

Краткая неофициальная версия программы учебной дисциплины

Название дисциплины	Научно-исследовательский семинар: методы измерений
Где проводится	Базовая кафедра ФТНТ, ИФП им. П.Л.Капицы РАН
Автор программы	Завьялов В.В., к.ф.-м.н., ст.научн.сотр. ИФП РАН,
Курс	3-й курс бакалавриата (осень)
Модули	1, 2-й модули
Объем курса	131.6 уч. часов
Элементы контроля	Контроль работы в процессе занятий, устный экзамен

Аннотация дисциплины

Курс «Методы измерений» посвящен практическому знакомству с физическими и техническими основами низкотемпературного эксперимента и получению опыта работы с жидким гелием. Характерная особенность Практикума, – персональное рабочее место и интерактивный режим обучения студента.

Данный курс является подготовительным к последующему (3 и 4 модули) курсу «Практикум по физике низких температур».

Содержание

1	Программа дисциплины	2
1.1	Техника низкотемпературного эксперимента [1, 5].	2
	Оборудование для работы с гелием.	
	Основные методы работы с гелием.	
	Свойства жидкого гелия ^4He .	
	Теплопроводность твердых тел и газов.	
	Измерение температуры.	
1.2	Низкотемпературный Практикум в ИФП им. П.Л.Капицы, РАН.	2
	Техника безопасности и правила работы в Практикуме.	
	Оборудование стандартного рабочего места.	
	Программное обеспечение.	
	Приборные интерфейсы и компьютерное управление приборами.	
	Компьютеризация эксперимента с помощью LabView.	
	Особенности сборки измерительных цепей.	
1.3	Практическая термометрия в диапазоне 1.4–300 К.	3
	Наладка и калибровка газового термометра.	
	Определение температуры по давлению насыщенных паров ^4He .	
	Приготовление и калибровка резистивного RuO_2 -термометра.	
2	Элементы контроля и правила оценивания	4
3	Примеры заданий.	5
4	Рекомендованная литература и ссылки	7

1 Программа дисциплины

1.1 Техника низкотемпературного эксперимента [1, 5].

Оборудование для работы с гелием.

Транспортные дьюары. Криостаты со стеклянными («гелиевым» и «азотным») дьюарами и металлические. Уровнемеры. Измерительные криовставки. Сифоны для переливания гелия. Сифоны для автоподлива азота. Магистраль для сбора испаряемого гелия («гелиевая сеть»).

Методы работы с гелием.

Предохлаждение криостата жидким азотом. Заливка гелия. Измерение высоты уровня. Расчет тепловых потоков в криостате и их минимизация. Предотвращение термоакустических колебаний. Понижение температуры путем откачки паров гелия.

Свойства жидкого гелия ^4He .

PT -диаграмма. Двухжидкостная модель: He I и He II. Сверхтекучая пленка и ее роль при откачке паров гелия. Энтальпия и теплота испарения. Термоакустические колебания. Теплопроводность гелия. Сравнение свойств гелия и азота (теплосодержание и теплота испарения), используемых в качестве хладагентов.

Теплопроводность твердых тел и газов.

Расчет тепловых потоков и важность учета теплового расширения конструкционных материалов в криостате¹. Зависимость теплопроводности газа от давления и температуры. Уравнение состояния неидеальных газов

Измерение температуры. Первичные и вторичные термометры. Устройство, калибровка и погрешности газового термометра. Определение температуры по давлению насыщенных паров гелия. Резистивные термометры и их калибровка.

1.2 Низкотемпературный Практикум в ИФП им. П.Л.Капицы, РАН.



¹ Величину температурного коэфф. линейного расширения $\alpha=(l_{293K}-l_T)/l_{293K}$ материалов можно найти в [1] fig.92 и в [2].

Инструктаж по технике безопасности (при работе с электрооборудованием, стеклом, криожидкостями, химрактивами и при пайке) и правила работы в Практикуме

Оборудование стандартного рабочего места Практикума: ² _____

- криостат с «гелиевым» (внутр.Ø60 мм) и «азотным» (внеш.Ø95 мм) стеклянными дьюарами;
- криовставка Ø20 мм с камерой газового термометра и ячейкой для образцов;
- компьютер с GPIB, USB, RS232 и Ethernet интерфейсами;
- газовые коммуникации (форвакуумная откачка [5л/сек], откачка паров гелия [20л/сек], линия для сбора испаряемого гелия);
- абсолютные мембранные датчики давления (Baratron 626AX13 или МИДА-ДА13);
- многоканальные мультиметры (Keithley-2000 SCAN или Siglent-3056X-SC);
- функциональные генераторы (Agilent-3322A или Juntek PSG9080);

Программное обеспечение. _____

- ОС Linux: структура файловых директорий (папок); текстовые и графические интерфейсы; терминал (текстовая консоль); некоторые полезные терминальные программы (в том числе консольный файловый менеджер mc).
- **LabView-2016** – среда графического программирования для работы с приборами.
- **Gnuplot** – программа и скриптовый язык для построения графиков.
- **Л^AT_EX** – система для написания научных текстов [4].
- **Geany** – среда разработки для программистов (нужен для работы с Gnuplot и Л^AT_EX).

Приборные интерфейсы и компьютерное управление приборами. _____

- Основные характеристики интерфейсов: GPIB, USB, USB-serial, RS232, Ethernet.
- SCPI стандарт команд управления приборами.
- Основные команды управления для приборов на вашем рабочем месте.

Компьютеризация эксперимента с помощью LabView. _____

Создание программ для управления приборами и записи полученных данных.³

Особенности сборки измерительных цепей. _____

- Двухпроводная и четырех проводная схемы подключения образца.
- Гальваническая развязка и заземление. Коэффициент подавления синфазного сигнала (Common-mode rejection ratio) дифференциального усилителя.
- Использование витой пары, коаксиального и триаксного кабелей.
- Источники тока/напряжения/э.д.с., – особенности их использования при измерении вольт-амперных характеристик неомического образца.
- Монтаж образцов (изготовление контактов, выбор и пайка тоководов).

1.3 Практическая термометрия в диапазоне 1.4-300 К.

Наладка и калибровка газового термометра.

- Вывод формулы термометра и ее программирование в Gnuplot'е и Labview.
- Проверка герметичности, заполнение гелием, контроль функционирования (см.далее).
- Калибровка термометра по результатам двух измерений: при комнатной температуре и при 4.2 К после заливки жидкого гелия в криостат.

²Кроме этого в лаборатории имеется различное дополнительное оборудование, предоставляемое для подготовки и проведения нестандартных экспериментальных задач и исследовательских работ.

³Имеет смысл использовать LabView в минимальном объеме (для наглядного управления приборами, записи данных в текстовый файл и контроля за ходом измерений), не углубляясь в избыточную массу его ресурсов по анализу, обработке, преобразованию и представлению данных, так как эти функции проще и надежнее выполнять с помощью других специализированных программ. Получив представление о приборных интерфейсах и о том, как передавать через них управляющие команды на приборы и принимать от них результаты измерений, студенты впоследствии смогут обойтись и без LabView, составив простую, не претендующую на всеохват и универсальность программу, написанную на любом освоенном ими языке программирования.

Определение температуры по давлению насыщенных паров ^4He .

Международная температурная шкала ITS-90[3] и ее применение для вычисления температуры T жидкого гелия по давлению P_{SVF} его насыщенных паров в виде подпрограмм, которые предлагается написать для Gnuplot'a, и для LabView.

Приготовление и калибровка резистивного RuO_2 -термометра.

- Подготовка (см. далее), калибровка по газовому термометру (см. далее) и калибровка по давлению насыщенных паров гелия (см. далее).
- Нахождение аппроксимирующей формулы $T(R_{\text{RuO}_2})$ калибровки RuO_2 -термометра (физическая модель – прыжковая проводимость. см.в [?]).
- Выяснение того, как при $T < 4.2$ К результаты для газового термометра согласуются с расчетами по давлению насыщенных паров гелия, используя RuO_2 -термометр для измерения температуры.

2 Элементы контроля и правила оценивания

На каждом занятии в обязательном порядке нужно делать записи в информационном текстовом файле `info.txt`⁴, в котором, как минимум, должна быть отражена дневная активность, — что и с каким результатом делалось, что и почему не получилось и что планируется на следующий раз. Это позволяет преподавателю не только вести учет и контроль текущего состояния дел, но и помогает в организации необходимого содействия, ремонтных работ, заказе гелия, и т.д.

Так как основным методом освоения учебного материала является работа в лаборатории в режиме интерактивного обучения, то для положительной оценки необходимо присутствие и активная работа (контроль по `info.txt`) на всех занятиях. Отличная оценка присуждается на основании финального отчета по калибровке газового и RuO_2 -термометров (см. раздел 3). Отчет представляется в виде полного пакета файлов (включая коды Gnuplot'a, с помощью которых строились графики), помещенного в домашней директории (`~/Report2022/`) локальной сети Практикума. Формальные требования к отчету следующие:

- Отчет оформляется в LaTeX'e. Все рисунки и таблицы следует снабжать подписями с кратким изложением тех результатов, которые они иллюстрируют. В подписи допускаются повторы (выдержки) из текста отчета или отсылки к нему. В идеале одни только рисунки и подписи к ним уже должны давать определенное представление о работе и ее результатах. Для построения графиков и аппроксимации данных используйте Gnuplot.

Для работы с L^AT_EX'ом и Gnuplot'ом рекомендуется использовать редактор Geany. Весь этот софт является свободным и многоплатформенным, – тем не менее, чтобы не тратить время дома, рекомендуется пользоваться им в лаборатории Практикума, где вы сразу же можете получить необходимую помощь и разъяснения.

- Отчет состоит из:
 - * Титульного листа;
 - * введения, содержащего формулировку задачи;
 - * теоретической части;
 - * описания установки со схемами установки, собранных измерительных цепей, сканов написанных вами диаграмм Labview⁵;
 - * описание хода эксперимента с пояснением характера временных графиков измеряемых величин;
 - * анализа и обсуждения результатов измерений;
 - * заключения;
 - * списка литературы.

Следует начать написание отчета и получать консультацию по нему не откладывая. Это существенно экономит время, которого особенно не хватает во время сессии, и улучшит оцениваемое качество работы.

⁴При залогинивании на компьютере Практикума, в домашней папке пользователя автоматически создается дневная рабочая директория `~/Desktop/lab"NN"/"user"/"ymmdd"/`, а в ней — заготовка файла: `info.txt`. Этот файл можно заполнять в файл-менеджере `mc`, включив режим редактирования клавишей `F4` и выбрав кодировку клавиатуры (рус/англ) клавишей `Tab`.

⁵Диаграммы LabView следует предварительно «причесать» (распутать клубки, убрать лишние колена проводников, выровнять ряды однородных иконок), чтобы они стали достаточно компактны для скриншота.

3 Примеры заданий.

Инициализация файла данных. Пользуясь методичкой «О записи результатов измерений в файл данных», составить подпрограмму LabView для автоматического создания файла для последующей форматированной записи в него измеряемых данных. Файл должен иметь уникальное название (время его создания в формате «yymmdd/ННММ».dat) и содержать заголовок с датой, временем и названием вызывающей эту подпрограмму основной программы.

Работа с многоканальным мультиметром (мультиметр, LabView).

Освоить работу с мультиметром в ручном и программном режимах.

Работа с генератором как источником э.д.с. (генератор, LabView).

Освоить работу с функциональным генератором в ручном и программном режимах.

Вольт-амперка диода.

Собрать цепь из последовательно включенных источника э.д.с., диода и эталонного резистора. Написать программу (LabView) и провести измерения нелинейной зависимости $I(V)$ диода, где V - напряжение на резисторе, а I - ток, определяемый по напряжению на эталонном резисторе. Программа должна создать текстовый файл с данными измерений, используя который надо построить график $I(V)$, провести аппроксимацию (Gnuplot), попробовать сравнить с теорией.

Работа с датчиком давления.

Составить программу (LabView) для записи в файл временной зависимости давления $P(t)$, измеряемого мембранным датчиком. Измерить $P(t)$ как при откачке криостата форвакуумным насосом, так и после прекращения откачки для измерения скорости натекания (проверка герметичности). Используя Gnuplot построить графики и найти аппроксимирующие формулы этих зависимостей. Определить полученную скорость откачки и сравнить ее с паспортной характеристикой форвакуумного насоса НВР-5Д (5 л/сек). В дальнейшем эта программа пригодится при поиске течей в как в самом криостате, так и в газовом термометре.

Наладка газового термометра.

Проверить на герметичность газовый термометр (желательно, на предыдущем занятии его собрать, откачать и оставить на неделю). Удостоверившись в герметичности (менее 50 Торр натекания за неделю), заполнить объем газового термометра испаряющимся из транспортного гелиевого дьюара чистым гелием, после чего не забыть перекрыть вентиль, соединяющий объем газового термометра с подкапачным пространством установки. Нагревая измерительный объем термометра рукой и наблюдая при этом увеличение давления в верхнем объеме удостовериться, что капилляр, соединяющий верхний и нижний объемы термометра, не засорен.

Зависимость $T(P)$ для давления насыщенных паров ^4He .

Пользуясь методичкой «Подпрограммы для для вычисления температуры жидкого гелия T по давлению P его насыщенных паров» написать эти подпрограммы для LabView и Gnuplot'a.

Подготовка к калибровке RuO_2 -термометра.

Нарисовать и собрать измерительную схему. Приклеить RuO_2 резистор (15 кОм) на стенку камеры газового термометра (тут есть тонкости), подпаяв к нему витые пары измерительных и токовых проводов. Учítывая, что выходное напряжение функциональных генераторов зависит от нагрузки, ток в измерительной цепи приходится измерять отдельно, – по напряжению на последовательно включенном эталонном резисторе. (Вопрос, –как выбрать номинал эталонного резистора?) Собранныю схему следует проверить в ручном режиме.

Написать программу (LabView) для записи 5-колоной таблицы данных с заголовком:

```
# t,s   ems,V   I,A   U,V   Uman,V
```

(пробелы после запятых не ставить! Ибо пробелы мы используем в качестве разделителя колонок). Здесь

- t,s – время в секундах (рекомендуемый формат данных %08.3f),
- ems,V – э.д.с. генератора в режиме DC на нагрузку ∞ Ом (формат %+8.2f),
- IR_0,V – напряжение на эталонном резисторе R_0 (формат %+8.6e),
- U,V – напряжение на RuO_2 -резисторе (формат %+8.6e),
- Uman,V – сигнал с датчика давления (формат %8.3f)

Программа должна иметь два режима работы и соответственно создавать два файла данных:

- измерение при фиксированной величине э.д.с. генератора;
- измерения вольт-амперок для контроля возможного перегрева резистора током.

Вместо этой одной программы можно создать две специализированные и запускать их поочередно. Для того, чтобы не терять хронологии, время измерения нужно будет отсчитывать не от начала работы программы, как это мы обычно делаем, а относительно общего репера, например, от начала суток.

Калибровка RuO₂-термометра по газовому термометру.

Удостовериться в герметичности установки. Проверить, что давление гелия в газовом термометре осталось прежним (или слегка уменьшилось из-за диффузии) за время с прошлого занятия. Использовать это давление и температуру в качестве 1-й калибровочной точки термометра. Запустить программу измерений в режиме с фиксированной величиной э.д.с. генератора (не забывая сейчас и впоследствии измерять вольт-амперки в характерных температурных точках: комнатная, азотная, гелиевая выше и гелиевая ниже λ -точки) температурах). Провести предохлаждение криостата, залив жидкий азот в азотный дьюар. Залить гелий и дожидаться установления температурного равновесия, чтобы снять показания для 2-й калибровочной точки.

Для проверки работоспособности газового термометра при $T < 4.2$ К нужно продолжить понижение температуры путем откачки паров гелия. После достижения минимальной температуры можно перекрыть краны откачки и отвода испаренного гелия и продолжить измерения при изохорном отогреве криостата до атмосферного давления⁶ и, не зевая, открыть криостат на гелиевую сеть и продолжить измерения при отогреве до комнатной температуры.

Обратите внимание, что при отогреве в изохорном режиме временные кривые температур для всех трех методов (газ. термометр, давление насыщ. паров, рутениевый датчик) могут иметь излом при проходе через λ -точку. Попробуйте объяснить эту особенность.

Для ускорения отогрева азотный дьюар криостата можно снять. По окончании работы надо испарить весь гелий, а после отогрева (до исчезновения инея) снять гелиевый дьюар и убрать его в шкаф. Если оставить дьюар под гелием, то диффузия гелия сквозь стекло, очень существенная при комнатной температуре, выведет дьюар из строя за пару дней! 😞

Калибровка RuO₂-термометра по давлению насыщенных паров (1.5-4.2 К).

Последовательность действий такая же, как и в предыдущем (см. выше) случае, только давление теперь будем измерять не в закрытом объеме газового термометра, а в самом криостате, для чего вентиль от датчика давления к гелиевому дьюару должен быть открыт и оставлен в этом положении до конца отогрева криостата. Не следует забывать по окончании работы испарить гелий и откачать гелиевый дьюар!

Обработка экспериментальных данных по калибровке RuO₂-термометра.

Обработать результаты, построить графики (Gnuplot) и подобрать аппроксимирующую формулу калибровки RuO₂-термометра. Для оценки точности аппроксимации следует построить график температурной зависимости относительного отклонения измеренных и формульных данных. По виду измеренных вольт-амперных характеристик указать допустимую величину измерительного тока через термометр.

Построить графики температур, определенных по газовому термометру и по давлению насыщенных паров гелия, в зависимости от температуры, определенной по RuO₂. Объяснить особенности на этих графиках, в особенности момент возможной конденсации гелия в газовом термометре.

Выяснить, до какой температуры ниже 4.2 К результаты для газового термометра согласуются с расчетами по давлению насыщенных паров гелия. Проверить, что если в объеме газового термометра произошла конденсация гелия (появилась жидкая фаза), то для него вместо формулы газового термометра будет работать расчет по давлению насыщенных паров гелия.

⁶Скорость увеличения давления гелия в изохорном режиме при подходе к атмосферному давлению сильно возрастает, и, если не открыть вовремя кран гелиевой сети, стеклянный дьюар будет сорван с капли избыточным давлением. 😞

4 Рекомендованная литература и ссылки

Тексты доступны в локальной сети Практикума.

Основной список

- [1] А. Роуз-Инс «Техника низкотемпературного эксперимента», Мир 1966.
- [2] Сводка данных по интегральному тепловому расширению материалов и их теплопроводности. ([html-ссылка](#)).
- [3] Н. Preston-Thoma «*The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)*», Metrologia, 1990, 27(1), 3-10. J. Fang, A.E. Dementyev,
- [4] С.М. Львовский, «Набор и вёрстка в системе LATEX». ([pdf-файл](#)).

Дополнительный список

- [5] S.W. Van Sciver, «*Helium Cryogenics*», 2-d edition, Springer 2012.
- [6] Ф. Побелл «*Вещества и методы при низких температурах*», изд-во ФТИНТ 1997.