

# 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

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

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

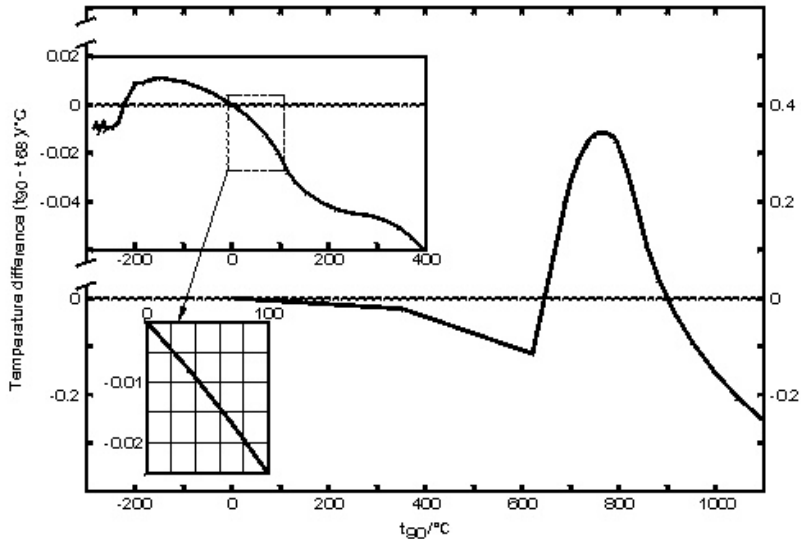
$Q_1$  - teplo odevzdané

$Q_2$  - 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<sub>2</sub>, 58 mK/10 cm pro N<sub>2</sub>)



Rozdíl mezi stupnicemi ITS90 a IPTS68 v závislosti na teplotě.

[www.ITS-90.com](http://www.ITS-90.com)

# 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

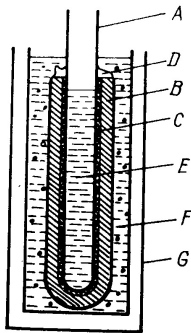
v rozsahu 0,65 - 5 K, definice pomocí tenze par  $^3\text{He}$  a  $^4\text{He}$

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

koeficienty  $A_x, B, C$  jsou přesně tabelované



# Realizace trojného bodu 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  $273,16 \text{ K} \pm 0,2 \text{ mK}$

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,  
čistota 5N znamená čistotu 99,999 %

# Plynový teploměr

princip - měření tlaku

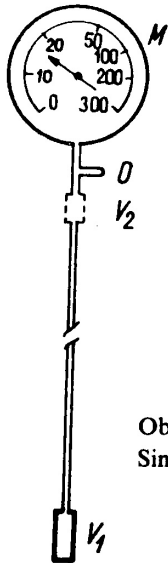
plyn He (ideální plyn), tlak plynu vždy nižší než tenze par pro danou teplotu, referenční tlak a teplota  $T_0$  ,  $p_0$

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

za předpokladu  $V_2 \ll V_1$

rozsah měřených teplot 1 – 300 K

mag.pole nemá vliv



Obr. 36. Jednoduchý  
Simonův plynový teploměr

# Korekce

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

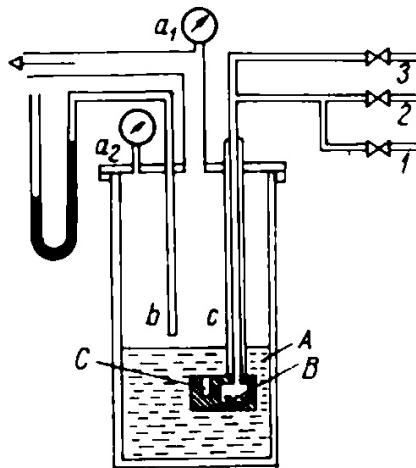
$$T = \frac{P}{\frac{P_0}{T_0} + \frac{P_0 - P}{T_p} \frac{V_2}{V_1}}$$

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
- citlivost až  $10^{-4}$  K

# Parní teploměr



J.Jelínek, Z. Málek: Kryogenní technika, SNTL, Praha, 1982

# Parní teploměr

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

- 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 %,  
pro 100 K ,  $100 \Omega \Rightarrow 100 \mu\text{A}$ ,  
pro 1 K ,  $100 \Omega \Rightarrow 1 \mu\text{A}$ ,

# 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  $\text{LN}_2$
- 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 **Pb** : 9 – 300 K,

**In** : 3,5 – 300 K, přesnost 0,1 K

# Slitinové teploměry

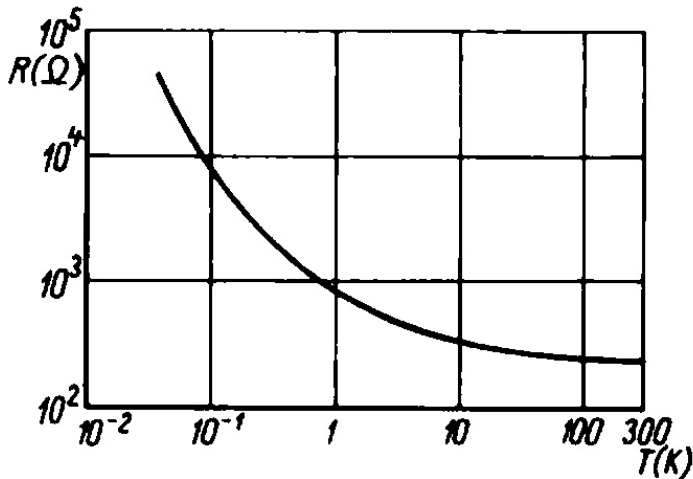
- Rh + 0,5% Fe, slabá závislost na mag. poli
- konstantan - Cu60/Ni40
- manganin - Cu84/Mn12/Ni4
  - pod 100 K mají téměř konstantní součinitel odporu
  - závislé na mag. poli

# 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



J.Jelínek, Z. Málek: Kryogenní technika, SNTL, Praha, 1982

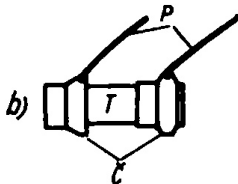
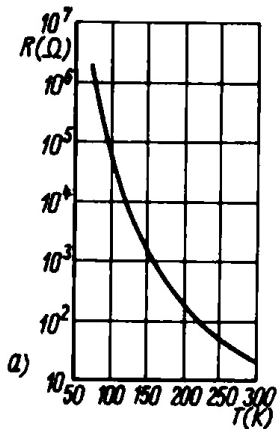


# Termistory

- kysličník niklu a manganu
- velký součinitel odporu
- slabá závislost na mag.poli
- 4 – 300 K
- 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, *Č* koncové kontaktující kovové čepičky, *P* přívody)

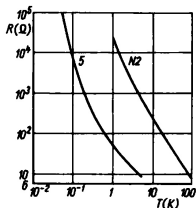
J.Jelínek, Z. Málek: Kryogenní technika, SNTL, Praha, 1982

# 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
- silná závislost na mag. poli

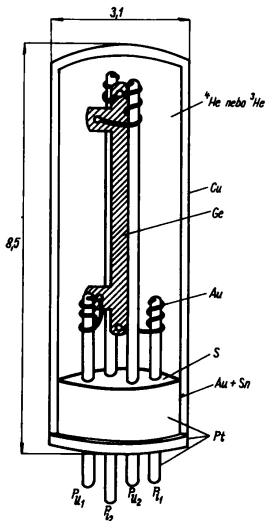
$$\log R = \sum_{n=0}^m A_n (\log T)^n, m \sim 13$$

# Germaniové teploměry



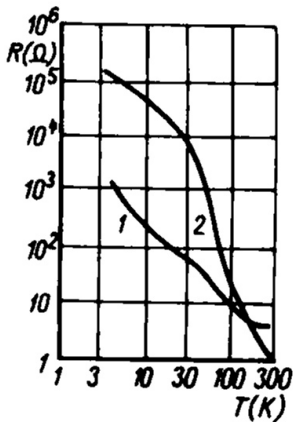
Obr. 44. Závislosti  $R(T)$  dvou typů Ge snímačů (5 a N2)  
Scientific Instruments [98]

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* zlacené měděné pouzdro plněné plyným He, *Au + Sn* pájka s bodem tání 280 °C, *S* sklo)



# Galiumarsenidové teploměry

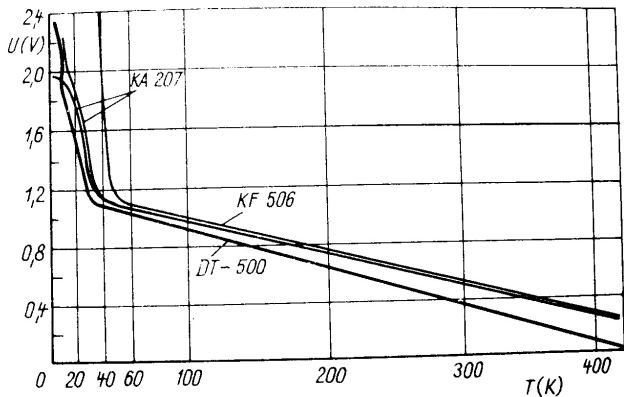
- GaAs monokrystal
- dopován Cu, Mn, nebo Zn
- slabá závislost na mag. poli
- dobrá dlouhodobá stabilita
- použitelné do 300 K



Obr. 46. Závislost  $R(T)$   
odporového snimače GaAs  
dopovaného zinkem (1)  
a manganem (2) [111, 112]

# Teploměr s PN přechodem

- Si diody, tranzistory
- napětí na PN přechodu
- $B = 5 \text{ T}$ ; chyba 2,4 K
- měří do 400 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]

J.Jelínek, Z. Málek: Kryogenní technika, SNTL, Praha, 1982

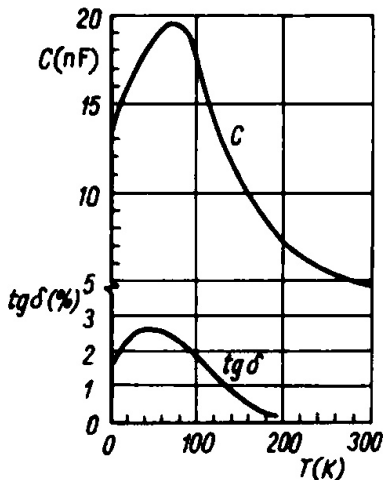


# Kapacitní teploměry

- 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

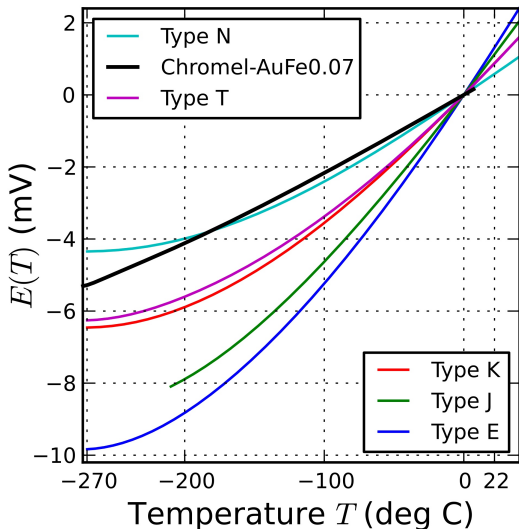


Obr. 51. Teplotní závislost elektrické kapacity  $C$  a tangenty ztrátového úhlu  $tg \delta$  (měřeno 7,5 mV při 5 kHz) sklokeramického  $SrTiO_3$  kondenzátoru [130]

# 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+Fe0,07

# Termočlánky



# Akustická termometrie

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

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

# 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  $0,05\text{ }^{\circ}\text{C}$

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

M.Kreidl: Měření teploty, BEN , Praha 2005

# Optické vláknové senzory teploty

- vlákno  $\sim 400 \mu\text{m}$
- amplitudová modulace
- fázová
- polarizační
- rozložení vlnové délky - posun absorpční čáry
- Fabry-Perotův rezonátor
- $-272 \text{ }^\circ\text{C}$  až  $250 \text{ }^\circ\text{C}$
- chyba měření asi  $0,2 \text{ }^\circ\text{C}$  až  $0,8 \text{ }^\circ\text{C}$

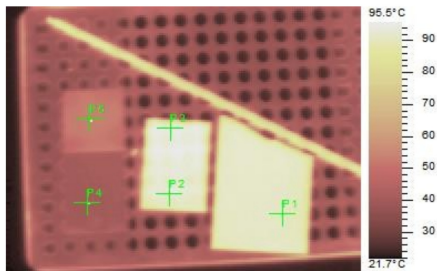
M.Kreidl: Měření teploty, BEN , Praha 2005

# 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

M.Kreidl: Měření teploty, BEN , Praha 2005





Bod	$\epsilon$	teplota	$\epsilon = 1$	materiál
P1	0,73	103,0 °C	90,8 °C	korund
P2	0,77	102,8 °C	93,2 °C	sklo
P3	0,79	103,0 °C	94,9 °C	sklo pískované
P4	0,07	100,0 °C	40,4 °C	Al leštěný
P5	0,21	101,9 °C	53,2 °C	Al leštěný, pískovaný

# 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

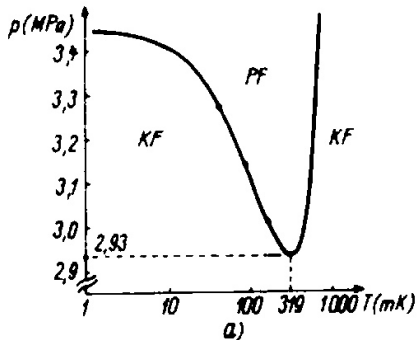
- Johnsonův šum - bílý šum
- oblast  $mK$  a  $\mu K$
- napětí řádu  $10^{-10}$  V
- supravodivý detektor magnetického toku SQUID (napětí až  $10^{-15}$  V )

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

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



J.Jelínek, Z. Málek: Kryogenní technika, SNTL, Praha, 1982

# 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 - pro měření mag. pole
- $\mu\text{K}$  oblast

# Jaderné magnetické rezonance NMR

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