

**Краткая неофициальная версия программы учебной дисциплины**

Название дисциплины	Методы измерений.
Где проводится	Базовая кафедра «Физики и техники низких температур». Москва, ул.Косыгина 2, ИФП им. П.Л.Капицы РАН.
Автор программы	Завьялов В.В., к.ф.-м.н., ст.научн.сотр. ИФП им. П.Л.Капицы РАН.
Курс	3-й курс бакалавриата (осень); 1, 2 модули. Физфак ВШЭ.
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 жидкими хладагентами, – азотом и гелием. Модули 1 и 2 данного курса являются подготовительным к весеннему (3 и 4 модули) курсу «Практикум по физике низких температур».

Занятия проходят в учебном Практикуме в ИФП им. П.Л.Капицы, РАН. Здесь каждый студент налаживает свою экспериментальную установку, учится компьютерному управлению приборами, готовит и монтирует исследуемые образцы, осваивает заливку жидкого гелия, проводит измерения, обрабатывает и анализирует результаты.

Характерная особенность Практикума, – персональное рабочее место и интерактивный режим обучения, что позволяет сильным студентам быстрее пройти этап выполнения простых учебных заданий чтобы затем подготовить, выполнить, проанализировать и изложить в виде научного отчета индивидуальный низкотемпературный эксперимент, сложность и успешность которого будет зависеть от уровня приобретенных навыков.

В результате студенты получают представление о специфике работы экспериментатора и смогут определить свою склонность к этому роду деятельности. В этом данный курс отличается от обычных вузовских лабораторных работ, которые призваны быть иллюстрацией к изучаемому на лекциях материалу и проводятся на полностью готовых и отлаженных установках, исключая участие студента в их отладке.



**Оборудование стандартного рабочего места в Практикуме.**

- 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 операционной системой Linux, оснащенный GPIB, USB, RS232 и Ethernet интерфейсами;
- газовые коммуникации (форвакуумная откачка [5л/сек], откачка паров гелия [20л/сек], линия для сбора испаряемого гелия);
- мембранный датчик абсолютного давления (варианты: Baratron 626AX13, МИДА-ДА13, МИДА-МА70) для измерения температуры по давлению насыщенных паров гелия;
- мембранный датчик абсолютного давления (варианты: Baratron 626AX13, МИДА-ДА13, МИДА-МА70) для измерения температуры с помощью газового термометра;
- многоканальный мультиметр (варианты: Keithley-2000 SCAN, Siglent-3056X-SC, Rigol-M300);
- функциональный генератор (варианты: Agilent-3322A, Juntek PSG9080);
- общедоступное вспомогательное оборудование (источники питания, осциллографы, тестеры, течеискатели, паяльное оборудование, инструменты и проч.)

Кроме этого в лаборатории имеется профессиональное измерительное оборудование для подготовки и проведения исследовательских работ.

**Содержание**

<b>1</b>	<b>Программа дисциплины</b>	<b>2</b>
1.1	Техника безопасности и правила работы в Практикуме.	2
1.2	Особенности работы с компьютером в Практикуме.	2
1.3	Приборные интерфейсы и компьютерное управление приборами.	2
1.4	Компьютеризация эксперимента с помощью <sup>™</sup> LabView.	3
1.5	Особенности сборки измерительных цепей.	3
1.6	Техника низкотемпературного эксперимента [1, 5].	3
	Оборудование в Практикуме для работы с гелием.	
	Техника работы с гелием.	
	Свойства жидкого гелия <sup>4</sup> He.	
	Теплопроводность твердых тел и газов.	
	Измерение температуры.	
1.7	Практическая термометрия в диапазоне 1.4–300 К.	3
	Наладка и калибровка газового термометра.	
	Определение температуры по давлению насыщенных паров <sup>4</sup> He.	
	Приготовление и калибровка резистивного RuO <sub>2</sub> -термометра.	
<b>2</b>	<b>Элементы контроля и правила оценивания</b>	<b>4</b>
<b>3</b>	<b>Примеры заданий.</b>	<b>5</b>
<b>4</b>	<b>Рекомендованная литература и ссылки</b>	<b>7</b>

**1 Программа дисциплины****1.1 Техника безопасности и правила работы в Практикуме.**

Инструктаж по технике безопасности при работе с электрооборудованием, стеклом, криожидкостями, химрактивами и при пайке.

## 1.2 Особенности работы с компьютером в Практикуме.

- Файловая система ОС Linux, типы файлов<sup>1</sup>. права доступа к файлам.
- Терминальный (текстовый)<sup>2</sup> и графический интерфейсы; Командная строка.
- Терминальный файловый менеджер — `mc`.
- Терминальная программа и скриптовый язык для построения графиков — `Gnuplot`.
- Среда для написания научных текстов — [4]`LATEX`.
- Графический редактор для программистов (используем для работы с `Gnuplot` и `LATEX`) — `Geany`.
- Среда графического программирования для работы с приборами — `LabView-2016`.

## 1.3 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.

## 1.4 Компьютеризация эксперимента с помощью `LabView`.

Ознакомление с основными конструкциями языка, написание простых программ для управления находящимися в составе установки измерительными приборами и записи результатов измерений в файлы данных. Для быстрого введения в курс дела, студентам предлагается написать и отладить несколько полезных программ по скриншоту их диаграммных панелей, используя примеры и пояснения, вызываемые на графическом интерфейсе `LabView`.<sup>3</sup>

## 1.5 Особенности сборки измерительных цепей.

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

## 1.6 Техника низкотемпературного эксперимента [1, 5].

### Оборудование в Практикуме для работы с гелием.

Транспортные дьюары. Криостаты со стеклянными («гелиевым» и «азотным») дьюарами и металлическими. Уровнемеры. Измерительные криовставки. Сифоны для переливания гелия. Форвакуумные насосы и насосы для откачки паров гелия. Магистраль для сбора испаряемого гелия («гелиевая сеть»).

### Техника работы с гелием.

Использование транспортного дьюара и измерение высоты уровня гелия в нем. Предохлаждение криостата жидким азотом. Заливка гелия. Предотвращение термоакустических колебаний. Понижение температуры путем откачки паров гелия.

<sup>1</sup> Вначале список файлов именовался по-английски Directory, а на русский язык это переводилось как каталог или директория. С появлением Windows внезапно это получило английское название folder – «папка».

<sup>2</sup> Основные команды и горячие клавиши терминала Линукс см., например, [здесь](#).

<sup>3</sup> Имеет 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.

**Свойства жидкого гелия  $^4\text{He}$ .**

*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 хладоагентов.

**Теплопроводность твердых тел и газов.**

Оценка тепловых потоков в криостате и их минимизация. Важность учета теплового расширения конструкционных материалов в криостате<sup>4</sup>. Зависимость теплопроводности газа от давления и температуры. Уравнение состояния 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.

**1.7 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.
- Возникновение конденсационного режима и его использование для калибровки датчика давления.

**Определение температуры по давлению насыщенных паров  $^4\text{He}$ .**

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

**Приготовление и калибровка резистивного  $\text{RuO}_2$ -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  $\text{RuO}_2$ -термометра (физическая модель – прыжковая проводимость. см.в [7]).
- Выяснение того, как при  $T < 4.2$  К результаты для газового термометра согласуются с расчетами по давлению насыщенных паров гелия, используя откалиброванный перед этим  $\text{RuO}_2$ -термометр как датчик температуры.

**2 Элементы контроля и правила оценивания**

На каждом занятии в обязательном порядке нужно делать записи в информационном текстовом файле info.txt<sup>5</sup>, 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  $\text{RuO}_2$ -термометров (см. раздел 3). Отчет представляется в виде полного пакета (Latex файлов и файлов с кодами Gnuplot'а, с помощью которых строились графики), помещенного в домашней директории (~ / Report /) локальной сети Практикума. Формальные требования к отчету следующие:

<sup>4</sup> Величину коэфф. линейного расширения  $\alpha = (l_{293\text{K}} - l_T) / l_{293\text{K}}$  материалов можно найти в [1] fig.92 и в[2].

<sup>5</sup> При залогинивании на компьютере Практикума, в домашней папке пользователя автоматически создается дневная рабочая директория ~/Desktop/lab"NN"/"user"/"yymmdd"/, 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.

- 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  $\text{\LaTeX}$ '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 Практикуме, 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 Labview<sup>6</sup>;
  - \* 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.

### 3 Примеры заданий.

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

#### **Работа с многоканальным мультиметром.**

Освоить работу с мультиметром в ручном и программном режимах.

#### **Работа с генератором как источником э.д.с.**

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 (при комнатной, азотной и гелиевой температурах) нелинейной зависимости  $I(V)$  диода, где  $V$  – напряжение на резисторе, а  $I$  – ток, определяемый по напряжению на последовательно включенном 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 вашей установки). 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.

<sup>6</sup> Диаграммы LabView следует предварительно «причесать» (распутать клубки, убрать лишние колена проводников, выровнять ряды однородных иконок), чтобы они стали достаточно компактны для скриншота.

**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 криостата. 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  $^4\text{He}$ .**

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  $\text{RuO}_2$ -термометра.**

Нарисовать и собрать измерительную схему. Приклеить  $\text{RuO}_2$  резистор (15 кОм) на стенку камеры газового термометра (тут есть тонкости), подпаяв к нему витые пары измерительных и токовых проводов. Учитывая, 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?) Собранный схему следует проверить в ручном режиме.

Написать программу (LabView) для записи 6-колонной таблицы данных с заголовком:

`t,s ems,V I,A U,V Ugt,V Uкар,V`<sup>7</sup>, где

- `t,s` – время в секундах (рекомендуемый формат данных %08.3f),
- `ems,V` – э.д.с. генератора в режиме DC на нагрузку  $\infty$  Ом (формат %+8.2f),
- `IR_0,V` – напряжение на эталонном резисторе  $R_0$  (формат %+8.6e),
- `U,V` – напряжение на  $\text{RuO}_2$ -резисторе (формат %+8.6e),
- `Ugt,V` – сигнал с датчика давления в газовом термометре (формат %8.3f),
- `Uкар,V` – сигнал с датчика давления в криостате (формат %8.3f)

Программа должна иметь два режима работы:

- длительное (в течение всего эксперимента) с минимальным значением измерительного тока на образце;
- измерения вольт-амперок в отдельных температурных точках 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  $\text{RuO}_2$ -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  $\lambda$ -точки) температурах). Провести предохлаждение криостата, залив жидкий азот в азотный дьюар. Залить гелий и, после установления температурного равновесия, 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 давления и, не зевая, открыть криостат на гелиевую сеть и продолжить измерения при отогреве до комнатной температуры.



Скорость 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 капки избыточным давлением.

<sup>7</sup>Пробелы после запятых не ставить! Ибо пробелы мы используем в качестве разделителя колонок.

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

☹ Для ускорения отопрева азотный дьюар криостата можно снять. По окончании работы надо испарить весь гелий, а после отопрева (до исчезновения иния) снять гелиевый дьюар. Если оставить дьюар под гелием, то диффузия гелия сквозь стекло, очень существенная при комнатной температуре, за неделю выведет дьюар из строя!

#### **Калибровка RuO<sub>2</sub>-термометра по давлению насыщенных паров (1.5-4.2 К).**

Очевидно, что это имеет смысл только когда в криостате есть жидкий гелий. Для калибровки используем показания датчика, измеряющего давление под капкой. Дополнительно к этому можно использовать и показания датчика газового термометра, когда последний переходит в конденсационный режим.

#### **Обработка экспериментальных данных по калибровке RuO<sub>2</sub>-термометра.**

Обработать результаты, построить графики (Gnuplot) и подобрать аппроксимирующую формулу калибровки RuO<sub>2</sub>-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 откалиброванному RuO<sub>2</sub> термометру. Объяснить особенности на этих графиках, в особенности момент возможной конденсации гелия в газовом термометре и при проходе через  $\lambda$ -точку гелия.

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.

## **4 Рекомендованная литература и ссылки<sup>8</sup>**

### **Основной список**

- [1] А. Роуз-Инс «Техника низкотемпературного эксперимента», Мир 1966.
- [2] Данные по интегральному тепловому расширению и теплопроводности материалов. ([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.
- [7] В.Ф. Гантмахер «Электроны в неупорядоченных средах», 2013 г., ([pdf-файл](#))

<sup>8</sup>Тексты доступны в локальной сети Практикума.