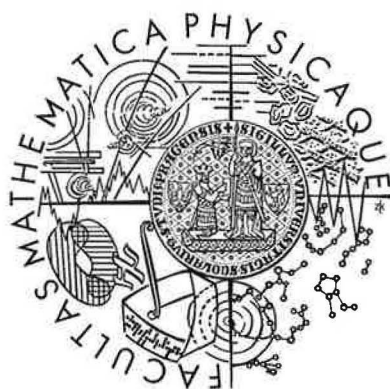


Univerzita Karlova v Praze
Matematicko-fyzikální fakulta

Diplomová práce



Ladislav Holejšovský

Kalibrace odporových termometrů nízkých teplot

Katedra didaktiky fyziky

Vedoucí diplomové práce : Doc. RNDr. M. Rotter, CSc.,
Katedra fyziky nízkých teplot

Studijní program: Fyzika, Učitelství matematiky a fyziky pro střední
školy

2006

Děkuji vedoucímu diplomové práce Doc. RNDr. M. Rotterovi, CSc. za jeho cenné rady a trpělivost při zpracovávání diplomové práce.

Prohlašuji, že jsem svou diplomovou práci napsal samostatně a výhradně s použitím citovaných pramenů. Souhlasím se zapůjčováním práce a jejím zveřejňováním.

V Praze dne 20.4.2006

Ladislav Holejšovský

Obsah

I	TEORIE	6
1	Teplotní stupnice	6
1.1	První teploměry a stupnice	6
1.2	První všeobecné stupnice	6
2	Mezinárodní teplotní stupnice	8
2.1	ITS-27	8
2.2	ITS-48	8
2.2.1	IPTS-48, doplněné vydání 1960	8
2.3	IPTS-68	9
2.3.1	IPTS-68, doplněné vydání 1975	9
2.4	EPT-76	9
2.5	ITS-90	10
2.5.1	0,65 K – 5,0 K	10
2.5.2	3,0 K – 24,5561 K	10
2.5.3	13,8033 K – 961,78 °C	11
2.5.4	Oblast nad 961,78°C	12
3	Teploměry	16
3.0.5	Primární teploměry	16
3.0.6	Sekundární teploměry	16
3.1	Plynový teploměr	16
3.2	Princip nalezení 0 K v Celsiově stupnici pomocí plynového teploměru	17
3.3	Odporový teploměr	18
3.3.1	Platinový odporový teploměr	19
3.3.2	Nástin vývoje interpolačních vztahů platinového odporového teploměru	20
3.4	Polovodičové odporové teploměry	22
3.4.1	Germaniový polovodičový teploměr	23
3.4.2	Diodové teploměry	23
4	Realizace pevných bodů	25
4.1	Realizace pevných bodů stupnice ITS-90	26
4.1.1	Trojný bod rtuti -38,8344°C	27
4.1.2	Bod tání galia 29,7646°C	27
4.1.3	Trojný bod vody 0,01°C	27
4.1.4	Trojný bod argonu -189,3442°C	28
II	Praktická část	32

5	Příprava pevných bodů pro měření	32
5.1	Rtuť a galium	32
5.2	Trojný bod vody	33
6	Měření pevných bodů pro účely kalibrace platinového odporového termometru Tinsley 5187L	34
6.1	Technické provedení	35
6.2	Výsledky měření	35
6.3	Trojný bod rtuti	39
6.4	Bod tání galia	42
6.5	Trojný bod vody	44
6.6	Bod varu dusíku	45
6.7	Kalibrace sekundárních odporových teploměrů	46
6.8	Technické provedení	46
6.9	Zpracování výsledků	50
6.10	Návrhy úloh do fyzikálního praktika	58
6.10.1	Kalibrace platinových teploměrů Pt100 a Pt1000	58
6.10.2	Kalibrace diodových teploměrů	58
6.10.3	Měření hodnoty odporu teploměru Tinsley 5187L v bodě tání galia	58
6.10.4	Měření hodnoty napětí teploměru Tinsley 5187L v trojném bodě rtuti, stanovení hodnoty parazitního napětí a následný výpočet skutečného odporu	59
7	Závěr	60

Název práce: Kalibrace odporových termometrů nízkých teplot
Autor: Ladislav Holejšovský
Katedra : Katedra fyziky nízkých teplot
Vedoucí diplomové práce : Doc. RNDr. M. Rotter, CSc.
e-mail vedoucího: milos.rotter@mff.cuni.cz

Abstrakt: Tato diplomová práce se zabývá kalibrací odporových teploměrů. Výsledkem je návrh sady úloh do fyzikálního praktika na MFF UK.

V současné době platná stupnice ITS-90 udává jako nástroj pro realizaci teplotní stupnice v rozsahu od 13,8 K do 1234,9 K platinový odporový teploměr. Tento široký interval je rozdělen na několik subintervalů, v každém je předepsána funkční závislost teploty na odporu snímače. K jeho kalibraci slouží předepsané sady pevných kalibračních teplotních bodů (fázové přechody, trojné body). Jejich počet závisí na šířce teplotního intervalu.

Platinový odporový snímač Tinsley 5187L, který odpovídá požadavkům stupnice ITS-90, byl okalibrován v teplotním intervalu $-38,8^{\circ}\text{C}$ - $+29,7^{\circ}\text{C}$. K tomu byly použity připravené pevné body - trojný bod rtuti, trojný bod vody a bod tání galia. Měření elektrického odporu v pevných bodech bylo několikrát opakováno, aby byly zjištěny jejich vlastnosti a prověřena jejich časová stálost. Dále byly podle snímače Tinsley 5187L získány kalibrace sekundárních platinových odporových termometrů Pt 100 a Pt 1000. Na závěr byly navrženy čtyři varianty úloh do fyzikálního praktika.
Klíčová slova: Kalibrace, termometr, teplotní stupnice, pevný bod.

Title: Calibration of Low Temperature Resistance Thermometers
Author: Ladislav Holejšovský
Department: Department of Low Temperature Physics
Supervisor: Doc. RNDr. M. Rotter, CSc.
Supervisor's e-mail address: milos.rotter@mff.cuni.cz

Abstract: This diploma thesis deals with calibration of resistance thermometers. A result is concept of a few tasks for using in basic physics laboratory training at MFF UK.

Actual valid temperature scale ITS-90 defines instruments for realisation temperature scale. For range from 13,8 K to 1234,9 K it is a platinum resistance thermometer. This wide range is divided into a few subranges. In each subrange is postulated the dependence of temperature on an electrical resistance of platinum thermometer by an appropriate mathematical function. For calibration are used a defined groups of fixed points. A number of fixed points depends on extend of range.

Platinum resistance thermometer Tinsley 5187L, which corresponds to claims of ITS-90, was calibrated in temperature range from $-38,8^{\circ}\text{C}$ to $+29,7^{\circ}\text{C}$ using prepared fixed points - triple point of mercury, triple point of water and melting point of gallium. Measurement of electrical resistance in fixed points was repeated several times so that a system properties were found. Then thermometer Tinsley 5187L was used to calibration resistance thermometers Pt100 and Pt1000. In conclusion there were designed four types of tasks for using in basic physics laboratory training.
Keywords: Calibration, Thermometer, Temperature scale, Fixed points

Část I

TEORIE

1 Teplotní stupnice

1.1 První teploměry a stupnice

Podle dochovaných spisů byl alexandrijský učenec Heron první, kdo určoval teplotu pomocí sestrojeného zařízení, vzduchového termoskopu, který využíval objemovou změnu vzduchu s teplotou. Na konci 16. století sestrojil termoskop také Galileo Galilei. Zdokonalení přinesl G. Schott (1608 - 1666), který použil dvě uzavřené baňky spojené trubicí tvaru písmene "U", v níž byla indikační kapalina. Vodu v otevřené baňce jako teploměrnou látku použil v roce 1631 francouzský lékař Jean Rey. Další vylepšení navrhl Galileův žák, toskánský vévoda Ferdinand II., který nahradil vodu lihem a nádoby už měly tvar podobný dnešním teploměrům. Později se pro meteorologické účely používaly teploměry se spirálově stočenou trubičkou rozdělenou na 300 až 400 částí. Výhodou byla vysoká citlivost, která napomohla ke zjištění, že teplota tajícího ledu je velmi stabilní. Tato teplota se začala používat jako kalibrační (např. Robert Boyle, 1627 - 1691). Roku 1665 objevil Christian Huygens, že teplota varu vody závisí na tlaku. Stupnice byly libovolné, tudíž se jejich údaje lišily.

1.2 První všeobecné stupnice

Jako první navrhl všeobecnou stupnici německý fyzik Daniel G. Fahrenheit (1686 - 1736). Jako základ své stupnice položil tři teploty: jako dolní byla vzata teplota chladicí směsi salmiaku a vody, její hodnotu položil rovnou nule. (Domníval se, že je to nejnižší možná teplota.) Další teplotou byla teplota tání ledu, které přiřadil hodnotu 4. Jako třetí teplotu zvolil teplotu zdravého lidského těla a označil ji číslem 12. Od roku 1720 začal v teploměrech používat místo lihu rtuť. Dosavadní dílky se mu zdály velké a tak každý rozdělil na 8 částí, takže teplota tání ledu má na jeho stupnici hodnotu 32, atd. Teploměry vyráběné Fahrenheitem se rychle rozšířily a s nimi i stupnice, která se v některých zemích používá dodnes.

Jinou stupnici, která se používala delší dobu navrhl v roce 1740 francouzský zoolog René de Réaumur. Hodnotu 0 přiřadil teplotě tání vody a teplotu varu lihu označil číslem 80. Na rtuťových teploměrech se později číslem 80 označovala teplota varu vody.

V roce 1742 zavedl svoji stupnici švédský astronom a geodet Anders Celsius (1707 - 1744). Teplotu tání ledu označil číslem 100 a teplotu varu vody číslem 0. Roku 1750 Celsiův žák Martin Strömer navrhl ponechat stupnici rozdělenou na sto dílků, ale prohodit číselné hodnoty do podoby, kterou známe dnes.

S rostoucím počtem teploměrných látek se zjistilo, že hodnoty, které jsou naměřené teploměry s různými náplněmi (rtuť, líh, toluen) se mimo kalibrační body rozcházejí, zatímco rozpínavost různých plynů je téměř stejná. V letech 1802 - 1808 tuto skutečnost prokázal Gay-Lussac (1778 - 1850), který měřil závislost objemu

různých plynů na teplotě. Byla navržena nová plynová teplotní stupnice a plynová teplota θ , která splňuje lineární vztah

$$V(\theta) = V_0(1 + \alpha_0\theta) \quad (1)$$

O čtyřicet let později francouzský fyzik Victor Regnault zpřesnil Guy-Lussacovy experimenty a stanovil hodnotu konstanty $\alpha_0 = 1/273^\circ\text{C}$.

Další pokrok přinesla do měření teplot teorie. Novou stupnici popsal v roce 1852 William Thomson, Lord Kelvin. Podle druhé věty termodynamické lze rozdíl teplot považovat za rozdíl přijatého a odevzdaného tepla ve vratném Carnotově cyklu, takže teplota už nezávisí na teploměrné látce, ale pouze na účinnosti Carnotova stroje. Následující vzorec je odvozen v [1].

$$T = T_Z(1 - \eta) \quad (2)$$

kde T_Z je hodnota teploty, kterou lze zvolit, η je účinnost Carnotova stroje. Podle vzorce (2) stačí stanovit jedinou teplotu a ostatní hodnoty jsou již vypočitatelné. Po malé úpravě vzorce je také vidět, že je určen pouze poměr teplot, takže lze stanovit i velikost jednotky stupnice. Termodynamickou stupnici založenou na Carnotově cyklu nelze ovšem v praxi realizovat, je možné se pouze přiblížit například použitím plynového teploměru s náplní ideálního plynu.

V druhé polovině 19. století už byla známa řada metod pro měření teplot a vznikaly teploměry odporové, termoelektrické, jasové, atd. Rozrůstal se také počet lineárních stupnic různých teploměrných látek, např.: platinová, rtuťová, lihová... , které se lišily tím více, čím byly vzdálenější od kalibračních bodů. Vznikala snaha sjednotit tyto stupnice do jediné univerzální.

Roku 1871 je poprvé publikováno použití platinového odporového teploměru (POT) německým technikem a vynálezcem Siemensem (uvedeno v [2]). Dnes se tento teploměr používá jako kalibrační instrument v rozmezí teplot 13,8 K - 961,8 K. Více se o POT zmíníme v kapitole 3.3.1 a 3.3.2. V roce 1887 vydal Mezinárodní výbor pro míry a váhy (Bureau International des Poids et Mesures - BIMP) dohodu o způsobu měření teplot. Zvolený termometr byl vodíkový teploměr, kalibrovaný v bodě tání ledu a v bodě varu vody za normálního tlaku (101325 Pa). Stupnice měla stodílkové dělení. Podle vodíkového teploměru se kalibrovaly rtuťové teploměry, které měly rozlišení $0,01^\circ\text{C}$ v rozmezí 0 - 100°C , byly zároveň dostupné a rychle se rozšířily.

V roce 1911 se národní laboratoře Německa, Velké Británie a USA dohodly na snaze vytvořit sjednocující stupnici, kterou by používaly. Práce na vývoji obsahovaly hledání nejvhodnějších pevných kalibračních bodů a instrumentů. Postupně se k úsilí připojily také další státy. Práce byly přerušeny světovou válkou, proto až roku 1927 byla přijata na 7. Generální konferenci pro míry a váhy (Conférence Générale des Poids et Mesures) dohoda o používání Mezinárodní teplotní stupnice ITS-27. Dohodu podepsalo 31 států. (Čerpáno především z [3])

2 Mezinárodní teplotní stupnice

2.1 ITS-27

Stupnice ITS-27 byla založena na třech stanovených teploměrných nástrojích a postupech, podle kterých se stupnice dělila na tři části. Teploměry byly kalibrovány v několika pevných bodech a používaly různé kalibrační vzorce. Nejnižší teplota v této stupnici byla -190°C .

V teplotním oboru od -190°C do 660°C se používal jako termometr platinový odporový teploměr, který byl kalibrován v těchto pevných bodech: bod varu kyslíku ($-182,97^{\circ}\text{C}$), bod tání ledu ($0,000^{\circ}\text{C}$), bod varu vody ($100,000^{\circ}\text{C}$), bod varu síry ($444,600^{\circ}\text{C}$). Pro teploty v rozmezí -190°C až 0°C se používala jako kalibrační vztah Callendar-van Dusenova rovnice (29) a pro teploty od 0°C do 660°C empirický vzorec (22).

V teplotním oboru od 660°C do 1063°C byl stanoven jako kalibrační termometr termočlánek Pt/RhPt, který byl kalibrován na těchto teplotách: bod tání stříbra ($960,5^{\circ}\text{C}$), bod tání zlata ($1063,0^{\circ}\text{C}$). Další kalibrační teplota byla teplota tuhnutí antimonu (kolem 630°C), která však nebyla pevná, ale určovala se pomocí platinového odporového teploměru. Interpoláčním vztahem byla kvadratická rovnice.

Aby se mohl používat platinový drátek a termočlánek jako etalon teploty, musel vyhovovat stanoveným podmínkám, které se týkaly složení materiálu a technologie výroby.

Pro oblast teplot nad 1063°C byl použit jako kalibrační termometr optický pyrometr, který se kalibroval v bodě tání zlata, teplota se pak určovala extrapolací pomocí Wienova vyzařovacího zákona.

2.2 ITS-48

Ve třicátých letech byl získán velmi čistý hliník a poté měřena i jeho teplota tání. Platinovým teploměrem bylo naměřeno $660,1^{\circ}\text{C}$, zatímco pomocí termočlánu $659,9^{\circ}\text{C}$, bylo tedy třeba opravit stupnici tak, aby odpovídala skutečnosti.

V roce 1948 proběhla devátá konference Conférence Générale des Poids et Mesures, na které byla přijata nová teplotní stupnice – ITS-48. Spodní hranice platinového odporového teploměru se posunula z -190°C na bod varu kyslíku ($-182,97^{\circ}\text{C}$), také byla posunuta hranice oblastí platinového teploměru a termočlánu z 660°C na bod tuhnutí antimonu ($630,5\text{ K}$). Bod tuhnutí stříbra se posunul z $960,5^{\circ}\text{C}$ na $960,8^{\circ}\text{C}$, bod tání zlata byl nahrazen bodem tuhnutí. Namísto Wienova vyzařovacího zákona byl doporučen Planckův vyzařovací zákon. Dále se zúžily rozsahy konstant v interpoláčních vztazích pro platinový odporový teploměr a termočlánek.

2.2.1 IPTS-48, doplněné vydání 1960

Od roku 1954 je teplota definována pomocí trojného bodu vody, který byl stanoven jako $273,16$ díl termodynamické stupnice. Tato hodnota byla zvolena proto, aby velikost jednotky termodynamické stupnice, 1 K , odpovídala dříve zavedené jednotce 1°C .

V roce 1960 na 11. konferenci Conférence Générale des Poids et Mesures byla přijata jakási opravená verze ITS-48 a dostala přívlastek praktická (IPITS-48). Číselné hodnoty teploty v této stupnici jsou stejné jako ve stupnici ITS-48. Hlavní změna se týkala formálního zavedení trojného bodu vody (0,01°C) jako definiční teploty pro kelvin. Dále byl zaveden bod tuhnutí zinku (419,505°C) jako alternativa k bodu varu síry. Znovu se změnil rozsahy konstant v interpolačních vztazích.

2.3 IPITS-68

Třináctá konference Conférence Générale des Poids et Mesures v roce 1968 přinesla rozsáhlou změnu mezinárodní teplotní stupnice. Zavádí Mezinárodní praktickou teplotní stupnici IPITS-68. Spodní hranice použití platinového odporového teploměru se snížila až na trojný bod rovnovážného vodíku (13,81 K). Stupnice pojímala dokonce nižší teploty od 0,2 K do 5,2 K, realizované pomocí závislosti tlaku nasycených par ^4He a ^3He na teplotě. Dále bylo zavedeno 6 nových pevných bodů: již zmíněný trojný bod rovnovážného vodíku, bod varu rovnovážného vodíku při tlaku 33 330,6 Pa (17,042 K), bod varu rovnovážného vodíku za normálního tlaku (20,28 K), bod varu neonu (27,102 K), trojný bod kyslíku (54,361 K) a bod tuhnutí cínu (231,9681°C), který se stal také dovolenou alternativou k bodu varu vody. Bod varu síry byl vypuštěn. Změnily se hodnoty dalších čtyř pevných bodů: bod varu kyslíku $-182,97^\circ\text{C} \rightarrow -182,962^\circ\text{C}$, bod tuhnutí zinku $419,505^\circ\text{C} \rightarrow 419,58^\circ\text{C}$, bod tuhnutí stříbra $960,8^\circ\text{C} \rightarrow 961,93^\circ\text{C}$, bod tuhnutí zlata $1063^\circ\text{C} \rightarrow 1\,064,43^\circ\text{C}$.

V interpolačních vztazích pro platinový odporový teploměr došlo ke změně - Callendarův-Van Dusenův vztah byl nahrazen referenční funkcí

$$T_{68} = A_0 + \sum_{i=1}^{20} A_i (\ln W_{68}(T_{68}))^i \quad (3)$$

která obsahuje 21 koeficientů, člen W_{68} je definován jako poměr $T_{68}/T_{273,15}$. Celý interval 13,81 K - 273,15 K byl ještě rozdělen na čtyři části. Na každé byla definována odchylková funkce, která se kalibrovala v pevných bodech. Na intervalu 273,15 K - 630,74 K byl vztah upraven na tvar (31). V dalších interpolačních vztazích se změnil hodnoty konstant.

2.3.1 IPITS-68, doplněné vydání 1975

V roce 1975 proběhla úprava IPITS-68, která zachovala číselné hodnoty teploty, pouze vyjasnila a zjednodušila použití IPITS-68. Místo bodu varu kyslíku byl zaveden bod kondenzace kyslíku a jako jeho dovolená alternativa byl doporučen trojný bod argonu (83,978 K).

2.4 EPT-76

V roce 1976 byla přijata EPT-76, aby odstranila chyby pod 27 K v IPITS-68, a aby definovala teplotu mezi 5,2 K a 13,81 K. Dále rozšířila počet pevných bodů o teploty přechodů některých materiálů do supravodivého stavu.

2.5 ITS-90

V roce 1989 přijala komise Comité International des Poids et Mesures Mezinárodní praktickou teplotní stupnici ITS-90 s platností od 1.1.1990, která nahradila dřívější stupnice IPTS-68 a EPT-76. Tato stupnice definuje teplotu v rozsahu od 0,65 K do nejvyšších teplot měřitelných pomocí Planckova vyzařovacího zákona. Tento interval teplot je rozdělen na množství oblastí a podoblastí, ve kterých je teplota definována různými standardními nástroji a postupy. Některé oblasti se překrývají a pak existují dvě různé definice teploty na identickém intervalu. Tyto definice jsou rovnocenné, i když při velmi přesném měření poskytují různé číselné hodnoty teploty.

2.5.1 0,65 K – 5,0 K

Mezi 0,65 K a 5,0 K definuje ITS-90 teplotu pomocí závislosti tlaku nasycených par ^3He a ^4He . Interval teplot je ještě rozdělen na tři části:

0,65 K → 3,2 K je použita jako měrná látka ^3He

1,25 K → 2,1768 K (λ bod) je použito $^4\text{He I}$

2,1768 K → 5,0 K je použito $^4\text{He II}$

Pro celou oblast má interpolační vztah tvar:

$$T_{90}/\text{K} = A_0 + \sum_{i=1}^9 A_i [(\ln(p/\text{Pa}) - B)/C]^i \quad (4)$$

Hodnoty konstant A_0 , A_i , B a C jsou dány v tabulce 1.

	^3He	$^4\text{He I}$	$^4\text{He II}$
A_0	1,053 447	1,392 408	3,146 631
A_1	0,980 106	0,527 153	1,357 655
A_2	0,676 380	0,166 756	0,413 923
A_3	0,372 692	0,050 988	0,091 159
A_4	0,151 656	0,026 514	0,016 349
A_5	-0,002 263	0,001 975	0,001 826
A_6	0,006 596	-0,017 976	-0,004 325
A_7	0,088 966	0,005 409	-0,004 973
A_8	-0,004 770	0,013 259	0
A_9	-0,054 943	0	0
B	7,3	5,6	10,3
C	4,3	2,9	1,9

Tabulka 1: Hodnoty konstant pro interval teplot 0,65 K – 5,0 K

2.5.2 3,0 K – 24,5561 K

Standardním nástrojem je v tomto oboru teplot plynový teploměr. Jako náplň se používá ^3He nebo ^4He . Je kalibrován ve třech pevných bodech, a to v trojném bodě neonu, trojném bodě rovnovážného vodíku. Třetí kalibrační bod leží mezi třemi až

pěti kelviny a určuje se pomocí předchozího termometru. Existují zde dva interpo-
lační vztahy popisující teplotu v závislosti na tlaku.

$$T_{90} = a + bp + cp^2 \quad (5)$$

$$T_{90} = \frac{a + bp + cp^2}{1 + B_x(T_{90})N/V} \quad (6)$$

Vztah (5) je určen pro teploty od 4,2 K, vztah (6) zohledňuje neideální chování helia pod 4,2 K použitím viriálních koeficientů. Konstanty a, b, c se získají měřením v pevných bodech, p je tlak par, B_x je tvar viriálního koeficientu pro ^3He nebo ^4He , N je látkové množství a V objem plynu.

Přesnost termometru závisí také na tvaru plynové nádoby.

2.5.3 13,8033 K – 961,78 °C

V tomto širokém intervalu teplot je určen jako standardní instrument platinový odporový termometr. Pro jeho kalibraci je stanovena sada pevných bodů (tab. 2). Popis závislosti teploty na odporu platiny zajišťují referenční a deviační-odchylkové funkce, do kterých se dosazuje výraz $W(T_{90})$. Ten je definován poměrem

$$W(T_{90}) = \frac{R(T_{90})}{R(273,16 \text{ K})} \quad (7)$$

	pevný bod		teplota T_{90} [K]
1	rovnovážný H_2	trojný bod	13,8033
2	rovnovážný H_2		≈ 17 *
3	rovnovážný H_2		$\approx 20,3$ *
4	Ne	trojný bod	24,556 1
5	O_2	trojný bod	54,358 4
6	Ar	trojný bod	83,805 8
7	Hg	trojný bod	234,315 6
8	H_2O	trojný bod	273,16
9	Ga	bod tání	302,914 6
10	In	bod tuhnutí	429,748 5
11	Sn	bod tuhnutí	505,078
12	Zn	bod tuhnutí	692,677
13	Al	bod tuhnutí	933,473
14	Ag	bod tuhnutí	1 234,93

Tabulka 2: Pevné body platinového odporového teploměru
. * přesné hodnoty teploty se určí pomocí parního teploměru.

Aby mohl být termometr použit jako kalibrační, musí splňovat alespoň jednu z podmínek:

$$W(29,7646^\circ\text{C}) \geq 1,118 07 \quad (8)$$

$$W(-38,8344^{\circ}\text{C}) \leq 0,844\,235 \quad (9)$$

$$W(961,78^{\circ}\text{C}) \geq 4,2844 \quad (10)$$

Interval je rozdělen na dva hlavní podobory, od 13,8033 K do 273,16 K a od 273,16 K do 961,78 K. V prvním se používá jako referenční funkce vztah (11). K němu je inverzní vztah (12) s přesností na 0,1 mK.

$$\ln [W_r(T_{90})] = A_0 + \sum_{i=1}^{12} A_i \left[\frac{\ln (T_{90}/273,16\text{K}) + 1,5}{1,5} \right]^i \quad (11)$$

$$T_{90}/273,16 = B_0 + \sum_{i=1}^{15} B_i \left[\frac{W_r(T_{90})^{1/6} - 0,65}{0,35} \right]^i \quad (12)$$

V druhém podoboru je k dispozici vztah (13) a k němu inverzní vztah (14) s přesností 13 mK.

$$W_r(T_{90}) = C_0 + \sum_{i=1}^9 C_i \left[\frac{T_{90}/K - 754,15}{481} \right]^i \quad (13)$$

$$T_{90} - 273,15 = D_0 + \sum_{i=1}^9 D_i \left[\frac{W_r(T_{90}) - 2,64}{1,64} \right]^i \quad (14)$$

Hodnoty konstant A_i, B_i, C_i, D_i udává tabulka 3. Závislost poměru $W_r(T_{90})$ pro obě oblasti teplot je na obr. 1, (převzato z [4]).

Pro oba podobory je dána deviační funkce, která obsahuje určitý počet konstant. Ten je závislý na počtu kalibračních bodů. Postup při výpočtu je následující: Nejdříve se vypočítá hodnota $W_r(T_{90})$ pro kalibrační body pomocí referenčního vztahu. Ta se posléze dosadí společně s naměřenou hodnotou $W(T_{90})$ v pevných bodech do deviačních rovnic, které přísluší jednotlivým teplotním oborům. Řešením vzniklé soustavy rovnic dostaneme příslušné konstanty. Pak jsme schopni pomocí deviační funkce pro každou hodnotu $W(T_{90})$ vypočítat $W_r(T_{90})$. Nakonec použitím inverzního referenčního vztahu spočítáme skutečnou velikost teploty pro naměřenou hodnotu odporu.

Deviační funkce mají různý tvar v závislosti na rozsahu teplotního intervalu. Tabulka 4 udává jejich tvar a pevné body, ve kterých se teploměr kalibruje. Číslování pevných bodů jako v tabulce 2.

2.5.4 Oblast nad 961,78°C

Nad bodem tuhnutí stříbra definuje stupnice ITS-90 teplotu pomocí Planckova vyzařovacího zákona. Jako termometr se používá optický pyrometr. Rovnice, popisující závislost vlnové délky záření černého tělesa na teplotě, má tvar:

$$\frac{L_{\lambda}(T_{90})}{L_{\lambda}(T_{90}(X))} = \frac{\exp [c_2(\lambda T_{90}(X))^{-1}] - 1}{\exp [c_2(\lambda T_{90})^{-1}] - 1} \quad (15)$$

kde L_{λ} je spektrální složení záření černého tělesa ve vakuu, $T_{90}(X)$ je teplota jednoho z kalibračních pevných bodů, a to buď bodu tuhnutí stříbra (1234,93 K),

zlata (1337,33 K) nebo mědi (1357,77 K). Konstanta c_2 má hodnotu 0,014388 m·K. Čerpáno z [5], [6].

A ₀	-2,135 347 29	B ₀	0,183 324 722
A ₁	3,183 247 20	B ₁	0,240 975 303
A ₂	-1.801 435 97	B ₂	0,209 108 771
A ₃	0,717 272 04	B ₃	0,190 439 972
A ₄	0,503 440 27	B ₄	0,142 648 498
A ₅	-0,618 993 95	B ₅	0,077 993 465
A ₆	-0,553 323 22	B ₆	0,012 475 611
A ₇	0,280 213 62	B ₇	-0,032 267 127
A ₈	0,107 152 24	B ₈	-0,075 291 522
A ₉	-0,293 028 65	B ₉	-0,056 470 670
A ₁₀	0,044 598 72	B ₁₀	0,076 201 285
A ₁₁	0,118 686 32	B ₁₁	0,123 893 204
A ₁₂	-0,052 481 34	B ₁₂	-0,029 201 193
		B ₁₃	-0,091 173 542
		B ₁₄	0,001 317 696
		B ₁₅	0,026 025 526
C ₀	2,781 572 54	D ₀	439,932 854
C ₁	1,646 509 16	D ₁	472,418 020
C ₂	-0,137 143 90	D ₂	37,684 494
C ₃	-0,006 497 67	D ₃	7,472 018
C ₄	-0,002 344 44	D ₄	2,920 828
C ₅	0,005 118 68	D ₅	0,005 184
C ₆	0,001 879 82	D ₆	-0,963 864
C ₇	-0,002 044 72	D ₇	-0,188 732
C ₈	-0,000 461 22	D ₈	0,191 203
C ₉	0,000 457 24	D ₉	0,049 025

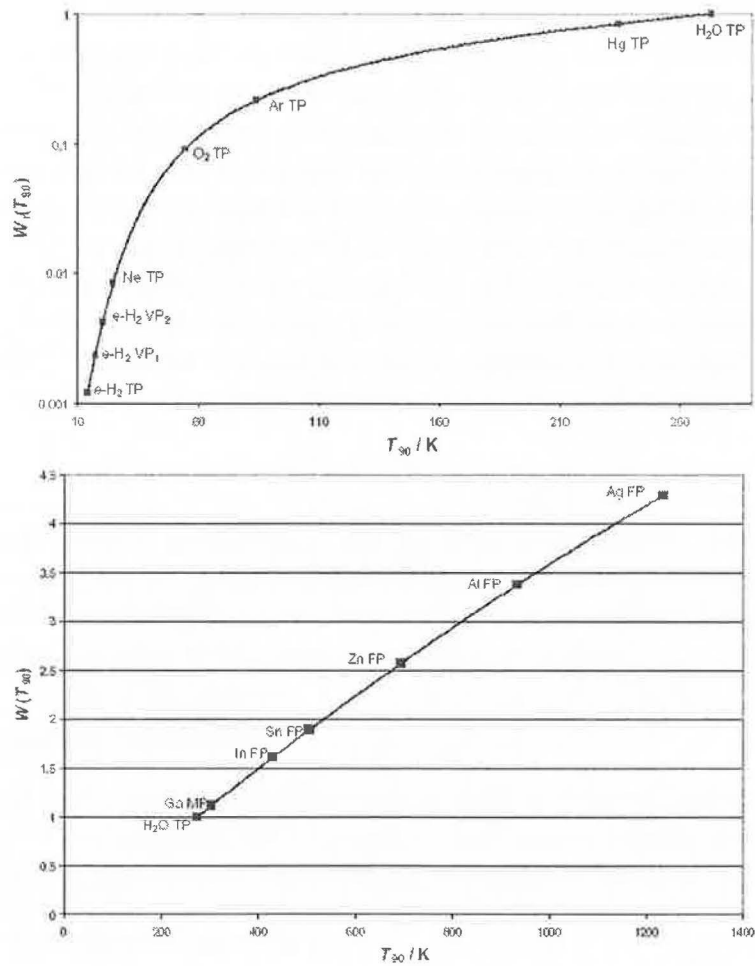
Tabulka 3: Hodnoty konstant referenčních vztahů platinového odporového teploměru

teplotní rozsah [K]	deviační funkce; $W(T_{90}) - W_r(T_{90}) =$	kalibrační pevné body ★
13,8033 – 273,16	$a(W(T_{90}) - 1) + b(W(T_{90}) - 1)^2 + \sum_{i=2}^5 c_i (\ln W(T_{90}))^{i+n};$	1 - 8
24,5561 – 273,16	$c_4 = c_5 = 0, n = 0$	1, 4 - 8
54,3584 – 273,16	$c_2 = c_3 = c_4 = c_5 = 0, n = 1$	5 - 8
83,8058 – 273,16	$a(W(T_{90}) - 1) + b(W(T_{90}) - 1) \ln W(T_{90})$	6 - 8
teplotní rozsah [°C]		
0 – 961,78	$a(W(T_{90}) - 1) + b(W(T_{90}) - 1)^2 + c(W(T_{90}) - 1)^3 +$ $+d(W(T_{90}) - W(660,323^\circ\text{C}))^2 \star \star$	8, 11 - 14
0 – 660,323	$d = 0$	8, 11 - 13
0 – 419,527	$c = d = 0$	8, 11, 12
0 – 231,928	$c = d = 0$	8, 10, 11
0 – 156,5985	$b = c = d = 0$	8, 10
0 – 29,7646	$b = c = d = 0$	8, 9
-38,8344 – 29,7646	$c = d = 0$	7 - 9

Tabulka 4: Deviační funkce pro různé rozsahy

★ čísla odpovídají pořadí v tabulce 2

★★ konstanty a, b, c se získají kalibrací v pevných bodech 8,11,12,13 a používají se i pro vyšší teploty. Konstanta d se vypočítá po měření v pevném bodě 15.



Obrázek 1: Závislost hodnoty $W_r(T_{90})$ na teplotě - vztah (11) a (13)

3 Teploměry

Teploměr je prostředek, který využívá fyzikální vlastnosti, která je reprodukovatelná a mění se s teplotou. Teploměry dělíme na dvě základní skupiny:

3.0.5 Primární teploměry

Primární nebo také absolutní teploměry se řídí jednoznačně příslušným fyzikálním zákonem a jejich chování není závislé na volbě pracovní látky. Proto nepotřebují kalibraci. Jako příklad uveďme plynový teploměr, který je založen na principu změny teploty s tlakem nebo objemem, dále teploměr založený na statistické interpretaci termodynamické teploty, kdy se teplota měří rezonančními metodami nebo prostřednictvím jaderné orientace radioaktivních jader. Absolutní teploměry mohou též využívat vlastností kvantových kapalin ^3He a ^4He (viskozita, Pomerančukův jev). Tyto teploměry však nejsou určeny pro vyšší teploty. Absolutní teploměr, který by mohl být používán pro širokou oblast teplot, je založen na měření kvadratické střední hodnoty napětí $\langle U^2 \rangle$ tepelného Johnsonova šumu elektronů v rezistoru s odporem R . Závislost této veličiny na termodynamické teplotě T se řídí vztahem

$$\langle U^2 \rangle = 4kTR\Delta f$$

kde k je Boltzmannova konstanta a Δf je šířka frekvenčního pásma snímaného šumu. Širšímu použití šumového teploměru brání technické obtíže, zvláště oddělení parazitního šumu zesilovače a vedení. I ostatní absolutní teploměry se používají spíše k velmi přesným měřením a jako národní standardy teploty.

3.0.6 Sekundární teploměry

Sekundární teploměry závisí na volbě pracovní látky a vyžadují kalibraci pomocí primárních teploměrů a pevných bodů stupnice. Aby mohla nějaká vlastnost v měnit se s teplotou sloužit jako základ teploměru, musí splňovat alespoň tyto předpoklady:

- dlouhodobá stálost vlastnosti v
- v musí být přesně a relativně snadno měřitelná
- vysoká citlivost tj. $\frac{\Delta v/v}{\Delta T/T}$
- malá tepelná kapacita a vysoká tepelná vodivost
- zajištění dobrého kontaktu s prostředím
- minimalizace vlivu teploměru na tepelné vlastnosti měřeného prostředí

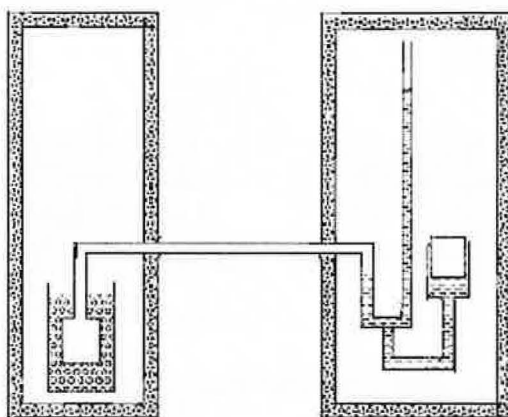
3.1 Plynový teploměr

Plynový teploměr patří mezi primární teploměry a stupnice ITS-90 jej využívá pro definici teploty v intervalu 3 K - 24 K, jako pracovní plyn je použito v tomto teploměru helium.

Popíšeme jeho konstrukci a zdůvodníme, proč 0 K odpovídá $-273,15^{\circ}\text{C}$. Plynový teploměr využívá chování ideálního plynu, tedy pracovní plyn vyhovuje rovnici

$$pV = nRT \quad (16)$$

kde p je tlak plynu, V je objem plynu, n látkové množství plynu, R univerzální plynová konstanta a T termodynamická teplota. Při konstantním tlaku se se změnou teploty mění objem a naopak při konstantním objemu se mění tlak. Pro realizaci je vhodnější změna tlaku za stálého objemu. Schéma takového teploměru je na obrázku 2 (převzato z [7], upraveno). Základ tvoří baňka s plynem, která je spojena s hydrostatickým manometrem. Kapalina v tlakoměru má svůj rezervoár, který je opatřen pohyblivým pístem. Pro měření teploty je třeba ustavit tepelnou rovnováhu mezi okolním prostředím a baňkou s plynem. Aby se toto usnadnilo, jsou baňka a manometr tepelně odděleny. Spojuje je jen trubice, kterou se přenáší tlak.



Obrázek 2: Plynový teploměr - schéma

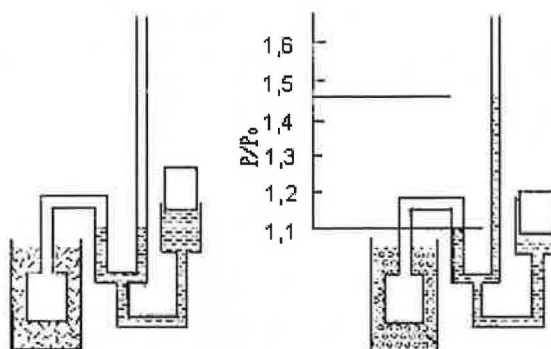
3.2 Princip nalezení 0 K v Celsiově stupnici pomocí plynového teploměru

Nejprve baňku ponoříme do vody s ledem o teplotě $t_0 = 0^{\circ}\text{C}$. Odečteme hodnotu tlaku p_0 . Pak se baňka vloží do prostředí, kde je teplota normálního bodu varu vody $t_1 = 100^{\circ}\text{C}$. Tlak plynu v baňce se zvýší a vytlačí sloupec kapaliny - (obr. 3, převzato z [7], upraveno).

Pohyblivým pístem v rezervoáru obnovíme výšku hladiny sloupce a na stupnici odečteme tlak p_1 . Rozdíl tlaků p_0 a p_1 je měřitelný, při přesném měření je podíl $p_0/p_1 = 1,366099$. Dosazením do vztahu

$$(t_1 - t_0) = \alpha \left(\frac{p_1}{p_0} - \frac{p_0}{p_0} \right) \quad (17)$$

který popisuje úměrnost mezi rozdílem teplot a rozdílem podílů tlaku. Po dosažení je $\alpha = 273,15$.



Obrázek 3: Plynový teploměr - změna výšky hladiny

Jednotka teploty v Celsiově stupnici má stejnou velikost jako v termodynamické stupnici, tedy platí

$$(t_1 - t_0) = (T_1 - T_0) \quad (18)$$

Jestliže předpokládáme ideální plyn, je při $p_1 = 0$ také $T_1 = 0$. Po dosazení do rovnice (17) získáme číselnou hodnotu teploty 0°C v jednotkách termodynamické stupnice, tedy 0°C odpovídá 373,15 K.

Při realizaci takového experimentu se ovšem musí započítávat řada korekcí:

- reálná neexistence ideálního plynu
- stabilizace tepelné rovnováhy mezi baňkou a prostředím
- nekonstantní objem baňky s plynem
- cizí prvky v pracovním plynu, nečistoty v baňce s plynem

3.3 Odporový teploměr

Jak název napovídá, "měřící vlastností" je v tomto případě elektrický odpor. Podle pásové teorie se pevné látky dělí vzhledem k elektrickému odporu na tři skupiny: kovy, polovodiče a izolanty. Rozdíl mezi těmito skupinami je pouze ve velikosti energetické mezery E_g mezi valenčním a vodivostním pásem. Pro kovy se pohybuje její hodnota v řádu meV, pro čisté polovodiče kolem 1 eV, a pro izolanty je její hodnota 5 eV a více.

Měrný odpor kovů je dán vztahem

$$\rho = \frac{m}{ne^2\tau} = \frac{1}{\sigma} \quad (19)$$

kde m je hmotnost elektronu, e jeho elektrický náboj, n počet elektronů na jednotkový objem, τ je relaxační doba, neboli čas, který elektronu trvá pohyb mezi dvěma rozptylovými centry. Těmi jsou atomy krystalové mříže, cizí příměsové atomy, vakance nebo hranice zrn. Převrácená hodnota odporu σ značí měrnou elektrickou

vodivost. Každé z center má vlastní relaxační dobu. Doby lze považovat za nezávislé, takže výsledná relaxační doba τ od všech rozptylových procesů je dána

$$\frac{1}{\tau} = \frac{1}{\tau_1} + \frac{1}{\tau_2} + \dots \quad (20)$$

τ se v kovech jako jediný parametr v rovnici 19 mění s teplotou. Z rovnic (19) a (20) plyne tzv. Mathiesenovo pravidlo:

$$\rho = \rho_i + \rho_r \quad (21)$$

ve kterém ρ_i znamená čistý (ideální) měrný odpor tj. odpor způsobený tepelnými vibracemi krystalové mříže – fonony, je tedy stejný pro různé vzorky téhož materiálu, závisí pouze na teplotě a při absolutní nule vymizí. Odpor ρ_r je zbytkový (reziduální) odpor, který závisí na poruchách krystalové mříže způsobených mechanickým namáháním nebo přítomností cizích atomů. Proto je tento odpor různý i v různých vzorcích téhož materiálu a není závislý na teplotě.

3.3.1 Platinový odporový teploměr

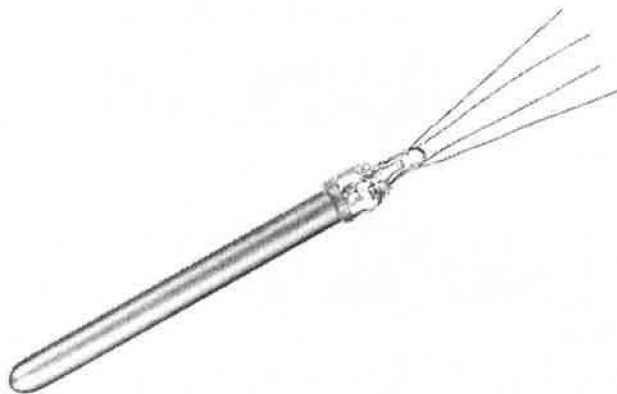
Výše uvedené podmínky splňují nejlépe jen některé čisté kovy, v největší míře platina, dále nikl a částečně také měď. Výhodou platiny je dlouhodobě stálá závislost odporu platiny na teplotě a také dobré mechanické vlastnosti, především tažnost a ohebnost, které dovolují vyrábět snímače s velmi dobrým vyloučením mechanického napětí v podobě tenkých drátků. Platina je také odolná vůči oxidaci, čímž je zajištěna stálost průřezu drátku a tím odporu.

Pro široký interval teplot (13,8 K - 962 °C) se používá zapouzdřený typ platinového odporového teploměru. Samotný snímač je tvořen drátkem obvykle o průměru 0,07 mm a délce 60 cm. Jeho odpor je při teplotě 0°C přibližně 25 Ω. Drátek je smotán do spirály, aby se předešlo mechanickému pnutí vlivem tepelné roztažnosti. Ukotven je v tubě ze skla, která je zapuštěna do válcovitého pouzdra z nerezové oceli nebo platiny. Pouzdro je naplněno výměnným plynem (He) o tlaku 30 kPa při pokojové teplotě, který zprostředkuje přenos tepla mezi prostředím a platinovým vláknem. Průměr pouzdra pro nízkoteplotní variantu platinového teploměru je přibližně 5 mm a délka 60 mm. Skleněným zátavem, který pouzdro uzavírá, procházejí čtyři platinové vodiče délky \approx 50 mm, dva napěťové a dva proudové. Je tak zabezpečeno co nejpřesnější změření odporu bez vlivu přívodů. Procházející proud může způsobovat nežádoucí ohřev termometru. Obvykle se měří při proudu 1 mA.

Na obrázku 4 je platinový odporový teploměr Tinsley, který je používán pro níže popisovaná měření.

Průmyslové platinové teploměry mají vlákno uloženo v kanálcích keramického válečku a skleněným zátavem procházejí dva přívody. Velký tepelný odpor a absence výměnného plynu způsobují, že se v nízkých teplotách obtížně nastavuje tepelná rovnováha mezi vláknem a měřeným prostředím. Problémem je odvod Jouleova tepla, které způsobuje procházející proud.

Platinu lze připravit chemicky téměř bez příměsí (čistota 99,999%). Přesto se vliv zbytkového odporu projevuje v blízkosti 10 K. Nevýhodou platinového teploměru je nestálost způsobená citlivostí na změnu magnetického pole. Magnetorezistence se



Obrázek 4: teploměr Tinsley

vyjadřuje závislostí poměru $\Delta R_B/R_0$ na indukci B magnetického pole, kde ΔR_B je změna odporu snímače způsobená magnetickým polem o indukci B a R_0 odpor snímače při nulové indukci.

Podmínky (8, 9), které stanovuje stupnice ITS-90 na kvalitu platinového teploměru, aby mohl být použit k definici stupnice, splňují pouze nákladné teploměry vyrobené z velmi čisté platiny uzavřené v pouzdře s výměnným plynem. Pouze pro tyto teploměry se používají referenční a deviační funkce k popisu závislosti teploty na odporu. Pro ostatní teploměry se dnes používají jiné aproximace, zejména mocninným rozvojem nebo Čebyševovými polynomy.

3.3.2 Nástin vývoje interpolačních vztahů platinového odporového teploměru

Platinový odporový teploměr používaly k definici teploty všechny stupnice ITS, podívejme se tedy podrobněji na vývoj jeho interpolačních vztahů. (Zdroj: [6]).

Z experimentů bylo známo, že pro širokou oblast teplot vyhovuje vztah

$$R_t = R_0(1 + At + Bt^2) \quad (22)$$

kde R_0 je odpor při teplotě 0°C . Byl také zaveden výraz $W(t) = R_t/R_0$, který už je nezávislý na malých změnách odporu způsobených mechanickým napětím nebo složením různých vzorků platiny. Vedle toho se užíval pojem "platinová teplota" t' , mezi 0°C a 100°C byl odpor lineární funkcí této teploty.

$$R'_t = R_0(1 + \alpha t') \quad (23)$$

kde

$$\alpha = \frac{R_{100} - R_0}{100^\circ\text{C}R_0} \quad (24)$$

odtud

$$t' = 100^\circ\text{C} \left(\frac{R'_t - R_0}{R_{100} - R_0} \right). \quad (25)$$

Protože $t \simeq t'$ můžeme nahradit R'_t rovnicí (1), takže:

$$t' = \left(\frac{At + Bt^2}{A + 100^\circ\text{C}B} \right) ^\circ\text{C} \quad (26)$$

Z toho lze odvodit

$$t - t' = \frac{10^4 \text{C}^2 B}{A + 100^\circ\text{C}B} \left[\frac{t}{100^\circ\text{C}} - \left(\frac{t}{100^\circ\text{C}} \right)^2 \right] \quad (27)$$

nebo

$$t - t' = \delta \left(\frac{t}{100^\circ\text{C}} \right) \left(\frac{t}{100^\circ\text{C}} - 1 \right) \quad (28)$$

Vztahy mezi konstantami A, B, δ, α :

$$A = \alpha \left(1 + \frac{\delta}{100^\circ\text{C}} \right) \quad \alpha = A + 100^\circ\text{C}B$$

$$B = -10^{-4} \alpha \delta \text{C}^{-2} \quad \delta = \frac{-10^4 \text{C}^2 B}{A + 100^\circ\text{C}B}$$

kde α je sklon závislosti teploty na odporu a δ představuje odklon od linearity křivky závislosti. Tyto vztahy odvodil na začátku 20. století Hugh Longbourne Callendar, po němž je vzorec (28) pojmenován a znamenaly mnohonásobné zpřesnění měření teploty mezi 0°C a 100°C . Při měření teploty pod 0°C se začalo ukazovat, že hodnota konstanty δ je pro korekci odklonu od linearity nedostatečná, proto Van Dusen upravil v roce 1925 vztah (28) na tvar

$$t - t' = \delta \left(\frac{t}{100^\circ\text{C}} - 1 \right) \frac{1}{100^\circ\text{C}} + \beta \left(\frac{t}{100^\circ\text{C}} - 1 \right) \left(\frac{t}{100^\circ\text{C}} \right)^3 \quad (29)$$

odpor při teplotě t je pak vyjádřen vztahem

$$R_t = R_0 \left(1 + At + Bt^2 + C(t - 100^\circ\text{C})t^3 \right) \quad (30)$$

kde

$$C = \frac{-\alpha\beta}{10^8 \text{C}} \quad \text{a} \quad \beta = -\frac{10^8 \text{C}^4}{A + 100^\circ\text{C}B}$$

Koeficient β se určoval kalibrací v bodě varu kyslíku.

Zavedení stupnice IPTS-68 způsobilo převážně v oblasti nízkých teplot změnu ve způsobu popisu závislosti odporu na teplotě. Van Dusenova rovnice už nebyla dostačující pro teploty blížíící se trojnému bodu vodíku a byla v rozsahu teplot od 13,81 K do 273,15 K nahrazena referenční funkcí a několika deviačními funkcemi, pokrývající jednotlivé úseky tohoto rozsahu (viz [8]). Pro oblast teplot nad 273,15 K byla rovnice (28) upravena korekčními členy na tvar

$$t_{68} = t'' + 0,045^\circ\text{C} \left(\frac{t''}{100^\circ\text{C}} \right) \left(\frac{t''}{100^\circ\text{C}} - 1 \right) \left(\frac{t''}{419,58^\circ\text{C}} - 1 \right) \left(\frac{t''}{630,74^\circ\text{C}} - 1 \right) \quad (31)$$

kde t'' odpovídá teplotě ve vztahu (22). Následující stupnice ITS-90 pak pokryla dvěma referenčními funkcemi celý rozsah platinového odporového teploměru, tedy

od 13,81 K do 962°C. Složitost referenčních funkcí ovšem nemůže zastřít fyzikální fakt, že v určité oblasti teplot blízkých 0°C je teplotní závislost blízká kvadratické funkci. Hodnoty teploty, které dává rovnice (uvedeno v [6])

$$W(t_{90}) = A + Bt_{90} + Ct_{90}^2 \quad (32)$$

kde $A = 9,9996 \times 10^{-1}$, $B = 3,9885154 \times 10^{-3} \text{K}^{-1}$ a $C = 6,0707 \times 10^{-7} \text{K}^{-2}$ se na intervalu teplot 0,01°C – 29,7646°C neliší více než 0,02 mK od hodnot získaných pomocí definičních vztahů ITS-90. Jiná náhrada referenční funkce může být kubická rovnice

$$W(t_{90}) = A + Bt + Ct^2 + Dt^3 \quad (33)$$

kde $A = 9,9996 \times 10^{-1}$, $B = 3,9884811 \times 10^{-3} \text{K}^{-1}$, $C = -6,0934 \times 10^{-7} \text{K}^{-2}$ a $D = 1,359 \times 10^{-10} \text{K}^{-3}$. Hodnoty teploty se liší na intervalu -18°C – +30°C nejvíce o 0,14 mK.

3.4 Polovodičové odporové teploměry

Narozdíl od kovů, elektrický odpor polovodičů klesá s rostoucí teplotou. Nositeli náboje jsou v tomto případě volné elektrony, tedy ty, jejichž energie leží ve vodivostním pásu a díry ve valenčním pásu. S rostoucí teplotou se vlivem tepelného pohybu dostává do oblasti energií vodivostního pásu více elektronů a tím se zvyšuje vodivost. Počet vodivostních elektronů v polovodiči je dán vztahem

$$n = 2 \left(\frac{m_e kT}{2\pi\hbar^2} \right)^{3/2} e^{(\mu - E_g)/kT} \quad (34)$$

podobně počet děr

$$p = 2 \left(\frac{m_d kT}{2\pi\hbar^2} \right)^{3/2} e^{-\mu/kT} \quad (35)$$

m_e, m_d , jsou efektivní hmotnosti elektronu a díry, μ je chemický potenciál, E_g šířka zakázaného pásu, k Boltzmanova konstanta, T termodynamická teplota. Pro čistý polovodič, kde $n = p$ můžeme psát:

$$n = p = (np)^{1/2} = p = 2 \left(\frac{kT}{2\pi\hbar^2} \right)^{3/2} (m_e m_d)^{3/4} e^{-E_g/2kT} \quad (36)$$

Elektrická vodivost je dána součtem příspěvků k vodivosti od elektronů a děr, tedy podle vztahu (19)

$$\sigma = \frac{ne^2\tau_e}{m_e} + \frac{pe^2\tau_d}{m_d} \quad (37)$$

Z rovnic (19) a (37) plyne pro odpor čistých polovodičů vztah

$$\rho = AT^{-3/2} e^{E_g/2kT} \quad (38)$$

V čistých polovodičích je ovšem energetická mezera E_g mezi valenčním a vodivostním pásem značná v porovnání s tepelnou energií částic $k_b T$. Vodivost lze velmi

zvýšit legováním, tj. přidáním i malého množství jiného prvku do čistého polovodiče. Legující prvky mohou být pětímocné (P, As, Sb) nebo trojmocné (B, Al, Ga, In). Atom pětímocného prvku-donor nahradí v krystalové mřížce polovodičového materiálu jeden atom, tím se naplní čtyři kovalentní vazby nejbližších sousedních atomů a pátý valenční elektron zůstává volný. Energetická hladina tohoto pátého elektronu se posune do zakázaného pásu do blízkosti dna vodivostního pásu, takže ionizační energie E_d potřebná k uvolnění elektronu do vodivostního pásu se pohybuje v řádu meV (přehled v tabulce 5). Přidáním trojmocného prvku akceptoru naopak chybí jeden elektron na zaplnění všech kovalentních vazeb sousedních atomů a vzniká tak díra. Energetické hladiny děr leží v blízkosti valenčního pásu a jejich ionizační energie je opět v řádu meV.

Tepelná energie k_bT (300 K)	25,8 meV
E_g (čisté Ge) (nízké teploty)	1,14 eV (1,17 eV)
E_d	10 - 13 meV
E_a	10,2 - 11,2 meV

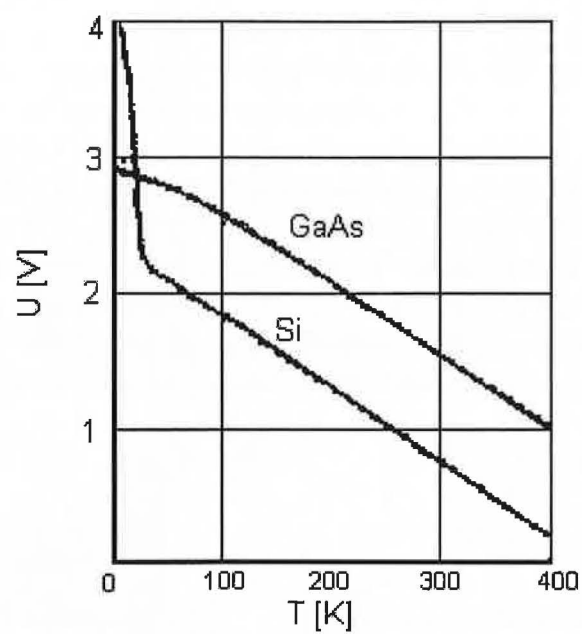
Tabulka 5: Hodnoty energie

3.4.1 Germaniový polovodičový teploměr

Germaniové snímače bývají uloženy v platinových nebo měděných pozlacených pouzdrech, která jsou naplněna výměnným plynem. Skleněnou průchodkou procházejí čtyři zlaté vodiče. Uvnitř pouzdra bývají namotány do spirály, aby tak potlačily vznik piezoelektrického odporu. Teploměry vykazují značnou závislost na magnetickém poli, proto nejsou vhodné pro měření za přítomnosti silného pole. Výhodou je dlouhodobá stálost odporu. Germaniové teploměry se používají převážně pro oblast 1 K - 100 K. Protože se závislost odporu ideálního polovodiče značně liší od vzorce (38), používají se pro její popis mocninné rozvoje nebo Čebyšovovy polynomy.

3.4.2 Diodové teploměry

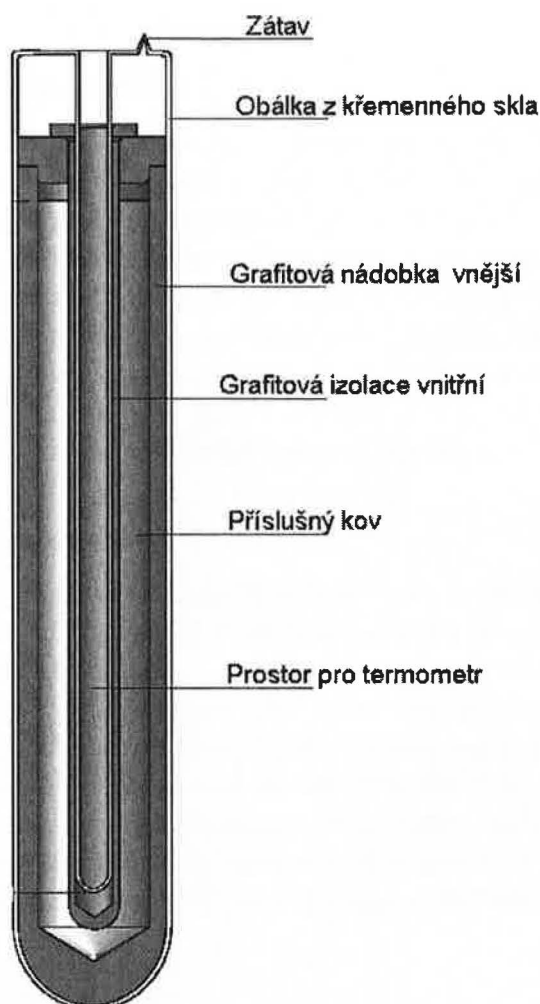
Diodové teploměry využívají změnu napětí na p-n přechodu jako funkci teploty při konstantním proudu v propustném směru v rozmezí 10-100 μA . Teplotní změna úbytku napětí na p-n přechodu je způsobena změnou pohyblivosti nositelů náboje v obou typech polovodiče a s tím související změnou napětí přechodu. Teploměry lze používat v rozsahu od 1,5 K do 400 K, podle druhu použitého polovodiče a výrobní technologie. Stejně tak se liší průběh závislosti přechodového napětí na teplotě. Na obr. 5 (převzato z [9]) jsou znázorněny grafy pro křemíkovou a galium-arsenidovou diodu. Diodové teploměry vykazují obecně menší magnetorezistenci než odporové snímače. Ta se opět liší podle materiálu. Například křemíková dioda má ve srovnání s galium-arsenidovou větší citlivost na magnetické pole.



Obrázek 5: Závislost úbytku přechodového napětí na teplotě pro křemíkovou a galium-arsenidovou diodu

4.1 Realizace pevných bodů stupnice ITS-90

Tvar nádoby na realizaci bodu je na obrázku 7 (převzato z [11], upraveno).



Obrázek 7: Obecný tvar nádoby pro realizaci pevných bodů kovů

Podobný tvar mají všechny realizace pevných bodů kovů, liší se pouze v podrobnostech. Hlavním rysem je válcový tvar nádoby, která má v hlavní ose vytvořený prostor pro zasunutí termometru. Vnitřní nádobka, ve které je pracovní látka umístěna je vyrobena z grafitu. Celou tuto nádobku obklopuje ještě obálka z křemenného skla nebo nerezové oceli. Vyrábí se buď nádoby uzavřené se zatavenou obálkou z křemenného skla nebo otevřené, které zataveny nejsou. Uzavřené nádoby mají uvnitř atmosféru inertního plynu, většinou argonu, který má při teplotě fázového přechodu prvku normální tlak (101325 Pa). Jiné modifikace nádoby mohou mít místo skleněné obálky kovový plášť (obr. 8 – převzato z [12]) nebo je prostor pro zavedení teploměru

opatřen protaženým "hrdlem", které bývá chráněno tepelnou izolací od vnějšího prostředí. Takové nádoby se používají převážně pro realizaci bodů ve vyšších teplotách (obr. 9 – převzato z [13]).

Otevřené pevné body jsou vystaveny atmosférickému tlaku, což vyžaduje korekce měřené teploty.

4.1.1 Trojný bod rtuti -38,8344°C

Nádoba pro realizaci trojného bodu rtuti neobsahuje grafit. Vnitřní stěna je vyrobena buď ze skla nebo z nerezové oceli. Vzorek rtuti je v ní uzavřen v atmosféře vlastních par. Vnější stěna bývá vyrobena z nerezové oceli.

Pro potřeby kalibrace platinového odporového teploměru použitého při měření byla vyrobena nádoba (obr.10), průměr širší části je 3 cm. Vnější i vnitřní stěna jsou z nerezové oceli. Aby se předešlo znečištění rtuti od stěn, byla nejprve do nádoby nalita rtuť, která vytvořila na stěnách nádoby amalgám. Poté byla vyměněna čistou rtuť (garantovaná čistota od výrobce 99,999%). Vnitřní prostor byl odčerpán, měděná spojovací trubička vakuově odstřižena a zapájena.

4.1.2 Bod tání galia 29,7646°C

Galium vykazuje při tuhnutí velké objemové změny, které mají vliv na teplotu, proto se volí pro měření bod tání. Vysoce čisté vzorky galia jsou dostupné, takže tento požadavek nevedí přesnosti měření.

Vnitřní prostor nádoby pro galium není vyložen grafitem, ale měkkým elastickým plastem, nejčastěji teflonem. Prostor nad vzorkem vyplňuje atmosféra inertního plynu, který má při teplotě tání normální tlak (101325 Pa). Na obr. 11 je nádoba použitá pro kalibraci platinového odporového teploměru, průměr širší části nádoby je 3 cm. Tato nádoba se liší způsobem zasunutí platinového teploměru. Teploměr se zasouvá ze spodní strany nádoby. Galium má čistotu 99,9999% a plyn nad vzorkem je helium.

4.1.3 Trojný bod vody 0,01°C

Trojný bod vody je nejčastěji měřený pevný bod a také nejpřesněji opakovatelný. Nádoba pro jeho realizaci má podobný tvar jako předešlé a je vyrobena ze skla. Voda uvnitř by měla být bez chemických příměsí a daného izotopického složení. V literatuře se doporučuje jezerní voda nebo oceánská voda. (Jezerní voda podle [8]: 0,15 mmol H² na 1 mol H¹; 0,4 mmol O¹⁷ a 2 mmol O¹⁸ na 1 mol O¹⁶). V našem případě je použita destilovaná a deionizovaná voda s vysokým měrným odporem, která se používá při výrobě čistých polovodičů.

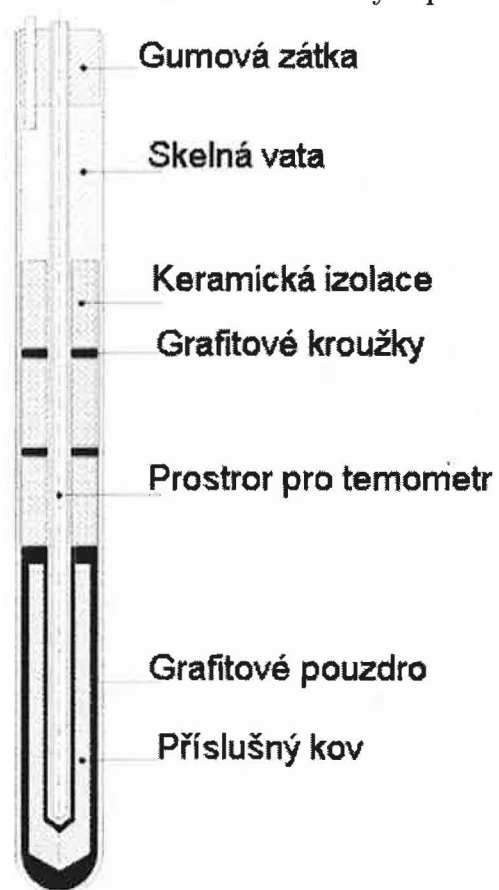
Nádoba je vyčerpána a atmosféru tvoří pouze vodní pára. Nádoby se liší velikostí. Největší jsou přes 40 cm dlouhé, nejmenší o málo přesahují délku 10 cm. Mohou být opatřeny také jakýmsi držadlem. Na obr. 12 (převzato z [12], upraveno) jsou různé podoby nádob, na obr. 13 je nádoba námi použitá pro kalibraci platinového odporového teploměru. Průměr nádoby v širší části je přibližně 3 cm.

4.1.4 Trojný bod argonu -189,3442°C

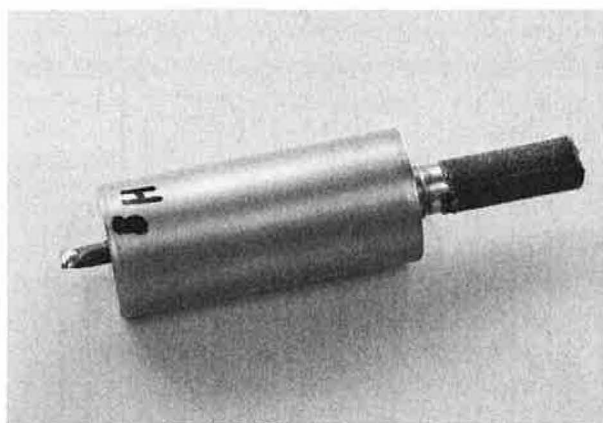
Definice teplotní stupnice ITS-90 určuje jako jeden z pevných definičních teplotních bodů trojný bod argonu. Pro uzavřený bod argonu se musí použít nádoba, která odolá tlaku většímu než 10 MPa za pokojové teploty. S jejím užitím jsou tedy spojena bezpečnostní rizika. Proto se používá pro účely kalibrace teploměrů, které nejsou přímo použity jako standardy teploty, náhradního kalibračního bodu. Tím je bod varu dusíku, který je vzdálen od trojného bodu argonu pouze několik kelvinů. Platinový termometr je kalibrován proti jinému už zkalibrovanému teploměru ve speciální nádobě k tomu určené.



Obrázek 8: Nádoba s kovovým pláštěm



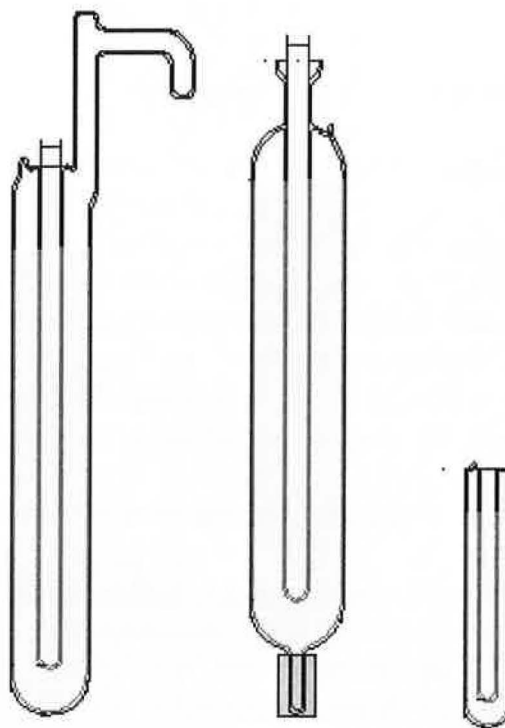
Obrázek 9: Nádoba na realizaci pevných bodů vyšších teplot



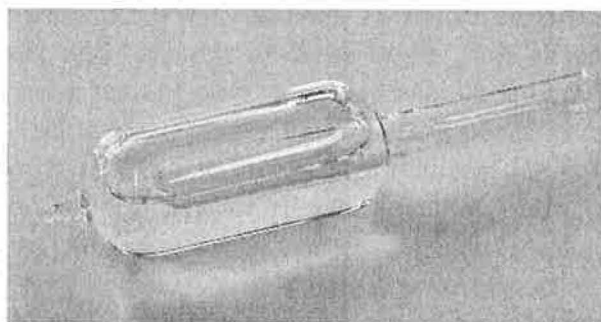
Obrázek 10: Nádoba pro realizaci trojného bodu rtuti



Obrázek 11: Nádoba pro realizaci bodu tání galia



Obrázek 12: Tvary nádob pro realizaci trojného bodu vody



Obrázek 13: Nádoba pro realizaci trojného bodu vody

Část II

Praktická část

5 Příprava pevných bodů pro měření

Níže je uveden postup přípravy pevných bodů v laboratořích, kde je dostupné potřebné zařízení na přesnou realizaci teploty.

K měření se využívá tzv. čtyřbodové zapojení. K odporovému termometru jsou přivedeny čtyři vodiče. Dva slouží k přívodu proudu, další jsou připojeny na voltmetr. Je tak vyloučen vliv spádu napětí na přívodních proudových vodičích a měří se skutečná hodnota spádu napětí na odporu termometru.

Měření odporu při teplotách uvedených pevných bodů se provádí při dvou hodnotách proudu, aby se mohla interpolací získat aproximace odporu na nulovém proudu. Pro kontrolu se opakuje měření pro první hodnotu proudu. Pokud se naměřené hodnoty liší o 0,02 mK, teploměr nebyl z nějakého důvodu v tepelné rovnováze s pevným bodem.

Aby se zajistila co nejlepší a dlouhotrvající tepelná rovnováha mezi termometrem a rozhraním fází, vytváří se vnitřní rozhraní kapalné a pevné fáze, které je v blízkosti stěny prostoru pro termometr a jehož teplota je měřená a vnější rozhraní kapalné a pevné fáze, které je vytvořeno u vnější stěny nádoby a teplotně chrání a stabilizuje vnitřní rozhraní (obr. 14 převzato z [12], upraveno)

5.1 Rtuť a galium

Trojný bod rtuti lze realizovat pomocí tání nebo pomocí tuhnutí vzorku, bod galia pomocí tání. Popišme způsob pro oba prvky společný, tedy tání. (Zdroj: [14]).

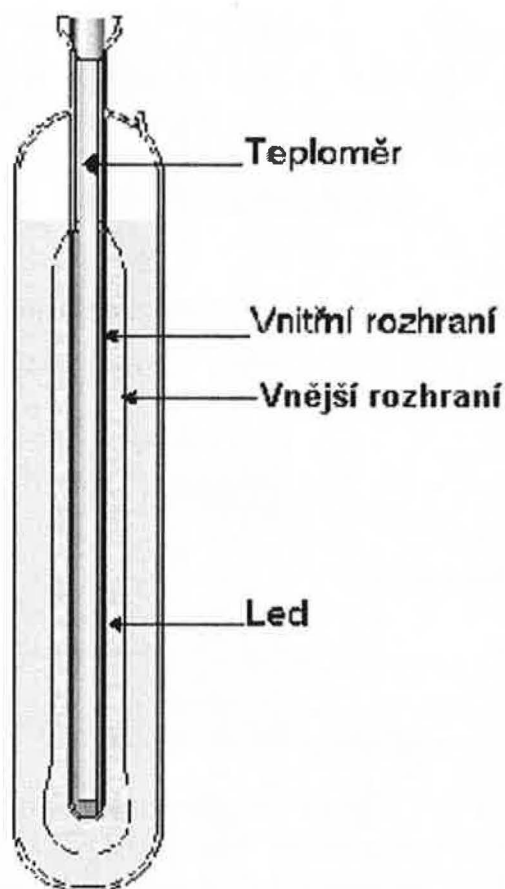
Nejprve je třeba vytvořit pevnou fázi, galium toto za pokojové teploty splňuje, rtuť je třeba zchladit na nejméně -42°C . Pak se nádoby s pevnou fází vzorku umístí na krátkou dobu do prostředí, které má o několik kelvinů vyšší teplotu, než je teplota tání vzorku. Je třeba, aby se vytvořila vrstva kapalné fáze podél stěny nádoby. Vznikne tak vnější rozhraní. Po jeho ustálení se teplota sníží tak, aby se pohybovala od 10 mK do 500 mK nad teplotou pevného bodu. Poté se do prostoru pro teploměr zavede ohřívák nebo jen tyč opět o teplotě několik kelvinů vyšší, než je teplota pevného bodu. Po vzniku tenké vrstvy kapalné fáze podél celého prostoru pro teploměr se ohřívák vyjme. Takto se utvoří vnitřní rozhraní. Je vhodné, aby termometr měl před vsunutím do nádoby teplotu blízkou pevnému bodu, pro zajištění dobrého tepelného kontaktu se přidává do prostoru pro termometr líh.

Je také vhodné před touto okamžitou přípravou ponechat galium v kapalném stavu (například 5 K nad teplotou tání), aby se rovnoměrně rozptýlily cizí prvky. Zajistí se tím větší stabilita teploty fázového přechodu. Poté se galium rychle zchladí a pokračuje se, jak je uvedeno výše.

5.2 Trojný bod vody

Vnější a vnitřní rozhraní mezi pevnou a kapalnou fází se vytváří postupně. Nejprve je třeba na stěně prostoru pro termometr vytvořit vrstvu ledu. To lze provést několika způsoby, například vložením pevného CO_2 , vložením tyče ochlazené kapalným dusíkem nebo přímo nalitím dusíku dovnitř. Asi 30 minut po vytvoření vrstvy ledu po celém povrchu vnitřního skla se do prostoru pro termometr nalije voda přibližně o teplotě 0°C . Nádoba se pak uloží do prostředí o teplotě v rozmezí $0,000^\circ\text{C} - 0,007^\circ\text{C}$ na dobu 7 dnů, aby se teplotně stabilizovala. Vnitřní rozhraní se pak vytvoří vložením skleněné tyče o pokojové teplotě. Je třeba dosáhnout toho, aby se led mohl ve vodě volně pohybovat.

Samotný termometr se před vložením do měřícího prostoru ochladí na přibližně 0°C . Termometr se dostane do tepelné rovnováhy s prostředím obvykle do 30 minut. Podle zkušenosti metrologů lze po dlouhodobé stabilizaci dosáhnout reprodukovatelnosti trojného bodu vody ± 5 mK.



Obrázek 14: Trojný bod vody

6 Měření pevných bodů pro účely kalibrace platinového odporového termometru Tinsley 5187L

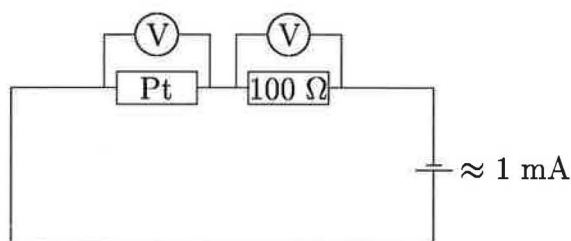
Laboratorní vybavení nedovolilo u pevných bodů rtuti a galia vytvořit vnější a vnitřní rozhraní pevné a kapalné fáze. Byla měřena teplota fázového přechodu mezi pevnou a kapalnou fází v celém objemu vzorku pro oba pevné body.

Všechna měření byla prováděna multimetrem KEITHLEY model 2000. Využívány byly rozsahy 0,1 V a 1 V. Výrobce udává přesnost $\pm(30 \text{ ppm měřené hodnoty} + 30 \text{ ppm z rozsahu})$ pro rozsah do 0,1 V a $\pm(15 \text{ ppm měřené hodnoty} + 6 \text{ ppm z rozsahu})$ pro rozsah do 1 V. V tabulce 6 jsou uvedeny chyby měření způsobené voltmetrem pro jednotlivé pevné body.

Kalibrační bod	rozsah [V]	chyba měření [$\cdot 10^{-6}$ V]
trojný bod rtuti	0,1	3,6
	1	7,5
trojný bod vody	0,1	3,7
	1	7,5
bod tání galia	0,1	3,8
	1	7,5

Tabulka 6: Chyby přístroje

Pro účely měření byl sestaven následující obvod:



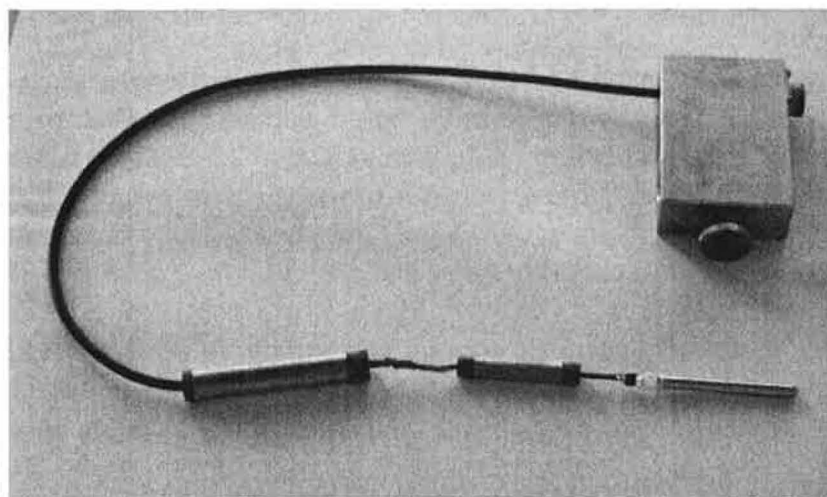
Obrázek 15: Schéma obvodu

Obvod se skládá ze zdroje stejnosměrného proudu 1 mA a platinového odporového termometru Tinsley 5187L (R_{Pt}), který má při pokojové teplotě odpor přibližně 25Ω . Dále je zapojen odporový normál (R_N) o velikosti 100Ω . Ten je udržován na pokojové teplotě a podobně jako platinový odpor má čtyřbodové zapojení. Hodnota napětí na platině byla měřena na rozsahu 0,1 V, napětí na normálu na rozsahu 1 V, protože zdroj poskytuje proud mírně větší než 1 mA. Pomocí tohoto zapojení je možno získat hodnotu napětí na platině z Ohmova zákona. Je totiž:

$$I_{Pt} = I_N \quad \rightarrow \quad \frac{U_{Pt}}{R_{Pt}} = \frac{U_N}{R_N} \quad \rightarrow \quad R_{Pt} = \frac{U_{Pt}}{U_N} \cdot 100 \quad (40)$$

6.1 Technické provedení

Napěťové a proudové vodiče teploměru Tinsley 5187L byly připájeny na malou spojovací destičku, která je zakryta menším válcovým pouzdrům. Odtud vedou další čtyři vodiče, které ústí do většího válcového pouzdra, kde je další spojovací destička. Dále vede stíněný kabel se čtyřmi vodiči, které jsou barevně rozlišeny. Vodiče končí na patici, která je zabudována do mosazného bloku (viz obr. 16).



Obrázek 16: Sestava pro měření v pevných bodech

Dvě spojovací destičky slouží pro snadnější manipulaci s teploměrem při rozebírání nebo zapojování experimentální sestavy. Na obr. 17 je schéma a očíslování vývodů patice. Teploměr Tinsley 5187L rozlišuje napěťové a proudové vodiče a označení polarity, je proto třeba dodržet následující přiřazení při zapojování:

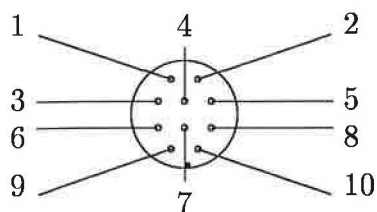
Tinsley - zelený vodič	→ vývod patice č.8	(žlutý vodič)
Tinsley - modrý vodič	→ vývod patice č.7	(hnědý vodič)
Tinsley - žlutý vodič	→ vývod patice č.6	(zelený vodič)
Tinsley - červený vodič	→ vývod patice č.5	(bílý vodič)

Zelený a modrý vodič teploměru Tinsley 5187L jsou vodiče proudové, žlutý a červený napěťové. Barvy v závorkách označují vodiče ve stíněném kabelu. Na patici se nasazuje černá kovová krabice, ze které vycházejí stíněné kabely vždy se dvěma vodiči, které pokračují k desce přepínačů SCAN 2000 voltmetru a ke zdroji stejnosměrného proudu.

6.2 Výsledky měření

Do současné doby bylo provedeno 16 měření v pevném bodě rtuti, 13 měření v bodě galia (GaI-9, GaII-4), 3 měření v pevném bodě vody a 2 měření na teplotě kapalného dusíku.

Měření napětí při opačném směru proudu byla zjištěna přítomnost parazitního napětí na platinovém odporu. Jedná se pravděpodobně o termoelektrické napětí U_t



Obrázek 17: Schéma patice

vznikající na pájených spojích vodičů, které vedou z pokojové teploty na měřenou teplotu. Lze to usuzovat i z toho, že na normálovém odporu se taková změna napětí neprojevila. Velikost U_t byla stanovena jako polovina rozdílu měřených napětí v kladném a záporném směru proudu. Hodnoty uvádí tabulka 7. Na obrázcích 18, 19 jsou zvětšené části průběhu napětí. Černé části grafu odpovídají proudu $+1$ mA, červené části odpovídají proudu -1 mA a je zde vynesena jejich absolutní hodnota, aby bylo možno lépe odečíst rozdíl. První dva grafy ukazují napětí na normálovém odporu, další dva napětí na platinovém odporu přibližně při teplotě měřeného pevného bodu. Na obr. 20 je znázorněn průběh napětí při změnách polarity proudu v pevném bodě galia.

kalibrační bod	parazitní napětí $\cdot 10^{-6}$ V
Hg trojný bod	6,5
H ₂ O trojný bod	4,5
Ga bod tání	-0,2

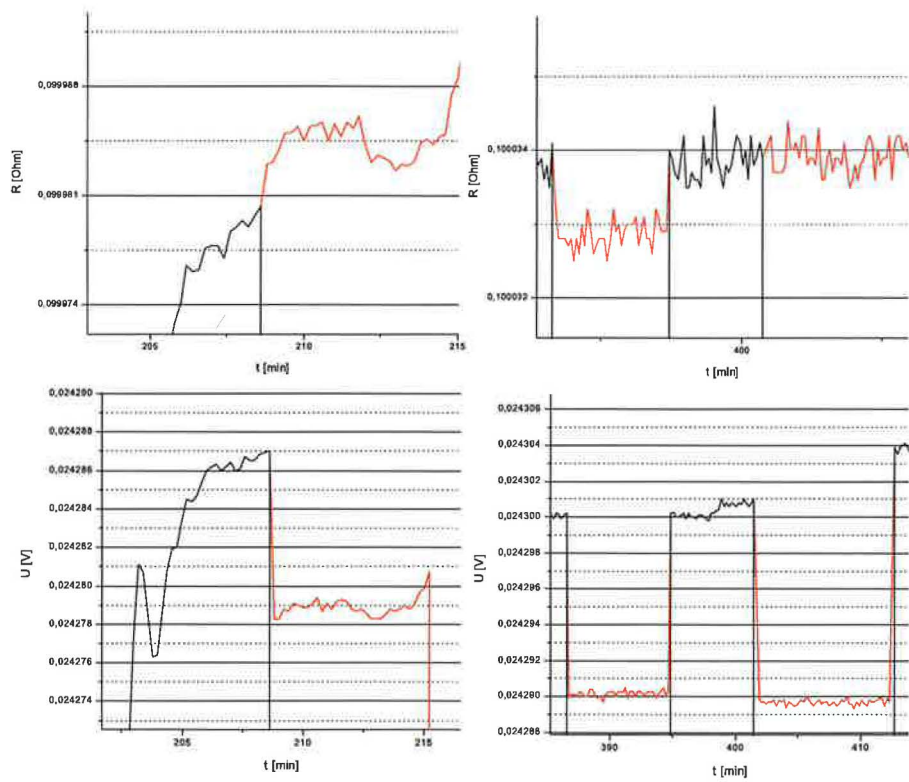
Tabulka 7: Hodnoty parazitního napětí

Obr. 21 ukazuje rozdíl mezi odporem vypočítaným pomocí korigovaných (černá) a nekorigovaných (modrá) hodnot napětí na platinovém odporu v trojném bodě vody. V tomto případě byla několikrát měněna polarita zdroje proudu a také hodnota procházejícího proudu. Velké výkyvy odporu při nekorigovaném napětí jsou způsobeny přepínáním mezi 1 mA a $0,1$ mA.

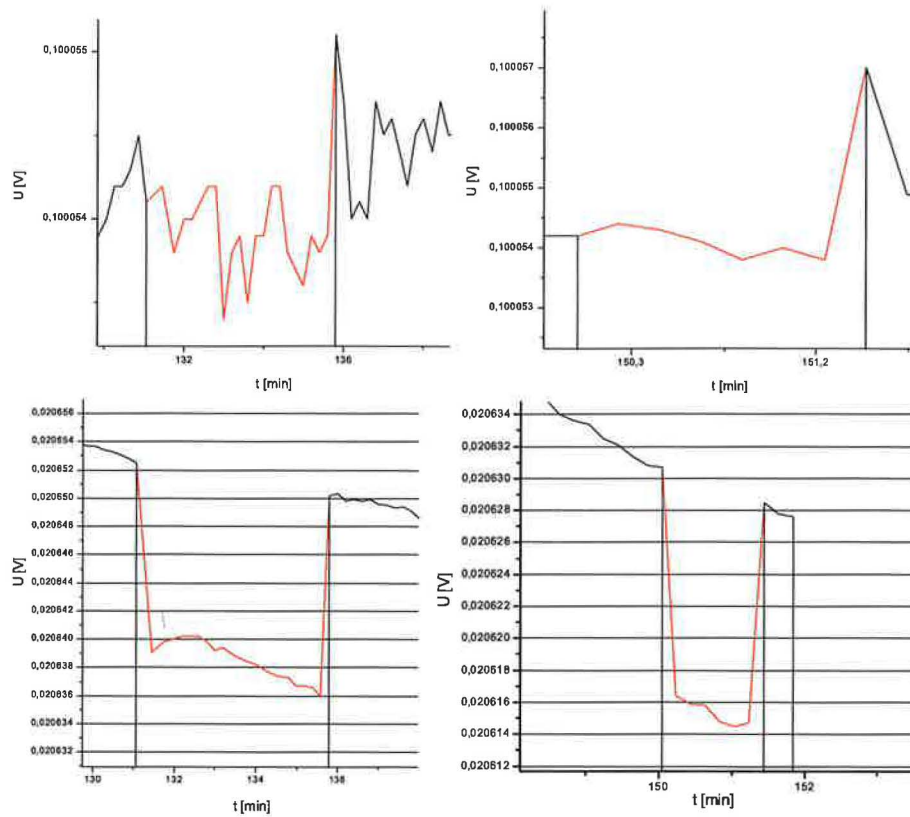
V prostřední části grafu je část, kde se zvýšila hodnota odporu také u korigovaného napětí. Zde byl zvýšen procházející proud na hodnotu 10 mA. Jedná se patrně o skutečné zvýšení odporu v důsledku ohřevu Jouleovým teplem, které při tomto proudu už ovlivňuje měřenou teplotu. Při snížení z 1 mA na $0,1$ mA není taková změna korigovaného odporu patrná. Z toho lze usuzovat, že proud 1 mA nezvyšuje teplotu snímače v trojném bodě vody.

Podobným způsobem bylo ověřeno, že v trojném bodě rtuti nedochází k ohřevu proudem 1 mA.

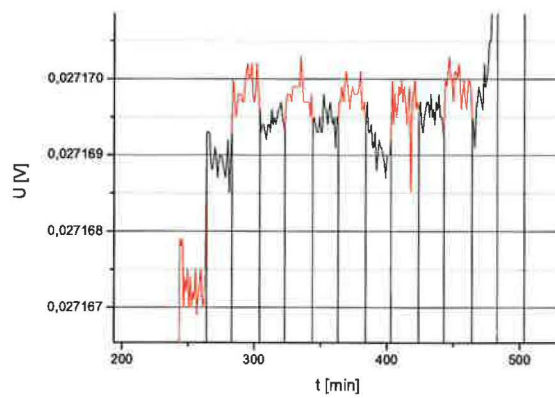
Parazitní napětí v případě galia je menší než chyba přístroje, napětí v tomto bodě nebylo korigováno. V dalších pevných bodech je tato korekce zahrnuta.



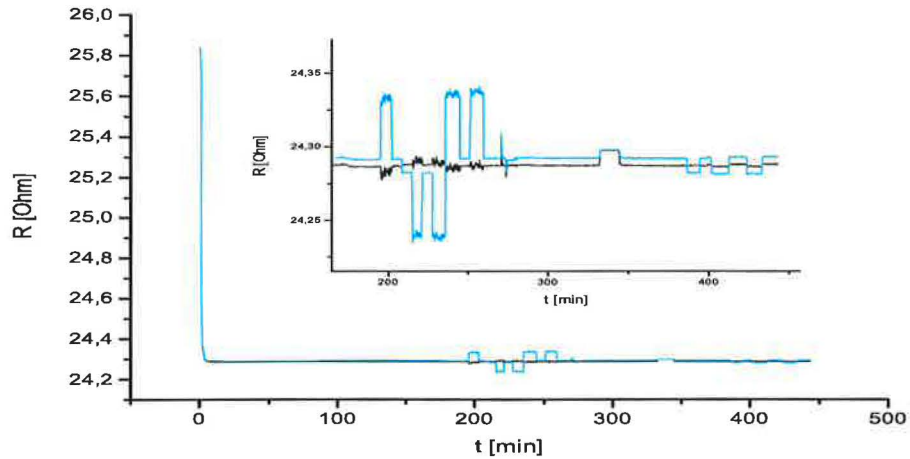
Obrázek 18: Rozdíly napětí - Trojný bod vody; nahoře odpor R_N , dole odpor R_{Pt}



Obrázek 19: Rozdíly napětí - trojný bod rtuti; nahoře odpor R_N , dole odpor R_{Pt}



Obrázek 20: Rozdíly napětí - bod tání galia; odpor R_{Pt}



Obrázek 21: Nekorigovaná (modrý graf) a opravená (černý graf) hodnota odporu

6.3 Trojný bod rtuti

Teplota trojného bodu rtuti byla měřena v obou "směrech", tedy při tání i tuhnutí. V obou případech bylo do prostoru pro termometr přidáno několik ml lihu, aby byl zajištěn dobrý tepelný kontakt teploměru s teplotou trojného bodu. Poté se zavedl do nádoby termometr.

Pro případ tání byla nádoba se rtutí ochlazena v lázni kapalného dusíku na teplotu blízkou teplotě varu dusíku ≈ 77 K. Po dostatečném ochlazení byla nádoba vyjmuta z lázně a při pokojové teplotě tepelně izolována pláštěm z polystyrénu, který zajišťoval dostatečně pomalé zahřívání rtuti. Po celou dobu zahřívání blízko k teplotě 0°C bylo měřeno napětí na odporovém termometru a normálovém odporu.

Bylo také provedeno měření, kdy se dosáhlo stavu trojného bodu pomocí tuhnutí rtuti. Aby bylo možno měřit teplotu tuhnutí vzorku, bylo třeba dosáhnout pomalého ochlazování nádoby. Jako chladič byla použita termoska s kapalným dusíkem. Na nádobu byl nasunut měděný plášť, ke kterému byl připájen svazek pěti manganinových drátků. Nádoba s pláštěm byla zasunuta do termosky tak, aby dno nádoby ještě nebylo ponořeno, ale svazek zasahoval do dusíku. Termosku uzavíral polystyrénový poklop. Měděný plášť zajišťoval homogenní odvod tepla z celé nádoby.

Jako lepší z hlediska trvání teploty trojného bodu se ukázal první postup.

Získané výsledky jsou uvedeny v tabulce 8.

Při měření číslo 9 a 13 nebylo dosaženo dostatečně nízké teploty, aby mohl začít fázový přechod. U dalších měření je patrný jistý růst odporu s číslem měření. To může znamenat, že vzorek rtuti v nádobě se časem znečišťuje tím, jak se v něm rozpouští měď z trubičky, pomocí níž se nádoba plnila rtutí a odčerpávala.

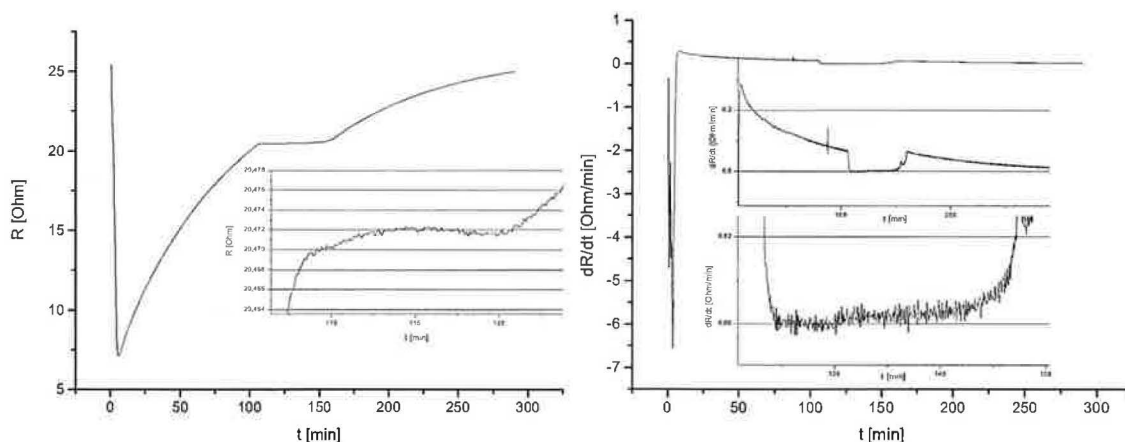
Aby hodnoty odporu vyhovovaly podmínce (9), musí být menší než hodnota $20,492 \Omega$. Tomu odpovídá pouze měření 1 a 3, ale měření 1 vykazuje stálý pomalý růst teploty. Další hodnoty už vztahu nevyhovují.

Obr. 22 ukazuje průběh odporu platiny při měření trojného bodu rtuti. V prvním grafu je průběh odporu na platinovém teploměru v případě, kdy byla nádoba se rtutí

číslo měření	způsob dosažení trojného bodu	odpor platinového termometru [Ω]
1	tání	20,483 - 20,487
2	tání	20,545 - 20,547
3	tání	20,4645 - 20,4655
4	tání	20,588 - 20,589
5	tání	20,591 - 20,594
6	tání	20,595 - 20,597
7	tání	20,574 - 20,576
8	tání	20,535 - 20,540
9	tuhnutí	nedosaženo
10	tání	20,603 - 20,605
11	tání	20,598 - 20,601
12	tuhnutí	20,4 - 20,8
13	tuhnutí	nedosaženo
14	tuhnutí	20,635 - 20,650
15	tuhnutí	20,636 - 20,638

Tabulka 8: Výsledky měření - trojný bod rtuti

řádně prochlazena a poté ihned tepelně izolována. V druhém grafu je typický průběh derivace průběhu závislosti odporu podle času (2x zvětšený). Z tohoto grafu lze vyčíst, kdy se odpor platiny a tedy i teplota nejméně měnily. Na dalším obr. 23 jsou

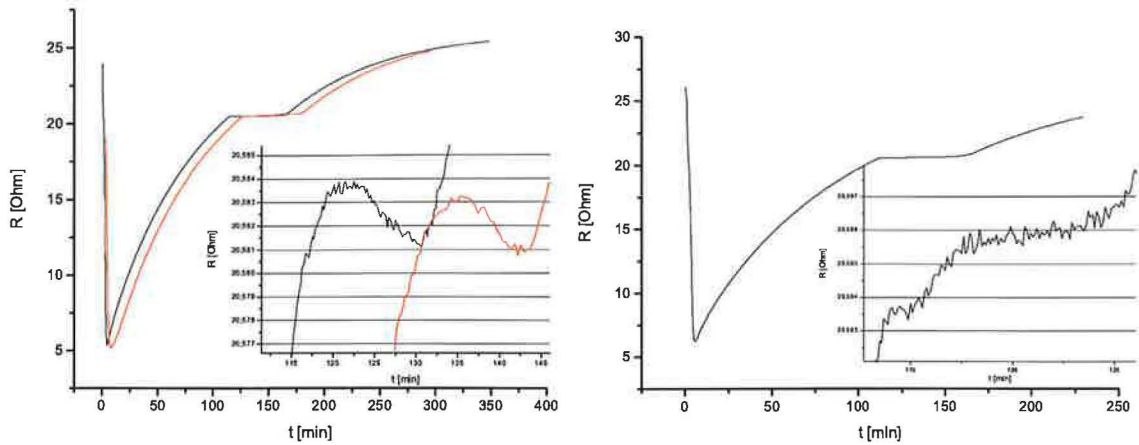


Obrázek 22: Průběh odporu teploměru Tinsley 5187L v trojném bodě rtuti

další průběhy odporu platinového odporového teploměru. První graf ukazuje dvě po sobě následující měření prováděné v jednom dni. Je vidět, že poskytují téměř stejné hodnoty. Při měřeních, která se prováděla ve větších časových odstupech, takovou shodu nenajdeme. Je možné, že měřenou teplotu nějak ovlivňuje například poloha teploměru v nádobě. Je třeba provést ještě další měření pro ověření tohoto chování.

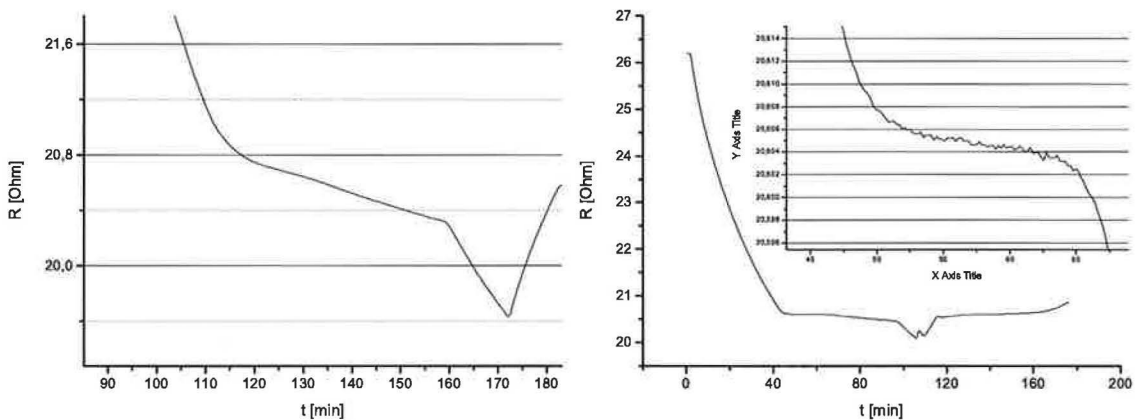
Druhý graf svědčí o tom, že za prakticky stejných podmínek je možné získat

také jiný průběh. Toto může být, dle mého názoru, způsobeno špatnou tepelnou izolací. Na obr. 24 jsou průběhy odporu na platině při měření teploty trojného bodu



Obrázek 23: Různé průběhy odporu teploměru Tinsley 5187L v pevném bodě rtuť

dosažené pomocí tuhnutí. Na obou grafech nelze najít stabilní teplotu, kterou by bylo možné považovat za teplotu fázového přechodu. První graf ukazuje případ, kdy bylo v termosce příliš mnoho dusíku a nádoba se rychle ochlazovala. V druhém případě bylo použito dusíku méně, ale i tak není teplota stálá. Další snižování množství dusíku vede spíše k tomu, že fázová změna vůbec neprobíhá.



Obrázek 24: Průběhy odporu teploměru Tinsley 5187L v trojném bodě rtuť - tuhnutí

6.4 Bod tání galia

Pro realizace pevného bodu galia byly připraveny dvě nádoby (GaI – nádoba s teflonovou výstelkou kolem vnitřní trubky, GaII – s výstelkou pouze kolem vnější trubky a dna nádoby). Nádoba GaI byla ohřívána nejprve pomocí fénu ze vzdálenosti přibližně 10 cm. Tento způsob ohřevu se ukázal být příliš rychlý pro odečet teploty tání. Použili jsme tedy odporový drát o průměru 0,2 mm, který byl hustě navinut na nádoby v jejich širších částech. Celkový odpor drátu je pro GaI 266 Ω , pro GaII 206 Ω (nádoba GII má řidší navinutí). Drát byl napájen z laboratorního zdroje jednosměrného proudu. Výkon tohoto proudu lze vypočítat ze známého vztahu

$$P = UI = U^2/R \quad (41)$$

Bylo vyzkoušeno několik hodnot výkonu pro ohřev.

Při stálém ohřevu výkonem 1 W nedošlo k fázové přeměně, při $P \approx 1,5$ W dochází pravděpodobně k stacionárnímu stavu, kdy sice k fázové přeměně dochází, ale je měřena nižší teplota vlivem vyrovnávání teploty nádoby s teplotou okolí. Patrně nejlepší způsob ohřevu je nejprve nádobu zahřívat výkonem $\approx 2,5$ W, po překročení hodnoty napětí 27,3 mV na platinovém teploměru snížit výkon na ≈ 1 W.

Při vyšších výkonech dochází k velmi rychlému tání, které už není vhodné k měření teploty.

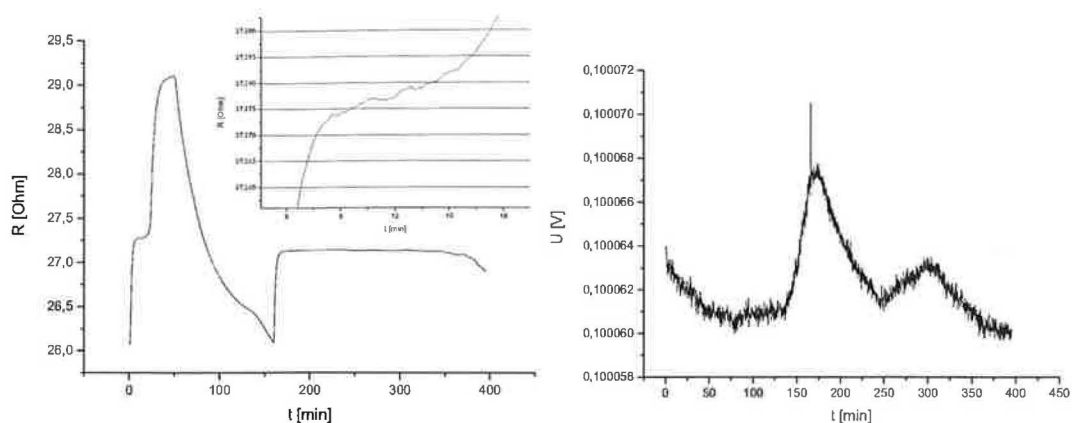
Získané výsledky jsou v tabulce 9.

číslo měření	nádoba	odpor platinového termometru [Ω]	výkon ohřevu [W]
1	GaI	velmi rychlý ohřev	fén
2	GaI	velmi rychlý ohřev	fén
3	GaI	nedosaženo teploty tání	0,2 - 0,8
4	GaI	velmi rychlý ohřev	1,8; 5,3 - 6,9
5	GaI	27,12 - 27,18	1; 1,5; 2
6	GaI	27,155 - 27,157	1,5; 1,7
7	GaI	27,152 - 27,153	1; 1,5
8	GaI	27,153 - 27,154	1,5
9	GaI	27,158 - 27,159	2,0
10	GaII	27,1545 - 27,1555	1,5; 2,0
11	GaII	27,1515 - 27,1525	1,5; 2,0
12	GaII	27,156 - 27,160	2,0; 2,5
13	GaII	27,1540 - 27,1550	2,0

Tabulka 9: Výsledky měření - bod galia

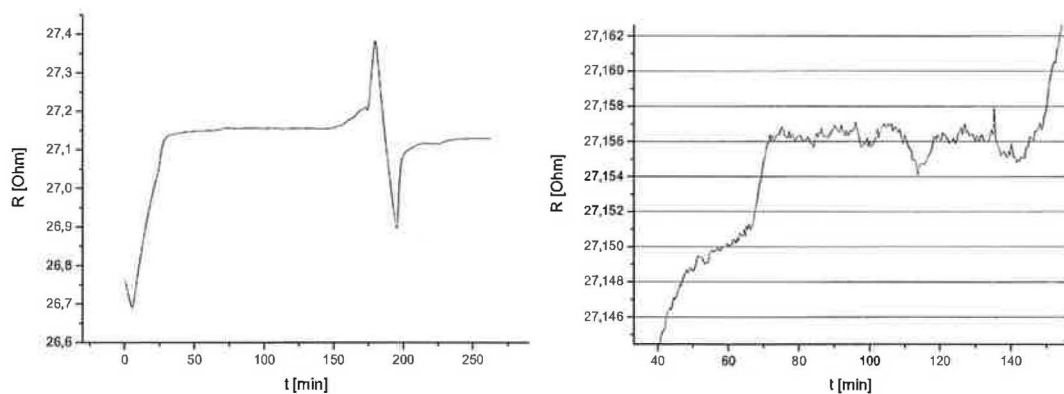
Obr. 25 ukazuje jedno z prvních měření, kdy bylo galium ohříváno fénem. Na prvním grafu je průběh odporu na platině. Ohřev byl velmi rychlý a není patrná stabilní teplota přechodu (výřez). Po vypnutí fénu se nádoba vlivem okolí ochlazuje, dochází k podchlazení. Kolem 150. minuty měření byla snížena teplota v místnosti asi na 15°C (měření bylo prováděno v zimních měsících, kdy stačilo pouze otevřít okno). Až poté nastává tuhnutí galia, při kterém teplota vzorku ihned zvýšila.

Druhý graf ukazuje hodnoty napětí na normálovém odporu, tedy hodnotu procházejícího proudu. Je zřetelné, že zdroj proudu není úplně stabilní a reaguje na změnu okolní teploty. Na obr. 26 je průběh odporu pozdějšího měření s nádobou GaI.



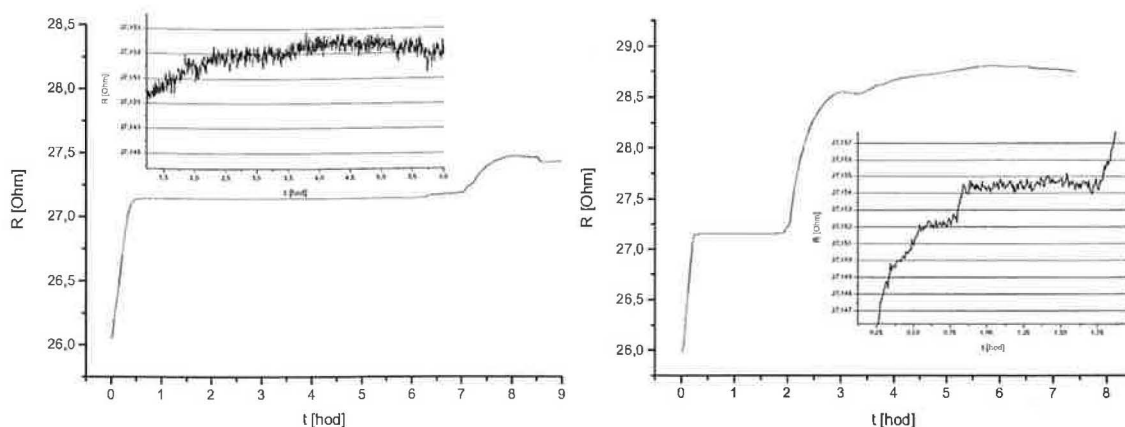
Obrázek 25: Průběh odporu teploměru Tinsley 5187L a normálového odporu v bodě tání galia

Časová prodleva tání je asi 70 minut. Na obr. 27 jsou dvě měření s nádobou GaII.



Obrázek 26: Průběhy odporu teploměru Tinsley 5187L v bodě tání galia

Dlouhodobý stav tání v prvním grafu je výsledkem malého příkonu 1,5 W po celou dobu měření a relativně nízkou okolní teplotou.



Obrázek 27: Průběhy odporu teploměru Tinsley 5187L v bodě tání galia

6.5 Trojný bod vody

Nádoba s vodou pro realizaci trojného bodu byla několik dní uchovávána v ledničce, kde byla teplota blízká teplotě 0°C . Poté byla nádoba vložena na několik hodin do směsi vody a ledu. Před měřením jsme vytvořili vnější rozhraní ledu a vody, jak je popsáno v kapitole 5.2. Do prostoru pro termometr bylo opět přidáno několik ml lihu. Nádoba byla znovu vložena do lázně vody a ledu, a byl zaveden teploměr o pokojové teplotě, tím byla zajištěna existence vnitřního rozhraní ledu a vody. Poté bylo několik hodin snímáno napětí na odporovém termometru a na normálovém odporu. V lázni byla udržována konstantní teplota přidáváním ledu.

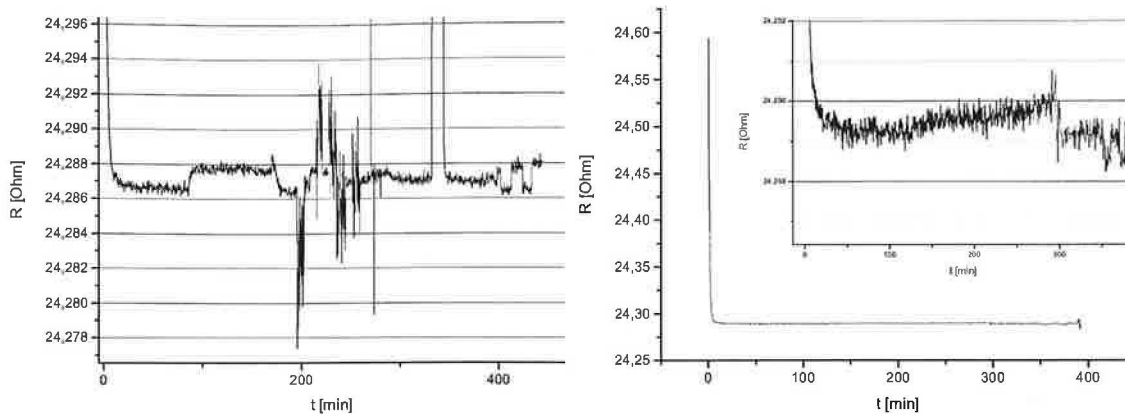
Výsledky jsou uvedeny v tabulce 10.

číslo měření	odpor platinového termometru
1	nelze odečíst stálou hodnotu
2	24,289
3	24,288

Tabulka 10: Výsledky měření - trojný bod vody

Při měření číslo 1 se neobjevila stálá teplota. Další dvě měření mají stejný průběh a v rámci chyby se shodují s měřeními, která byla prováděna o 5 měsíců dříve než tato měření. Proto jsou tyto hodnoty považovány za dostatečně ověřené.

Na obr. 28 jsou průběhy odporu na platinovém teploměru při měření č. 1 a č. 2.



Obrázek 28: Průběhy odporu teploměru Tinsley 5187L v trojném bodě vody

6.6 Bod varu dusíku

Platinový teploměr byl ponořen do lázně dusíku při místním atmosférickém tlaku. Protože jsme neměli k dispozici druhý kalibrační teploměr, který by měřil teplotu lázně, použili jsme pro výpočet skutečné hodnoty teploty varu dusíku vztah (42).

$$\ln \frac{p}{p_0} = A + \frac{B}{T} + C \ln \frac{T}{T_0} + DT + ET^2 \quad (42)$$

kde $A = 5,893\,271$, $B = -403,960\,46\text{ K}$, $C = -2,366\,8$, $D = -0,014\,281\,5\text{ K}^{-1}$, $E = 72,587\,2 * 10^{-6}\text{ K}^{-2}$, $T_0 = 77,344\text{ K}$, $p_0 = 101\,325\text{ Pa}$

Ten je uváděn v [15] jako doporučený pro popis závislosti teploty varu dusíku na tlaku v rozmezí od 63,146 K do 84 K.

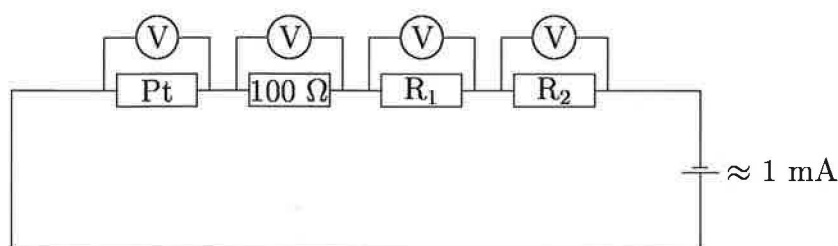
Tlak byl změřen digitálním barometrem. Byla provedena také korekce teploty na výšku sloupce kapalného dusíku nad středem teploměru.

Naměřené závislosti nedávaly možnost zjistit s dostatečnou jistotou teplotu varu dusíku, teplota kolísala a rychle stoupala, patrně kvůli nedostatečné izolaci teploměru a nemožnosti ustanovení tepelné rovnováhy mezi teploměrem a kapalným dusíkem. Bod dusíku proto nebyl při kalibraci platinového termometru Tinsley 5187L brán v potaz.

6.7 Kalibrace sekundárních odporových teploměrů

Pomocí platinového odporového teploměru Tinsley 5187L byly kalibrovány další odporové teploměry v teplotním rozsahu od teploty kapalného dusíku $\approx 77\text{ K}$ do pokojové teploty $\approx 20^\circ\text{C}$.

Teploměr Tinsley 5187L byl zapojen společně se sekundárními odporovými teploměry do série (obr. 29). Společně s nimi byl také sériově zapojen normálový odpor $R_N = 100\Omega$, který byl umístěn vně kryostatu a tepelně izolován. Byl zařazen, aby bylo možno zjistit přesnou hodnotu proudu v obvodu, viz vztah (40). Všechny odpory mají dva napěťové a dva proudové přívody. Obvod byl napájen ze stabilizovaného zdroje stejnosměrného proudu o velikosti 1 mA.



Obrázek 29: Schéma obvodu

Dusíkových teplot bylo dosaženo pomocí průtokového kryostatu Leybold-Heraus typ VNK 3 - 300 (obr. 30). S konstrukcí kryostatů a jejich vlastnostmi jsem se seznámil v [16] a [17]. Teploměry byly společně upevněny na měděnou pozlacenou vestavbu, která byla zasunuta do kryostatu. Šachta, v níž byla zasunuta vestavba, byla odčerpána a při pokojové teplotě naplněna dusíkovými parami o atmosférickém tlaku. Plynný dusík pak sloužil jako výměnný plyn. Poté byl kryostat ochlazen parami dusíku, které byly vývěvou čerpány z nádoby na kapalný dusík. Po dostatečném zchlazení bylo čerpání dusíkových par zastaveno. Kryostat s vestavbou byl poté ponechán samovolnému ohřevu do teploty blízké pokojové. Tento cyklus byl několikrát opakován.

6.8 Technické provedení

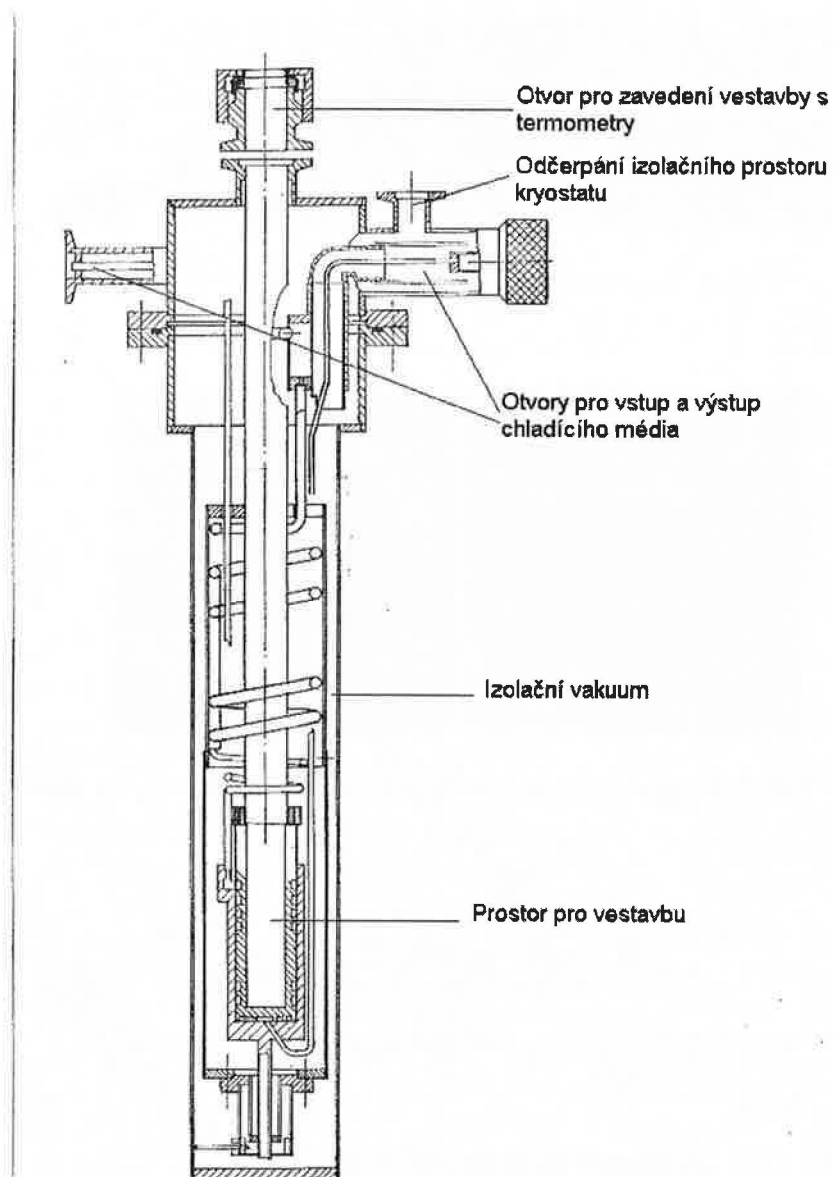
Vestavba určená ke kalibraci platinových termometrů Pt100 a Pt1000 firmy Hayashi Denko se skládá ze dvou hlavních částí - spojovací trubice a měděného bloku, na kterém jsou umístěny termometry (obr. 31). Spojovací trubicí je protaženo 10 manganinových vodičů (2 proudové, 6 napěťových - po 2 ke každému odporu, 2 slouží sériovému spojení) o průměru 0,1 mm. Na jejím dolním konci jsou otvory, kterými jsou vodiče protaženy a připájeny na spojovací destičku. Na tu jsou už připojeny odpory. Očíslování jednotlivých spojovacích míst na destičce je vzestupné. Stačí ověřit první spojovací místo.

Na obr. 32 je detail části spojovací destičky a detail držáků odporů Pt100 a Pt1000, model 1632. Jedná se o vrstvené miniaturní termometry o rozměrech $3,2\text{ mm} \times 1,8\text{ mm} \times 0,5\text{ mm}$. Termometry jsou přilepeny epoxidovou pryskyřicí k měděným

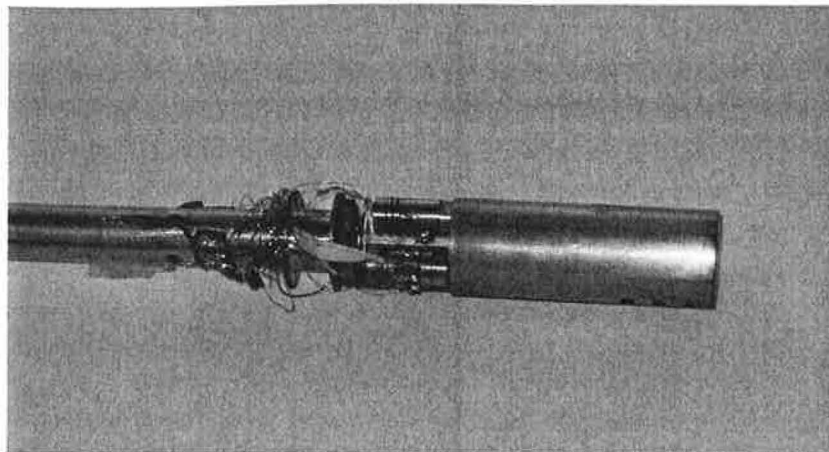
pozlaceným držákům, které jsou uzavřeny v měděném pouzdře o průměru 7 mm. Přívody k termometrům jsou vyvedeny měděným drátem ke svorkovnici přilepené na pouzdru. K svorkovnici se připájí manganinové čtyřvodičové měřicí přívody. Tyto držáky jsou pak zašroubovány šrouby M3 do měděného pozlaceného bloku. Do otvoru mezi nimi je do měděného bloku zasunut termometr Tinsley 5187L. Horní konec trubice je zakončen paticí s 10 vývody. Schéma patice a očíslování jednotlivých vývodů je na obr. 33. Toto číslování bylo převzato z [18].

Aby zapojení odporů na vestavbě odpovídalo softwarovému nastavení voltmetru, je třeba zapojit odpory podle obr. 34. Čísla v kroužcích odpovídají číslům na patici a spojovací destičce. Vodiče 7, 8 jsou proudové, ostatní jsou napěťové. Teploměr Tinsley 5187L má rozdělené vodiče podle barvy následujícím způsobem: zelený a modrý jsou vodiče proudové (čísla 7, 9), červený a žlutý jsou vodiče napěťové (čísla 5, 6). U dalších odporů nejsou vodiče barevně označeny a nezáleží na tom, v jakém pořadí jsou připojeny.

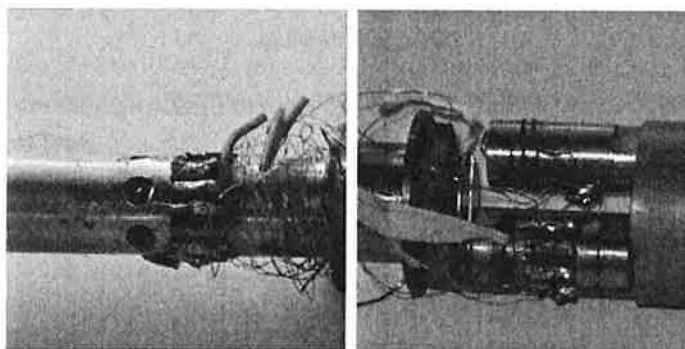
Na patici se nasazuje černá kovová krabice, ze které vycházejí stíněné kabely vždy se dvěma vodiči, které pokračují k voltmetru a zdroji stejnosměrného proudu.



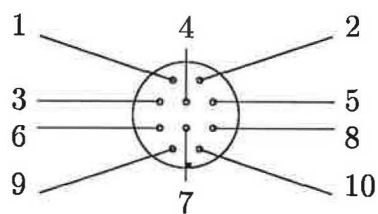
Obrázek 30: Schéma kryostatu



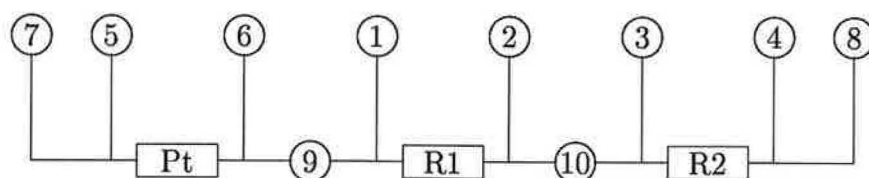
Obrázek 31: Měděný blok s termometry



Obrázek 32: Detail spojovací destičky a uložení odporů Pt100 a Pt1000



Obrázek 33: Schéma patice konektoru



Obrázek 34: Přiřazení napěťových a proudových vodičů k vývodům patice

6.9 Zpracování výsledků

Všechny výsledky byly zpracovávány pomocí programu Origin 6.1. V něm byl vytvořen soubor *vypocetexcel.opj*, který po zadání hodnot odporu v pevných bodech vypočte pro každou hodnotu odporu teploměru Tinsley 5187L příslušnou hodnotu teploty podle definice teplotní stupnice ITS-90. Tento soubor je možné použít i při případném zpracování výsledků ve fyzikálním praktiku.

Pro kalibraci platinového odporového teploměru Tinsley 5187L byly použity hodnoty odporu v pevných bodech rtuti, vody a galia. Hodnota odporu v bodě dusíku nebyla z technických důvodů přesně změřena. Interval teplot je tedy $-38,8344\text{ }^{\circ}\text{C} - +29,7646\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Přesnost měření se obtížně stanovuje. Pokud vycházíme z přesnosti voltmetru (hodnoty jsou uvedeny v tabulce 6), pak je absolutní chyba měření odporu až $\pm 4\text{ m}\Omega$ přesné hodnoty jsou uvedeny v tabulce 11. Pro výpočet chyby teploty pak můžeme uvažovat jednoduchý lineární vztah (43), který ale závislost teploty na odporu pro teploměr Tinsley 5187L ve zkoumaném intervalu teplot vystihuje.

$$\Delta R = R_0 \alpha \Delta T \quad (43)$$

Konstanta α se obvykle pokládá rovna hodnotě $0,00385\text{ }\Omega/\text{K}$. Absolutní chyba teploty v pevných bodech je v tabulce 11.

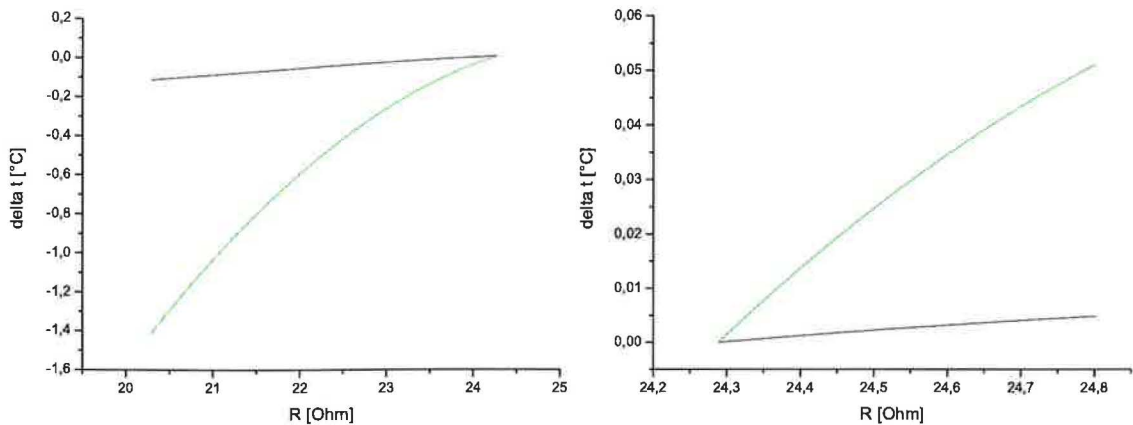
pevný bod	chyba odporu [$m\Omega$]	chyba teploty [mK]
Hg	3,9	49
H ₂ O	4,1	44
Ga	4,3	41

Tabulka 11: Chyby měření způsobené voltmetrem

Dalším hlediskem je, zda byla měřena skutečná hodnota fázového přechodu případně trojného bodu při kalibraci teploměru Tinsley. Počet různých výsledků může znamenat časovou nestálost měřicí aparatury nebo nestálost vzorků či neopatrnost obsluhy při manipulaci s teploměrem. Hodnoty odporů v pevných bodech, které byly vybrány pro tuto kalibraci, nemusí být nutně správné. Na obr. 35 je ukázáno, jak se změní hodnota teploty, když se při výpočtu kalibrační křivky teploměru Tinsley 5187L dosadí do deviační funkce hodnoty odporu větší o $0,01\text{ }\Omega$ než jsou hodnoty použité pro níže uvedenou kalibraci. Byla zvýšena vždy pouze jedna hodnota odporu při zachování ostatních dvou. Zelený graf ukazuje zvýšení v bodě galia, černý graf zvýšení odporu v bodě rtuti. Hodnota odporu v trojném bodě vody nebyla měněna.

Z naměřených hodnot odporu v pevných bodech byly vybrány, s ohledem na průběh a časovou stálost jednotlivých měření a na podmínky (8), (9) tyto hodnoty:

$$\begin{aligned} R(\text{Hg}) &= 20,4655\text{ }\Omega \\ R(\text{H}_2\text{O}) &= 24,2885\text{ }\Omega \\ R(\text{Ga}) &= 27,1565\text{ }\Omega \end{aligned}$$



Obrázek 35: Rozdíl teplot se změnou odporu při kalibraci teploměru Tinsley 5187L

Z těchto hodnot byly spočítány hodnoty $W(T_{90})$ pro bod galia a rtuti a byly dosazeny do deviačního vztahu

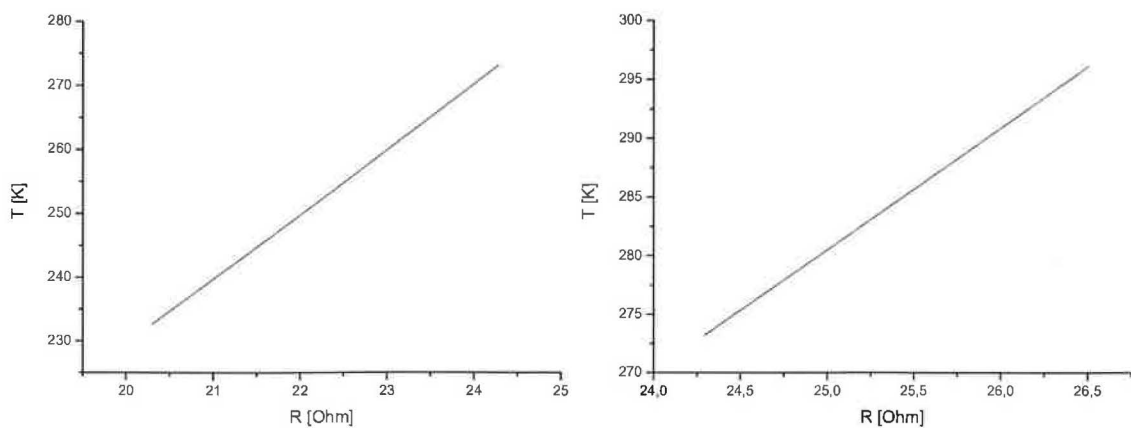
$$W(T_{90}) - W_r(T_{90}) = a(W(T_{90}) - 1) + b(W(T_{90}) - 1)^2 \quad (44)$$

který je předepsán pro výše uvedenou oblast teplot. Řešením vzniklé soustavy rovnic byly získány konstanty a, b . Zpětným dosazením konstant do (44) lze vypočítat hodnotu W_r pro každou hodnotu W . Nakonec byly hodnoty W_r dosazeny do vztahu (12) pro teploty menší než 273,16 K, respektive do vztahu (14) pro teploty větší než 273,16 K. Kalibrační křivky teploměru Tinsley 5187L pro teploty pod 273,16 K, respektive pro teploty nad 273,16 K jsou na obr. 36. Oba grafy udávají závislost teploty v kelvinech na odporu. Obvyklejší je udávat inverzní závislost a ve stupních Celsia. Takové závislosti jsou na obr. 37. Pod grafy je uvedena aproximace lineární a kvadratickou funkcí, chyba v nich uvedená je chybou aproximace, nikoli chybou měření. (Origin 6.1). Pro srovnání byla vypočtena z lineární aproximace hodnota koeficientu α ve vztahu 43, je také uvedena pod grafy. Grafy 38, respektive 39 ukazují rozdíly mezi naměřenou teplotou a a lineární aproximací, respektive kvadratickou aproximací.

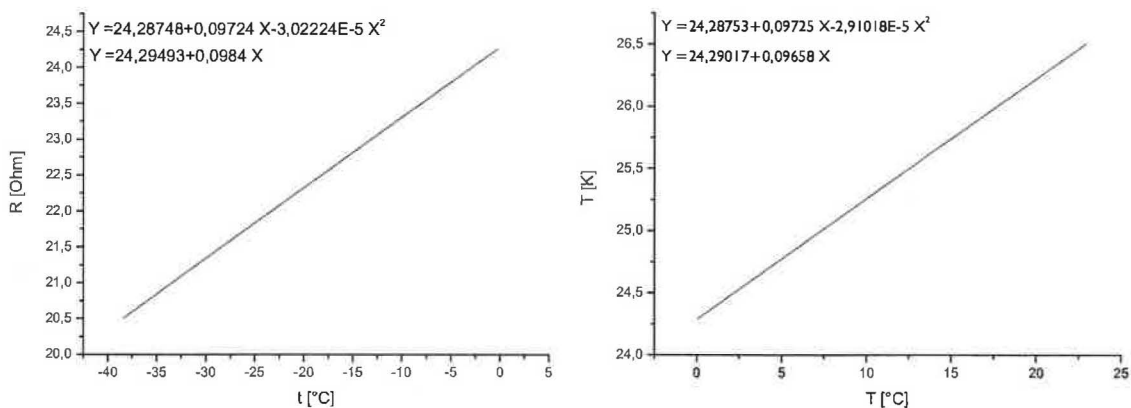
Získaná závislost teploty na odporu pro teploměr Tinsley 5187L byla využita ke kalibraci sekundárních teploměrů Pt100 a Pt1000.

Na obr. 40 jsou kalibrační křivky teploměru Pt100. V grafech je také uvedena aproximace závislosti teploty na odporu lineární a kvadratickou funkcí. Na obr. 41, respektive 42 je rozdíl mezi skutečnou teplotou a její aproximací lineární funkcí, respektive kvadratickou funkcí. Opět byla získána inverzní závislost odporu na teplotě ve stupních Celsia, grafy a aproximační funkce jsou na obr. 43.

Na obr. 44 jsou kalibrační křivky teploměru Pt1000. Opět jsou zde uvedeny aproximace lineární a kvadratickou funkcí a také rozdíly mezi naměřenou a aproximovanou hodnotou teploty (obr. 45, 46). Závislost odporu na teplotě ve stupních Celsia a její popis aproximačními funkcemi je na obr. 47



Obrázek 36: Kalibrační křivky teploměru Tinsley 5187L



Obrázek 37: Závislost odporu teploměru Tinsley 5187L na teplotě ve stupních Celsia

Aproximace pod 0°C

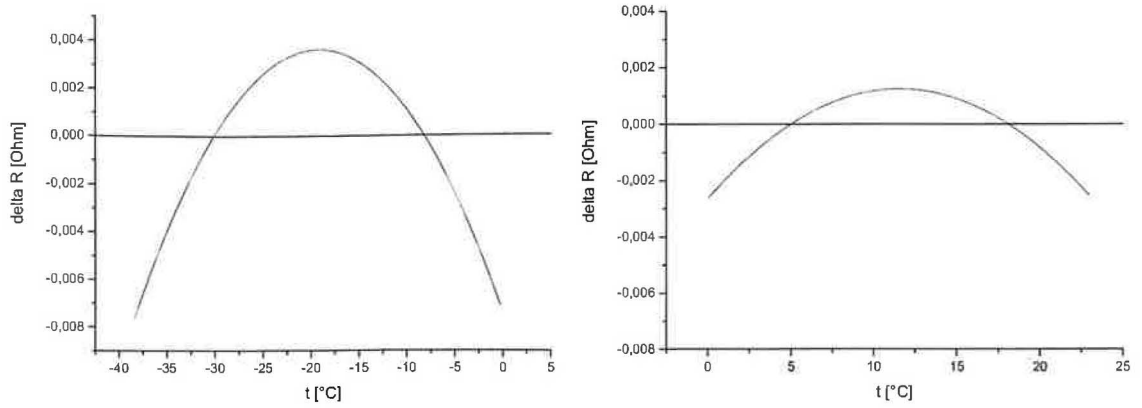
$$R = (24,29493 + 0,0984t) \pm 0,003 \Omega; \quad \alpha = 0,00405 \Omega/K$$

$$R = (24,28748 + 0,09724t - 3,02224 \cdot 10^{-5}t^2) \pm 2 \cdot 10^{-5} \Omega$$

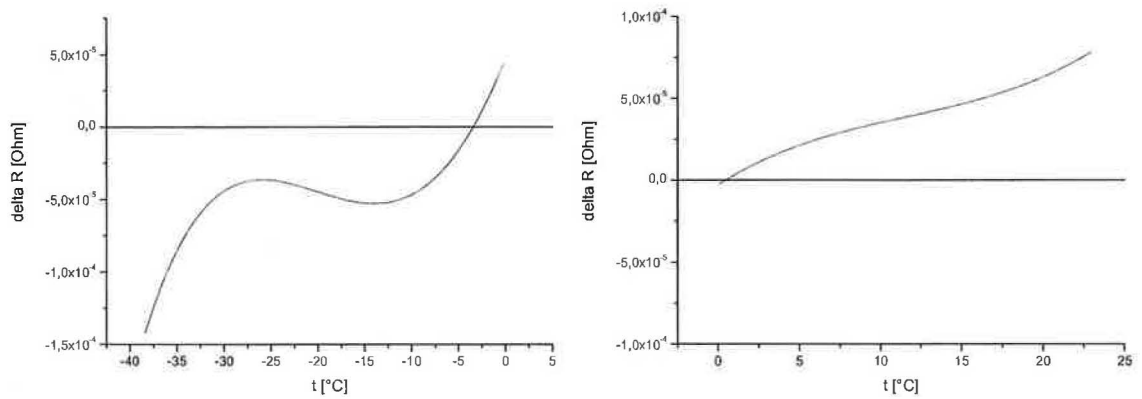
Aproximace nad 0°C

$$R = (24,29017 + 0,09658t) \pm 0,001 \Omega; \quad \alpha = 0,00397 \Omega/K$$

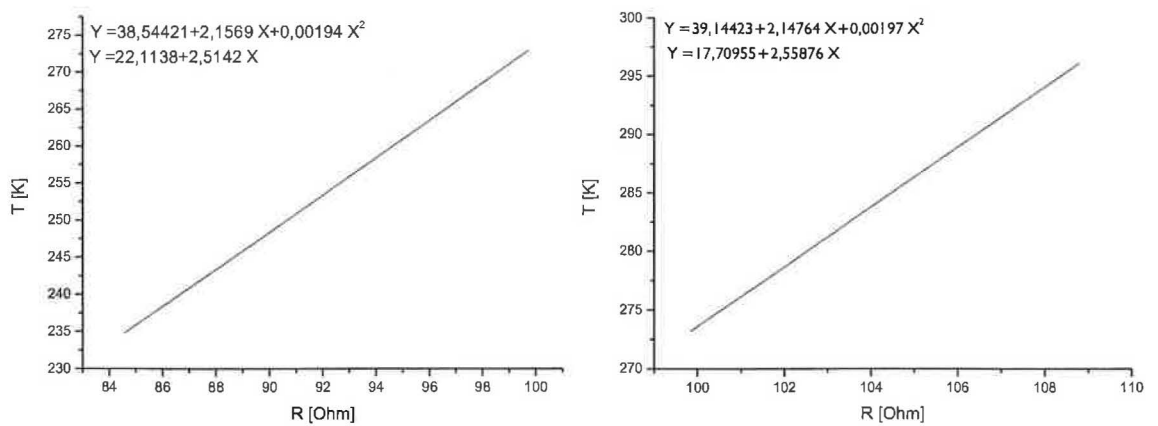
$$R = (24,28753 + 0,09725t - 2,91018 \cdot 10^{-5}t^2) \pm 2 \cdot 10^{-5} \Omega$$



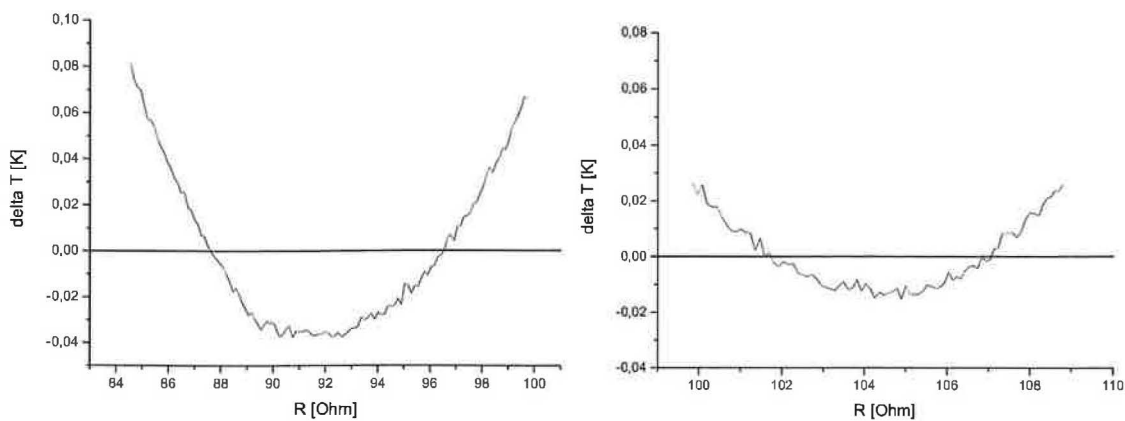
Obrázek 38: Rozdíl mezi naměřenou hodnotou odporu teploměru Tinsley 5187L a jeho aproximací lineární funkcí



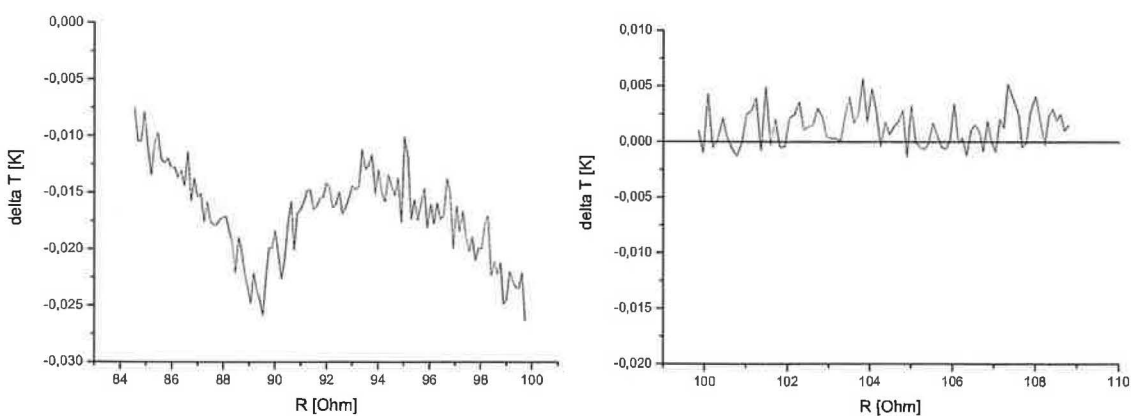
Obrázek 39: Rozdíl mezi naměřenou hodnotou odporu Teploměru Tinsley 5187L a jeho aproximací kvadratickou funkcí



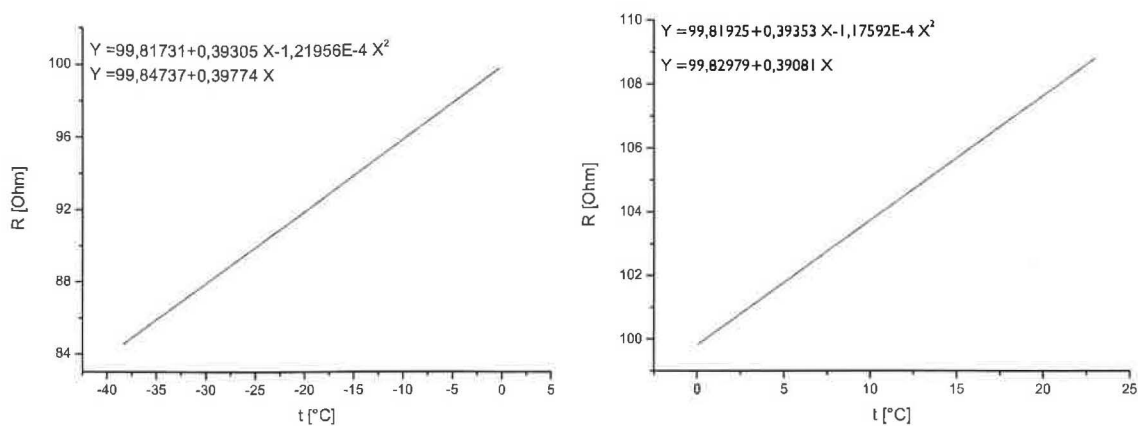
Obrázek 40: Kalibrační křivky teploměru Pt100



Obrázek 41: Rozdíl mezi naměřenou hodnotou teploty a její aproximací lineární funkcí pro teploměr Pt100



Obrázek 42: Rozdíl mezi naměřenou hodnotou teploty a její aproximací kvadratickou funkcí pro teploměr Pt100



Obrázek 43: Závislost odporu teploměru Pt100 na teplotě ve stupních Celsia
 Aproximace pod 0°C

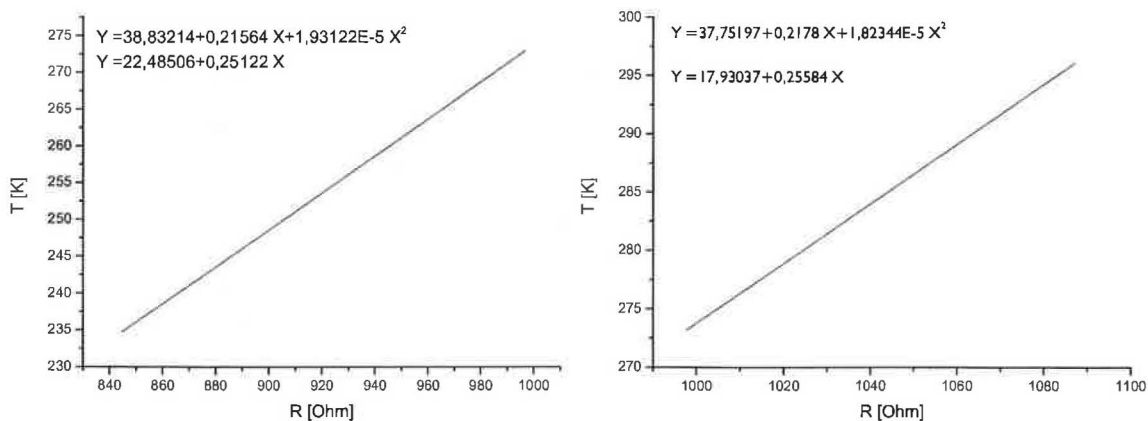
$$R = (99,82979 + 0,39081t) \pm 0,005 \Omega; \quad \alpha = 0,00398 \Omega/K$$

$$R = (99,81925 + 0,39353t - 1,17592 \cdot 10^{-4}t^2) \pm 7 \cdot 10^{-4} \Omega$$

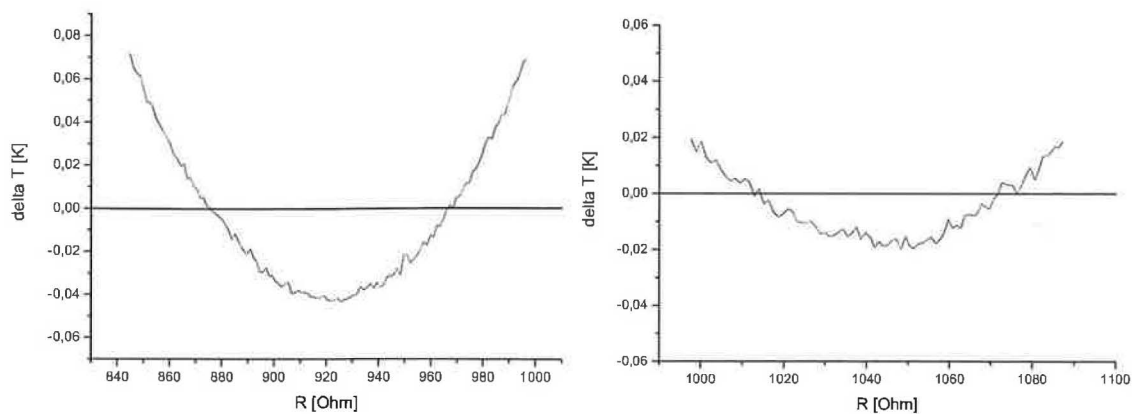
Aproximace nad 0°C

$$R = (99,84737 + 0,039774t) \pm 0,013 \Omega; \quad \alpha = 0,00391 \Omega/K$$

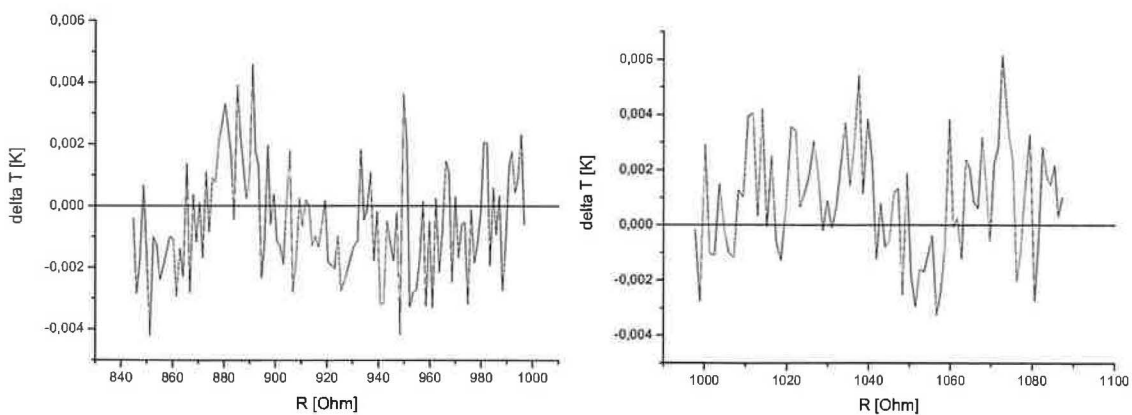
$$R = (99,81731 + 0,39305t - 1,21956 \cdot 10^{-4}t^2) \pm 0,002 \Omega$$



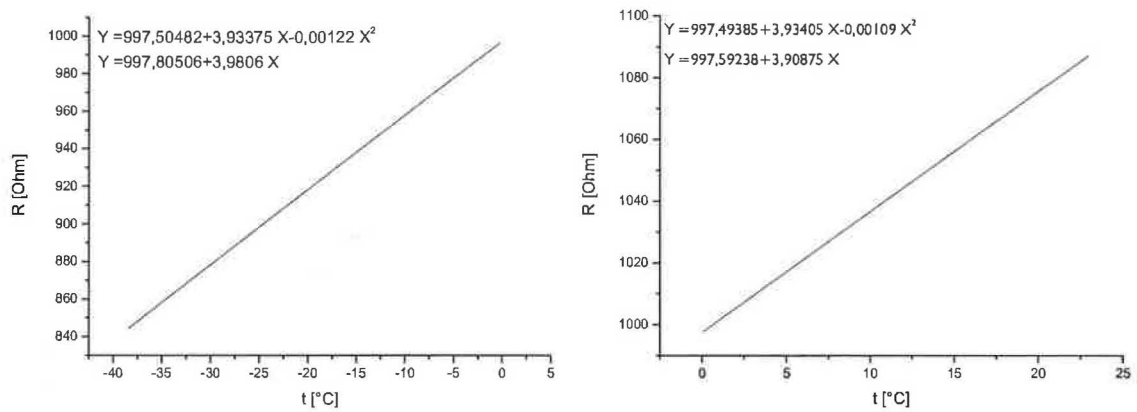
Obrázek 44: Kalibrační křivky teploměru Pt1000



Obrázek 45: Rozdíl mezi naměřenou hodnotou teploty a její aproximací lineární funkcí pro teploměr Pt1000



Obrázek 46: Rozdíl mezi naměřenou hodnotou teploty a její aproximací kvadratickou funkcí pro teploměr Pt1000



Obrázek 47: Závislost odporu teploměru Pt1000 na teplotě ve stupních Celsia
 Aproximace pod 0°C

$$R = (997,80506 + 3,98060t) \pm 0,011 \Omega; \quad \alpha = 0,00398 \Omega/\text{K}$$

$$R = (997,50482 + 3,93375t - 0,00122t^2) \pm 0,002\Omega$$

Aproximace nad 0°C

$$R = (997,59238 + 3,90875t) \pm 0,044 \Omega; \quad \alpha = 0,00377 \Omega/\text{K}$$

$$R = (997,49385 + 3,93405t - 0,00109t^2) \pm 0,008\Omega$$

6.10 Návrhy úloh do fyzikálního praktika

Záměr této diplomové práce je navrhnout varianty úloh do základního fyzikálního praktika. Navrhuji následující úlohy:

6.10.1 Kalibrace platinových teploměrů Pt100 a Pt1000

Ke kalibraci platinových odporových teploměrů Pt100 a Pt1000 se používá platinový odporový teploměr Tinsley 5187L. Ten odpovídá požadavkům, které na kalibrační termometr klade definice mezinárodní teplotní stupnice ITS-90. Kalibrační rozsah je od $-39\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $28\text{ }^{\circ}\text{C}$. Nízkých teplot se dosahuje pomocí kryostatu VNK 3 - 300. Teploměry jsou společně umístěny na měděném bloku, který je součástí vestavby kryostatu.

Návrh úlohy:

Pomocí vývěvy čerpejte páry kapalného dusíku vnitřním prostorem kryostatu. Po dosažení teploty výměníku kryostatu $\approx -50\text{ }^{\circ}\text{C}$ měřenou zabudovaným termistorem zastavte chlazení. Ponechte kryostat samovolnému ohřevu na pokojovou teplotu.

Využitím již naměřených hodnot odporu v pevných bodech teploměru Tinsley 5187L stanovte jeho kalibrační křivku podle definice teploty stupnice ITS-90. Stanovte hodnotu konstanty α . Následně stanovte kalibrační křivky teploměrů Pt100 a Pt1000 a vyhodnoťte neurčitost kalibrace.

6.10.2 Kalibrace diodových teploměrů

Jedná se o variantu předešlé úlohy. Diodové snímače mají rozdílný měděný blok, na který je třeba přepojit teploměr Tinsley 5187L. Na patici konektoru vestavby se pak nasazuje jiná kovová skříňka a je nutné provést její připojení ke kartě SCAN 2000 ve voltmetru. K napájení diod slouží vnitřní zdroj proudu $10\text{ }\mu\text{A}$, který je sledován prostřednictvím napětí na sériovém odporu.

6.10.3 Měření hodnoty odporu teploměru Tinsley 5187L v bodě tání galia

V této úloze se měří odpor teploměru Tinsley 5187L v bodě tání galia. Je možné zkoušet různé režimy ohřevu a porovnávat výsledky mezi jednotlivými měřeními. Při měření je možné stanovit hodnotu parazitního napětí využitím změny směru proudu.

Návrh úlohy:

Opatrně zasuňte teploměr Tinsley 5187L do otvoru v nádobě pevného bodu galia. Vodiče odporového drátu, který slouží k ohřevu nádoby, připojte ke zdroji napětí. Ohřívejte nádobu výkonem nejméně 2 W . Po překročení hodnoty $27,3\text{ mV}$ na teploměru Tinsley 5187L ohřev vypněte nebo zmírněte a nechte nádobu samovolně ochlazovat.

Zjištěnou hodnotu odporu použijte ke kalibraci teploměru Tinsley 5187L v intervalu teplot $-39\text{ }^{\circ}\text{C}$ – $+29,7\text{ }^{\circ}\text{C}$. Hodnoty odporu v dalších kalibračních bodech jsou stejné jako výše použité.

6.10.4 Měření hodnoty napětí teploměru Tinsley 5187L v trojném bodě rtuti, stanovení hodnoty parazitního napětí a následný výpočet skutečného odporu

V principu je toto stejná úloha jako předešlá. Odpor termometru v trojném bodě rtuti se během několika měření podstatně měnil, proto nenavrhuji jeho využití k následné kalibraci teploměru Tinsley 5187L, pokud nebude lépe zvládnuta technologie přípravy a metodika měření.

Návrh úlohy:

Pomocí kapalného dusíku ochlaďte nádobu s pevným bodem rtuti na teplotu ≈ 77 K. Izolujte nádobu pláštěm z polystyrénu. Nechte probíhat samovolný ohřev. Po dosažení teploty fázového přechodu několikrát pro kontrolu změňte polaritu procházejícího proudu.

Z rozdílů určete hodnotu parazitního napětí a vypočtete skutečnou hodnotu odporu teploměru Tinsley 5187L.

7 Závěr

Tato práce navázala na předchozí diplomové práce, při nichž byla zhotovena ve- stavba a odzkoušeno použití průtokového kryostatu ke kalibraci termometrů. Byl také zpracován program řízení číslicového voltmetru Keithley 2000 a sběru dat.

V této práci byla příprava úlohy do fyzikálního praktika dovedena do plánova- ného stavu využitím zakoupeného etalonového platinového odporového termometru Tinsley 5187L. Cílem práce bylo především ověřit vlastnosti tohoto termometru a stanovit deviační funkci pomocí měření v pevných bodech podle předpisu definice teplotní stupnice ITS-90. Bylo také třeba vypracovat metodiku zacházení s pevnými body a ověřit jejich vlastnosti. Poté byla pomocí teploměru Tinsley 5187L provedena kalibrace odporových teploměrů Pt100 a Pt1000 (Hayashi Denko).

Byla navržena náplň několika variant pracovních úloh základního fyzikálního praktika.

Literatura

- [1] Obdržálek J., Vaněk A.: Termodynamika a molekulová fyzika, 2. vyd., UJEP, Ústí n. L., 2000
- [2] Sostmann H. E.: The Standard Platinum Resistance Thermometer, www.its-90.com, listopad 2005
- [3] Běták J.: Teplotní stupnice; Automa 1, 2003; www.automa.cz, prosinec 2005
- [4] NIST: Standard Reference Material 1750: SPRT, www.ts.nist.gov, listopad 2005
- [5] CCT: The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)
- [6] Quinn T. J.: Temperature, 1. vyd., Academic Press, London, 1990
- [7] Sostmann H. E.: Fundamental of Thermometry, Part I, www.its-90.com, listopad 2005
- [8] The International Practical Temperature Scale of 1968; Metrologia 5, 1968
- [9] Vepřek J.: Elektrická měření nízkých teplot, 1. vyd., SNTL, Praha, 1977
- [10] Sostmann H. E.: Metal Melting and Freezing Equilibria Phase, Phase Diagrams, Cryoscopic Constant, www.its-90.com
- [11] Li X., Hirst M.: New Generation of Fixed Points, www.hartscientific.com, listopad 2005
- [12] www.hartscientific.com, listopad 2005
- [13] www.sp.se/metrology/temperature/eng/fixpointcal.htm, listopad 2005
- [14] Magnum B. W. a kol.: On the International Temperature Scale of 1990, Part II; Metrologia 36, 1999
- [15] The International Practical Temperature Scale of 1968, Amended edition of 1975; Metrologia 12, 1976
- [16] Rotter M.: Fyzikální základy a technika nízkoteplotního experimentu, 1. vyd., SPN, Praha, 1982
- [17] Jelínek J., Málek Z.: Kryogenní technika, 1. vyd., SNTL, Praha, 1982
- [18] Liška P.: Kalibrace nízkoteplotních termometrů, diplomová práce, 1997