

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

1 Программа дисциплины	2
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 [™] 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 ⁴ 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 ⁴ He.	
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 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 файлов¹. права доступа к файлам.
- Терминальный (текстовый)² и графический интерфейсы; Командная строка.
- Терминальный файловый менеджер — **mc**.
- Терминальная программа и скриптовый язык для построения графиков — **Gnuplot**.
- Среда для написания научных текстов — **[4]L^AT_EX**.
- Графический редактор для программистов (используем для работы с Gnuplot и L^AT_EX) — **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.³

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.

¹Вначале 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».

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

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.

Свойства жидкого гелия ^4He .

РТ-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 криостате⁴. 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 ^4He .

Международная температурная шкала ITS-90[3] и ее применение для вычисления температуры T жидкого гелия по давлению P_{SV} 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 [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 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.txt⁵, 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 (Latex файлов и файлов с кодами Gnuplot'a, с помощью которых строились графики), помещенного в домашней директории (~ / Report /) локальной сети Практикума. Формальные требования к отчету следующие:

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

⁵При 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 Labview⁶;
 - * 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 сэкономит 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.

⁶ 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 ^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. 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?) Собранную схему следует проверить в ручном режиме.

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

`t,s    ems,V    I,A    U,V    Ugt,V    Ukap,V`⁷, где

- `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),
- `Ugt,V` – сигнал с датчика давления в газовом термометре (формат %8.3f),
- `Ukap,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 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 λ -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 отопгреве криостата до атмосферного давления и, не зевая, открыть криостат на гелиевую сеть и продолжить измерения при отопгреве 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 капли избыточным давлением.

⁷Пробелы 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 λ -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_2 -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_2 -термометра.

Обработать результаты, построить графики (Gnuplot) и подобрать аппроксимирующую формулу калибровки RuO_2 -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_2 термометру. Объяснить особенности на этих графиках, в особенности момент возможной конденсации гелия в газовом термометре и при проходе через λ -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 ссылки⁸

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](#))

⁸Тексты доступны в локальной сети Практикума.