

我国温度计量标准的研究进展

凌善康 李瑞生 王梓林 张国权

李湜然 赵 瑛 李汗漠

(中国计量科学研究院)

一、引言

在我国温度计量领域中,研究工作首先着眼于建立国际实用温标,也就是1968年国际实用温标(IPTS-68),这是统一我国温度量值的基础^[1]。在这方面中国计量科学研究院已复现全部十三个定义固定点,从金的凝固点(1064.43℃)到平衡氢的三相点(13.81K),并研制了IPTS-68所规定的各种标准器。

二、辐射法测温

辐射测温学在工业和科学研究中占有重要的地位。按照IPTS-68的定义规定,1064.43℃以上的温度由普朗克公式得到。

$$\frac{L_{\lambda}(T_{68})}{L_{\lambda}(T_{Au})} = \frac{\exp(C_2/\lambda T_{Au}) - 1}{\exp(C_2/\lambda T_{68}) - 1}, \quad (1)$$

式中 $L_{\lambda}(T_{68})$, $L_{\lambda}(T_{Au})$ 是波长为 λ ,温度为 T_{68} 和 T_{Au} 时黑体的光谱辐射亮度; λ 是波长(实际上是有效波长,用 λ_e 代替); C_2 是第二辐射常数,等于0.014388米·度; T_{Au} 是金凝固温度1337.58 K。

我院与哈尔滨工业大学协作最近研制的基准光电比较仪是专为复现1064.43—2000℃温区的IPTS-68用的^[2-4]。仪器的灵敏度,在金凝固点时为0.03℃。将两路光的亮度与第三路的相比较,可将温标由1064.43℃上延到2000℃或下延到800℃。延伸公式为

$$\frac{1}{T_{Au}} - \frac{1}{T_{68}} = \frac{\lambda_e}{C_2} \ln \frac{L_{\lambda}(T_{68})}{L_{\lambda}(T_{Au})}. \quad (2)$$

延伸的温标保存于中国制的圆柱型钨带灯和英国通用电器公司(GEC)制的高稳定度钨带灯上。

复现金凝固点的总的不确定度为 $\pm 0.07^\circ\text{C}$ 。复现温标的不确定度:对真空灯,在1064.43—1400℃温区为 $\pm(0.1-0.28^\circ\text{C})$;对充气灯,在1400—2000℃温区为 $\pm(0.33-1.2^\circ\text{C})$ 。有效波长的测定不确定度为 $\pm 0.2 \text{ nm}$ 。

德国技术物理所(PTB)与中国计量科学研究院(NIM)用两个灯(C_{654} , Z_{248})进行比较时,金点的符合程度为0.10—0.20℃。将英国国家物理所(NPL)1981年分度的 C_{682} 灯(充气钨带灯)数据与我院结果比较,2000℃时其符合程度在2℃之内。

我院与云南仪表厂合作研制的一种精密光电高温计,可作为次级标准供钨带灯分度用,准备代替标准目测光学高温计。它是一种内光源高温计。仪器的灵敏度在1064℃时优于0.15℃。

全辐射高温温度计在工业中得到了广泛的应用。已建立的分度设备中包括一台黑体炉和一台光学高温计,其总不确定度在2000℃时为 $\pm 9^\circ\text{C}$ 。

三、热电偶测温

中国计量科学研究院已建立了三种类型的

表1 中国计量科学研究院与国际计量局 (BIPM) 铂 10% 铱/铂热电偶数据对比

热电偶序号	62-6			74-03		
	NIM (mV)	BIPM (mV)	差值 (μV)	NIM (mV)	BIPM (mV)	差值 (μV)
金凝固点 (1064.43°C)	10.3284	10.3279	0.5	10.3333	10.3337	-0.4
银凝固点 (961.93°C)	9.1440	9.1437	0.3	9.1479	9.1479	0
铟凝固点	5.5488	5.5487	0.1	5.5514	5.5537	-2.3

标准热电偶: 铂 10% 铱/铂, 铂 13% 铱/铂和铂 30% 铱/铂 6% 铱。铂 10% 铱/铂热电偶中铂极纯度达到 α 系数为 3.925×10^{-3} , 而铂铱合金极中铱的含量为 $(9.99 \pm 0.01)\%$ 。

在 630.74—1064.43°C 温区中, 铂 10% 铱/铂热电偶的准确度为 $\pm 0.2\text{K}$ 。

1979 年我院将两支热电偶 (No. 62-6, No. 74-03) 送国际计量局 (BIPM) 进行对比分度, 其结果与我院数据在 $0.1\text{—}0.2^\circ\text{C}$ 之内相符合, 见表 1。

用这种热电偶除建立国家基准之外, 还建立了工作基准和一、二等标准。为了节约贵重金属, 工作基准在铜、铟、铟三点进行定点分度。其中铜点已用国家基准热电偶进行了修正。工作基准热电偶的准确度为 $\pm 0.4^\circ\text{C}$ 。

在全国各大区计量部门建立了热电偶测温的工作基准, 各省市计量部门建立了一、二等标准, 形成了全国统一的传递系统网。

中国计量科学研究院和金属材料研究单位以及生产厂协作, 做了大量的研究与试验, 证明我国生产的丝材完全符合国际电工委员会 (IEC) 推荐分度表的允差要求。因此, 从 1982 年开始热电偶丝材都按 IEC 推荐分度表的要求进行生产和使用。

铂 30% 铱/铂 6% 铱热电偶的标准于 1974 年建立。该热电偶在黑体空腔中用光学高温计进行分度, 并与铂、铱熔丝分度进行了对比, 在铱点 (1554°C) 两者相差 0.3°C , 在铂点 (1769°C) 两者相差 1°C 。该热电偶的分度误差为 $0.2\text{—}0.3\%$, 在 1600°C 时为 4.8% 。

铂 13% 铱/铂热电偶的标准于 1980 年建立。该热电偶在铜、铟、铟点进行了定点分度, 在铟点进行了熔丝分度, 并与英国约翰逊·麦

瑟·麦瑟 (JMM) 公司的符合 IEC 一级允差要求的热电偶进行了比较, 与 IEC 推荐分度表的差值见表 2, 符合程度很好。

表2 铂 13% 铱/铂热电偶电势值与 IEC 分度表电势值比较

温度 $^\circ\text{C}$	中国 (mV)	IEC (mV)	差值 (μV)
300	2.396	2.400	-4
400	3.407	3.407	0
500	4.469	4.471	-2
600	5.581	5.582	-1
700	6.742	6.741	1
800	7.950	7.949	1
900	9.204	9.203	1
1000	10.503	10.503	0
1100	11.846	11.846	0

四、标准高温铂电阻温度计

自 1927 年第一次采用国际温标以来, 在 630—1064°C 范围内, 国际实用温标一直是按照铂 10% 铱/铂热电偶的热电势来定义的。但是热电偶的准确度最佳只能达到 $\pm 0.2^\circ\text{C}$ 。可以预料, 在未来的国际实用温标中, 稳定的高温铂电阻温度计将会取代热电偶作为 630—1064°C 范围的内插仪器。

二十多年来, 人们在研制高温铂电阻温度计方面做了大量工作, 积累了很多的经验^[5-7]。1978 年我国参加了国际温度咨询委员会 (CCT) 的活动后, 工作进度加快了。现在我们已经研制了五批八十支温度计。大多数温度计在 0°C 时的电阻 R_0 约为 0.25Ω 。带缺口的片状骨架由高纯人造石英或蓝宝石制造。直径 0.4mm 的高纯铂丝借助于专制的衬垫绕在骨架上, 形成单层、双螺旋式无感结构。这种结构能使铂

表3 温度计的主要性能和试验情况

温度计编号 No.	骨架材料	R_0 (Ω)	α ($\times 10^{-3}$)	自然效应 mK/10 mA	在高温下合计停留时间 (h)		在上限温度退火每百小时 R_0 的平均变化 mK/100h
					631°C以上	在1070°C或1100°C	
77226	蓝宝石	0.253848	3.9272	1.1	409	350	1.5
78300	蓝宝石	0.256738	3.9247	1.0	289	250	1.1
79436	蓝宝石	0.253083	3.9269	1.3	860	706	0.9
79486	石英	0.255683	3.9269	1.5	529	450	1.1
79506	石英	0.257347	3.9261	0.9	1154	952	1.5
80136	石英	0.247167	3.9274	0.9	580	500	0.3
80176	石英	0.249876	3.9274	0.9	406	350	0.8
80179	石英	0.243495	3.9272	0.9	406	350	0.9

表4 高温铂电阻温度计在 1100°C 稳定性试验过程中 R_0 的变化情况

温度计编号	79515	80001	80176	80179
累计小时数				
100	—	0.2449137	0.2498729	0.2434937
150	0.2229539	0.2449131	0.2498743	0.2434942
200	0.2229535	0.2449146	0.2498750	0.2434952
250	0.2229523	0.2449134	0.2498758	0.2434957
300	0.2229531	0.2449116	0.2498756	0.2434960
350	0.2229527	0.2449124	0.2498755	0.2434953

丝中的应力减少到最低限度。试验结果列在表3中。在上限温度退火,每100小时 R_0 的平均变化约为 1mK。

在 1064°C 淬火至室温(在 650°C 补充退火半小时), R_0 的变化一般不超过 ± 1 mK。石英骨架温度计在 961°C 时的绝缘泄漏电阻为 160 M Ω , 1000°C 时为 50M Ω , 1064°C 时为 27M Ω 。人造蓝宝石骨架温度计在 961°C 时的绝缘泄漏电阻为 270M Ω , 1000°C 时为 110M Ω , 1064°C 时为 40 M Ω 。

为了判断温度计制造的合格率,我们已完成 33 支温度计的稳定性试验。73% 的温度计(24 支)在上限温度退火(1070—1100°C),每 100 小时 R_0 的变化不超过 0.2 mK, 88% 的温度计(29 支)不超过 2.5 mK, 试验结果列在表 4 中。

在国际计量局(BIPM)和英国国家物理研究所(NPL)对我院与云南仪表厂协作制造的温度计进行初步测定表明,温度计的特性相当

稳定,目前进一步的国际性试验正在进行中。

五、低温测量

IPTS-68 低温部分(低于 0°C)是以六个可复现的平衡态(定义固定点)为基础的。作为 13.81—273.15 K 范围内 IPTS-68 的内插仪器-铂套管式铂电阻温度计需要在这些固定点上分度,并利用特定的公式得到 T_{90} 值。因此,复现固定点是建立温标的关键环节。低温温区的六个定义固定点中沸点就占四个,这对复现温标的精度提高影响很大,因为沸点要求高精度的压强测量仪器,从而使实验工作复杂化。因此,作为固定点,用三相点温度远比沸点为优越。

我们知道,一个单元系在三相(α, β, γ)共存时,其平衡条件为^[8,9]

$$\mu_\alpha = \mu_\beta = \mu_\gamma,$$

其中 μ 为各相的化学势。上面三个方程将交于一点,从而给出单一的三相点温度和压强的数

值。然而,对于一种实际的低温液体,融化温度下降可按范托夫 (Van't Hoff) 公式表示。

$$T = T_0 - N_2 F^{-1} / A,$$

式中 T_0 为纯物质的融化温度, T 为融化过程中的平衡温度, N_2 为杂质的克分子百分比, F 为融化分数, A 为融化点降低常数, 它等于 L / RT_0^2 , 其中 L 为纯物质的潜热, R 为气体常数。

当 $F^{-1} = 0$ 时, $T = T_0$, 因此将 $F^{-1} - R$ 的融化曲线外推到 $F^{-1} = 0$ 时的铂电阻温度计的电阻值, 就是真实的三相点温度时的电阻值。

在三相点容器中, 密封式三相点容器具有特殊的优点, 它不需要测量饱和蒸汽压, 可以使复现精度大大提高。它便于携带并可直接进行国际对比, 使用方便。

从 1979 年开始, 我院已研制成功氩和氧的密封三相点容器。用热分析法实现三相点的测量, 实验结果画出温度作为样品融化百分比 F 的函数。用密封氩三相点容器所作的复现实验结果如表 5 所示。融化曲线如图 1 所示。

表 5 用密封氩三相点容器复现的氩三相点的结果

序号	日期	温度计电阻值 (Ω)
1	1981年9月1日	5.381948
2	1981年9月2日	5.381942
3	1981年9月3日	5.381946
4	1981年10月26日	5.381944
5	1981年10月27日	5.381942
6	1981年10月28日	5.381943

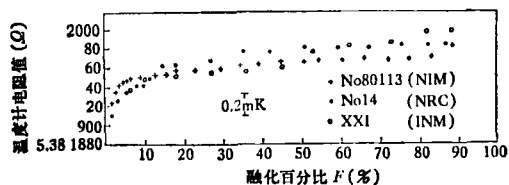


图 1

氩三相点复现性达 0.03mK, 综合不确定度为 0.4 mK, 我们的密封氩三相点容器已同加拿大国家研究院 (NRC) 和法国计量所 (INM) 的容器的复现结果相比较, 其结果见表 6。

表 6 氩三相点国际比较的结果

实验室	容器编号	$R_{At}(\Omega)$	与No.80113 差值 (mK)
NRC	No. 14	5.381956	+0.1
INM	No.001	5.381914	+0.3
NIM	No. 80113	5.381944	

用含有 3.1 ppm 氮杂质的钢瓶氧充入氧密封容器中复现氧三相点, 从图 2 可见, 得到很好的温坪, 融化温度的变化范围小于 0.1 mK, 同 INM 的差值小于 0.2 mK。

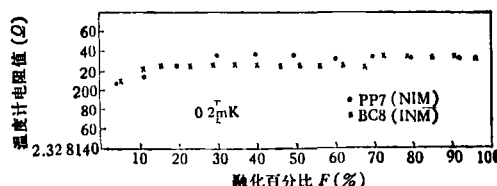


图 2

为了实现和保存 IPTS-68, 我院与云南仪表厂, 中国科学院新疆物理研究所等单位合作研制了铂套管式低温铂电阻温度计、铱铁温度计和锗电阻温度计。低温铂电阻的 R_0 稳定性优于 ± 2 mK/年, 纯度用 α 表示可达 3.925×10^{-3} 以上。铱铁温度计, 作为 30K 以下的标准, 其相对灵敏度在 4.2 K 和 20 K 分别大于 $6 \times 10^{-2}/K$ 和 $1.3 \times 10^{-2}/K$ 。经多次从室温到液氮温度的热循环之后, 4.2 K 下的稳定性优于 ± 0.3 mK。

由中国科学院新疆物理研究所提供的锗温度计的性能已经我院考察过, 实验结果表明, 电阻与温度的曲线比较光滑, 可用于 1 K 到 100 K 范围内的温度测量。曾利用六支温度计来检验从 4.2 K 到 273.16 K 的热循环性能, 并测量了循环后电阻的变化, 在 4.2 K, 用 Blake-more 法可以得到优于 0.5 mK 的稳定性。

高精度压强测量所用的超声气压计已在我院研制成功。压强测量的不确定度为 20μ mmHg, 而测量范围可高达 800 mmHg, 可用于声学测温技术和蒸气压测温技术。

参 考 文 献

- [1] 凌善康、戴乐山, 计量学报, 2-2(1981), 117—124.
[2] 赵 琪、邓锡祥、孙丁文, 计量学报, 2-2(1981), 81—88.
[3] Zhao Qi, IMEKO Conference, TC-12, (1981).
[4] T. Quinn, Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry Vol. 4, Part 1, (1972).
[5] J. P. Evans and G. W. Burns, Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry Vol. 3, Part 1, (1962), 313.
[6] D. J. Curris and G. J. Thomas, *Metrologia*, 4 (1968), 184.
[7] 李计谟、张锦德、苏金荣、陈德民、张少努, 计量学报, 2 (1981), 243—251.
[8] 王竹溪, 热力学, 高等教育出版社, (1962) 第二版, 167.
[9] J. Ancsin, *Metrologia*, 6 (1970), 53—56.

磁约束等离子体中杂质产生的机理

洪 明 苑

(中国科学院物理研究所)

一、引 言

磁约束等离子体中少量杂质的存在会引起强烈的辐射能量损失^[1], 从而影响等离子体的能量平衡, 也影响等离子体的电流分布、温度分布、以及稳定性和比压值, 甚至影响未来聚变堆的点燃条件和堆的增益。因此杂质的研究是核聚变等离子体物理的重要领域。从1976年至今, 国际上已经召开了五次核聚变装置中等离子体与表面相互作用的国际会议, 对杂质的产生、杂质在等离子体中的作用、杂质的控制进行了广泛的研究。本文将着重从等离子体与器壁表面相互作用方面对杂质产生的机理作综合分析。包括热解吸, 离子、电子、中性粒子和光子的诱导解吸, 化学反应, 热蒸发、溅射、电弧、起泡等过程对于杂质产生的影响。

磁约束等离子体的基本成分是氢及其同位素氘和氚, 其他成分均定义为杂质。按原子量、来源及其作用一般划分为轻杂质和重杂质。轻杂质或称低 Z 杂质, 如氮、碳、氮、氧、硅等。重杂质也称高 Z 杂质, 如铁、镍、铜、钼、钨等。下面分别叙述轻杂质和重杂质产生的机理。

二、轻杂质产生的机理

轻杂质主要来自器壁表面吸附的原子和分

子, 这些被吸附的物质可以通过热解吸、粒子轰击或化学反应等使其释放出来^[2]。

1. 热解吸

一般说来, 表面的吸附可以分为物理吸附和化学吸附。物理吸附来自范德瓦耳斯力, 具有低的结合能(≤ 0.5 eV)。化学吸附属于较高结合能(约几个 eV)的化学结合。弱结合的物质可以通过烘烤、增加原子或分子的动能, 使其从器壁表面释放出来, 这就是热解吸。解吸速率取决于烘烤温度。如结合能 1 eV, 当烘烤温度为 600 K 时, 表面吸附排空时间远小于 1 秒。而温度为 300 K 时, 这个时间需要 10 小时以上。随着表面温度升高解吸速率也增大, 达到最大值之后, 由于表面吸附物质浓度下降而减小。当表面加热到几百度高温时, 表面杂质浓度会因扩散出来或溶解于基体中而发生改变。

在磁约束等离子体中, 如果整个器壁表面覆盖着单层量级的吸附气体, 让这些气体全部释放出来并进入等离子体, 将会对等离子体产生严重的影响。假定杂质在表面均匀分布, 其等效杂质密度为 $2c/a_w$ 数量级。 c 为表面杂质密度, a_w 为真空室半径。在 $a_w = 25$ cm, $c = 5 \times 10^{14}$ cm⁻² 情况下, 等离子体中杂质密度将达 4×10^{13} cm⁻³。这种杂质完全释放的现象, 只当放电表面温度很高时才能发生。实际上, 托卡马克装置运转时, 不锈钢器壁升温是小的, 热解吸作用也是很小的。然而当等离子体