсе) является излучателем акустических колебаний. Второй микрофон является приёмником. Излучающая и приёмная антенны для СВЧ излучения формируются центральным проводником коаксиального СВЧ кабеля. Данная конструкция обеспечивает необходимую электромагнитную связь с резонатором при минимальном возмущении как электромагнитного, так и акустического резонанса».



Рис. 1. Блок-схема установки для относительной акустической газовой термометрии



Рис. 2. Внешний вид акустического резонатора установки для относительной акустической газовой термометрии

Антенны закреплены под углом 900 друг к другу и под углом 450 к южному полюсу. В корпусе резонатора расположены полости, в которых размещаются эталонные термометры сопротивления платиновые низкотемпературные термометры типа ТСПН-5В, которые предварительно калибруются в термостатах для реализации тройной точки воды и реперных точек шкалы МТШ-90, а также эталонные термометры сопротивления железо-родиевые типа ТСРЖН-1 для диапазона от 4,2 К до 24,55 К. Кроме этого, в корпусе резонатора имеется отверстие для ввода инертного газа, к которому присоединена трубка подачи газа, а также отверстие для вывода газа.

Акустический резонатор расположен внутри герметичной камеры давления, имеющей форму цилиндра. Камера давления изготовлена из нержавеющей стали и содержит внутренний цилиндрический экран из бескислородной меди для минимизации неоднородности температуры и загрязнения инертного газа. На крышке камеры давления расположен теплообменник с нагревателем для регулирования температуры, коаксиальные кабели для СВЧ излучения и акустического сигнала, которые вводятся в камеру давления через гермовводы МК100В. Остальные провода вводятся в камеру давления через металло-стеклянные корпуса-гермовводы КЮЯЛ431433.006-06 и КЮЯЛ432264.034, расположенные на крышке камеры. Кроме этого, на крышке камеры давления В полости теплообменника расположен регулировочный термометр, показания которо-

го используются для регулирования и стабилизации температуры. Трубка подачи инертного газа герметично вводится внутрь камеры давления и опаяна вокруг теплообменника. В крышке камеры давления имеется также отверстие, к которому присоединяется трубка для вывода инертного газа. Для выравнивания температуры проводов и СВЧ кабелей и обеспечения контролируемого отвода тепла от камеры давления и резонатора, внешние проводники коаксиальных СВЧ и акустических кабелей припаяны к теплообменнику, а провода - к контактным площадкам пластины из тонкого фольгированного текстолита, наклеенного на теплообменник.

Камера давления окружена цилиндрическим медным экраном, необходимым для уменьшения неоднородности распределения температуры и повышения стабильности температуры в режиме измерения. На крышке экрана, как и на крышке камеры давления расположен теплообменник с нагревателем для регулирования температуры. Внешние проводники коаксиальных кабелей припаяны к теплообменнику, как и трубка для подачи газа, а провода припаяны к контактным площадкам пластины из тонкого фольгированного текстолита, приклеенной к теплообменнику. Это сделано для выравнивания температуры проводов и СВЧ кабелей, и для отвода тепла от экрана. Для измерения разности температур между экраном и камерой давления используется термопара, один спай которой находится в тепловом контакте с теплообменником экрана, а другой с теплообменником камеры лавления.

Экран, в свою очередь, расположен внутри вакуумной камеры, внешний вид которой представлен на рис. 3.



Рис. 3. Внешний вид вакуумной камеры с защитными экранами

Вакуумная камера имеет форму цилиндра и сделана из нержавеющей стали. Провода вводятся в вакуумную камеру через металло-стеклянные корпуса-гермовводы КЮЯЛ, а акустические и СВЧ кабели через гермовво-

ды МК100В. Гермовводы КЮЯЛ431433.006-06, КЮЯЛ432264.034 и МК100В впаяны в крышку вакуумной камеры. Трубки для подачи и вывода инертного газа герметично вводятся через крышку вакуумной камеры. К нижней поверхности вакуумной камеры снаружи прикреплён нагреватель, необходимый для испарения жидкого азота после предварительного охлаждения перед заливкой жидкого гелия и испарения жидкого гелия после окончания работы. К верхней крышке вакуумной камеры приварена трубка для откачки камеры. Вакуумная камера необходима для создания квазиадиабатических условий при регулировании и стабилизации температуры камеры давления и резонатора.

Для обеспечения работы установки в заданном диапазоне температур в рабочем режиме вакуумная камера погружается в жидкий азот или жидкий гелий в зависимости от диапазона измеряемой термодинамической температуры. Данные криогенные жидкости заливаются в гелиевый сосуд Дьюара. Сосуд Дьюара, вакуумная камера и экран составляют криостат. Между верхним фланцем криостата (внешний вид представлен на рис. 4) и криогенной жидкостью расположены защитные экраны, уменьшающие приток тепла к криогенной жидкости излучением.



Рис. 4. Внешний вид верхнего фланца криостата Альманах современной метрологии, 2017, № 12

Ha верхнем фланце криостата расположены герметичные высокочастотные и акустические разъёмы, герметичные разъемы для вывода проводов термометров сопротивления, нагревателей и термопар. Трубки для входа гелия в резонатор и вывода гелия из камеры давления герметично выводятся из криостата через фланец и оканчиваются вентилями ДуЗ. Через фланец криостата герметично выводится также трубка высоковакуумной откачки вакуумной камеры. На данной трубке вне криостата расположен высокого вакуума. Трубка высоковакуумной измеритель откачки оканчивается вентилем Ду25. На фланце криостата также расположены отверстия для заливки гелия и выхода паров гелия и азота. Кроме этого через фланец криостата выведена трубка для вывода жидкого азота перед заливкой жидкого гелия. Для контроля уровня жидкого гелия на крышке вакуумной камеры и на экранах расположены резистивные датчики уровня жидкого гелия. Кроме этого в криостате имеется ёмкостной измеритель уровня криогенной жидкости. Внешний вид собранного устройства для реализации акустического резонанса без сосуда Дьюара с открытой вакуумной камерой показан на рис. 5.



Рис.5. Внешний вид собранного устройства для реализации акустического резонанса с открытой вакуумной камерой без сосуда Дьюара

Аппаратура для регистрации акустического резонанса состоит из генератора сигнала синусоидальной формы DS335, частотомера ЧЗ-88, lockin усилителя SRS 830, конденсаторных микрофонов, блока питания для микрофонов 2690-А-OS2, Сигнал на микрофон-излучатель подаётся от генератора DS335. Сигнал, возбуждаемый звуковой волной в микрофонеприёмнике, подаётся на lock-in усилитель. В качестве опорного сигнала на lock-in усилитель подаётся сигнал от генератора DS335.

Аппаратура для регистрации электромагнитного резонанса состоит из векторного анализатора цепей Agilent E5071C-4K5, к портам которого посредством СВЧ кабелей присоединяются СВЧ антенны, закреплённые в резонаторе. Векторный анализатор цепей измеряет коэффициент пропускания (параметр  $S_{12}$ ) СВЧ излучения через резонатор, откачанный до высокого вакуума. Для исключения абсолютной ошибки измерения частоты частотомер, входящий в состав аппаратуры для регистрации акустического резонанса, и векторный анализатор цепей, синхронизируются от общего репера частоты.

Аппаратура для регулировки и измерения давления состоит из цифрового манометра РАСЕ 1000, баллона с инертным газом высокой чистоты, редуктора, криоловушки и вакуумного насоса. Инертный газ из баллона через криоловушку подаётся в резонатор. Из резонатора инертный газ выходит через отверстие в камеру давления, затем через трубку выводится из криостата и откачивается вакуумным насосом.

Аппаратура для контроля и стабилизации температуры состоит из контрольно-измерительной системы АК-9.02 и усилителя мощности нагревателей. К входам АК-9.02 подключаются регулировочный термометр сопротивления, расположенный на крышке камеры лавления И дифференциальная термопара, показания которой определяются разностью температур между экраном и камерой давления. На основе сигналов, поступающих от регулировочного термометра и термопары, АК-9.02 выдаёт необходимую мощность через усилители в нагреватели, расположенные на крышке камеры давления и на экране, обеспечивая стабилизацию температуры при измерении резонансных кривых и переход между температурными точками.

Аппаратура для измерения сопротивления термометров состоит из измерителя сопротивлений МИТ-8.20 или моста F18 и набора эталонных мер сопротивления.

Внешний вид установки для относительной акустической газовой термометрии представлен на рис. 6.



Рис. 6. Внешний вид установки для относительной акустической газовой термометрии ВНИИФТРИ

## Результаты измерения отклонения термодинамической температуры от температуры по Международной шкале МТШ-90, полученные на установке относительной акустической газовой термометрии ВНИИФТРИ

Разработанная установка для относительной акустической газовой термометрии применяется для измерения отклонения термодинамической температуры от температуры по шкале МТШ-90 в диапазоне температуру (4,2-273,16) К. Далее представлены результаты измерения при температурах, близких к температурам тройных точек ртути 234,315 К и аргона 83,806 К.

В качестве измерительного газа использовался гелий марки 7.0. Перед напуском в резонатор гелий очищался в криогенной ловушке, помещенной в сосуд Дьюара с жидким гелием. Давление гелия измерялось манометром РАСЕ 1000. Измерения проводились при закрытой камере давления. Камера давления была предварительно 12 раз откачана до остаточного давления менее 0,1 Па и заполнена гелием до давления 150 кПа.

Термодинамическая температура *T* определялась по формуле (23) относительно тройной точки воды. Зависимость квадрата откорректированной частоты от давления аппроксимировалась упрощённой линейной функцией давления. При расчёте поправок к частоте акустического резонанса удельная теплоёмкость и плотность гелия были рассчитаны в приближении идеального газа.

Поправка на скачок температуры, обусловленный микроскопической структурой газа (8), была рассчитана с использованием значения для коэф-

фициента h=1, так же, как в работе [9]. Точное значение h зависит от состояния внутренней поверхности резонатора. В работе [4] получено значение, близкое к 0,4, что заметно отличается от 1. При таком значении h, температуре 0°С и давлении, равному атмосферному, величина поправки (9) близка к 35.10<sup>-6</sup>. При относительных измерениях температуры, основанных на выражении (23), относительные вклады этой поправки при разных температурах вычитаются в первом порядке. Поэтому интервал давлений гелия для измерения акустического резонанса при каждой температуре был выбран таким образом, чтобы величина поправки (8) изменялась примерно в тех же пределах, что и при температуре тройной точки воды. При измерениях в тройной точке воды интервал давлений гелия был выбран так, чтобы возможное изменение наклона зависимости квадрата частоты акустического резонанса от давления, обусловленное неточным учётом поправки (8), было значительно меньше разброса точек аппроксимируемой зависимости квадрата резонансной частоты от давления гелия. Кроме этого, интервал давления был выбран так, чтобы относительное влияние вириальной поправки второго порядка по давлению было менее 10<sup>-6</sup>.

Для определения частоты электромагнитного резонанса проводились измерения частотных зависимостей комплексного коэффициента пропускания S<sub>21</sub> для резонатора в вакууме (остаточное давление менее 1 Па). Частотные зависимости были аппроксимированы выражением (20) с полиномом 1-го порядка.

Измерения температуры резонатора по шкале МТШ-90 проводились сопротивления TCIH-5B, двумя платиновыми термометрами расположенными верхней нижней полусферах В И резонатора. Сопротивление термометров измерялось измерителем МИТ-8.20 и мостом сопротивлений F18 по отношению к эталонной мере сопротивления. За резонатора принималось температуру среднее от показаний двух термометров

В соответствии с выражением (23) измерения проводились как при температурах близких к температуре тройной точки воды, так и при температурах близких к температуре тройной точки ртути (234,315 К) и тройной точки аргона (83,806 К).

В таблицах 1,2 представлены соответствующие значения параметров  $f_{a0}^2$ ,  $f_m$ , входящих в выражение (23). В таблице 15 представлены значения параметров  $f_m$ , входящие в выражение (18).

#### Таблица 1

Значения $f_{a0}^{2}$ ,	определённые и	при температур	e 273,16 F	Ки 234,315 І	К для
	разных мол ан	хустического ре	зонанса		

Мода акустического резонанса	$f_{a0}^{2}$ (273,16 K), $\kappa\Gamma\mu^{2}$	$f_{a0}^{2}$ (234,315 K), $\kappa\Gamma\mu^{2}$	<i>f<sub>a0</sub><sup>2</sup></i> (83,806 К), кГц <sup>2</sup>
(0,2)	193,99498	166,61491	59,830747
(0,3)	573,49704	492,51835	176,86236
(0,4)	1142,5206	981,23196	352,35925
(0,6)	2849,5463	2447,3548	878,82717

#### Таблица 2

Значения *f*<sub>m</sub>, определённые при температуре 273,16 К, 234,315 К и 83,806 К для моды ТМ11 электромагнитного резонанса

<i>Т</i> , К	273,16	234,315	83,806
$f_m$ , ГГц	2,6218328	2,6234773	2,6288083

Частотные зависимости модуля комплексного коэффициента пропускания резонатором электромагнитного излучения для диапазона частот моды ТМ11 представлены на рисунке 7 для температуры близкой к температуре тройной точке воды и температуры, близкой к тройной точке ртути ( $T_{Hg}$ ).



Рис. 7. Частотные зависимости модуля коэффициента пропускания электромагнитного излучения резонатором для температур вблизи тройной точки воды  $T_W$  и тройной точки ртути  $T_{Hg}$ . Точки — экспериментальные данные, сплошные линии - аппроксимация выражением (20)

В таблице 3 представлены частоты каждой из компонент моды TM11  $f_{mi}+g_{mi}$  для температуры  $T_W$  и  $T_{Hg}$ , а также рассчитанные параметры несферичности резонатора. $\varepsilon_1$ .  $\varepsilon_2$ . Параметры несферичности рассчитаны в предположении, что резонатор имеет форму эллипсоида.

Таблица 3

Значения частот компонент моды TM11 и рассчитанные параметры несферичности резонатора

Температура, К	273,16	234,315	83,806
$f_{m1}$ + $g_{m1}$ , ГГц	2,6221407	2,6237846	2,6291155
$f_{m2}$ + $g_{m2}$ , ГГц	2,6215886	2,6232333	2,6285648
$f_{m3}$ + $g_{m3}$ , ГГц	2,6217691	2,6234139	2,6287447
ε <sub>1</sub>	0,000505	0,000504	0.000502
ε <sub>2</sub>	0,000165	0,000165	0,000164
1		1	

Основной вклад в стандартную неопределённость измерения Т<sub>W</sub> был обусловлен градиентом температуры в резонаторе при измерениях вблизи тройной точки воды. Максимальная разница показаний термометров  $\Delta T_m$ составила 1,8 мК, что соответствует вкладу в неопределённость 0,51 мК. Неопределённость измерения *Т*<sub>W</sub> каждым из платиновых термометров равна 0,1 мК. Это даёт стандартную суммарную неопределённость  $T_W$  0,6 мК. Помимо неопределённости измерения T<sub>W</sub> существенный вклад в неопределённость измерения термодинамической температуры Т давали неопределённости молярной массы гелия  $\delta T_M$ , обусловленной примесями, а также неопределённость типа А квадрата частоты акустического резонанса  $\delta T_{f}$ , обусловленная шумами аппаратуры. Было обнаружено, что частота акустического резонанса при закрытой камере давления уменьшается с течением времени. Этот эффект был значительно сильнее при температуре, близкой к тройной точке воды, чем при температуре, близкой к тройной точке ртути и аргона. В исследованном интервале давления скорость уменьшения квадрата частоты уменьшалась при увеличении давления гелия по закону, близкому к  $1/p^2$ . Соответствующий вклад в неопределённость термодинамической температуры Т был оценен ИЗ выражения где  $\Delta f_{am}^{2}$  – максимальный сдвиг квадрата частоты  $\delta T_M = (\Delta f_{am}^2 / f_a) T$ акустического резонанса за время измерений.

На рис. 8 и 9 представлены зависимости отклонений квадрата частоты акустического резонанса от аппроксимирующей линейной функции давления для моды (0,2).



Рис. 8. Относительное отклонение квадрата частоты акустического резонанса от аппроксимирующей функции для моды (0,2) при температуре близкой к 83,806 К



Рис. 9. Относительное отклонение квадрата частоты акустического резонанса от аппроксимирующей функции для моды (0,2) при температуре близкой к 234,315 К

Для определения сдвига частоты за время измерений измерялся сдвиг частоты за 24 часа и считалось, что скорость сдвига частоты не изменяется с течением времени. При измерении вблизи тройной точки воды максимальный сдвиг квадрата частоты акустического резонанса при давлении гелия 150 кПа составил 20 млн<sup>-1</sup> за 24 часа, что, согласно вышеизложенному, соответствует вкладу в неопределённость измерения термодинамической температуры 0,39 мК при времени, затраченном на заполнение камеры давления и проведение измерений, 2 часа. При измерении вблизи тройной точки ртути соответствующий вклад в неопределённость измерения термодинамической температуры составил 0,15 мК, а в тройной точке аргона 0,1 мК. Таким образом, оцененный вклад от примесей в гелии в неопределённость измерения термодинамической температуры вблизи тройной точки ртути составил 0,41 мК и 0,15 мК в тройной точке аргона. Неопределённость типа А квадрата частоты акустического резонанса была оценена, как среднеквадратичное отклонение Альманах современной метрологии, 2017, № 12

точек зависимости  $f_a^2(p)$  от аппроксимирующей функции. Относительная неопределённость квадрата частоты акустического резонанса была взята в соответствующего вклада относительную качестве оценки В неопределённость термодинамической температуры. Эталонные платиновые термометры сопротивления ТСПН-5В, установленные в резонаторе, для воспроизведения шкалы МТШ-90 были откалиброваны по группе эталонных платиновых термометров сопротивления, входящих в состав ГЭТ 35-2010. На группу этих эталонных термометров шкала МТШ-90 была нанесена по опорным значениям Международного сличения ККТ-К2, в которых данная группа термометров принимала участие. Неопределённость воспроизведения температуры по шкале МТШ-90  $\delta T_{90}$  с учётом неопределённости передачи температуры от группы эталонных термометров  $\delta T_{90}$  вблизи тройной точки ртути 0,3 мК, а в тройной точке аргона 0,15 мК. При этом максимальная разница показаний термометров составила в тройной точке ртути 0,4 мК и 0,1 мК в тройной точке аргона, а соответствующий вклад в неопределённость от градиента температуры 0,23 мК в тройной точке ртути и 0,05 мК в тройной точке аргона. Таким образом, суммарная стандартная неопределённость измерения температуры по шкале МТШ-90 Т<sub>90</sub> вблизи тройной точки ртути составила 0,38 мК и 0,11 мК в тройной точке аргона.

При оценке вкладов в неопределённость измерения термодинамической температуры неопределённость частоты типа А для электромагнитного резонанса не учитывалась по сравнению с акустическим, так как отношение сигнал/шум превышало более чем в 20 раз, а добротность более чем в 6-10 раз. Не учитывалась также неопределённость резонансных частот типа В, так как векторный анализатор цепей и частотомер, измеряющий частоту акустических колебаний, синхронизировались от одного опорного генератора, рубидиевого стандарта частоты FS725, относительная неопределённость частоты которого менее 10<sup>-10</sup>. По этой же причине не учитывалась неопределённость радиуса резонатора при расчёте поправок. изменения Возможный эффект формы резонатора при измерении температуры был рассмотрен в предположении, что резонатор имеет форму триаксиального эллипсоида. Для такой формы резонатора по разности частот компонент моды ТМ11 (таблица 3) были рассчитаны значения параметров несферичности  $\varepsilon_1$ ,  $\varepsilon_2$ , а также величина поправок второго порядка на несферичность к частотам электромагнитного и акустического резонанса. Расчёт проведён по формулам, представленным в работах [7.8]. Результаты расчёта представлены в таблице 4.

Таким образом, проведённые расчёты показывают, что эффект изменения формы резонатора может приводить к изменению значения измеряемой температуры менее чем на 8 мкК. Поэтому эффект изменения формы резона-Альманах современной метрологии, 2017, № 12 тора при изменении температуры не учитывался.

Вклад в неопределённость измерения термодинамической температуры от неопределённости измерения давления газа  $\delta T_p$  был оценен из неопределённости измерения давления  $\delta p$ . Давление измерялось по отношению к атмосферному. При этом, согласно описанию манометра РАСЕ 1000, неопределённость измерения атмосферного давления составляла 18 Па, а неопределённость относительного измерения давления 35 Па, что соответствует абсолютной неопределённости давления  $\delta p$ =39 Па. Соответствующий вклад в неопределённость измерения температуры был оценен по формуле  $\delta T_p = (a1//f_{a0}^2)T_{90\delta p}$  и составил менее 0,2 мК при 234,315 К и 0,25 мК при 83,806 мК.

Таблица 4

термодинамической температуре, определяемой выражением (23).					
Температура, К	273,16	234,315	83,806		
Поправка к частоте ТМ11, 10 <sup>-6</sup>	0,070	0,070	0,070		
Поправка к частоте (0,2), 10 <sup>-6</sup>	0,238	0,237	0,235		
Поправка к частоте (0,3), 10 <sup>-6</sup>	0,703	0,700	0,696		
Поправка к частоте (0.4), 10 <sup>-6</sup>	1,401	1,395	1,387		
Поправка к частоте (0,6), 10 <sup>-6</sup>	3,494	3,479	3,459		
Максимальная (по разным модам) поправка к <i>T</i> , мкК	-	7,1	5,8		

Рассчитанные относительные поправки на несферичность резонатора для частот мод акустического резонанса (0,2), (0,3), (0,4) и (0,6) и моды электромагнитного резонанса и соответствующие поправки к

Результаты оценки вкладов в неопределённость суммированы в таблицах 5, 6.

#### Таблица 5

Оценка основных вкладов в неопределённость и суммарная стандартная	
неопрелелённость $T-T_{20}$ $\delta(T-T_{20})$ при температуре 234.315 К	

		70	= ( )0)		<u> </u>	
Мода акустического резонанса	⊿ <i>Т<sub>М</sub></i> , мК	<i>бТ<sub>f</sub></i> , мК	<i>бТ<sub>W</sub></i> , мК	<i>ðТ</i> 90, мК	$\delta T_p$ , мК	<i>δ</i> ( <i>T-T</i> <sub>90</sub> ), мК
(0,2)	0,41	1,5	0,6	0,38	0,2	1,7
(0,3)	0,41	1,4	0,6	0,38	0,2	1,6
(0,4)	0,41	1,5	0,6	0,38	0,2	1,7
(0,6)	0,41	1,4	0.6	0,38	0,2	1,6

## Таблица 6

Оценка основных вкладов в неопределённость и суммарная стандартная неопределённость *T*-*T*<sub>90</sub>  $\delta(T$ -*T*<sub>90</sub>) при температуре 83,806 К

Мода акустического резонанса	⊿ <i>T</i> <sub>M</sub> , мК	<i>бТ<sub>f</sub></i> , мК	$\delta T_{\it W}$ , мК	<i>δТ</i> 90, мК	$\delta T_p$ , мК	<i>δ</i> ( <i>T</i> - <i>T</i> <sub>90</sub> ), мК
(0,2)	0,15	0,9	0,2	0,11	0,25	0,98
(0,3)	0,15	0,7	0,2	0,11	0,25	0,79
(0,4)	0,15	0,6	0,2	0,11	0,25	0,71
(0,6)	0,15	0,9	0.2	0,11	0,25	0,98

В таблицах 7,8 представлены значения *Т*-*T*<sub>90</sub>, полученные для разных мод акустического резонанса.

#### Таблица 7

Значения *Т*-*T*<sub>90</sub> для разных мод акустического резонанса в тройной точке ртути

Мода акустического резонанса	<i>Т-Т</i> <sub>90</sub> , мК	<i>δ</i> ( <i>T</i> - <i>T</i> <sub>90</sub> ), мК
(0,2)	-2,4	1,7
(0,3)	-1,1	1,6
(0,4)	-3,1	1,7
(0,6)	-3,8	1,6

Мода акустического резонанса	<i>Т-Т</i> <sub>90</sub> , мК	<i>δ</i> ( <i>T</i> - <i>T</i> <sub>90</sub> ), мК
(0,2)	-5,9	0,98
(0,3)	-5,0	0,79
(0,4)	-5,6	0,71
(0,6)	-6,9	0,98

Таблица 8

Значения  $T-T_{90}$  для разных мод акустического резонанса в тройной точке аргона

#### Заключение

Разработана установка относительной акустической газовой термометрии для измерения термодинамической температуры в диапазоне температур (4,2-273,16) К. С использованием разработанной установки выполнены измерения расхождения шкалы температуры МТШ 90, реализуемой ГЭТ 35-2010, с термодинамической температурой ө в тройной точке ртути и тройной точке аргона. Среднее по использованным модам акустического резонанса значение *T*-*T*<sub>90</sub> составило -2,6 мК с неопределённостью 1,7 мК в тройной точке ртути и -5,9 мК с неопределённостью 0,98 мК в тройной точке аргона.

Авторы выражают глубокую благодарность Ларькову О.И. за существенный вклад в разработку конструкции и методики сборки описанной установки, а также помощь в монтаже отдельных узлов. Авторы чтут добрую память безвременно ушедшей Сёминой М.Л., разрабатывавшей конструкцию установки и подготовившей первый полный комплект конструкторской документации. Авторы благодарны Пилипенко К.Д. за доработку электронной версии конструкторской документации, а также. Малышевой С.А. за участие в сборке устройства для реализации акустического резонанса.

## Литература

- Moldover M.R. Acoustic gas thermometry / M.R. Moldover, R.M. Gavioso, J.B. Mehl, L. Pitre, M. de Podesta, J.T Zhang // Metrologia, 2014, v. 51, p. R1-R19.
- 2. Benedetto G Acoustic measurements of the thermodynamic temperature between the triple point of mercury and 380K / G Benedetto, R M Gavioso, R Spagnolo, P Marcarino, A Merlone // Metrologia, 2004, v. 41, p. 74–98.

- 3. Moldover M. R. Measurement of universal gas constant R using a spherical acoustic resonator / M. R. Moldover, J. P. M. Trusler, T. J. Edwards, J. B. Mehl, R. S. Davis // Journal of research of the national bureau of standards, 1988, v. 2, p. 85-144.
- Pitre L. Measurement of the Boltzmann constant kB using a quasi-spherical acoustic resonator / L. Pitre, F. Sparasci, D. Truong, A. Guillou, L. Risegari, M. E. Himbert // International Journal of Thermophysics, 2011, v. 32, p.1825– 1886.
- 5. Кытин В.Г. Анализ формы частотных зависимостей акустического сигнала при определении термодинамической температуры / В.Г. Кытин, Г.А. Кытин // Измерительная техника 2016, №1, с. 43-45.
- 6. Mehl J.B Acoustic Eigenvalues of a Quasispherical Resonator: Second Order Shape Perturbation Theory for Arbitrary Modes // Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology, 2007, v. 112, p. 163-173.
- 7. Mehl J. B. Measurement of the ratio of the speed of sound to the speed of light / J.B. Mehl, M.R. Moldover // Physical Review A, 1986, v. 34, p. 3341-3344.
- 8. Mehl J.B. Second-order electromagnetic eigenfrequencies of a triaxial ellipsoid // Metrologia, 2009, v. 46, p. 554–559.
- 9. Pitre L.Acoustic thermometry: new results from 273K to 77K and progress towards 4K / L. Pitre, M.R.Moldover, W.L. Tew // Metrologia, 2006, v. 43, p. 142–162.