

Anna SZMYRKA-GRZEBYK, Leszek LIPIŃSKI, Henryk MANUSZKIEWICZ

POLSKA AKADEMIA NAUK
 INSTYTUT NISKICH TEMPERATUR I BADAŃ STRUKTURALNYCH
 im. Wł. TRZEBIATOWSKIEGO
 we WROCŁAWIU

Realizacja w Polsce Międzynarodowej Skali Temperatury z 1990 w zakresie niskich temperatur

Omówiono główne założenia wprowadzonej w 1990 r. nowej międzynarodowej skali temperatury – MST-90 – w zakresie temperatur poniżej 0°C, podano rodzaje rekomendowanych termometrów interpolacyjnych i metody ich kalibracji. Omówiono realizację MST-90 w Polsce. Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN we Wrocławiu prowadzi prace nad realizacją Skali w zakresie niskich temperatur; posiada on zestaw komórek do realizacji termometrycznych punktów stałych, w których są kalibrowane interpolacyjne termometry platynowe oraz termometry żelazorod. Odtwarzalność temperatury punktów stałych wynosi 0,2 mK.

ABSTRACT

Fundamental information's about the International Temperature Scale of 1990 in the low temperature range are presented in the paper. Types of low-temperature interpolating thermometers and methods of their calibration are given in the introduction as well. A second part of the paper informs about the realization of the Scale at the Institute of Low Temperature and Structure Research in Wrocław. The Institute has at its disposal three types of sealed cells for the realization of low-temperature fixed points. Reproducibility of the points temperature is better the 0,2 mK. The cells are using for calibration of platinum and rhodium-iron standard thermometers.

Wprowadzenie

Ciągły postęp w rozwoju metod i urządzeń pomiarowych pozwala, a nawet wymusza weryfikację i udoskonalanie wzorców mierzonych wielkości. Zmieniono wzorzec metra, co 20-30 lat są wprowadzane zmiany w definicji „wzorca” jednostki temperatury określanego przez kolejne międzynarodowe skale temperatury. Na polecenie XVIII Generalnej Konferencji Miar z 1987 r. Międzynarodowy Komitet Miar opracował i zatwierdził w 1989 r. obowiązującą od 1 stycznia 1990 r. nową Międzynarodową Skalę Temperatury z 1990 (MST-90) [7]. W Polsce MST-90 obowiązuje od 1 stycznia 1997 r. na mocy zarządzenia Nr 161 Prezesa Głównego Urzędu Miar z dnia 25 października 1996 r. [15].

MST-90 w zakresie niskich temperatur

Nowa skala w zakresie niskich temperatur, rozumianym jako zakres poniżej punktu potrójnego wody (0,01°C lub 273,16 K), znacznie różni się od poprzedniej Międzynarodowej Praktycz-

nej Skali Temperatury z 1968 (MPST-68) [10, 11, 14]. MST-90 rozszerza definiowany zakres temperatur od punktu potrójnego wodoru w równowadze o temperaturze 13,8033 K do temperatury 0,65 K. Dzieli skalę temperatury na zakresy i podzakresy, przy czym wprowadza kilka równoprównych definicji w danym zakresie oraz umożliwia stosowanie różnych termometrów interpolacyjnych, służących do definicji temperatury w podanym zakresie; i tak w zakresie 0,65–5,0 K temperatura jest definiowana za pomocą helowych termometrów kondensacyjnych z wykorzystaniem zweryfikowanych w stosunku do wcześniej obowiązujących [2, 8] skali prężności par ^3He i ^4He . W zakresie temperatur od 3 K do temperatury punktu potrójnego neonu 24,5561 K po raz pierwszy jest rekomendowany interpolacyjny termometr gazowy, cechowany w trzech punktach stałych: w punkcie potrójnym neonu, w punkcie potrójnym wodoru i w dowolnym punkcie z przedziału 3–5 K, przy czym temperatura tego punktu musi być wyznaczona za pomocą termometru kondensacyjnego. W wyższym zakresie temperatur, powyżej punktu wodoru aż do punktu potrójnego wody, termometrem interpolacyjnym służącym do wyznaczania $T(90)$ jest – podobnie jak w MPST-68 – standardowy oporowy termometr platynowy, wykonany z platyny o dużej czystości. MST-90 definiuje nieco inne punkty kalibracji termometru platynowego, uściśla liczbowe wartości temperatury punktów zdefiniowanych w MPST-68 i wprowadza inną postać równania interpolacyjnego zapewniając ciągłość funkcji interpolacyjnej na granicy podzakresów. Termometr platynowy może być kalibrowany w całym zakresie stosowania od 13 K do 273 K lub w czterech podzakresach z dolną granicą 24,5561 K – punkt potrójny neonu, 54,3584 K – punkt potrójny tlenu, 83,8053 K – punkt potrójny argonu i 243,3156 K – punkt potrójny rtęci, a górną granicą zawsze 273,16 K – punkt potrójny wody. Temperatury wyznaczone w dowolnym podzakresie są równoprzywne. W najszerszym zakresie temperatur – od 13 K do 273 K – termometr platynowy powinien być cechowany w 8 punktach: w sześciu wymienionych punktach potrójnych i w dwóch punktach o temperaturze zbliżonej do 17 K i 20,3 K poprzez porównanie z gazowym termometrem interpolacyjnym. W zakresie temperatur 24,5561–273,16 K MST-90 zaleca kalibrację w 6 punktach potrójnych, a w wyższych podzakresach odpowiednio w 4 i 3 punktach stałych.

Jak można było zauważyć, MST-90 dwukrotnie pozwala na dowolny w pewnym zakresie wybór punktów kalibracji termometrów interpolacyjnych nie definiując dokładnie ich wartości. Ta „dowolność” wynika przede wszystkim z braku w określonym zakresie temperatur substancji o odpowiednich parametrach termometrycznych, tzn. substancji o przejściach fazowych w żądanym zakresie temperatur, które mogłyby być wykorzystane jako stałe punkty termometryczne.

Mimo tych niewątpliwych trudności w poprawnej realizacji i odtwarzaniu skali w poszczególnych laboratoriach MST-90 jest kolejnym, lepszym przybliżeniem do temperatury termodynamicznej niż MPST-68.

Praktyczna realizacja MST-90

Chociaż MST-90 wprowadza kilka termometrów interpolacyjnych w zakresie 0,65–24,5 K, wcale to nie ułatwia prak-

Dr Anna SZMYRKA-GRZEBYK – studia na Wydziale Mat-Fiz-Chem Uniwersytetu Wrocławskiego ukończyła w 1969 r. i rozpoczęła pracę w Instytucie Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN we Wrocławiu. Pracę doktorską z zakresu termometrii niskotemperaturowej (termometry diodowe) obroniła w 1976 r. Od 1976 r. adiunkt w Zakładzie Krioterometrii INT i BS PAN.

Dr Leszek LIPIŃSKI – w roku 1966 ukończył studia na Wydziale Mat-Fiz-Chem Uniwersytetu Wrocławskiego i rozpoczął pracę w Instytucie Fizyki Politechniki Wrocławskiej. Od 1969 r. pracownik naukowy INT i BS PAN. Pracę doktorską nt. „Kriotermetr krzemowy” obronił w 1976 r. Kierownik Zakładu Krioterometrii w INT i BS PAN.

Dr Henryk MANUSZKIEWICZ – w roku 1972 ukończył studia na Wydziale Mat-Fiz-Chem Uniwersytetu Wrocławskiego i rozpoczął pracę w Instytucie Biofizyki Akademii Rolniczej we Wrocławiu. Od 1976 r. zatrudniony w INT i BS PAN. Pracę doktorską na temat niskotemperaturowych wzorców temperatury (stałych punktów termometrycznych) obronił w 1995 r. Od roku 1976 – adiunkt w INT i BS PAN.

tycznej jej realizacji. Tylko nieliczne laboratoria w świecie posiadają skomplikowane w konstrukcji i obsłudze, a przy tym bardzo kosztowne termometry gazowe czy kondensacyjne [3]. Wobec tego Międzynarodowe Biuro Miar dopuszcza stosowanie w zakresie najniższych temperatur tzw. wzorców wtórnych, którymi mogą być kalibrowane oporowe termometry germanowe i żelazo-rod [1]. Szczególnie są rekomendowane termometry żelazo-rod, charakteryzujące się bardzo dobrą odtwarzalnością wskazań (lepiej niż 0,1 mK) przy odpowiednio dużej czułości dR/dT w zakresie 0,65–13 K.

Realizacja MST-90 w Polsce

W Polsce dwa ośrodki pracują nad realizacją MST-90: Główny Urząd Miar (GUM) i Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN (INTiBS). GUM prowadzi prace w zakresie wysokich temperatur poczynając już od punktu potrójnego argonu aż do temperatury około 2200°C.

INTiBS koncentruje się na zakresie niskich temperatur od 0,65 K do 273,16 K [12]. W zakresie temperatur 0,65–24,5561 K są stosowane wzorce wtórne; dwa oporowe termometry germanowe firmy „Lake Shore Cryotronics” cechowane w Division of Applied Physics w Sydney oraz dwa termometry żelazo-rod: no B 178 firmy „Tinsley” cechowany w National Physical Laboratory w Teddington (Anglia) i no 98 wykonany i cechowany w podmoskiewskim ośrodku metrologicznym WNIIFTRI. Weryfikację wskazań termometrów dokonuje się przez pomiar ich oporu we wtórnych punktach MST-90, zdefi-

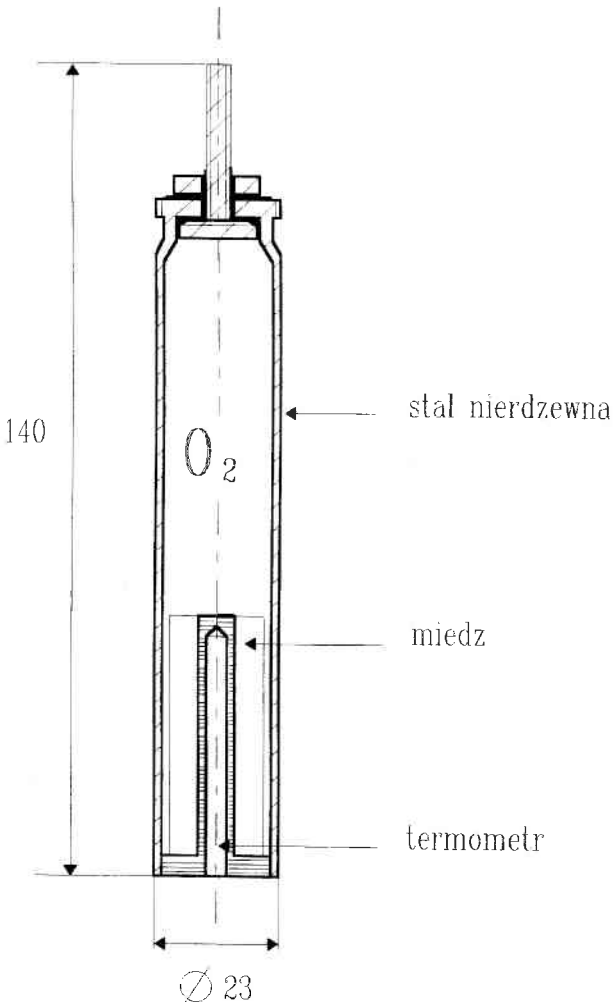
niowanych przez temperaturę T_c przejścia w stan nadprzewodnictwa ołowiu – 7,200 K, indu – 3,4145 K i glinu – 1,1810 K. Próbkki do realizacji tych punktów wykonane w INTiBS według własnej technologii charakteryzują się odtwarzalnością temperatury T_c lepszą niż 0,3 mK [4, 6]. Do okresowego sprawdzania wskazań termometrów germanowych i żelazo-rod jest także stosowany punkt potrójny neonu. Odtwarzalność wskazań i dokładność kalibracji termometru żelazo-rod B 178 – mierzona w punkcie potrójnym neonu w INTiBS i w Instytucie Metrologii im. G. Colonnetti (IMGC) w Turynie – jest szacowana na 0,2 mK [9].

Do pomiaru oporu termometrów żelazo-rod i termometrów platynowych w INTiBS jest stosowany automatyczny mostek prądu przemiennego F 18 (Automatic Systems Laboratories), który pozwala na pomiar oporu z dokładnością 0,1 ppm. Opór termometrów germanowych jest mierzony woltomierzem Sollatron 7071.

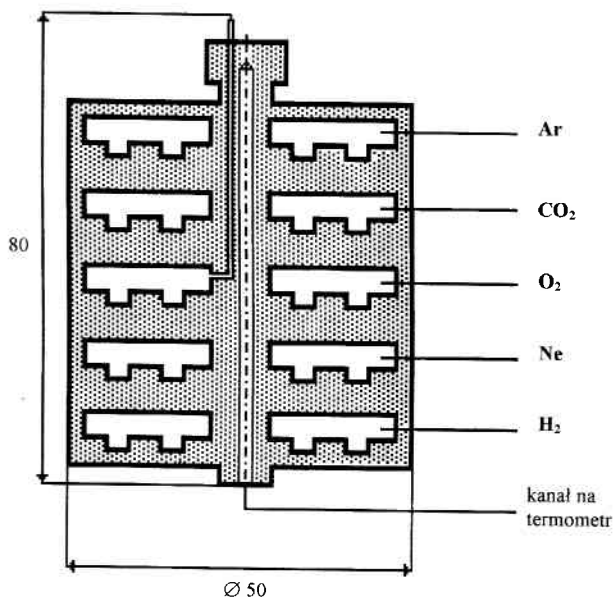
W zakresie temperatur 24,5–273 K MST-90 w INTiBS jest realizowana przy użyciu standardowych, oporowych termometrów platynowych firmy WNIIFTRI i „Tinsley”, kalibrowanych w rekomendowanych punktach stałych: w punkcie potrójnym wodoru, neonu, tlenu, argonu, rtęci i wody. Temperatury punktów potrójnych uzyskuje się w specjalnie skonstruowanych komórkach wypełnionych czystymi (o czystości nie mniejszej niż 5 N) substancjami. INTiBS dysponuje obecnie trzema typami różnej konstrukcji komórek do realizacji punktów potrójnych neonu, tlenu i argonu:

Z IMGC – każdy rodzaj gazu znajduje się w niezależnym pojemniku; realizacja poszczególnych punktów wymaga wymiany komórki w kriostacie, przemontowania termometru wzorcowego oraz długiego oczekiwania na schłodzenie komórki do żądanej temperatury. Zaletą tych komórek jest stosunkowo duża ilość gazu, co w dużym stopniu ułatwia dokładne wyznaczenie temperatury punktu potrójnego (rys. 1a).

Z CNM-INM (Państwowego Instytutu Metrologii w Paryżu) – wielokomponentowa komórka zawierająca neon, tlen i argon. Komórkę stanowi jednolity blok miedzi z wydrążonymi otworami wypełnionymi odpowiednimi gazami. Konstrukcja taka umożliwi kalibrację termometru platynowego w kilku punktach stałych w jednym cyklu chłodzenia. Jednak entalpia gazów znajdujących się w tej komórce jest kilkakrotnie mniejsza od entalpii gazów w komórkach wykonanych w IMGC (rys. 1b).

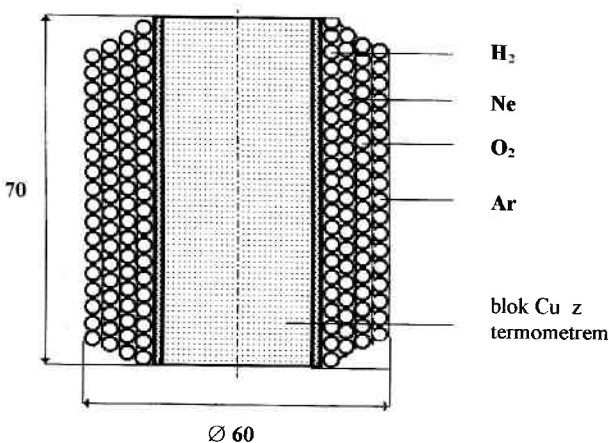


Rys. 1a. Komórka do realizacji punktów potrójnych wykonana w IMGC



Rys. 1b. Wielokomponentowa komórka do realizacji punktów stałych wykonana w INM

Z WNIIFTRI – wielokomponentowa komórka zawierająca wodór, neon, tlen i argon. Poszczególne substancje znajdują się w odrębnych kapilarach nawiniętych na blok miedzi z otworami na termometry platynowe. Kapilary wypełnione są także znacznie mniejszą ilością gazu niż komórki włoskie (rys. 1c).

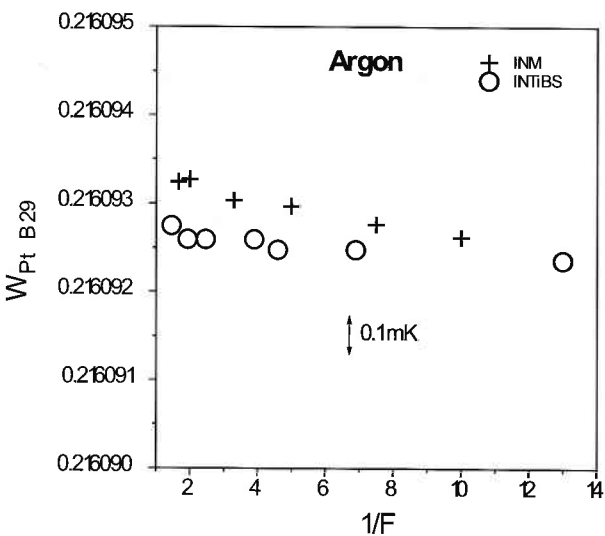


Rys. 1c. Komórka do realizacji punktów stałych wykonana we WNIIFTRI; gazy znajdują się w odrębnych kapilarach

Punkt potrójny rtęci jest w INTiBS realizowany w komórkach własnej konstrukcji wykonanych ze szkła i stali nierdzewnej.

Do realizacji punktu potrójnego wody jest wykorzystywana komórka z berlińskiego ośrodka metrologicznego (dawniej ASMW, obecnie PTB) oraz komórka własnej konstrukcji.

We Wrocławiu przeprowadzono porównania temperatur punktów potrójnych neonu, tlenu i argonu w komórkach



Rys. 2. Odtwarzalność temperatury punktu potrójnego argonu w ampule z INM i ampule wykonanej w IMGC, stanowiącej własność INTiBS: F – stosunek fazy ciekłej do całkowitej ilości substancji; W_{Pt} – funkcja referencyjna termometru platynowego, wyrażająca stosunek oporu $R(T)/R(273,16 K)$

z IMGC i INM stosując wzorcowe termometry platynowe w wyższym zakresie temperatur, a w punkcie neonu – termometr żelazo-rod [5]. Różnica temperatury punktu potrójnego neonu wynosiła 0,047 mK, tlenu – 0,1 mK i argonu – 0,16 mK (rys. 2). Przeprowadzono także porównania polskich termometrów wzorcowych w komórkach w IMGC w Turynie [13]. Pomiary komórek neonu wykazały różnicę temperatury 0,2 mK. Różnice w punktach potrójnych tlenu i argonu wynosiły 0,3 mK. Obecnie trwają badania komórki produkcji WNIIFTRI.

Podsumowanie

INTiBS wspólnie z GUM podjął działania zmierzające do opracowania państwowego wzorca jednostki temperatury dla zakresu niskich temperatur. Instytut jest także jednym z realizatorów międzynarodowego projektu badawczego No 377 „Star Intercomparison of Low-Temperature Fixed Points using Sealed Triple-Point Cells”, koordynowanego przez EUROMET – organizację Unii Europejskiej do spraw metrologii, którego celem jest porównanie parametrów wzorcowych komórek do realizacji stałych punktów w zakresie niskich temperatur stosowanych w państwowych ośrodkach metrologicznych. Wyniki tych porównań pozwolą ocenić jakość polskich wzorców na tle czolowych ośrodków metrologicznych w świecie.

LITERATURA

- [1] BIPM - Techniques for Approximating the International Temperature Scale of 1990. F-92310, Sévres 1990.
- [2] F. G. BRICKWEDDE, H. van DIJK, M. DURIEUX, J. R. CLEMENT, J. K. LOGAN: The 1958 ⁴He scale of temperature. *J. Res. NBS* 1960, nr 64A.
- [3] L. CROVINI, P. P. M. STEUR: ITS-90 Realization in Fourteen National Standards Laboratories: Results of a CCT Inquiry. *Metrologia* 1994, nr 31.
- [4] L. LIPiŃSKI, H. MANUSZKIEWICZ, A. SZMYRKA-GRZEBYK: Reproducibility of superconducting transition temperature of encapsulated samples of indium used as temperature fixed point. *Cryogenics* 1993, vol. 33.
- [5] L. LIPiŃSKI, A. SZMYRKA-GRZEBYK, H. MANUSZKIEWICZ: Comparison of Different Types of Sealed Triple-Point Cells. Proceedings of „International Seminar on Low Temperature Thermometry and Dynamic Temperature Measurement”, Wrocław 1997.
- [6] H. MANUSZKIEWICZ: Opracowanie wzorców skali temperatury poniżej 13,81 K. Praca doktorska. INTi BS PAN, Wrocław 1994.
- [7] H. PRESTON-THOMAS: The International Temperature Scale of 1990. *Metrologia* 1990, nr 27.
- [8] S. G. SIDORIAK, R. H. SHERMAN, T. R. ROBERTS: The 1962 He³ Scale of Temperature. *J. Res. NBS* 1964, nr 68A.
- [9] P. P. M. STEUR, L. LIPiŃSKI, A. SZMYRKA-GRZEBYK, H. MANUSZKIEWICZ: Neon triple point measurements at ILT&SR and at IMGC. Proceedings of „TEMPMEKO'96”. Levrotto & Bella, Torino 1997.
- [10] A. SZMYRKA-GRZEBYK: Międzynarodowa Skala Temperatury 1990 i zasady jej aproksymacji w niskich temperaturach. *Metrologia i Systemy Pomiarowe* 1995, tom II, z. 4.
- [11] A. SZMYRKA-GRZEBYK, L. LIPiŃSKI, H. MANUSZKIEWICZ: Międzynarodowe Skale Temperatury. *Metrologia i Probiernictwo* 1997, tom II, z. 2.
- [12] A. SZMYRKA-GRZEBYK, L. LIPiŃSKI, R. KUNA: Report about the realization of ITS-90 in Poland. Proceedings of „TEMPMEKO'96 6-th International Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science”. Levrotto & Bella, Torino 1997.
- [13] A. SZMYRKA-GRZEBYK, L. LIPiŃSKI, P. P. M. STEUR: Realization of the ITS-90 below 0°C at the ILT&SR. Proceedings of the IMEKO XIII World Congress „From measurement to Innovation”. Turyn 1994, tom III.
- [14] The International Practical Temperature Scale of 1968, IPTS-68. *Metrologia* 1969, nr 5.
- [15] Zarządzenie Nr 161 Prezesa Głównego Urzędu Miar z dnia 25.10.1996 r. *Dziennik Urzędowy Miar i Probiernictwa* 1996, nr 27.

Otrzymano: 18.12.97