

# Fyzika nízkých teplot

- Měření nízkých teplot
  - Teplotní stupnice ITS90
  - Plynové a parní teploměry
  - Odporové teploměry
  - Polovodičové teploměry
  - Další typy teploměrů pro měření nízkých teplot
- Tepelné izolace a hladinoměry kryokapalin
  - Přenos tepla vedením, zářením,...
  - Tepelné izolace - vakuová, superizolace, pěnová,....
  - Dewarova nádoba
  - Různé typy hladinoměrů pro kryokapaliny
- Aplikace nízkých teplot
  - Aplikace ve vakuové technice
  - Aplikace v průmyslu, ve zdravotnictví, v dopravě,...
  - Aplikace v raketové technice

# Měření nízkých teplot

- Teplotní stupnice ITS-90
- Plynové a parní teploměry
- Odporové teploměry
- Polovodičové teploměry
- Další typy teploměrů pro měření nízkých teplot

# Teplotní stupnice

Definice teploty:

Pro každý systém existuje jistá intenzivní stavová veličina - teplota, mající stejnou hodnotu ve všech systémech, které jsou navzájem v rovnováze.

rozsah teplotní stupnice a velikost jednoho stupně je věcí dohody

# Teplotní stupnice

- Kelvinova stupnice
- Celsiova stupnice
- Farenheitova - USA
- Rankinova - USA
- Réaumurova stupnice - záp. Evropa do konce 19. stol

# Kelvinova stupnice

definována 1854 pomocí Carnotova cyklu

$$\frac{Q_2}{Q_1} = \frac{T_2}{T_1}$$

$$u = 1 - \frac{Q_1}{Q_2}$$

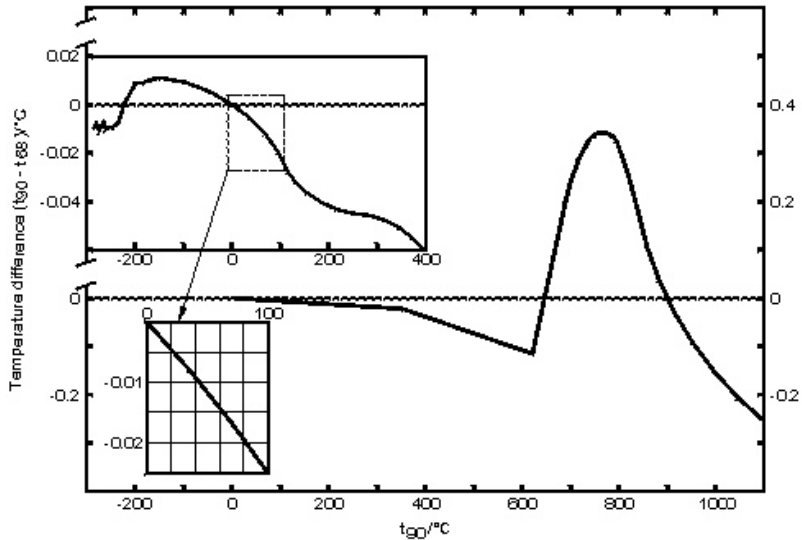
$Q_1$  - teplo odevzdané

$Q_2$  - teplo přijaté

# ITS-90

Mezinárodní teplotní stupnice ITS-90, [www.ITS-90.com](http://www.ITS-90.com).  
17 pevných teplotních bodů, rozsah 0.65 - 1357.77 K

Starší stupnice IPTS-68 - 11 pevných bodů + 11 sekundárních bodů,  
rozsah 2.172 - 1337 K -problém s teplotou bodu varu kryokapalin, vliv  
hydrostatického tlaku  
(105 mK/10 cm pro  $O_2$ , 58 mK/10 cm pro  $N_2$ )



# ITS-90

Number	Temperature T <sub>90</sub> K	t <sub>90</sub> °C	Substance a	State b
1	0.65 to 5	-272.5 to -268.15	He	V
2	13.8033	-259.3467	e-H <sub>2</sub>	T
3	17	-256.15	e-H <sub>2</sub> (or He)	V
4	20.3	-252.85	e-H <sub>2</sub> (or He)	V
5	24.5561	-248.5939	Ne	T
6	54.3584	-218.7916	O <sub>2</sub>	T
7	83.8058	-189.3442	Ar	T
8	234.3156	-38.8344	Hg	T
9	273.16	0.01	H <sub>2</sub> O	T
10	302.9146	29.7646	Ga	M
11	429.7485	156.5985	In	F
12	505.078	231.928	Sn	F

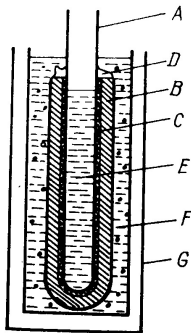


# ITS-90

v rozsahu 0.65 - 5 K, definice pomocí tenze par  ${}^3\text{He}$  a  ${}^4\text{He}$

$$T_{90}[\text{K}] = A_0 + \sum_{i=1}^9 A_i \left[ \frac{\ln(P) - B}{C} \right]^i$$

# Trojný bod vody



Obr. 53. Realizace trojného bodu vody (273,16 K)

B - odplyněná, redestilovaná voda, F - voda a tající led, C - led, D - vodní pára, po několika hodinách, v části E teplota trojného bodu  $273.16 \text{ K} \pm 0.2 \text{ mK}^2$

<sup>2</sup>J.Jelínek, Z. Málek: Kryogenní technika, SNTL, Praha, 1982

# Supravodivé teplotní body

supravodič	čistota	kritická teplota [K]
Pb	6N	7.201
In	5N	3.416
Al	5N	1.175
Zn	6N	0.844
Cd	6N	0.515

přesnost 2 mK, reprodukovatelnost 1 mK

# Plynový teploměr

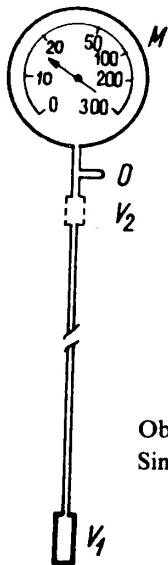
princip - měření tlaku

plyn He (ideální plyn), tlak plynu vždy nižší než tenze par pro danou teplotu, referenční tlak a teplota  $T_0$ ,  $p_0$

$$T = T_0 \frac{p}{p_0}$$

za předpokladu  $V_2 \doteq 0$

rozsah měřených teplot 1-300 K



Obr. 36. Jednoduchý  
Simonův plynový teploměr

# Korekce

- parazitní objem  $V_2$
- termomolekulární rozdíl tlaků
- neideální plyn
- změna teploty manometru během měření

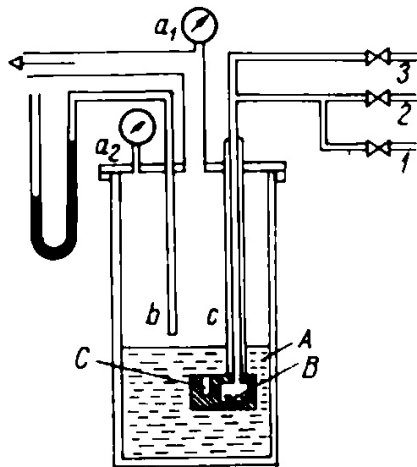
$$T = \frac{P}{\frac{P_0}{T_0} + \frac{P_0 - P}{T_p} \frac{V_2}{V_1}}$$

přesnost až 0.01 K

# Parní teploměr

- rovnovážný tlak par nad hladinou zkapalněného plynu
- závislosti pro čisté látky změřeny
- zpravidla pracují mezi trojným bodem a bodem varu
- přesnost asi 1%, citlivost až  $10^{-4} K$

# Parní teploměr





## Parní teplotě

látka	rozsah teplot [K]	max.rozsah [K]
${}^3\text{He}$	1.5 - 3.3	0.3 - 3.3
${}^4\text{He}$	2.3 - 4.5	0.9 - 5.2
$\text{H}_2$	13.8 - 21.2	13.8 - 33.2
$\text{Ne}$	24.5 - 28.1	21.0 - 44.4
$\text{N}_2$	63 - 80	63 - 126
$\text{O}_2$	70 - 93	54 - 154
$\text{CH}_4$	86 - 116	90 - 191
$\text{NO}$	107 - 123	
$\text{CF}_4$	90 - 150	
$\text{C}_2\text{H}_4$	133 - 174	

# Odporové teploměry

tepelné kotvení, ohřev teplotního čidla

- kovové
- slitinové
- uhlíkové
- termistory
- germaniové
- galiumarsenidové

# Výkonové zatížení

teplotní oblast [K]	výkonové zatížení [W]
$10^2$ až 10	$10^{-6}$ až $10^{-8}$
10 až 1	$10^{-8}$ až $10^{-10}$
1 až $10^{-1}$	$10^{-10}$ až $10^{-12}$
$10^{-1}$ až $10^{-2}$	$10^{-12}$ až $10^{-14}$

pro teplotní snímač délka 10 mm, průměr 3 mm, zvýšení chyby o 0.1 %

# Kovové teploměry

## Pt teploměry

- Pt drátek 0.05 - 0.2 mm
- při 0 °C odpor 10 - 100 Ω
- problém s pnutím
- závislé na mag. poli, B = 5 T, T = 20 K, chyba 100%

$$W_r(T) + \Delta W(T) = W(T) = \frac{R_T}{R_{273.16K}}$$

$$W(29.7646^\circ\text{C}) \geq 1.11807, \text{ nebo } W(-38.8344^\circ\text{C}) \leq 0.844235$$

$$T = 273.16 \times \left( B_0 + \sum_{i=1}^{15} B_i \left[ \frac{W_r(T)^{1/6} - 0.65}{0.35} \right]^i \right)$$

v rozsahu 13.8033 K až 273.16 K, s přesností 0.1 mK

$$T = 273.15 + \left( D_0 + \sum_{i=1}^9 D_i \left[ \frac{W_r(T) - 2.64}{1.64} \right]^i \right)$$

v rozsahu 273.16 K až 1235 K, s přesností 0.13 mK

## Cu teploměry

- Cu drátek 0.05 - 0.1 mm, se smaltovou izolací
- lineární závislost až do teplot  $LN_2$
- levné, méně citlivé na mech. pnutí
- přesnost 0.1% do 70 K, 70 - 200 K asi 1%
- závislé na mag. poli,  $B = 5 \text{ T}$ ,  $T = 4 \text{ K}$ , chyba 300%

## Pb, In teploměry

lepší citlivost než Pt, In - 3.5 - 300 K přesnost 0.1 K

# Slitinové teploměry

- Rh + 0.5% Fe
- konstantan - Cu60/Ni40
- manganin - Cu84/Mn12/Ni4
- pod 100 K mají téměř konstantní součinitel odporu
- závislé na mag. poli

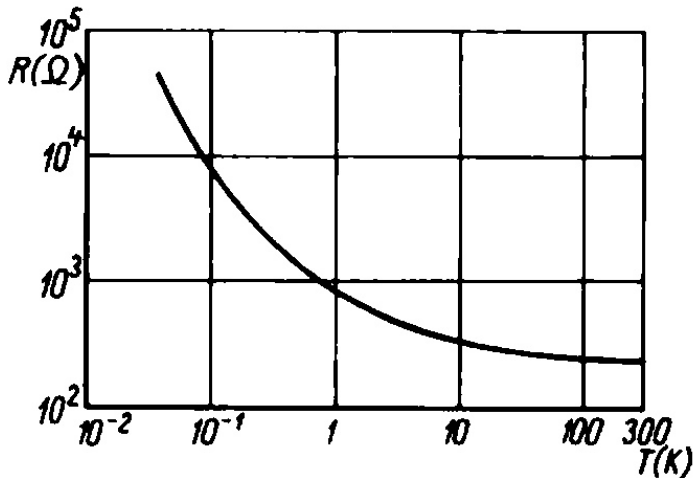
# Uhlíkové teploměry

- uhlíkový odpor
- problém s ohřevem a mechanickým namáháním
- reprodukovatelnost - formátovat, různé šarže - různé vlastnosti
- malá závislost na mag.poli  $B = 10 \text{ T}$  asi 9%
- pro rozsah 2-20 K s chybou asi 0.5 %:

$$\log R + \frac{C}{\log R} = A + \frac{B}{T}$$



# Uhlíkové teploměry

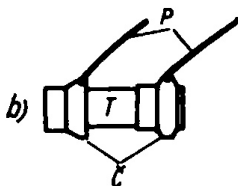
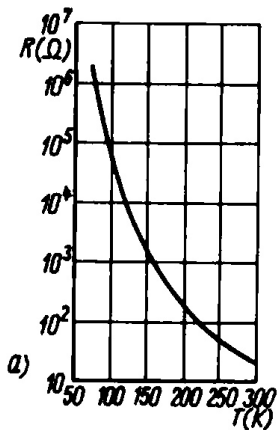


# Termistory

- kysličník niklu a manganu
- velký součinitel odporu
- slabá závislost na mag.poli
- reprodukovatelnost - formátování pro stabilitu 0.1%
  - 50 cyklů z 293 na 77 K
  - 7 dnů při pok.teplotě
  - 50 cyklů z 293 na 77 K
  - 14 dnů skladovat

$$R = R_0 \exp \left[ -K \left( \frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right) \right]$$

# Termistory



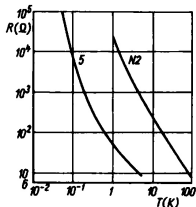
Obr. 42. a) Teplotní závislost odporu čs. termistoru TH 120/22-20, b) celkové uspořádání termistoru TH 120/22-20 ( $T$  vlastní termistor,  $\check{C}$  koncové kontaktující kovové čepičky,  $P$  přívody)

# Germaniové teploměry - GRT

- Ge + příměs As, Ga, Sb, Bi
- rozsah od 50 mK do 100 K - dva snímače
- přesnost až 0.5 mK
- dobrá stabilita
- sekundární standart

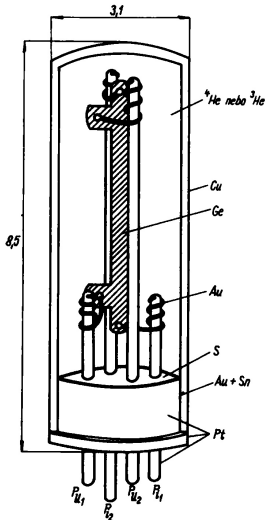
$$\log R = \sum_{n=0}^m A_n (\log T)^n, m \sim 13$$

# Germaniové teploměry



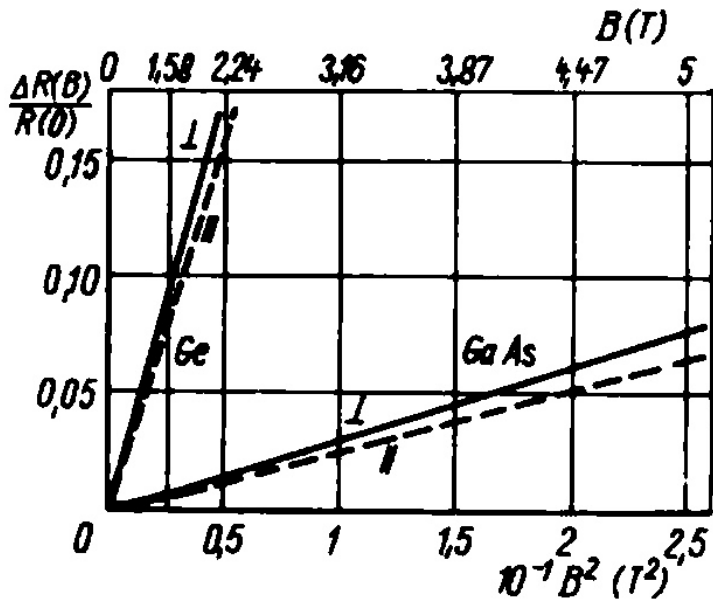
Obr. 44. Závislosti  $R(T)$  dvou typů Ge snímačů (5 a N2)  
Scientific Instruments [98]

Obr. 45. Schéma uspořádání čtyřelektrodového Ge snímače Cryocal použitelného jako sekundární termometrický standard [99] (Ge germanium,  $P_i$  proudové přívody,  $P_n$  napěťové přívody, Au zlaté drátkové pružné přívody, Pt platina, Cu zlaté měděné pouzdro plněné plynem He, Au + Sn pájka s bodem tání 280 °C, S sklo)



# Galiumarsenidové teploměry

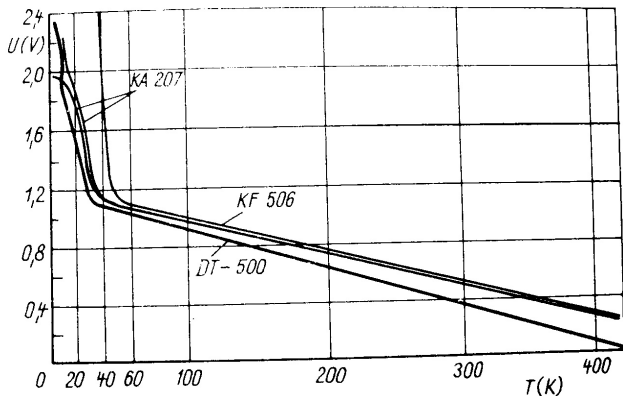
- GaAs monokrystal
- dopovaný Cu, nebo Zn
- slabá závislost na mag. poli
- dobrá dlouhodobá stabilita
- použitelné do 300 K



# Teploměr s PN přechodem

- Si diody, tranzistory
- napětí na PN přechodu
- $B = 5 \text{ T}$ , chyba  $2.4 \text{ K}$
- měří do  $400 \text{ K}$
- dobrá reprodukovatelnost pro běžné měření





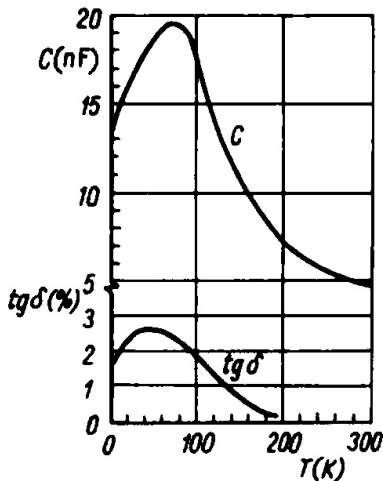
Obr. 50. Teplotní závislost spádu napětí na Si diodě DT-500 při proudu  $10 \mu\text{A}$  v propustném směru [123], na dvou čs. Si diodách KA 207 a na čs. Si tranzistoru KF 506 (báze-emitor) při proudu  $50 \mu\text{A}$  (diody) a  $150 \mu\text{A}$  (tranzistor) v propustném směru [124]

# Kapacitní teploměry

- dielektrikum  $\text{SrTiO}_3$
- nezávislé na mag. poli
- nepoužitelné v rozsahu 60-70 K
- měří až do 10 mK

$$T = \sum_{n=0}^4 A_n C^n$$

# Kapacitní teploměry

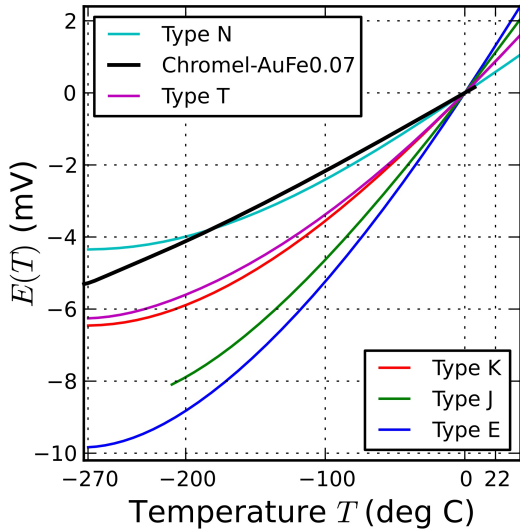


Obr. 51. Teplotní závislost elektrické kapacity  $C$  a tangenty ztrátového úhlu  $\text{tg } \delta$  (měřeno 7,5 mV při 5 kHz) sklokeramického  $\text{SrTiO}_3$  kondenzátoru [130]

# Termočlánky

- malé rozměry
- citlivost zpravidla klesá s teplotou
- referenční teplota - blízko měřené teplotě
- vliv složení, mech. deformace, různé tavby 10% rozdíl
- spojování
- K - NiCr-NiAl
- J - Fe-CuNi
- T - Cu-CuNi
- Chromel Ni90Cu10 - Au+Fe0.03

# Termočlánky



# Akustická termometrie

- měření rychlosti zvuku
- většinou He + akustický rezonátor
- typicky rozsah 2 - 20 K
- USA v roce 1965 - kalibrace Ge teploměrů

$$v^2 = \kappa \frac{RT}{M}; \kappa = \frac{C_p}{C_v}$$

# Krystalový teploměr

- závislost rezonanční frekvence křemenného výbrusu na teplotě
- rozsah  $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$  až  $250\text{ }^{\circ}\text{C}$
- př. základní frekvence  $28.2\text{ MHz}$ , citlivost  $1\text{ kHz/K}$
- přesnost až  $0.05\text{ }^{\circ}\text{C}$

$$f = f_0(1 + \alpha\Delta T)$$

12

# Optické vláknové senzory teploty

- vlákno 400  $\mu\text{m}$
- amplitudová modulace
- fázová
- polarizační
- rozložení vlnové délky - posun absorpční čáry
- Fabryho-Perotův rezonátor
- $-272\text{ }^{\circ}\text{C}$  až  $250\text{ }^{\circ}\text{C}$
- chyba měření asi  $0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$  až  $0.8\text{ }^{\circ}\text{C}$

13



# Infračervené teploměry

- pyrometry - detekce infračerveného záření
- rozsah  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$  až  $10000\text{ }^{\circ}\text{C}$
- $0.4\text{ }\mu\text{m}$  až  $25\text{ }\mu\text{m}$
- emisivita

14

# Měření velmi nízkých teplot

## primární

- šumové
- tlak tání pevného  ${}^3\text{He}$
- osmotický tlak mezi  ${}^4\text{He}$  a  ${}^3\text{He} + {}^4\text{He}$
- polarizační jev
- anizotropie  $\gamma$  záření

## sekundární

- tenze par  ${}^3\text{He}$
- odporové teploměry
- magnetická susceptibilita paramagnetických látek
- statická jaderná susceptibilita
- spektra jaderné magnetické rezonance

# Šumové teploměry

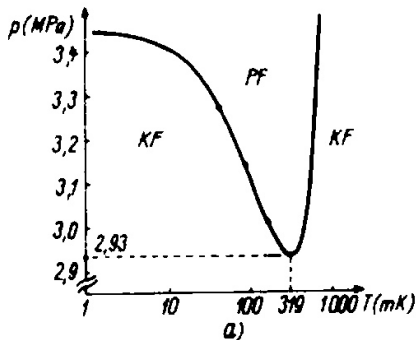
- Johnsonův šum - bílý šum
- oblast  $mK$  a  $\mu K$
- napětí řádu  $10^{-10} V$
- supravodivý detektor magnetického toku Squid (napětí až  $10^{-15} V$ )

$$\overline{U^2} = 4kTR\Delta f$$

R - odpor,  $\Delta f$  šířka kmitočtového pásma

# Tlak tání pevného $^3\text{He}$

- rozsah 319 mK - 2.5 mK
- tlak tání se mění od 2.9 do 3.4 MPa



# Osmotický tlak mezi ${}^4\text{He}$ a ${}^3\text{He} + {}^4\text{He}$

- porézní materiál odděluje supratekuté  ${}^4\text{He}$  a 0.1%  ${}^3\text{He} + {}^4\text{He}$
- vznikne rozdíl tlaků - závisí teplotě
- rozsah 10 - 700 mK prakticky lineární
- diferenciální manometr, nezávislý na mag. poli

# Polarizační jev v Mossbauerově spektroskopii

- primární teploměr
- radioaktivní materiál
- obsazení hladin je závislé na teplotě
- ohřev vzorku

# Anizotropie $\gamma$ záření

- 2 - 20 mK
- radioaktivní materiál -  $^{54}\text{Mn}$  a  $^{60}\text{Co}$
- obsazení hladin je závislé na teplotě
- ohřev vzorku

# Magnetické teploměry

- závislost magnetické susceptibility na teplotě pro paramagnetické látky
- dusičnan ceritohořečnatý , dusičnan ceritolantanohořečnatý
- Squid
- teploty i pod 1 mK

$$\chi = \frac{C}{T}$$



# Statická jaderná susceptibilita

- Cu 99.9999 %
- Squid
- $\mu\text{K}$  oblast

# Jaderné magnetické rezonance NMR

- dynamická susceptibilita nepřímo úměrná teplotě
- vzorek v mag.poli  $10^{-2}$  T
- kolmo působí vf mag. pole
- pulzní provoz
- Cu, Pt, Al
- $\mu$ K oblast