

Научная статья

УДК 536.5.081:536.51

<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-8-8-15>

Государственный первичный эталон единицы температуры – кельвина – в диапазоне от 0,3 до 273,16 К ГЭТ 35-2021: реализация нового определения единицы температуры

Владимир Геннадьевич Кытин¹✉, Мамикон Юрьевич Гавалян², Алексей Анатольевич Петухов³, Борис Геннадьевич Потапов⁴, Яков Евсеевич Разбба⁵, Эдуард Георгиевич Асланян⁶, Андрей Николаевич Щипунов⁷

1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений, г. п. Менделеево, Московская обл., Россия, ²ghavalyan@vniiftri.ru, ³petukhov@vniiftri.ru, ⁴potapov@vniiftri.ru, ⁵razhba@vniiftri.ru, ⁶aslanyan@vniiftri.ru, ⁷schipunov@vniiftri.ru

¹ Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова, Москва, Россия, vkytin@vniiftri.ru✉, <https://orcid.org/0000-0003-4049-823X>

Аннотация. Описан состав и метрологические характеристики Государственного первичного эталона единицы температуры – кельвина – в диапазоне от 0,3 до 273,16 К ГЭТ 35-2021. ГЭТ 35-2021 позволяет воспроизводить и передавать единицу температуры в соответствии с определением кельвина, принятым в 2018 г. на 26-й Генеральной конференции по мерам и весам. В состав ГЭТ 35-2021 введены разработанные в 2012–2019 гг. установки акустической газовой термометрии – первичные средства измерений температуры в диапазонах 79–273,16 К; 4,2–80 К; 268,16–273,16 К. Для повышения точности воспроизведения действующей температурной шкалы МТШ-90 усовершенствована аппаратура воспроизведения реперных точек шкалы. На основании проведенных исследований рассчитана неопределённость воспроизведения термодинамической температуры и температуры по шкале МТШ-90.

Ключевые слова: кельвин, термодинамическая температура, акустическая газовая термометрия, международная температурная шкала, тройная точка, платиновая термометрия

Для цитирования: Кытин В. Г., Гавалян М. Ю., Петухов А. А., Потапов Б. Г., Разбба Я. Е., Асланян Э. Г., Щипунов А. Н. Государственный первичный эталон единицы температуры – кельвина – в диапазоне от 0,3 до 273,16 К ГЭТ 35-2021: реализация нового определения единицы температуры // Измерительная техника. 2021. № 8. С. 8–15. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-8-8-15>

Realization of new definition of kelvin on National primary state standard of temperature in the temperature range from 0.3 K to 273.16 K GET 35-2021

Vladimir G. Kytin¹, Mamikon Yu. Ghavalyan², Aleksey A. Petukhov³, Boris G. Potapov⁴, Yakov E. Razhba⁵, Edward G. Aslanyan⁶, Andrey N. Schipunov⁷

1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 Russian metrological institute of technical physics and radio engineering (VNIIFTRI), Mendeleevo, Moscow region, Russia, ²ghavalyan@vniiftri.ru, ³petukhov@vniiftri.ru, ⁴potapov@vniiftri.ru, ⁵razhba@vniiftri.ru, ⁶aslanyan@vniiftri.ru, ⁷schipunov@vniiftri.ru

¹ M.V. Lomonosov Moscow State University, Moscow, Russia, vkytin@vniiftri.ru✉, <https://orcid.org/0000-0003-4049-823X>

Abstract. Description and metrological characteristics are presented of upgraded in 2021 equipment of National primary state standard of temperature on the temperature range from 0.3 K to 273.16 K GET 35-2021. GET 35-2021 allow to to the reproduce and disseminate the unit of temperature according to its definition accepted on 26th CGPM in 2018. Three installations of acoustic gas thermometry developed in 2012–2019 have been introduced in the National primary state standard covering ranges 79–273.16 K, 4.2–80 K, 268.16–273.16 K. The equipment for reproduction of fixed points of of International Temperature scale ITS-90 has been upgraded for uncertainty reduction. Uncertainty of reproduction of thermodynamic temperature and temperature according to ITS-90 have been calculated on the basis of investigations of upgraded equipment.

Keywords: kelvin, thermodynamic temperature, acoustic gas thermometry, international temperature scale, triple point, platinum thermometry

Введение. Единица измерения температуры – кельвин – входит в число основных единиц Международной системы единиц, поэтому её воспроизведение с наивысшей

точностью и передача образцовым и рабочим средствам измерений (СИ) является важной задачей, обеспечивающей единство измерений температуры. До 2019 г. кельвин

определяли через температуру тройной точки воды с описанным точным значением 273,16 К. Исследования ряда термометрических лабораторий показали, что применение для градуировки платиновых термометров сопротивления простых в реализации температур тройных точек чистых газов, заключённых в герметичные ампулы и отличающихся высокой воспроизводимостью (0,2 мК), позволяет повысить приблизительно в два раза точность температурной шкалы для значений более 24 К. Такие ампулы разработаны в некоторых лабораториях, в том числе и во ВНИИФТРИ.

Точные значения термодинамических температур, в том числе температур тройных точек газов, были получены с помощью первичного СИ температуры – газового термометра постоянного объёма в NPL (Великобритания), Kamerlingh Onnes Laboratory (Нидерланды), NMI (Австралия) и ВНИИФТРИ [1–4].

В диапазоне температур 0,65–13,81 К для воспроизведения температурной шкалы разработаны высокоточные (погрешность 0,3–0,5 мК) интерполяционные газовые термометры, конденсационные термометры и стабильные термометры сопротивления из сплава родия с железом [5].

Все эти достижения позволили принять в 1989 г. международную шкалу МТШ-90 (CCT Guidebooks: Guides to Thermometry 1. Guide to the Realization of the ITS-90: [Электрон. ресурс]. URL: <https://www.bipm.org/en/committees/cc/cct/guides-to-thermometry>), действующую по настоящее время.

Для температур от 0,0009 до 1 К в 2000 г. создана температурная шкала, основанная на кривой плавления гелия-3, и в 2000 г. рекомендована к применению Международным комитетом мер и весов под названием «предварительная низкотемпературная шкала ПНТШ-2000» (CCT Guidebooks: Guides to Thermometry 2. Guide to the Realization of the PLTS-2000: [Электрон. ресурс]. URL: <https://www.bipm.org/en/committees/cc/cct/guides-to-thermometry>).

В последние годы достигнут значительный прогресс в повышении точности измерений термодинамической температуры первичными методами, основанными на законах термодинамики и статистической физики. В частности, разработан и создан сначала в NIST (США), а затем и в INRIM (Италия), LNE-CNAM (Франция) и в других странах первичный акустический газовый термометр [6–8]. В 2002–2017 гг. акустический газовый термометр использован для наиболее точного определения постоянной Больцмана [9–11]. Эти измерения, а также измерения методом диэлектрической газовой термометрии и шумовой термометрии подготовили переход к новому определению единицы температуры – кельвина.

Новое определение кельвина было принято на 26-й Генеральной конференции по мерам и весам (Resolutions of the 26th CGPM (2018), URL: <https://www.bipm.org/en/CGPM/db/26/>). Согласно новому определению, вступившему в силу в 2019 г., кельвин определяется через фиксированное значение постоянной Больцмана, равное $1,380649 \cdot 10^{-23}$ Дж·К⁻¹.

В 2010 г. утверждён Государственный первичный эталон единицы температуры – кельвина – в диапазоне от 0,3 до 273,16 К ГЭТ 35-2010 для воспроизведения единицы температуры по шкале МТШ-90 и ПНТШ-2000 в диапазоне 0,30–273,16 К. Основная часть ГЭТ 35-2010, предназначенная

для хранения и воспроизведения единицы температуры, – групповой эталон. Групповой эталон состоит из восьми высокостабильных эталонных термометров сопротивления (платиновых и родий-железных), размещённых в двух блоках сравнения и аттестованных по первичному (газовому, магнитному) термометру в шкале МТШ-90. В контрольную аппаратуру эталона также включены устройства для воспроизведения реперных точек: тройной точки воды; тройных точек аргона и ртути для длинноотверстных платиновых термометров; запаянные ячейки тройных точек газов (водорода, неона, кислорода и аргона) вместе с адиабатическим криостатом для капсульных термометров сопротивления. Стабильность термометров в эталонных блоках сравнения контролировали по периодическим взаимным сличениям их показаний друг с другом и с реперными точками. Для воспроизведения шкалы ПНТШ-2000 в диапазоне температур 0,3–0,8 К в составе эталона используются два родий-железных термометра сопротивления ТСРЖН-М специальной конструкции. Теплообмен между чувствительным элементом и корпусом в данных термометрах осуществляется сверхтекучим гелием.

Опыт успешной эксплуатации эталона ГЭТ 35-2010 и его предшественника ГЭТ 35-91 в течение почти 20 лет подтвердил применимость концепции воспроизведения единицы температуры без использования газового термометра постоянного объёма как наиболее простой и экономичной. В то же время за счёт высокой долговременной стабильности используемых термометров сопротивления единица температуры воспроизводилась в течение по крайней мере 15 лет с неисключённой систематической погрешностью 0,5–1 мК, оцениваемой по взаимным сличениям эталонных термометров. Такой метод хранения и воспроизведения шкалы группой эталонных термометров сопротивления применялся на протяжении ряда лет и в других национальных метрологических институтах, например в NPL (Великобритания).

Согласно вступившему в силу в 2019 г. определению кельвина для воспроизведения единицы температуры необходимо использовать первичные методы, основанные на законах термодинамики и статистической физики. В настоящее время наиболее развитыми первичными методами являются акустическая и поляризационная газовые термометрии, шумовая термометрия.

Шкала МТШ-90 остаётся действующей, поэтому активно ведутся работы по уменьшению неопределённости её воспроизведения, а также измерению отклонения температуры по данной шкале от термодинамической температуры, измеряемой первичными методами [12, 13]. Подавляющее большинство применяемых на практике СИ температуры, например термометров сопротивления, калибруется по МТШ-90. Переход к воспроизведению единицы температуры в соответствии с новым определением кельвина должен происходить постепенно.

Таким образом, для реализации нового определения кельвина усовершенствован ГЭТ 35-2010 и утверждён Государственный первичный эталон единицы температуры – кельвина – в диапазоне от 0,3 до 273,16 К ГЭТ 35-2021. В процессе усовершенствования разработана и введена в состав эталона следующая аппаратура:

установки абсолютной и относительной акустической газовой термометрии для измерений термодинамической температуры в диапазоне температур 4,2–273,16 К;

усовершенствованная аппаратура для воспроизведения реперных точек шкалы МТШ-90, тройных точек неона, кислорода, аргона и ртути.

Цель настоящей статьи – представление принципа действия, конструкции и результатов метрологических исследований разработанной и введённой в состав эталона аппаратуры.

Установки акустической газовой термометрии для воспроизведения единицы температуры – кельвина – в соответствии с действующим определением. С целью введения в состав ГЭТ 35-2021 разработаны три установки акустической газовой термометрии: для абсолютного измерения термодинамической температуры в диапазоне 268,16–273,16 К; для измерения термодинамической температуры в диапазоне 79–273,16 К акустическим методом; для измерения термодинамической температуры в диапазоне 4,2–80 К акустическим методом.

Установка для абсолютного измерения термодинамической температуры в диапазоне 268,16–273,16 К. Данная установка реализует метод абсолютной акустической газовой термометрии в диапазоне 268,16–273,16 К, согласно которому температура определяется по формуле

$$T = \frac{C_V}{C_p} \frac{M}{R} c^2 \left\langle \frac{f_{a0(0,n)}^2}{\xi_{(0,n)}^2} \right\rangle \left\langle \frac{\xi_{TLM}^2}{f_{m0TLM}^2} \right\rangle, \quad (1)$$

где C_V , C_p – молярная теплоёмкость газа при постоянном объёме и давлении соответственно; M – молярная масса газа; R – универсальная газовая постоянная; c – скорость света в вакууме; ξ_{TLM} – число моды электромагнитного резонанса; (TLM : T – тип моды ТЕ или ТМ; L , M – натуральные числа, например, мода ТМ11); $\xi_{(0,n)}$ – число моды (0, n) акустического резонанса; $f_{a0(0,n)}$ – частота акустического резонанса для моды (0, n), соответствующая идеальному газу; f_{m0TLM} – частота электромагнитного резонанса для триплетных мод ($L=1$).

Частота f_{m0TLM} рассчитывается по формуле

$$f_{m0TLM} = \sqrt{\frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 (f_{mTLMi} + \delta f_{mTLMi})^2}, \quad (2)$$

где f_{mTLMi} , δf_{mTLMi} – частоты компонентов мод электромагнитного резонанса и поправки к ним.

Для определения входящей в выражение (1) частоты акустического резонанса $f_{a0(0,n)}$ измеряют частоты акустического резонанса при нескольких значениях давления гелия в резонаторе и одной и той же температуре. Полученные значения резонансных частот корректируют с помощью поправок, учитывающих теплообмен между газообразным гелием и стенками резонатора. Затем строят изотерму – зависимость квадрата частоты акустического резонанса от давления гелия в резонаторе. Значение $f_{a0(0,n)}^2$ определяется аппроксимацией изотермы, т. е. минимизацией выражения

$$\min \sum \left\{ \left[f_{a0(0,n)}(p_i) + \delta f_{a0(0,n)}(p_i) \right]^2 - a_{-1(0,n)} p_i^{-1} - f_{a0(0,n)}^2 - a_{1(0,n)} p_i \right\}^2,$$

где $a_{-1(0,n)}$, $a_{1(0,n)}$ – параметры аппроксимации изотермы.

Состав и принцип работы установки описаны в работе [14]. Центральной частью установки является термостат с размещённым внутри него устройством для реализации акустического резонанса. Данное устройство содержит квазисферический медный резонатор, размещённый внутри герметичной камеры, которая заполнена газообразным гелием и расположена внутри вакуумной камеры, откачанной до остаточного давления не более 0,01 Па. В состав установки также входит аппаратура для контроля и стабилизации температуры резонатора и давления газообразного гелия в резонаторе.

Исследования метрологических характеристик установки для абсолютного измерения термодинамической температуры в диапазоне 268,16–273,16 К проводили при температурах 268,16; 273,16 К: после выхода температуры на заданное значение (дрейф температуры не более 0,04 мК/мин) 10 раз измеряли комплексный коэффициент пропускания электромагнитного излучения резонатором для мод ТЕ11, ТЕ12, ТЕ13 ТМ12, ТМ13, затем резонатор заполняли газообразным гелием марки 7.0 до заданного давления. После повторного выхода температуры на заданное значение (дрейф температуры не более 0,04 мК/мин) однократно измеряли частотную зависимость акустического сигнала, десять раз измеряли акустический сигнал для фиксированной частоты и определяли его среднее квадратическое отклонение (СКО). Для заданного значения давления 10 раз измеряли температуру резонатора платиновыми термометрами сопротивления и определяли СКО температуры. Затем 10 раз измеряли давление газа и определяли его СКО. Частотную зависимость акустического сигнала измеряли для 11 различных значений давления гелия в резонаторе по 10 раз для каждого значения. Для каждого значения давления определяли резонансную частоту и полуширину линии акустического резонанса, а также вычисляли СКО частоты акустического резонанса для выбранных значений давления. На основании полученных СКО частоты акустического резонанса, температуры резонатора и давления рассчитывали СКО измеряемой температуры. Измерения частоты акустического резонанса повторяли через двое суток без смены газа в резонаторе. По изменению частоты акустического резонанса вычисляли неопределённость измерений по типу В, обусловленную изменением состава газа. Также рассчитывали неопределённость измерений по типу В, связанную с неопределённостью измерения давления. Неопределённость измерений по типу В радиуса резонатора находили из дисперсии квадрата отношения частоты электромагнитного резонанса к числам ξ_{TLM} мод электромагнитного резонанса, рассчитанного для разных мод.

Таблица 1

Бюджет неопределённости измерений термодинамической температуры при 268,16 и 273,16 К

Источник неопределённости	Тип	$u_c(T)$, мК, при T , К	
		268,16	273,16
Неопределённость измерения частоты акустического резонанса	A	0,19	0,20
Неопределённость измерения отклонения температуры резонатора от заданного значения	A	0,11	0,13
Неопределённость измерения давления гелия	A	0,12	0,12
	B	0,27	0,27
Неопределённость значения молярной массы гелия	B	0,14	0,15
Неопределённость определения среднего квадрата частоты электромагнитного резонанса	B	0,11	0,12
Неопределённость измерения термодинамической температуры при 10 независимых измерениях	A	0,25	0,27
Неопределённость измерения термодинамической температуры	B	0,32	0,33
Неисключённая систематическая погрешность	–	0,55	0,58
Суммарная стандартная неопределённость измерений	–	0,41	0,43

Суммарную стандартную неопределённость измерения термодинамической температуры вычисляли по формуле

$$u_c(T) = \sqrt{(u_A(T))^2 + (u_B(T))^2}, \quad (3)$$

где $u_A(T)$, $u_B(T)$ – стандартные неопределённости измерений по типам соответственно А (СКО) и В.

Неопределённости измерений рассчитывали по формуле измерений (1) для абсолютной акустической газовой термометрии. Результаты исследований метрологических характеристик установки для абсолютного измерения термодинамической температуры в диапазоне 268,16–273,16 К представлены в табл. 1.

Разработанная аппаратура абсолютной акустической газовой термометрии была использована для измерения в 2017 г. постоянной Больцмана [15].

Установка для измерения термодинамической температуры в диапазоне 79–273,16 К акустическим методом. В данной установке реализован метод относительной акустической газовой термометрии, в котором термодинамическая температура определяется по формуле

$$T = T_{TPW} \left\langle \frac{f_{a0(0,n)}^2(T)}{f_{a0(0,n)}^2(T_{TPW})} \right\rangle \left\langle \frac{f_{m0TLM}^2(T_{TPW})}{f_{m0TLM}^2(T)} \right\rangle, \quad (4)$$

где $T_{TPW} = 273,16$ К – температура тройной точки воды.

В соответствии с формулой (4) для определения термодинамической температуры требуются значения частот акустического и электромагнитного резонанса при фиксированных температуре и давлении газообразного гелия. Поэтому состав установки для измерения термодинамической температуры в диапазоне 79–273,16 К акустическим методом аналогичен составу установки для абсолютного измерения термодинамической температуры в диапазоне 268,16–273,16 К. Устройство для реализации акустического резонанса расположено внутри криостата, заполняемого

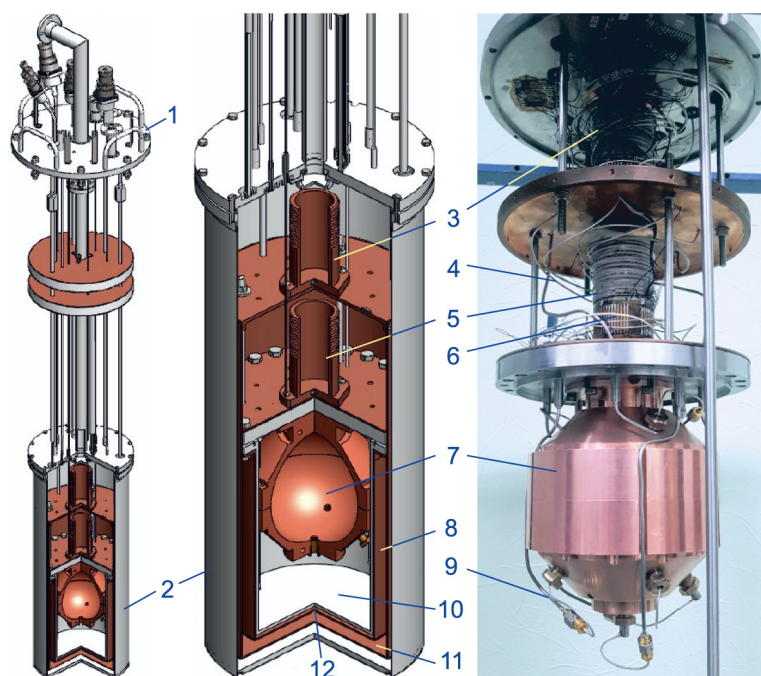


Рис. 1. Трёхмерная модель устройства для реализации акустического резонанса установки для измерения термодинамической температуры в диапазоне от 79 К до 273,16 К акустическим методом (слева) и вакуумная камера (справа):

1 – верхний фланец; 2 – вакуумная камера; 3, 5 – теплообменники теплового и медного экранов соответственно; 4 – коаксиальный кабель; 6 – теплообменная площадка для распайки проводов; 7 – резонатор; 8, 11 – медный и тепловой экраны соответственно; 9 – трубка для ввода коаксиального кабеля в камеру давления; 10 – камера давления; 12 – нагреватель

Fig. 1. 3D model of the inner part of cryostat of relative gas thermometry equipment in the temperature range from 79 K to 273.16 K acoustic method (left) and photograph of the inner part of vacuum chamber (right):

1 – top flange; 2 – vacuum chamber; 3, 5 – heat exchange tools of the heat and copper shield correspondingly; 4 – coaxial cable; 6 – heat conducting plate for wires; 7 – resonator; 8, 11 – cooper and heat shields correspondingly; 9 – tube with coaxial cable; 10 – pressure chamber; 12 – heater

жидким азотом, и имеет особенности, обусловленные работой в широком диапазоне температур. На рис. 1 показана трёхмерная модель устройства для реализации акустического резонанса. Устройство состоит из верхнего фланца 1 и вакуумной камеры 2, соединённых трубками для подачи и вывода газообразного гелия, а также ввода проводов и кабелей. Более подробно вакуумная камера устройства показана на рис. 1 справа.

Камера давления 10 с резонатором 7 окружена медным экраном 8, который имеет тепловой контакт с нагревателем на теплообменнике 5 и находится внутри теплового экрана 11. В верхней части теплового экрана на теплообменнике 3 также расположен нагреватель. Разность температур верхней и нижней частей теплового экрана измеряется дифференциальной термопарой. Для уменьшения данной разности температур в нижней части теплового экрана расположен третий нагреватель 12. Другая дифференциальная термопара измеряет разность температур описанных выше теплового и медного экранов. Внешние проводники коаксиальных кабелей для акустического и электромагнитного сигналов 4 припаяны к внутренней стороне крышки вакуумной камеры, а также к теплообменникам тепловых экранов для перехвата тепловых потоков от верхнего фланца и выравнивания температуры кабелей и экранов. С этой же целью провода для измерения сопротивления термометров, нагревателей и термопар припаяны к теплообменным площадкам 6, расположенным на внутренней стороне крышки вакуумной камеры и теплообменниках. Вне вакуумной камеры провода и кабели проходят внутри трубок 9, оканчивающихся герметичными вводами или разъёмами, т. е. в вакууме. Это исключает конденсацию влаги и электрические утечки, а также уменьшает десорбцию примесей из полимерной изоляции кабелей в камере давления.

Метрологические характеристики установки для измерения термодинамической температуры в диапазоне 79–273,16 К акустическим методом изучали по методике, аналогичной описанной выше методике исследований характеристик установки для абсолютного измерения термодинамической температуры в диапазоне 268,16–273,16 К.

Частоты акустического и электромагнитного резонанса измеряли при температурах 79 и 273,16 К. По изменению частоты акустического резонанса вычисляли неопределённость измерений по типу В, связанную с изменением состава газа. Также рассчитывали неопределённости измерений по типу В, обусловленные неопределённостями измерения давления и воспроизведения температуры тройной точки воды для резонатора. Неопределённость измерений по типу В изменения радиуса резонатора вычисляли из дисперсии квадрата отношения частоты электромагнитного резонанса при измеряемой температуре к частоте электромагнитного резонанса при температуре 273,16 К, рассчитанного для разных мод электромагнитного резонанса. Суммарную стандартную неопределённость измерения термодинамической температуры находили по формуле (3) с учётом формулы измерений (4) для относительной акустической газовой термометрии. Результаты метрологических исследований представлены в табл. 2.

Разработанный в 2016 г. прототип установки для измерения термодинамической температуры в диапазоне 79–273,16 К использовали для измерения отклонения температуры по шкале МТШ-90 от термодинамической температуры [13].

Установка для измерения термодинамической температуры в диапазоне 4,2–80 К акустическим методом.

В данной установке термодинамическая температура определялась методом относительной акустической газовой термометрии по формуле (4). Основное отличие данной установки от описанных выше установок – уменьшенный радиус внутренней полости резонатора: 30 мм вместо 50 мм. Такое уменьшение радиуса резонатора позволило более чем втрое уменьшить массу охлаждаемых частей устройства для реализации акустического резонанса и существенно сократить расход жидкого гелия при охлаждении и поддержании температуры резонатора. Кроме того, существенно уменьшилось время стабилизации температуры резонатора и, следовательно, полное время измерения температуры. Конструкция данной установки описана в работе [16].

Метрологические характеристики установки для измерения акустическим методом термодинамической температуры в диапазоне 4,2–80 К исследовали при температурах

Таблица 2

Бюджет неопределённости измерений термодинамической температуры акустическим методом при 79 и 273,16 К

Источник неопределённости	Тип	$u_c(T)$, мК, при T , К	
		79	273,16
Неопределённость измерения частоты акустического резонанса	A	0,410	0,14
Неопределённость измерения отклонения температуры резонатора от заданного значения	A	0,170	0,30
Неопределённость измерения давления гелия	A	0,150	0,12
	B	0,320	0,35
Неопределённость значения молярной массы гелия	B	0,091	0,29
Неопределённость переноса температуры тройной точки воды на резонатор	B	0,067	0,12
Неопределённость определения среднего отношения квадратов частот электромагнитного резонанса	B	0,210	0
Неопределённость измерения термодинамической температуры при 10 независимых измерениях	A	0,460	0,35
Неопределённость измерения термодинамической температуры	B	0,400	0,47
Неисключённая систематическая погрешность	–	0,700	0,81
Суммарная стандартная неопределённость измерений	–	0,610	0,58

Бюджет неопределённости измерений термодинамической температуры в диапазоне 4,2–80 К акустическим методом

Источник неопределённости	Тип	$u_c(T)$, мК, при T , К			
		4,2	5	8	80
Неопределённость измерения частоты акустического резонанса	A	0,1000	0,1500	0,1700	0,110
Неопределённость измерения отклонения температуры резонатора от заданного значения	A	0,0650	0,1100	0,1500	0,100
Неопределённость измерения давления гелия	A	0,0610	0,1000	0,1300	0,071
	B	3,6000	1,4000	0,5700	0,350
Неопределённость значения молярной массы гелия	B	0,0210	0,0310	0,0280	0,097
Неопределённость переноса температуры тройной точки воды на резонатор	B	0,0027	0,0033	0,0057	0,067
Неопределённость определения среднего отношения квадратов частот электромагнитного резонанса	B	0,0170	0,0210	0,0320	0,290
Неопределённость измерения термодинамической температуры при 10 независимых измерениях	A	0,1300	0,2100	0,2600	0,160
Неопределённость измерения термодинамической температуры	B	3,600	1,400	0,5700	0,470
Неисключённая систематическая погрешность	–	6,200	2,400	0,9800	0,810
Суммарная стандартная неопределённость измерений	–	3,800	1,400	0,6200	0,490

4,2; 5; 8; 80 К и температуре реперной точки 273,16 К по методике, аналогичной описанной выше для установки для измерения термодинамической температуры в диапазоне 79–273,16 К акустическим методом. Комплексный коэффициент пропускания электромагнитного излучения резонатором измеряли для мод TE₁₁, TE₁₂, TM₁₁, TM₁₂. Результаты метрологических исследований представлены в табл. 3.

Введение в состав эталона разработанных установок акустической газовой термометрии обеспечивает воспроизведение единицы температуры с неопределённостью не более 1,4 мК в диапазоне от 5 до 273,16 К в соответствии с действующим определением кельвина.

Усовершенствованная аппаратура для реализации реперных точек шкалы МТШ-90. Совершенствование аппаратуры для реализации реперных точек шкалы МТШ-90 проводилось с целью уменьшения неопределённости воспроизведения и передачи единицы температуры в соответствии с положением о шкале МТШ-90.

В 2017–2019 гг. во ВНИИФТРИ разработаны и изготовлены усовершенствованные ячейки тройных точек неона, кислорода и аргона для капсульных платиновых термометров сопротивления, а также криостат-вставка для работы данных ячеек. По сравнению с входившими в ГЭТ 35-2010 ячейками тройных точек газов усовершенствованные ячейки отличаются увеличенной массой газа и дополнительным тепловым экраном, снабжённым нагревателем и дифференциальной термопарой, что значительно уменьшило градиенты температуры внутри ячейки при реализации тройной точки. Схема и внешний вид ячейки тройной точки газов представлены в работе [17].

Также во ВНИИФТРИ разработаны и изготовлены усовершенствованные устройства для реализации тройных точек аргона и ртути для длиннострержневых платиновых термометров сопротивления. Схема и внешний вид устройства для реализации тройной точки аргона представлены на рис. 2. Устройство состоит из герметичной камеры 6, трубки 11 и вентиля 9 для откачки камеры,

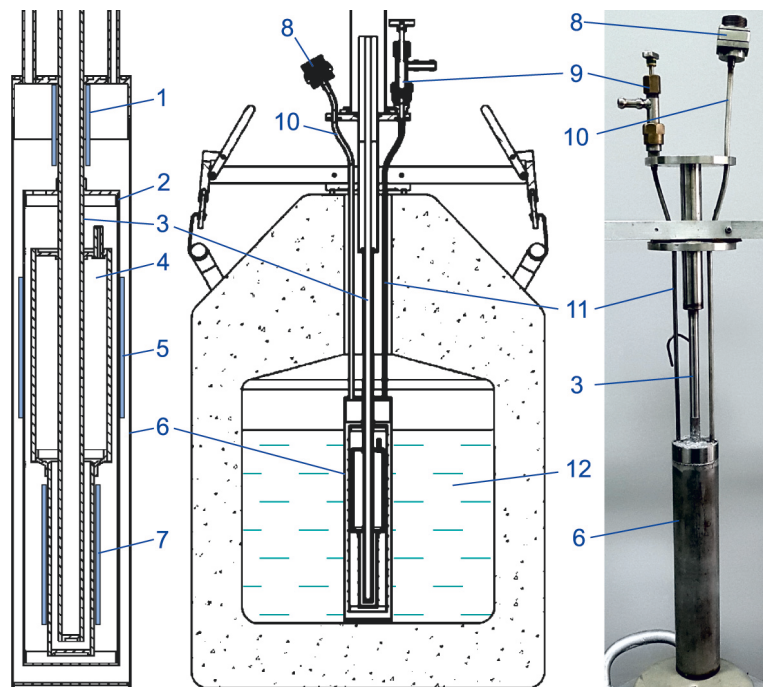


Рис. 2. Схема и внешний вид устройства для реализации тройной точки аргона для длиннострержневых платиновых термометров сопротивления: 1 – нагреватель трубки для размещения термометра; 2 – медный экран; 3 – трубка для термометра; 4 – ампула с аргоном; 5 – нагреватель медного экрана; 6 – герметичная камера; 7 – нагреватель ампулы; 8 – разъём; 9 – вентиль; 10 – трубка для ввода проводов; 11 – трубка откачки герметичной камеры; 12 – жидкий азот

Fig. 2. Scheme of the setup for realization of triple point of argon for long stem platinum resistance thermometers (left) and photograph of the setup (right): 1 – thermometer tube heater; 2 – copper shield; 3 – tube for thermometer; 4 – ampule with argon; 5 – copper shield heater; 6 – sealed chamber; 7 – ampule heater; 8 – connector; 9 – valve; 10 – tube for wires; 11 – tube for evacuation of sealed chamber; 12 – liquid nitrogen

трубки 10 и герметичного разъёма 8 для ввода проводов. В герметичной камере располагается медный экран 2, внутри которой находится ампула с аргоном 4. В ампулу введена

Таблица 4

Результаты метрологических исследований аппаратуры для воспроизведения шкалы МТШ-90

Тройная точка	$\Theta_{пр}$, мК	Θ_R , мК	Θ_M , мК	$\Theta_{г.п.}$, мК	$\Theta_{нст}$, мК	$\Theta_{ст}$, мК	Θ_9 , мК	НСП, мК	СКО, мК
Капсульные термометры									
Неон	35	5	20	32	32	156	72	200	110
Кислород	19	9	20	24	32	150	92	201	110
Аргон	22	17	20	20	32	147	96	201	100
Ртуть	27	44	42	15	32	162	45	203	180
Длинностержневые термометры									
Аргон	22	9	20	17	32	185	45	216	110
Ртуть	27	44	42	15	32	180	83	233	120

трубка для размещения длинностержневого термометра 3. На ампулу намотан резистивный нагреватель 7, а на медный экран – нагреватель 5. Разность температур между ампулой и экраном измеряется дифференциальной термопарой. При работе устройство помещается в сосуд с жидким азотом 12. При этом трубка с термометром проходит через жидкий азот, что обеспечивает перехват теплового потока из верхней части устройства, находящейся при комнатной температуре. Для компенсации холодоподвода от жидкого азота в верхней части герметичной камеры на трубку для размещения термометра намотан дополнительный нагреватель 1. Для перехвата теплового потока провода термопар и нагревателей распаяны на площадки, имеющие тепловой контакт с крышкой герметичной камеры, экраном и ампулой с аргонном. Аналогичная конструкция применена в устройстве для реализации тройной точки ртути для длинностержневых термометров.

Метрологические исследования ячеек реперных точек для капсульных термометров сопротивления проводили путём воспроизведения соответствующих реперных точек в криостате-вставке, а устройств для реализации реперных точек для длинностержневых термометров сопротивления – при воспроизведениях тройной точки аргона и тройной точки ртути в соответствующих устройствах. Неисключённую систематическую погрешность (НСП) в температурном эквиваленте вычисляли по формуле (в которой все составляющие погрешностей выражены в температурном эквиваленте):

$$\Theta = \pm k \sqrt{\Theta_{пр}^2 + \Theta_R^2 + \Theta_M^2 + \Theta_{г.п.}^2 + \Theta_{ст}^2 + \Theta_9^2},$$

где $k=1,1$ для доверительной вероятности $P=0,95$; $\Theta_{пр}$ – погрешность, вызванная влиянием примесей; Θ_R – погрешность меры электрического сопротивления; Θ_M – погрешность измерения сопротивления мостом; $\Theta_{г.п.}$ – погрешность, вызванная неопределённостью положения чувствительного элемента (неопределённость гидростатической поправки); $\Theta_{ст}$ – статическая погрешность измерения температуры; Θ_9 – погрешность экстраполяции к точке ликвидуса.

Для вычисления $\Theta_{пр}$ строят график $T(F^{-1})$, где F – процент содержания жидкой фазы, проводят линию тренда, экстраполируют её в точку 0 и вычисляют разность температур по линии тренда между точками 0 и 1. Погрешность $\Theta_{г.п.}$ находили с учётом

неопределённости положения чувствительного элемента термометра относительно поверхности раздела между газообразной и жидкой фазой термометрического вещества. Статическая погрешность измерения температуры $\Theta_{ст}$ обусловлена влиянием температуры экрана на показания термометра. Погрешность влияния экстраполяции к точке ликвидуса определяется неопределённостью линии тренда, проведённой через экспериментальные точки зависимости $T(F^{-1})$.

Результаты расчёта указанных выше составляющих погрешности, а также погрешности $\Theta_{нст}$, обусловленной кратковременной нестабильностью термометра, НСП и СКО приведены в табл. 4. СКО вычислялось по десяти независимым измерениям при трёх реализациях тройной точки и 50 % жидкой фазы вещества.

Совершенствование аппаратуры для воспроизведения реперных точек шкалы МТШ-90 значительно уменьшило неопределённость воспроизведения шкалы МТШ-90 в диапазоне 24,55–273,16 К. В настоящее время усовершенствованная аппаратура ГЭТ 35-2021 применяется в региональных ключевых сличениях длинностержневых платиновых термометров сопротивления в тройной точке ртути СООМЕТ.Т-К9.1. Участниками сличения являются национальные метрологические институты России (ВНИИФТРИ), Германии (ПТБ), Белоруссии (БелГИМ), Грузии (ГЕОСТМ), Казахстана (КазСтандарт) и Молдовы (НИСМ). Лаборатория-пилот – ВНИИФТРИ.

Заключение. В ГЭТ 35-2021 реализован первичный метод воспроизведения единицы температуры – акустическая газовая термометрия. Установки акустической газовой термометрии, введённые в состав эталона, воспроизводят единицу температуры в соответствии с её действующим определением в диапазоне температур 4,2–273,16 К с суммарной стандартной неопределённостью не более 1,4 мК в диапазоне температур 5–273,16 К и не более 3,8 мК в диапазоне 4,2–5 К. Кроме того, в состав эталона входит усовершенствованная аппаратура для воспроизведения реперных точек шкалы МТШ-90 с НСП менее 0,25 мК. Это позволяет воспроизводить и передавать единицу температуры в соответствии с действующим определением в широком диапазоне температур, а также воспроизводить с высокой точностью шкалу МТШ-90, что важно и для практических применений, и для прецизионных измерений отклонения температуры по шкале МТШ-90 от термодинамической температуры.

Список литературы

1. Steur P. P. M., Durieux M., *Metrologia*, 1986, vol. 23, pp. 1–18. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/23/1/002>
2. Schooley J. F., NBS/NIST Gas thermometry from 0 to 660 °C, *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.*, 1990, vol. 95, pp. 255–290.
3. Preston-Thomas H., Kirby C. G. M., Gas thermometer determinations of the thermodynamic temperature scale in the range –183 °C to 100 °C, *Metrologia*, 1968, vol. 4, pp. 30–40.
4. Astrov D. N., Beliansky L. B., Dedikov Y. A., Polunin S. P., Zakharov A. A., *Metrologia*, 1989, vol. 26, pp. 151–166. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/26/3/001>

5. Rusby R., Head D., Meyer C., Tew W., Tamura O., Hill K. D., De Groot M., Storm A., Peruzzi A., Fellmuth B., Engert J., Astrov D., Dedikov Yu., Kytin G., *Metrologia*, 2006, vol. 43, 03002. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/43/1A/03002>
6. Benedetto G., Gavioso R. M., Spagnolo R., Marcarino P., Merlone A., *Metrologia*, 2004, vol. 41, pp. 74–98. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/41/1/011>
7. Pitre L., Moldover M. R., Tew W. L., *Metrologia*, 2006, vol. 43, pp. 142–162. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/43/1/020>
8. Moldover M. R., Gavioso R. M., Mehl J. B., Pitre L., De Podesta M., Zhang J. T., *Metrologia*, 2014, vol. 51, R1. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/51/1/R1>
9. Pitre L., *Metrologia*, 2015, vol. 52, pp. S263–S273. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/52/5/S263>
10. Gavioso R. M., *Metrologia*, 2015, vol. 52, pp. S274–S304. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/52/5/S274>
11. Podesta M., Underwood R., Sutton G., Morantz P., Harris P., Mark D. F., Stuart F. M., Vargha G., Machin G., *Metrologia*, 2013, vol. 50, pp. 354–376. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/50/4/354>
12. Gavioso R. M., Ripa D. M., Steur P. P. M., Dematteis R., Imbraguglio D., *Metrologia*, 2019, vol. 56, p. 045006. <https://doi.org/10.1088/1681-7575/ab29a2>
13. Kytin V. G., Kytin G. A., Ghavalyan M. Yu., Potapov B. G., Aslanyan E. G., Schipunov A. N., *International Journal of Thermophysics*, 2020, vol. 41 (6), p. 88. <https://doi.org/10.1007/s10765-020-02663-2>
14. Осадчий С. М., Потапов Б. Г., Пилипенко К. Д. Акустический газовый термометр для реализации нового определения кельвина на основе фундаментальной физической константы Больцмана // Альманах современной метрологии. 2017. № 12 С. 15–39.
15. Осадчий С. М., Потапов Б. Г., Пилипенко К. Д., Асланян Э. Г., Щипунов А. Н. Измерение постоянной Больцмана в квазисферическом акустическом резонаторе // Измерительная техника. 2017. № 7. С. 8–13. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2017-7-8-13>
16. Кытин В. Г., Гавалян М. Ю., Потапов Б. Г., Асланян Э. Г., Щипунов А. Н. Установка относительной акустической газовой термометрии в диапазоне низких температур от 4,2 до 80 К // Измерительная техника. 2020. № 1. С. 45–52. <https://doi.org/10.32446/0369-1025it.2020-1-45-52>
17. Осадчий С. М., Потапов Б. Г., Петухов А. А., Пилипенко К. Д., Разба Я. Е. Реализация тройной точки кислорода для капсульных термометров // Альманах современной метрологии. 2020. № 1 (21). С. 136–147.
2. Schooley J. F., NBS/NIST Gas thermometry from 0 to 660 °C, *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.*, 1990, vol. 95, pp. 255–290.
3. Preston-Thomas H., Kirby C. G. M., Gas thermometer determinations of the thermodynamic temperature scale in the range –183 °C to 100 °C, *Metrologia*, 1968, vol. 4, pp. 30–40.
4. Astrov D. N., Beliansky L. B., Dedikov Y. A., Polunin S. P., Zakharov A. A., *Metrologia*, 1989, vol. 26, pp. 151–166. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/26/3/001>
5. Rusby R., Head D., Meyer C., Tew W., Tamura O., Hill K. D., De Groot M., Storm A., Peruzzi A., Fellmuth B., Engert J., Astrov D., Dedikov Yu., Kytin G., *Metrologia*, 2006, vol. 43, 03002. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/43/1A/03002>
6. Benedetto G., Gavioso R. M., Spagnolo R., Marcarino P., Merlone A., *Metrologia*, 2004, vol. 41, pp. 74–98. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/41/1/011>
7. Pitre L., Moldover M. R., Tew W. L., *Metrologia*, 2006, vol. 43, pp. 142–162. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/43/1/020>
8. Moldover M. R., Gavioso R. M., Mehl J. B., Pitre L., De Podesta M., Zhang J. T., *Metrologia*, 2014, vol. 51, R1. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/51/1/R1>
9. Pitre L., *Metrologia*, 2015, vol. 52, pp. S263–S273. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/52/5/S263>
10. Gavioso R. M., *Metrologia*, 2015, vol. 52, pp. S274–S304. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/52/5/S274>
11. Podesta M., Underwood R., Sutton G., Morantz P., Harris P., Mark D. F., Stuart F. M., Vargha G., Machin G., *Metrologia*, 2013, vol. 50, pp. 354–376. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/50/4/354>
12. Gavioso R. M., Ripa D. M., Steur P. P. M., Dematteis R., Imbraguglio D., *Metrologia*, 2019, vol. 56, p. 045006. <https://doi.org/10.1088/1681-7575/ab29a2>
13. Kytin V. G., Kytin G. A., Ghavalyan M. Yu., Potapov B. G., Aslanyan E. G., Schipunov A. N., *International Journal of Thermophysics*, 2020, vol. 41 (6), p. 88. <https://doi.org/10.1007/s10765-020-02663-2>
14. Osadchii S. M., Potapov B. G., Pilipenko K. D., Acoustic gas thermometer for realization of new definition of kelvin on the basis of fundamental physical Boltzmann constant, *Al'manac of Modern Metrology*, 2012, vol. 12, pp. 15–39. (In Russ.)
15. Osadchii S. M., Potapov B. G., Pilipenko K. D., Aslanyan E. G., Shchipunov A. N., *Measurement Techniques*, 2017, vol. 60, no. 7, pp. 656–665. <https://doi.org/10.1007/s11018-017-1251-y>
16. Kytin V. G., Gavalyan M. Yu., Potapov B. G., Aslanyan E. G., Shchipunov A. N., *Measurement Techniques*, 2020, vol. 63, no. 1, pp. 45–52. <https://doi.org/10.1007/s11018-020-01748-6>
17. Osadchii S. M., Potapov B. G., Petukhov A. A., Pilipenko K. D., Razhba Ya. E., Realization of the triple point of oxygen for capsule type thermometers, *Al'manac of Modern Metrology*, 2020, vol. 1 (21), pp. 136–147. (In Russ.)

References

Статья поступила в редакцию 24.05.2021; принята к публикации 28.06.2021.