

COMITÉ CONSULTATIF DE THERMOMÉTRIE

SESSION DE 1964

COMITÉ INTERNATIONAL DES POIDS ET MESURES

COMITÉ CONSULTATIF
DE THERMOMÉTRIE

7^e SESSION — 1964
(24-25 septembre)



PARIS
GAUTHIER-VILLARS

ÉDITEUR DU BUREAU INTERNATIONAL DES POIDS ET MESURES
55, Quai des Grands-Augustins.

AVERTISSEMENT HISTORIQUE

Le Bureau International des Poids et Mesures a été créé par la *Convention du Mètre* signée à Paris le 20 mai 1875 par dix-sept États, lors de la dernière séance de la Conférence Diplomatique du Mètre. Cette Convention a été modifiée en 1921.

Le Bureau International a son siège près de Paris, dans le domaine du Pavillon de Breteuil (Parc de Saint-Cloud) mis à sa disposition par le Gouvernement français; son entretien est assuré à frais communs par les États membres de la Convention du Mètre ⁽¹⁾.

Le Bureau International a pour mission d'assurer l'unification mondiale des mesures physiques; il est chargé :

- d'établir les étalons fondamentaux et les échelles des principales grandeurs physiques et de conserver les prototypes internationaux;
- d'effectuer la comparaison des étalons nationaux et internationaux;
- d'assurer la coordination des techniques de mesure correspondantes;
- d'effectuer et de coordonner les déterminations relatives aux constantes physiques fondamentales.

Le Bureau International fonctionne sous la surveillance exclusive d'un *Comité International des Poids et Mesures*, placé lui-même sous l'autorité d'une *Conférence Générale des Poids et Mesures*.

La Conférence Générale est formée des délégués de tous les États membres de la Convention du Mètre et se réunit au moins une fois tous les six ans. Elle reçoit à chacune de ses sessions le Rapport du Comité International sur les travaux accomplis, et a pour mission :

- de discuter et de provoquer les mesures nécessaires pour assurer la propagation et le perfectionnement du *Système Métrique*;
- de sanctionner les résultats des nouvelles déterminations métrologiques fondamentales et les diverses résolutions scientifiques de portée internationale;
- d'adopter les décisions importantes concernant l'organisation et le développement du Bureau International.

Le Comité International est composé de dix-huit membres appartenant à des États différents; il se réunit au moins une fois tous les deux ans. Le bureau de ce Comité adresse aux Gouvernements des États membres de la Convention du Mètre, un *Rapport Annuel* sur la situation administrative et financière du Bureau International.

Limitées à l'origine aux mesures de longueur et de masse et aux études métrologiques en relation avec ces grandeurs, les activités du Bureau International ont été étendues aux étalons de mesure électriques (1927), photométriques (1937) et des radiations ionisantes (1960). Dans ce but, un agrandissement des premiers laboratoires construits en 1876-1878 a eu lieu en 1929 et deux nouveaux bâtiments ont été construits en 1963-1964 pour les laboratoires de la Section des radiations ionisantes.

⁽¹⁾ Au 31 décembre 1964, quarante États sont membres de cette Convention : Afrique du Sud, Allemagne, Amérique (É.-U. d'), Argentine (Rép.), Australie, Autriche, Belgique, Brésil, Bulgarie, Canada, Chili, Corée, Danemark, Dominicaine (Rép.), Espagne, Finlande, France, Hongrie, Inde, Indonésie, Irlande, Italie, Japon, Mexique, Norvège, Pays-Bas, Pologne, Portugal, République Arabe Unie, Roumanie, Royaume-Uni, Suède, Suisse, Tchécoslovaquie, Thaïlande, Turquie, U.R.S.S., Uruguay, Vénézuéla, Yougoslavie.

Devant l'extension des tâches confiées au Bureau International, le Comité International a institué depuis 1927, sous le nom de *Comités Consultatifs*, des organes destinés à le renseigner sur les questions qu'il soumet, pour avis, à leur examen. Ces Comités Consultatifs sont chargés de coordonner les travaux internationaux effectués dans leurs domaines respectifs et de proposer des recommandations concernant les modifications à apporter aux définitions et aux valeurs des unités, en vue des décisions que le Comité International est amené à prendre directement ou à soumettre à la sanction de la Conférence Générale pour assurer l'unification mondiale des unités de mesure.

Les Comités Consultatifs ont un règlement commun (*Procès-Verbaux C. I. P. M.*, 31, 1963, p. 97). Chaque Comité Consultatif, dont la présidence est généralement confiée à un membre du Comité International, est composé d'un délégué des grands Laboratoires de métrologie et des Instituts spécialisés dont la liste est établie par le Comité International, ainsi que de membres individuels désignés également par le Comité International. Ces Comités tiennent leurs sessions à des intervalles irréguliers; ils sont actuellement au nombre de sept :

1. Le *Comité Consultatif d'Électricité*, créé en 1927.
2. Le *Comité Consultatif de Photométrie*, créé en 1933 (de 1930 à 1933 le Comité précédent s'est occupé des questions de photométrie).
3. Le *Comité Consultatif de Thermométrie*, créé en 1937.
4. Le *Comité Consultatif pour la Définition du Mètre*, créé en 1952.
5. Le *Comité Consultatif pour la Définition de la Seconde*, créé en 1956.
6. Le *Comité Consultatif pour les Étalons de Mesure des Radiations Ionisantes*, créé en 1958.
7. Le *Comité Consultatif des Unités*, créé en 1964.

Les travaux de la Conférence Générale, du Comité International, des Comités Consultatifs et du Bureau International sont publiés par les soins de ce dernier dans les collections suivantes :

- *Comptes Rendus des séances de la Conférence Générale des Poids et Mesures* ;
- *Procès-Verbaux des séances du Comité International des Poids et Mesures* ;
- *Sessions des Comités Consultatifs* ;
- *Travaux et Mémoires du Bureau International des Poids et Mesures* (périodicité irrégulière).

Le Bureau International présente en outre à la Conférence Générale un Rapport sur les développements du Système Métrique dans le monde, Rapport publié sous le titre : *Les récents progrès du Système Métrique*.

Depuis 1965 le journal international *Metrologia*, édité sous les auspices du Comité International des Poids et Mesures, publie des articles sur les principaux travaux de métrologie scientifique effectués dans le monde, sur l'amélioration des méthodes de mesure et des étalons, sur les unités, etc., ainsi que des rapports concernant les activités, les décisions et les recommandations des divers organismes issus de la Convention du Mètre.

Comité International des Poids et Mesures

| | | |
|-------------------|-----------------------|------------------|
| <i>Secrétaire</i> | <i>Vice-Président</i> | <i>Président</i> |
| J. DE BOER | J. M. OTERO | L. E. HOWLETT |

LISTE DES MEMBRES

DU

COMITÉ CONSULTATIF DE THERMOMÉTRIE

Président

J. DE BOER, Professeur à l'Université, Walborg 9, *Amsterdam-Z.*

Membres

PHYSIKALISCH-TECHNISCHE BUNDESANSTALT [P. T. B.], *Braunschweig*
(H. MOSER, Vice-Président; W. THOMAS, Chef du Laboratoire des
propriétés thermiques des gaz).

DEUTSCHES AMT FÜR MESSWESEN UND WARENPRÜFUNG [D. A. M. W.],
Berlin (M. RICHTER, Leiter der Abteilung « Wärme und Druck »).

NATIONAL BUREAU OF STANDARDS [N. B. S.], *Washington D. C.* 20 234
(R. P. HUDSON, Chief of Heat Division; J. L. RIDDLE, Physicist).

CONSEIL NATIONAL DE RECHERCHES [N. R. C.], *Ottawa* (H. PRESTON-
THOMAS, Head, Heat and Solid State Physics Section, Division of
Applied Physics).

NATIONAL STANDARDS LABORATORY [N. S. L.], *Chippendale* (A. F. A.
HARPER, Senior Principal Research Officer, Division of Physics).

CONSERVATOIRE NATIONAL DES ARTS ET MÉTIERS [C. N. A. M.], *Paris*
(M. DEBURE, Chef du Service de Métrologie du Laboratoire National
d'Essais).

NATIONAL RESEARCH LABORATORY OF METROLOGY [N. R. L. M.], *Tokyo*
(I. OHYAMA, Chief of Second Division; K. MITSUI, Scientific Officer).

KAMERLINGH ONNES LABORATORIUM [K. O. L.], *Leiden* (H. VAN DIJK,
Conservateur pour la thermométrie; M. DURIEUX).

NATIONAL PHYSICAL LABORATORY [N. P. L.], *Teddington* (C. R. BARBER,
Principal Scientific Officer).

INSTITUT DE MÉTROLOGIE D. I. MENDÉLÉEV [I. M. M.], *Leningrad*
(B. N. OLEINIK, Sous-Directeur; Mme M. P. ORLOVA, Chef du Labo-
ratoire de Thermométrie, Institut des Mesures Physicotechniques et
Radiotechniques, *Moscou*).

G. BOZZA, Direttore, Istituto di Fisica Tecnica, Politecnico, *Milano*.

F. G. BRICKWEDDE, Evan Pugh Research Professor of Physics, Depart-
ment of Physics, Pennsylvania State University, *Pennsylvania*.

Le Directeur du BUREAU INTERNATIONAL DES POIDS ET MESURES
[B. I. P. M.], *Sèvres* (J. TERRIEN).

Invité

J. A. HALL, Bureau International des Poids et Mesures, *Sèvres*.

ORDRE DU JOUR DE LA SESSION

1. *Domaine de — 183 °C à 0 °C*
 - a. Points fixes.
 - b. Échelle internationale (tableau ou équation).
 - c. Écarts entre l'échelle thermodynamique et l'E.I.P.T.
 2. *Domaine de 0 °C à 1 063 °C*
 - a. Points fixes.
 - b. Thermomètre à résistance de platine.
 - c. Coefficient de dilatation thermique du quartz.
 - d. Écarts entre l'échelle thermodynamique et l'E.I.P.T.
 3. *Pyrométrie*
 - a. Comparaison internationale de lampes pyrométriques.
 - b. Pyrométrie photoélectrique.
 4. *Domaine de 20 à 90 °K*
 - a. Points fixes et secondaires.
 - b. Thermomètre à résistance de platine et extension de l'E.I.P.T.
 5. *Domaine des basses températures*
 - a. Échelles à tension de vapeur ^4He et ^3He .
 - b. Thermomètre à indium.
 - c. Thermomètre à résistance de germanium ou de platine.
 - d. Extension de l'E.I.P.T.
 6. *Équipement du Bureau International.*
 7. *Questions diverses.*
-

7^e SESSION (1964)

RAPPORT

AU

COMITÉ INTERNATIONAL DES POIDS ET MESURES

Par J. A. HALL, Rapporteur

Le Comité Consultatif de Thermométrie s'est réuni pour sa septième session au Bureau International des Poids et Mesures, à Sèvres, où il a tenu quatre séances les jeudi 24 et vendredi 25 septembre 1964 (¹).

Étaient présents: Mr DE BOER, président; MM. BARBER, BOZZA, BRICKWEDDE, DEBURE, VAN DIJK, DURIEUX, HARPER, MITSUI, MOSER, OHYAMA, OLEINIK, Mme ORLOVA, MM. PRESTON-THOMAS, RIDDLE, TERRIEN, THOMAS; Mr HALL, invité.

Empêché: Mr RICHTER (D.A.M.W.).

Mr Hall est nommé rapporteur, assisté de Mr Girard (Bureau International) comme secrétaire.

Groupes de travail I et II

La session a été précédée, les 21 et 22 septembre 1964, de la deuxième réunion des Groupes de travail I et II constitués par le Comité Consultatif à sa 6^e session (1962). Le compte rendu de cette réunion, à laquelle les membres du Comité Consultatif étaient invités, est publié en appendice de ce Rapport.

Domaine de — 183 °C à 1 063 °C

Le Comité Consultatif a pris connaissance et a approuvé le rapport (p. T 18) de la deuxième réunion des Groupes de travail I et II. A sa première réunion en septembre 1963, le Groupe de travail I avait établi

(¹) La liste des communications présentées à cette session est donnée à l'Annexe 1, p. T 21.

un graphique des écarts entre l'échelle thermodynamique et l'échelle pratique, dans le domaine de 0 °C à 1 063 °C, comme ils apparaissent à l'époque. On a décidé de ne pas changer ce graphique maintenant, mais on a reconnu qu'il serait probablement révisé en 1966 ou 1967. Ce graphique est présenté à la figure 1 et il est accompagné d'une note concernant son caractère provisoire. Les valeurs obtenues en ajoutant les différences Δt de la figure 1 aux températures de l'E.I.P.T. doivent être appelées T_{63} .

$$\Delta t = t_{th} - t_{int}$$

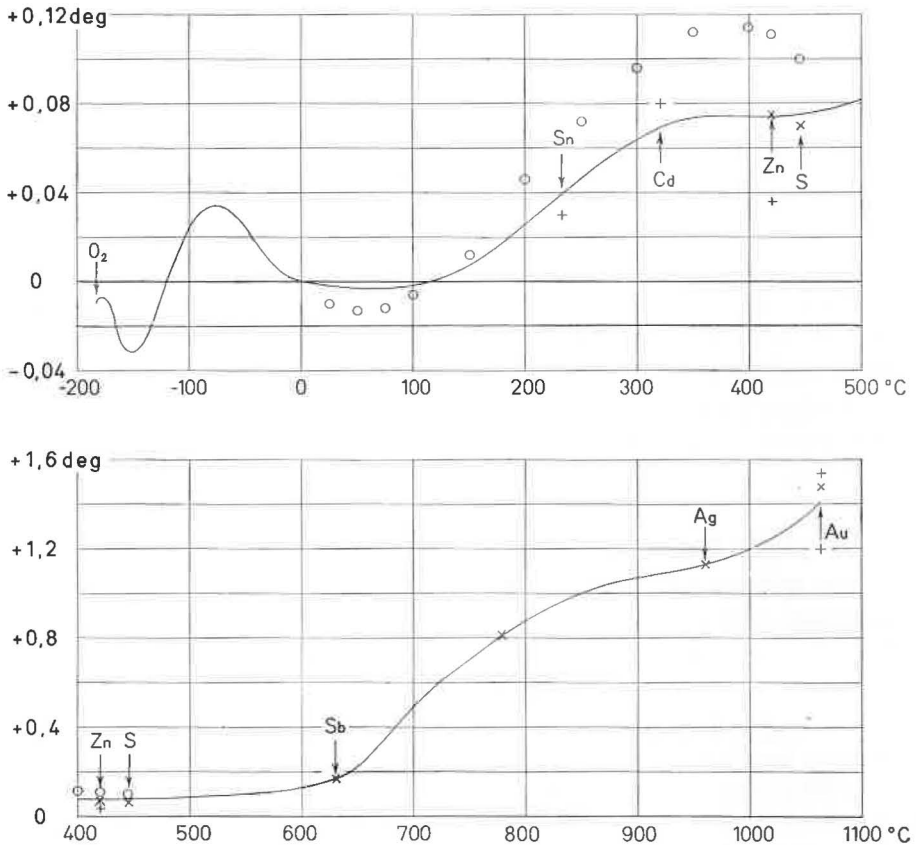


Fig. 1.

- Massachusetts Institute of Technology
- + Institut de Métrologie D. I. Mendéléév
- × Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Ce graphique des écarts entre les températures exprimées dans l'échelle thermodynamique et dans l'Échelle Internationale Pratique de Température a été établi par le Groupe de travail I du Comité Consultatif de Thermométrie en septembre 1963. Le graphique ne donne ou n'implique aucune limite de précision. Toutes les données complémentaires qui sont connues ou le seront d'ici 1966 ou 1967 seront prises en considération pour la nouvelle courbe des écarts qui sera établie alors.

Les données actuellement disponibles n'étant pas suffisantes pour bien établir une échelle définie par le thermomètre à résistance de platine au-dessus de 630,5 °C, on a demandé au Groupe de travail I de continuer l'étude de cette question. Mr Preston-Thomas et un représentant du Japon ont été invités à faire partie de ce Groupe.

Le Groupe de travail I avait préparé une table des écarts entre l'échelle thermodynamique et l'échelle pratique dans le domaine de — 183 °C à 0 °C, et l'on s'est mis d'accord pour adopter cette table à titre provisoire.

On a également considéré la valeur du point de congélation de l'or. Les écarts importants entre les valeurs obtenues par divers chercheurs pour le coefficient de dilatation du quartz fondu, employé pour les réservoirs des thermomètres à gaz, ont donné l'impression qu'il serait peut-être nécessaire d'élargir les limites fixées pour la précision des mesures avec le thermomètre à gaz. Une note du Dr Hetherington (Thermal Syndicate, Angleterre) (Annexe 10) a exposé les facteurs qui influent sur le coefficient de dilatation, notamment le contenu en oxydure et le traitement thermique du quartz. Le Dr Hetherington a accepté de collaborer dans des recherches éventuelles. Le Comité Consultatif a signalé qu'on doit informer le Dr Brückner, de l'Institut Max Planck, qui a également étudié la question.

L'attention du Comité Consultatif a été attirée sur l'erreur qui peut se produire à la suite d'une perte d'énergie par la transmission du rayonnement par réflexions multiples à l'intérieur de la paroi d'une gaine transparente d'un thermomètre, ainsi que l'ont observé McLaren et Murdock au N.R.C. (Annexe 7).

Pyrométrie

Les résultats d'une comparaison internationale de lampes à ruban de tungstène effectuée dans six laboratoires ont mis en évidence des écarts entre les échelles des laboratoires de 2 deg à 1 063 °C et de 5,5 deg à 1 922 °C. Les mesures faites au N.P.L. avant et après la comparaison internationale ont établi que ces écarts ne provenaient d'aucune variation dans les lampes (Annexe 14). Il semble que la cause la plus probable des écarts provienne des erreurs dans la réalisation d'un corps noir au point de l'or.

Des mesures faites à la P.T.B., en se servant d'un pyromètre photoélectrique, différaient de la moyenne des résultats de tous les laboratoires intéressés de 2 deg environ à 1 500 °C (Annexe 13).

La réalisation d'une lampe d'un nouveau type, qui donne presque le rayonnement d'un corps noir, a été signalée au Comité Consultatif; cette lampe a été mise au point en Angleterre par le N.P.L. et la General Electric Company (*Nature*, 202, 1964, p. 686). L'emploi de telles lampes devrait, dans une large mesure, éviter les erreurs dues à l'incertitude de la longueur d'onde effective, et elles fourniraient en outre une source de rayonnement plus uniforme et plus reproductible. Il serait possible prochainement de se procurer des lampes de ce type, et il a été décidé

de faire des essais pour déceler les écarts éventuels entre la réalisation du corps noir au point de l'or dans divers laboratoires intéressés. Dans ce but, chaque laboratoire ferait une comparaison de son corps noir avec une lampe; les lampes seraient ensuite comparées au B.I.P.M. Les expériences seraient limitées au point de l'or. Le N.P.L. a accepté de donner des précisions sur la technique d'alimentation électrique qu'il emploie pour ces lampes.

Les résultats définitifs de l'établissement au N.P.L. de l'échelle thermodynamique au-dessous de 1 063 °C selon la loi de Planck ont été présentés au Comité Consultatif; le détail des travaux sera publié dans un des premiers numéros de *Metrologia*. En prenant comme base la valeur 419,58 °C pour le point de congélation du zinc, selon le graphique préparé par le Groupe de travail I, et en se servant de la valeur 0,014 388 m. deg pour c_2 , on trouve les valeurs suivantes pour certains points fixes :

| <i>Point de congélation</i> | <i>t (°C)</i> |
|-----------------------------|---------------|
| Sb | 630,54 ± 0,2 |
| Eutectique Cu-Ag | 779,2* ± 0,4 |
| Ag | 961,2 ± 0,5 |
| Au..... | 1 063,7 ± 0,6 |

* D'après la valeur dans l'E.I.P.T. trouvée à la P.T.B.

Note ajoutée aux épreuves: La valeur 779,2 a été changée en 779,1 dans l'article de *Metrologia*, 1, 1965, p. 157.

Les limites ± sont données pour un niveau de confiance de 95 %. Jusqu'à 780 °C les résultats sont en accord avec ceux du thermomètre à gaz à 0,1 deg près, mais aux points de l'argent et de l'or ils sont de 0,7 deg inférieurs. De nouveaux travaux sont prévus au N.P.L. dans le domaine de 780 °C à 1 063 °C, fondés sur une méthode tout à fait différente de la précédente et en employant une longueur d'onde plus courte, ce qui doit donner une précision accrue dans ce domaine plus limité.

Domaine de 20 °K à 90 °K

Une table donnant la relation entre les valeurs $W = \frac{R_T}{R_{0 \cdot C}}$ pour un thermomètre à résistance de platine et la température entre 12 °K et 90 °K a été établie en U.R.S.S., et il a été décidé de combiner cette table avec celle qui a été antérieurement adoptée pour le domaine de 90 °K à 273,15 °K. Cette décision a été formulée dans les termes suivants.

*Table de référence provisoire (CCT-64) de W en fonction de T
pour les thermomètres à résistance de platine
dans le domaine 12 °K à 273,15 °K*

Comme étape préliminaire vers la révision de l'E.I.P.T. au-dessous de 0 °C et le prolongement de cette échelle aux températures au-dessous

du point de l'oxygène, on propose une table de référence de la relation entre la résistance réduite (W) et la température thermodynamique (T) pour un échantillon représentatif de platine de grande pureté, dans le domaine de 12 °K à 273,15 °K. Les températures fondées sur cette table doivent être désignées par $T_{\text{CCT-64}}$. On estime qu'on se servira ultérieurement d'une telle table comme base pour la définition d'une échelle en faisant un étalonnage de thermomètres à résistance de platine sélectionnés pour un nombre spécifié de points fixes. De cet étalonnage on déduirait les écarts de la table pour les valeurs W .

Actuellement, on ne dispose pas de données suffisantes pour préciser un tel processus mais, en se basant sur les résultats disponibles, on estime, par exemple, qu'en se servant de l'étalonnage au point de l'oxygène, avec une interpolation linéaire des écarts entre ce point et 273,15 °K, on aurait un étalonnage en fonction de la table à 0,005 deg près. Au-dessous de 90 °K, les courbes des écarts basées sur les points triples et les points d'ébullition de l'hydrogène et de l'oxygène donneraient des étalonnages en accord avec la table à 0,01 deg près.

Pour assurer l'uniformité d'étalonnage des thermomètres en employant la Table CCT-64, on recommande l'utilisation des valeurs suivantes :

| | |
|---|-----------|
| Point triple de H ₂ en équilibre..... | 13,828 °K |
| Point d'ébullition de H ₂ en équilibre | 20,267 °K |
| Point triple de O ₂ | 54,353 °K |
| Point d'ébullition de O ₂ | 90,170 °K |

La table a été conçue pour avoir les mêmes différences premières à 0 °C que dans l'équation de Callendar dont on se sert au-dessus de 0 °C pour définir l'Échelle Internationale Pratique de Température. Il est bien possible que l'E.I.P.T. ne représente pas exactement l'échelle thermodynamique dans cette région et que, par conséquent, la table soit également fautive. On espère cependant que les laboratoires nationaux mettront cette question à l'étude. En outre, il est recommandé de faire une étude générale de la validité de la table en effectuant encore des mesures avec le thermomètre à gaz, en étudiant les relations de la tension de vapeur en fonction de la température et les besoins pour l'établissement de l'étalonnage des thermomètres individuels.

La Table CCT-64 a été établie en deux parties qui ont ensuite été raccordées. Le domaine de 12 à 90 °K a été déduit de la moyenne des comparaisons faites au National Physical Laboratory et à l'Institut des Mesures Physicotechniques et Radiotechniques entre des thermomètres à résistance de platine étalonnés dans les quatre laboratoires N.B.S., N.P.L., I.M.P.R. et P.S.U. De cette façon une moyenne des quatre échelles de température et des caractéristiques des types différents de platine employés a été obtenue. Une table (appelée B₁) a été calculée par l'I.M.P.R. pour le domaine de 12 à 95 °K à partir de ces données et des valeurs complémentaires du domaine de 90 à 95 °K qui avaient été calculées sur la base de l'équation de Nernst-Matthiessen. La seconde

partie de la Table CCT-64 pour le domaine de 90 à 273,15 °K a été fondée sur l'étalonnage d'un thermomètre à résistance de platine, typique de la qualité moderne, dans le domaine de 72 à 273,15 °K, étalonnage effectué au N.P.L. à l'aide d'un thermomètre à hélium. Une table calculée à partir de ces données s'est montrée en accord si étroit avec la table B₁ dans la région de 80 à 95 °K qu'un léger ajustement a pu être fait, de telle sorte que les deux tables concordent exactement à 90,249 °K aussi bien pour les valeurs que pour les dérivées premières et secondes.

(La Table CCT-64 sera publiée par les soins de M^{me} Orlova et distribuée aux laboratoires intéressés; des exemplaires seront disponibles au B. I. P. M.).

On a considéré la question de l'établissement de critères de pureté du platine destiné à être employé au-dessous de 90 °K, et les laboratoires nationaux sont instamment priés de rassembler autant de données que possible pour étudier la valeur du critère proposé par Berry (Annexe 4) et, éventuellement, de spécifier une valeur limite convenable pour W_0 et de définir les positions des droites L_1 et L_2 pour donner un critère satisfaisant.

Le B. I. P. M. a accepté d'agir comme intermédiaire, le cas échéant, pour effectuer des échanges d'échantillons de platine entre les laboratoires nationaux.

Domaine des basses températures

L'I.M.P.R. a suggéré qu'on pouvait fonder une échelle dans le domaine de 4 à 20 °K et un peu au-dessus sur un groupe de thermomètres à germanium. On a constaté qu'il serait bientôt possible de faire un échange de thermomètres avec le N.B.S., et d'ici un an environ avec le K.O.L. et le N.P.L.

On a signalé qu'il existait des différences d'allure de la courbe résistance-température entre les thermomètres individuels et, en outre, que les courbes n'étaient pas très utilisables dans le cas d'interpolation. Il est possible que l'interpolation soit mieux faite avec des thermomètres à résistance de carbone, bien que ceux-ci soient moins stables.

On a demandé au Groupe de travail II d'étudier la question d'une échelle au-dessus du point d'ébullition de l'hélium, échelle qui manque actuellement, et de proposer un procédé d'interpolation.

Le Comité Consultatif a été informé que le B. I. P. M. conservait actuellement une quantité d'hélium 3 provenant d'U.R.S.S. On espère obtenir de l'hélium 3 des États-Unis afin de procéder à des comparaisons dans l'échelle ³He.

Travaux pour l'avenir

On a préparé la liste suivante des travaux en cours ou à commencer pour indiquer ceux qu'il est essentiel d'effectuer avant une révision de l'E.I.P.T. Si la Conférence Générale des Poids et Mesures se réunit en 1968, il faudra convoquer le Comité Consultatif pour une session, en

définition actuelle. Pour ces raisons, le Comité Consultatif n'a pas cru devoir retenir ces propositions.

On a soulevé la question de la possibilité de tenir quelquefois des sessions du Comité Consultatif en dehors du Pavillon de Breteuil, suivant en cela la réussite de la 10^e session du Comité Consultatif d'Électricité qui s'était tenue au N.P.L. à Teddington.

Mr BRICKWEDDE s'est fait l'interprète de tous ses collègues pour remercier le Directeur et le personnel du Bureau International pour le déroulement et l'organisation de la session.

Mr HALL ajouta les remerciements du Comité Consultatif à son président pour la manière dont il a dirigé les débats avec la courtoisie et l'efficacité auxquelles il nous a habitués depuis plusieurs années.

(Sèvres, 28 septembre 1964)

Appendice

Rapport des Groupes de travail I et II

Les membres des Groupes de travail I et II se sont réunis au Pavillon de Breteuil les 21 et 22 septembre 1964. Étaient présents: MM. F. G. BRICKWEDDE (P.S.U.), président des deux Groupes de travail, H. MOSER assisté de W. THOMAS (P.T.B.), J. L. RIDDLE (N.B.S.), H. van DIJK assisté de M. DURIEUX (K.O.L.), C. R. BARBER (N.P.L.), B. N. OLEINIK (I.M.M.), M^{me} M. P. ORLOVA (I.M.P.R.), membres des Groupes de travail I et II.

MM. R. P. HUDSON (N.B.S.), A. F. A. HARPER (N.S.L.), H. PRESTON-THOMAS (N.R.C.), I. OHYAMA assisté de K. MITSUI (N.R.L.M.), J. A. HALL (B.I.P.M.) participaient aux discussions à titre d'invités.

MM. J. de BOER, président du Comité Consultatif de Thermométrie et J. TERRIEN, directeur du Bureau International, ont assisté aux réunions.

Le rapport suivant, approuvé par les Groupes de travail, contient les recommandations des Groupes I et II sur les questions soumises à leur examen par le Comité Consultatif de Thermométrie de 1962; ces questions avaient déjà fait l'objet d'une étude préliminaire lors d'une première réunion des Groupes en septembre 1963 dont le rapport avait été adressé aux membres des Groupes et du Comité Consultatif.

Groupe de travail I

1. — *Recommandation d'une table ou d'un graphique des différences Δt (thermodynamique — E.I.P.T.) de — 183 °C à 1 063 °C.*

Le graphique des écarts entre l'échelle thermodynamique et l'Échelle Internationale Pratique de Température a été établi (voir p. T 12); la légende qui accompagne ce graphique contient des renseignements qui sont essentiels aux usagers.

2. — *Recommandation d'une relation, d'une table ou d'un graphique, entre les résistances réduites W des thermomètres à résistance de platine et la température dans l'Échelle Internationale Pratique de Température, de 660 °C à 1 063 °C.*

Les seules valeurs expérimentales disponibles pour établir une relation proviennent: 1^o de la P.T.R. en 1930; 2^o de l'I.M.M. (*Procès-Verbaux C.I.P.M.*, 24, 1954, p. T 134); 3^o de récents calculs effectués à la P.T.B. et basés sur des données publiées antérieurement. Toutes ces valeurs n'ont pas été considérées comme suffisantes.

On pense que le N.B.S. (États-Unis) disposera de valeurs expérimentales pour la relation entre W et t (E.I.P.T.) en septembre 1965 et que le N.R.C. (Canada) et le N.R.L.M. (Japon) auront achevé des mesures en 1966.

1967 au plus tard, laquelle devra être précédée environ un an avant par des réunions des Groupes de travail.

a. Révision de l'Échelle

1. Thermométrie à gaz dans tous les domaines de température, y compris l'étude du coefficient de dilatation du matériau des réservoirs en particulier à haute température.
2. Mesures du rayonnement du corps noir entre 630 et 1 063 °C.
3. Formulation d'une échelle de thermométrie à résistance de platine entre 630 et 1 063 °C destinée à remplacer l'échelle de thermocouples.
4. Vérification de la table des valeurs des résistances réduites au-dessous de 0 °C, y compris une étude du procédé d'étalonnage des thermomètres à résistance de platine.
5. Nouvelles déterminations du point d'ébullition de l'oxygène.

b. Extension et amélioration de l'Échelle

1. Étude des méthodes pour arriver à une définition d'une échelle entre les points d'ébullition de l'hélium et de l'hydrogène; (en particulier un échange de thermomètres à germanium serait très utile).
2. Amélioration de la réalisation de l'échelle aux hautes températures (en particulier au moyen de méthodes photoélectriques en se servant de lampes à corps noir).
3. Échange d'échantillons de fil de platine.
4. Réalisation des points fixes dans le domaine des basses températures (impliquant un échange de thermomètres à résistance de platine).

Équipement du Bureau International

Le Bureau a informé le Comité Consultatif que le comportement actuel du pont de Smith et des appareils complémentaires semblait être satisfaisant, mais il reste beaucoup à faire pour achever l'installation des points fixes. On estime que le nouveau baromètre interférentiel sera livré au Bureau dans quelques semaines.

Questions diverses

Le PRÉSIDENT signale qu'il a reçu du Prof. E. Bodea (Brésil) des propositions qui tendent à donner à la température thermodynamique une définition fondée sur une valeur numérique sans dimensions, choisie par convention, de la constante de Boltzmann. De telles propositions ont déjà été examinées en d'autres occasions; non seulement elles apporteraient un changement important dans les usages établis, mais encore cette façon de définir la température serait beaucoup moins précise que la

Ces trois laboratoires sont actuellement engagés dans des recherches et des perfectionnements féconds pour améliorer la performance (reproductibilité) des thermomètres à résistance de platine aux hautes températures.

Groupe de travail II

1. — *Recommandation d'une table reliant la température dans l'échelle thermodynamique Kelvin (T) à la résistance réduite (W) d'un thermomètre à résistance de platine, de 14 ou 20 °K au point d'ébullition de l'oxygène.*

Les membres du Groupe de travail II soumettent une table s'étendant de 12 à 273,15 °K et suggèrent qu'elle soit nommée « Table CCT-64 ». Cette table est composée d'une table (B_1) établie à l'I.M.P.R. pour le domaine de 11,971 45 à 90,446 62 °K et d'une table calculée au N.P.L. pour le domaine de 90,446 62 à 273,15 °K.

Un exposé des motifs pour la proposition d'utiliser la Table CCT-64 est donné p. T 14. Cet exposé contient des renseignements importants sur la table et devraient être reproduits avec celle-ci.

M^{me} Orlova a offert d'imprimer la Table CCT-64 en U.R.S.S., en langue française, et de la distribuer aux laboratoires intéressés ainsi qu'aux membres du Comité Consultatif. Des exemplaires de cette table pourraient être disponibles au Bureau International. Il est recommandé que cette offre généreuse soit acceptée. M^{me} Orlova collaborera avec Mr Barber pour la rédaction d'un préambule approprié donnant des explications sur l'établissement de cette table et sur son mode d'emploi. De manière à faciliter l'interpolation, M^{me} Orlova est d'accord pour joindre les différences premières et secondes aux valeurs de W en fonction de T .

Les raisons suivantes ont été jugées valables pour étendre cette table jusqu'à 273,15 °K, extension qui n'était prévue, à l'origine, que jusqu'au point d'ébullition de l'oxygène.

Premièrement, d'après les mesures de C. R. Barber au thermomètre à gaz, dont les résultats seront publiés dans *Metrologia* (1), les écarts entre l'échelle thermodynamique et l'Échelle Internationale Pratique de Température, entre le point de l'oxygène et 0 °C, sont maintenant connus avec plus de certitude. Les résultats de Barber, obtenus avec des thermomètres à résistance de platine récents pour établir l'E.I.P.T. sont en assez bon accord avec les valeurs de Keesom et Dammers (*Leiden Communication* N° 239 *d* et *e*, 1935). Il est probable que la relation entre la température thermodynamique et la résistance d'un thermomètre de platine ne peut pas être représentée par une équation simple. Il semble qu'une table de W en fonction de T soit d'un emploi plus commode. Pour cette raison, il semble convenable qu'une révision de l'E.I.P.T. soit étudiée sur la base d'une table. La possibilité de contrôler prochainement une table et d'échanger des renseignements entre les laboratoires sur son utilisation, a paru intéressante.

Deuxièmement, l'extension de la Table CCT-64 jusqu'à 0 °C évite le problème insoluble de la jonction harmonieuse (y compris les différences premières et secondes) d'une échelle thermodynamique au-dessous du point de l'oxygène avec l'E.I.P.T. dans sa définition actuelle.

On a l'intention de faire prochainement des expériences pour contrôler la Table CCT-64 avant qu'une décision soit prise pour son inclusion dans l'E.I.P.T.

2. — *Recommandation d'un procédé d'étalonnage des thermomètres à résistance de platine en utilisant la Table CCT-64.*

Des procédés ont été suggérés pour l'interpolation de la relation W en fonction de T pour des thermomètres à résistance de platine particuliers entre les points d'étalonnage en utilisant la Table CCT-64. On pense que de nombreuses expériences devraient être faites en utilisant la table et les méthodes d'interpolation proposées avant de prendre une décision pour la recommandation d'une méthode définitive. En conséquence, il est demandé aux laboratoires nationaux d'examiner avec soin les procédés d'interpolation proposés sur les thermomètres qu'ils étalonnent régulièrement et d'être

(1) *Metrologia*, 1, 1965, pp. 75-80.

prêts à échanger leurs renseignements à une prochaine réunion du Groupe d'ici un ou deux ans.

Pour assurer l'uniformité d'étalonnage des thermomètres en employant la Table CCT-64, des valeurs numériques pour les points triples et les points d'ébullition de l'hydrogène et de l'oxygène sont recommandées (voir p. T 15).

Les critères utilisés ordinairement pour les thermomètres à résistance de platine dans le domaine de 12 à 90 °K sont une valeur élevée de la résistance réduite au point d'ébullition de l'eau et une valeur basse de la résistance résiduelle réduite. Une analyse de Berry (N.R.C.), présentée par Preston-Thomas (Annexe 4), indique qu'un autre critère significatif pourrait être basé sur une relation linéaire entre ces deux valeurs. La méthode a été accueillie favorablement, mais on a pensé que l'on devrait expérimenter et contrôler ce critère pendant un certain temps. En conséquence, il est demandé aux laboratoires nationaux d'utiliser ce critère et de rassembler les données afin que cette proposition soit reconsidérée à une prochaine réunion.

Conclusion

1. L'aide du B.I.P.M. est demandée pour l'échange de platine « pur » de différentes origines pour les thermomètres à résistance, entre les laboratoires nationaux.
2. Les Groupes de travail I et II recommandent que les laboratoires qui peuvent contribuer à la solution des problèmes techniques liés à l'extension du domaine de température de l'E.I.P.T. et à l'amélioration de l'Échelle soient informés a) du programme du Comité Consultatif pour l'extension et la révision de l'E.I.P.T.; b) de la liste des étapes nécessaires pour réaliser ce programme. Il est aussi instamment recommandé que ces laboratoires fassent maintenant un gros effort pour compléter, à la lumière de cette liste, leurs programmes de recherches sur l'E.I.P.T.
3. La Table CCT-64 et les graphiques des écarts $t_{th} - t_{int}$ soumis au Comité Consultatif sont provisoires. Ils devraient, ainsi que les valeurs fixées pour les températures des points triples et d'ébullition de e-H₂ et O₂, être revus ultérieurement, de préférence d'ici un ou deux ans.

(24 septembre 1964)

ANNEXE 1

Liste des documents présentés à la 7^e session du C.C.T.

Domaine de — 183 à 1 063 °C

a. L'échelle entre 0 et — 183 °C

Document

N^o

National Research Laboratory of Metrology (Japon)

15. Réalisation et reproductibilité du point triple de l'oxygène, par T. Soejima, M. Takahashi et S. Sawada.

Voir Annexe 2, p. T 29.

14. Determination of the relation between the vapour pressure of oxygen and the international practical temperature over the pressure range from 660 to 860 mm of mercury, par T. Mochizuki, S. Sawada et M. Takahashi.

Voir Annexe 3, p. T 34.

National Physical Laboratory (Royaume-Uni)

7. Différences entre l'échelle thermodynamique et l'Échelle Internationale Pratique de Température entre 0 et — 183 °C.

Publié en anglais par C. R. Barber et A. Horsford dans *Metrologia*, 1, 1965, pp. 75-80.

33. Table de la relation $W = R/R_0 \cdot C$ en fonction de T pour le thermomètre à résistance de platine dans l'intervalle 90-273 °K.

L'essentiel de ce document et d'autres concernant l'établissement de la Table CCT-64 est publié en anglais dans *Metrologia*, 2, 1966, pp. 6-10 et pp. 11-13.

Institut des Mesures Physicotechniques et Radiotechniques (U.R.S.S.)

39. On the temperature scale in the range 0 °C to — 183 °C, by M. P. Orlova, D. I. Charevskaia and D. N. Astrov.

Cette question a déjà été exposée dans « Temperature, its measurement and control in science and industry », Vol. 3,

Document
N°

part I, p. 351. Depuis cette publication, l'I.M.P.R. a construit et vérifié plus de 100 thermomètres à résistance de platine pour le domaine 10 à 273,15 °K; il y a lieu de croire que l'exactitude de la réduction à la table étalon de thermomètres individuels dont $W_{100\text{ °C}} \geq 1,392\ 5$ n'est pas inférieure à quelques millièmes de degré.

National Research Council (Canada)

19. Some effects of impurities on platinum resistance thermometers, by R. J. Berry.

Voir Annexe 4, p. T 40.

Kamerlingh Onnes Laboratorium (Pays-Bas)

4. On the International Practical Temperature Scale between 0 and - 190 °C, by H. van Dijk.

Historique de l'établissement de l'Échelle de 1927 dans ce domaine de température. Examen des mesures de Heuse et Otto (1931), de Keesom et Dammers (1935) et de Hoge et Brickwedde (1942). Propositions pour l'amélioration de l'Échelle Internationale Pratique de Température.

5. On the representation of Keesom and Dammers' data for the reduced resistance of platinum, by H. van Dijk.

Examen détaillé des résultats obtenus par Keesom et Dammers en 1935 lors de la comparaison de thermomètres à résistance de platine avec un thermomètre à gaz entre 0 et - 183 °C.

National Bureau of Standards (États-Unis)

30. Application of precise heat-capacity data to the analysis of the temperature intervals of the NBS-1955 and the International Practical Temperature Scales in the region of 90 °K, by G. T. Furukawa and M. L. Reilly.

Publié dans *J. Res. N.B.S.*, 69 A, 1965, pp. 5-12.

b. Thermométrie à résistance aux températures élevées

National Research Laboratory of Metrology (Japon)

- 16
et 16 bis. Thermométrie des hautes températures à l'aide du thermomètre à résistance de platine, II, par S. Nakaya et H. Uchiyama.

Voir Annexe 5, p. T 43.

Institut de Métrologie D. I. Mendéléev (U.R.S.S.)

25. Sur la stabilité du thermomètre à résistance de platine aux hautes températures, par F. Z. Alieva.

Voir Annexe 6, p. T 46.

Document

N^o

National Research Council (Canada)

17. Preliminary investigations at the freezing point of high purity antimony, by E. H. McLaren and E. G. Murdock.

Ces mesures préliminaires ont montré que si de l'antimoine de pureté suffisante peut être obtenu, il sera possible de réaliser un étalon thermométrique de la plus haute qualité au point du liquidus de l'antimoine pur. Une étude plus complète avec de nombreux échantillons d'antimoine est proposée.

18. Radiation effects in precision resistance thermometry, by E. H. McLaren and E. G. Murdock.

Voir Annexe 7, p. T 49.

36. Extrait d'une lettre du 24 juillet 1964 de H. Preston-Thomas (N.R.C.) à F. G. Brickwedde.

Commentaires sur les travaux en cours et futurs au N.R.C.

National Bureau of Standards (États-Unis)

37. Lettre du 26 août 1964 de J. P. Evans (N.B.S.) à F. G. Brickwedde.

Commentaires sur la situation actuelle de la thermométrie à résistance aux hautes températures.

Istituto Termometrico Italiano (Torino, Italie)

47. État des travaux dans ce laboratoire.

c. Coefficient de dilatation du quartz fondu

Institut de Métrologie D. I. Mendéléev (U.R.S.S.)

6. Lettre du 11 juillet 1964 de B. N. Oleinik (I.M.M.) à J. Terrien, directeur du B.I.P.M.

Explication de l'emploi de deux coefficients de dilatation différents pour les réservoirs en quartz fondu du thermomètre à gaz de l'I.M.M.

22. Résultats de la détermination du coefficient de dilatation thermique du quartz fondu, par A. N. Koroleva et E. B. Chevchenko.

Voir Annexe 8, p. T 57.

Tokyo Institute of Technology (Japon)

21. Thermal expansion of fused quartz between 300 and 1 065 °C, by J. Oishi and T. Kimura.

Voir Annexe 9, p. T 60.

Document

N°

Thermal Syndicate Ltd. (Royaume-Uni)

35. Factors influencing the thermal expansion coefficient of vitreous silica, by G. Hetherington.

Voir Annexe 10, p. T 64.

d. Écarts entre l'échelle thermodynamique et l'E.I.P.T.

34. Lettre du 28 juillet 1964 de J. Oishi (Tokyo Inst. Technology) à F. G. Brickwedde.

Situation actuelle de la thermométrie à gaz au T.I.T. et commentaire sur la relation entre les échelles à 100 °C.

Institut de Métrologie D. I. Mendéléev (U.R.S.S.)

23. Écarts entre l'échelle thermodynamique et l'Échelle Internationale Pratique de Température, par I. I. Kirenkov et A. N. Gordov.

Valeurs révisées des points de congélation suivants, obtenues après une nouvelle détermination du coefficient de dilatation du quartz fondu utilisé pour le réservoir du thermomètre à gaz N° 3 :

| | |
|----|----------------------------|
| Sn | 231,94 ± 0,015 °C (therm.) |
| Cd | 321,11 ± 0,02 |
| Zn | 419,54 ± 0,02 |
| Au | 1 064,2 ± 0,2 |

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (Allemagne)

38. Sur les mesures de Holborn, Day et Sosman au thermomètre à gaz, par H. Moser.

Voir Annexe 11, p. T 71.

Pyrométrie

Institut de Métrologie D. I. Mendéléev (U.R.S.S.)

24. Photoelectric method of realizing the high temperature scale, by I. I. Kirenkov.

Méthode utilisée à l'I.M.M. pour reproduire l'échelle au-dessus du point de l'or en utilisant un pyromètre photoélectrique (voir aussi *Procès-Verbaux C.I.P.M.*, 26-A, 1958, p. T 151).

National Bureau of Standards (États-Unis)

29. Calibration of the NBS photoelectric pyrometer of 1961, by R. D. Lee.

Voir Annexe 12, p. T 74.

Document

N°

Institut de Métrologie D. I. Mendéléev (U.R.S.S.)

Résultats de l'étalonnage de quatre lampes à ruban de tungstène destinées à la comparaison internationale de l'échelle de température au-dessus de 1 063 °C, par E. Lapina (Document N° 2 présenté à la 6^e session, 1962).

National Research Laboratory of Metrology (Japon)

Rapport sur l'étalonnage de quatre lampes étalons secondaires à ruban de tungstène, effectué au N.R.L.M., par S. Takata (Document N° 16 présenté à la 6^e session, 1962).

Les résultats donnés dans ces deux documents de 1962 sont rassemblés dans l'Annexe 14, p. T 87.

National Standards Laboratory (Australie)

26. Report on the calibration of four secondary standard tungsten-strip lamps, carried out at the N.S.L., by A. F. A. Harper and T. P. Jones.

Laboratoire de Physique, Université d'Utrecht (Pays-Bas)

46. Report on the current-temperature calibration of four tungsten-strip lamps, by W. A. Heusinkveld and K. Schurer.

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (Allemagne)

31. International comparison of temperature of tungsten-strip lamps, by C. P. Tingwaldt.
45. Résultats d'un étalonnage photoélectrique de quatre lampes à ruban de tungstène destinées à la comparaison internationale de l'échelle de température au-dessus de 1 063 °C, par H. Kunz.
Voir Annexe 13, p. T 79.

National Physical Laboratory (Royaume-Uni)

13. Résultats de l'étalonnage de quatre lampes à ruban de tungstène destinées à la comparaison internationale de l'échelle de température au-dessus de 1 063 °C, par C. R. Barber.
Les résultats donnés dans les documents N°s 26, 46, 31 et 13 sont rassemblés dans le document 32.
32. Étalonnage de quatre lampes étalons secondaires à ruban de tungstène par six laboratoires, par C. R. Barber.
Voir Annexe 14, p. T 87.

27

- et 27^{bis}. L'échelle pyrométrique entre 175 et 1 063 °C, par J. A. Hall.
Publié en anglais dans *Metrologia*, 1, 1965, pp. 140-158.

Document

N°

Domaine de 20 à 90 °K

National Physical Laboratory (Royaume-Uni)

0. Comparaison des échelles des basses températures de quatre laboratoires dans l'intervalle 10-90 °K, par C. R. Barber.

Institut des Mesures Physicotechniques et Radiotechniques (U.R.S.S.)

1. Comparaison internationale des échelles de basse température dans le domaine 10-90 °K, par D. N. Astrov, M. P. Orlova et D. I. Charevskaia.

2

- et 2a. Extension de l'E.I.P.T. au domaine au-dessous du point d'ébullition de l'oxygène, par M. P. Orlova, D. I. Charevskaia et D. N. Astrov.

Les documents 0, 1, 2 et 2a, qui se rapportent à l'établissement de la Table CCT-64, ont fait l'objet de deux articles publiés dans *Metrologia*, **2**, 1966, pp. 6-10 et pp. 11-13.

8. On the reduction of the platinum resistance thermometer readings to the standard table for the 14-90 °K region, by D. I. Charevskaia, M. Sh. Guiterman, M. P. Orlova and D. N. Astrov.

Voir Annexe 15, p. T 90.

National Research Council (Canada)

20. Some comments on the proposed standard table of W_T for the 12-90 °K range, by R. J. Berry.

Voir Annexe 16, p. T 95.

Kamerlingh Onnes Laboratorium (Pays-Bas)

44. Comments on the B₁ Table of Orlova, Charevskaia and Astrov, by H. van Dijk.

Étude de la régularité de la table B₁ (cf. Document N° 2).

3

- et 3 bis. On the use of the vapour-pressure temperature relation in thermometry, by H. van Dijk.

A paraître dans *Physica*, **32**, 1966 et *Commun. Kamerlingh Onnes Lab.* n° 346 a.

40. The vapour pressure of oxygen, by H. van Dijk, R. Muijlwijk and M. R. Moussa.

A paraître dans *Physica*, **32**, 1966 et *Commun. Kamerlingh Onnes Lab.*, n° 346 c.

41. On the vapour pressure of nitrogen, by M. R. Moussa, R. Muijlwijk and H. van Dijk.

A paraître dans *Physica*, **32**, 1966 et *Commun. Kamerlingh Onnes Lab.*, n° 346 b.

Document

N°

43. On the vapour-pressure temperature relation of liquid hydrogen, by C. van Rijn, M. Durieux and H. van Dijk.
Détermination, au moyen d'un thermomètre magnétique, de la relation p - T de l'hydrogène liquide en équilibre à 20,4 °K en utilisant du sulfate double de manganèse et d'ammonium comme sel paramagnétique. En adoptant comme points de référence pour le thermomètre magnétique les points d'ébullition de l'hydrogène et de l'hélium et un point sur l'échelle p - T de l'hélium au voisinage de 2,1 °K, on a obtenu une relation p - T pour e-H₂ entre son point triple et 23 °K. Les mesures sont poursuivies avec un autre sel paramagnétique et un autre appareil.
42. Measurements of the vapour-pressure temperature relation and the triple point of para-hydrogen with platinum thermometers calibrated on the NBS, PSU, PRMI and NPL scale, by M. Durieux, R. Muijlwijk and H. van Dijk.
Voir Annexe 17, p. T 100.

Domaine des basses températures

National Bureau of Standards (États-Unis)

28. An absolute temperature scale from 4 °K to 20 °K determined from measurements with an acoustical thermometer, by H. H. Plumb and G. Cataland.
Publié dans J. Res. N.B.S., 69-A, 1965, p. 375.

Institut des Mesures Physicotechniques et Radiotechniques (U.R.S.S.)

9. Thermodynamic temperature scale for the 4.2 to 20 °K temperature range, by M. P. Orlova and D. N. Astrov.
Voir Annexe 18, p. T 109.
10. Germanium resistance thermometers, by M. P. Orlova, D. N. Astrov, L. B. Belianski, L. A. Medvedeva and G. A. Kytin.
Voir Annexe 19, p. T 114.
11. Metallic indium resistance thermometers for the 3.4 to 300 °K temperature range, by M. P. Orlova, D. N. Astrov, L. A. Medvedeva and G. A. Kytin.

On a trouvé que la température de passage à l'état supraconducteur de l'indium dans un champ magnétique nul est de 3,411 °K, la largeur de la transition étant de 0,002 deg; cette transition peut être utilisée pour étalonner un thermomètre sans avoir besoin de le comparer à d'autres

Document

N°

instruments. Les thermomètres à l'indium présentent toutefois l'inconvénient d'être d'assez grandes dimensions et le fil est extrêmement mou à la température ambiante.

12. ^4He vapour-pressure temperature scale, by M. P. Orlova and D. N. Astrov.

On considère que les thermomètres au germanium dopé à l'antimoine sont d'un emploi plus commode et d'un fonctionnement beaucoup plus sûr que les thermomètres à l'indium; ils pourraient être employés pour comparer des thermomètres à tension de vapeur de types différents.

ANNEXE 2

Réalisation et reproductibilité du point triple de l'oxygène

Par T. SOEJIMA, M. TAKAHASHI et S. SAWADA

National Research Laboratory of Metrology (Japon)

Abstract. — For the purpose of extending the range of the International Practical Temperature Scale down to the boiling point of hydrogen, it is generally thought that the triple point and the transition points of oxygen may serve as the reference fixed points in that temperature range. In this paper are given some details of experiments carried out for fusing solid oxygen for the above-mentioned purpose, and some methods for the preparation and purification of oxygen are also described. Results of the experiments show that the reproducibility of the triple point of oxygen is of the order of ± 0.0001 deg.

INTRODUCTION

L'emploi du point triple et de deux points de transition de l'oxygène comme points fixes dans le domaine au-dessous du point d'ébullition de l'oxygène est généralement considéré comme souhaitable pour l'extension vers les basses températures de l'Échelle Internationale Pratique de Température. Nous donnons ici un rapport sur les expériences que nous avons effectuées dans le but de réaliser avec précision le point triple de l'oxygène par le procédé de fusion de l'oxygène solide.

APPAREILLAGE

La figure 1 montre l'appareillage complet qui comprend essentiellement des dispositifs pour la réalisation du point triple, pour la préparation, la purification et le stockage de l'oxygène. L'oxygène gazeux utilisé est préparé par la méthode de décomposition à la chaleur de KMnO_4 .

Le dispositif pour la réalisation du point triple comprend un bloc de cuivre, une enveloppe à vide et un vase de Dewar (contenant un bain d'azote liquide). Ce dispositif est analogue à celui qui fut utilisé par A. Michels et ses collaborateurs pour la réalisation du point triple de l'argon [1], mais nous avons amélioré le mode d'immersion du thermomètre (*fig. 2*).

Le thermomètre à étalonner est déposé dans le fond du puits situé au milieu du bloc de cuivre. Huit trous d'un diamètre de 14 mm sont répartis autour de ce puits. Tous ces trous communiquent entre eux dans la partie inférieure du bloc de cuivre. L'oxygène gazeux provenant du réservoir est amené au bloc de cuivre par un tube en cupro-nickel fixé à la partie inférieure de celui-ci.

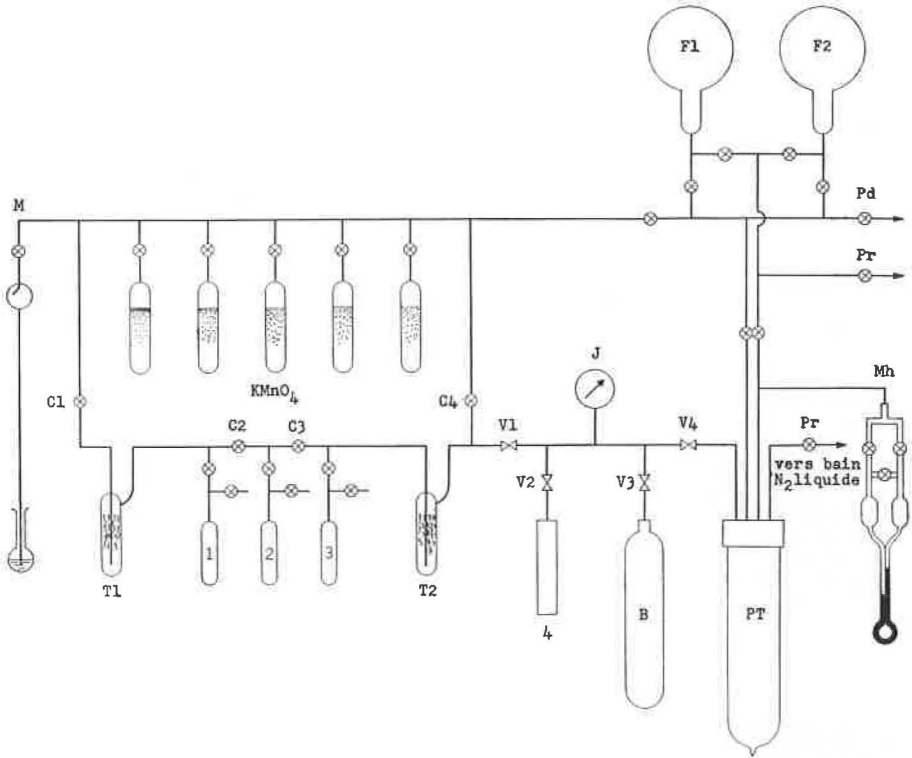


Fig. 1. — Ensemble de l'appareillage.

B, Bombe; F1, F2, Réservoirs (5 l) de O_2 ; J, Manomètre de Bourdon; M, Manomètre; Mh, Manomètre à huile; Pd, Pompe à diffusion d'huile; Pr, Pompe rotative; PT, Point triple; T1, T2, Pièges; 1, 2, 3, Condenseurs en verre; 4, Condenseur en laiton.

L'oxygène solide se forme dans la partie inférieure du bloc et dans les trous; mais, afin d'éliminer la conduction de chaleur le long des conducteurs du thermomètre et afin d'améliorer le contact thermique entre celui-ci et le bloc, nous avons utilisé une nouvelle disposition qui permet également la formation d'oxygène solide dans le puits du thermomètre.

D'autre part, les conducteurs allant au thermomètre sont, par l'intermédiaire des enroulements de deux bobines, connectés aux extrémités du fil de platine du thermomètre. Ce dernier est immergé dans la bobine inférieure en cuivre d'un diamètre approximativement égal au diamètre intérieur du puits du thermomètre. On solidifie l'oxygène dans ce puits jusqu'au niveau maximal de la jonction verre-platine de l'enveloppe du thermomètre.

Cette disposition du thermomètre et de ses conducteurs élimine à peu près totalement l'influence de la conduction de chaleur le long de ceux-ci.

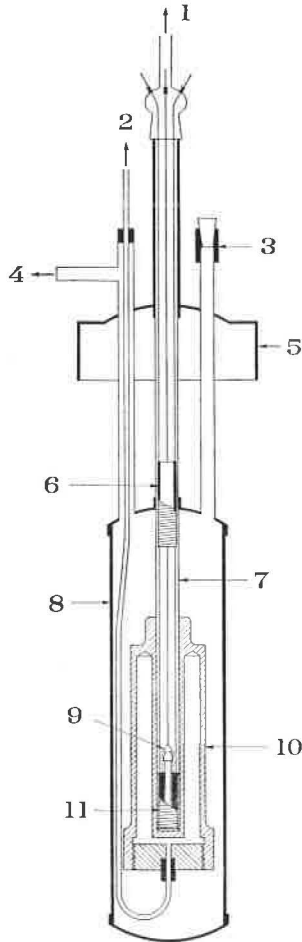


Fig. 2. — Point triple de l'oxygène.

1, Vers le réservoir de O_2 ; 2, Vers le système à haute pression de O_2 ; 3, Arrivée de H_2 liquide; 4, Vers la pompe à vide; 5, Couvercle du vase de Dewar; 6, Bobine de verre; 7, Tube en acier inoxydable; 8, Enveloppe à vide; 9, Thermomètre à résistance de platine; 10, Bloc de cuivre; 11, Bobine de cuivre.

FORMATION ET FUSION DE L'OXYGÈNE SOLIDE

Pour solidifier l'oxygène, on procède de la manière suivante : on remplit l'enveloppe d'hydrogène gazeux pour améliorer le contact thermique, puis on refroidit l'oxygène à l'aide d'azote liquide, on le liquéfie et on le solidifie à l'aide d'hydrogène liquide. Après solidification, le vide réalisé dans l'enveloppe est de l'ordre de 10^{-5} mm Hg et on remplit le vase de Dewar d'azote liquide.

L'oxygène solide, ainsi formé dans le bloc de cuivre, a une température beaucoup plus basse que celle de son point triple. Il est chauffé à une vitesse réglée par l'introduction lente d'hydrogène gazeux à l'intérieur de l'enveloppe. Quand la température de l'oxygène solide a atteint une valeur déterminée, l'hydrogène gazeux est évacué rapidement.

L'oxygène solide fond lentement par la chaleur qui pénètre par le tube d'acier inoxydable reliant l'enveloppe au bloc de cuivre, à cause de la différence de température entre l'azote liquide et l'oxygène solide. La lecture de la température du thermomètre est effectuée pendant cette période de fusion.

EXPÉRIENCES

On a utilisé un thermomètre à résistance de platine du type à capsule; la résistance à 0 °C, R_0 , était égale à 23,319 82 Ω ; le coefficient moyen, α , entre 0 °C et 100 °C, était de 0,003 923 90. Une variation de température de 0,001 deg au voisinage du point triple de l'oxygène correspondait approximativement à une variation de résistance de 0,000 091 Ω . On a utilisé un pont thermométrique du type Mueller G-2 de Leeds and Northrup.

Les figures 3 et 4 donnent deux exemples représentatifs des résultats de ces mesures.

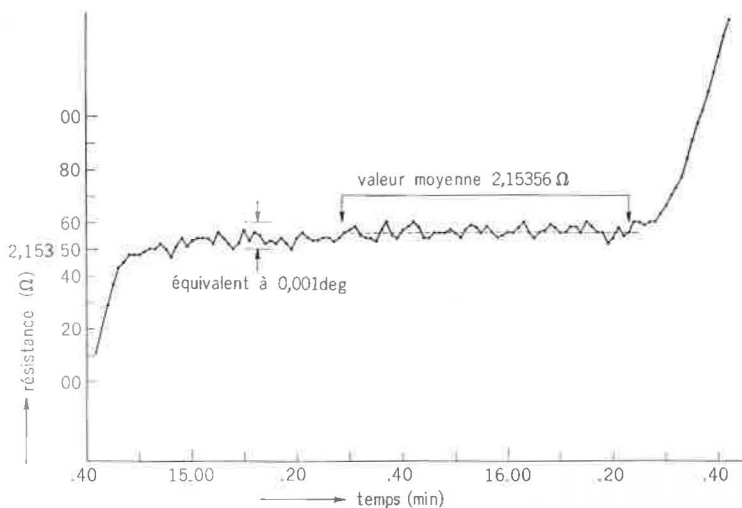


Fig. 3.

DISCUSSION

Il apparaît dans le palier représenté à la figure 3 une fluctuation dont l'amplitude est de l'ordre de $\pm 5 \times 10^{-4}$ deg; la cause de cette fluctuation n'est pas encore élucidée, mais elle est probablement liée au processus de solidification de l'oxygène. Ce résultat a été obtenu à la suite d'une congélation rapide de l'oxygène provoquée par le contact direct de l'hydrogène liquide avec le bloc de cuivre. Cet hydrogène liquide pénétrait à l'intérieur

de l'enveloppe par un tube en verre débouchant à sa partie supérieure (fig. 2).

Au contraire, le résultat indiqué à la figure 4 a été obtenu par une solidification lente de l'oxygène produite seulement par la conduction de chaleur le long du tube d'acier inoxydable, l'enveloppe ayant été vidée et le vase de Dewar rempli d'hydrogène liquide. Dans ce cas, on voit que le palier est plus net que celui de la figure 3.

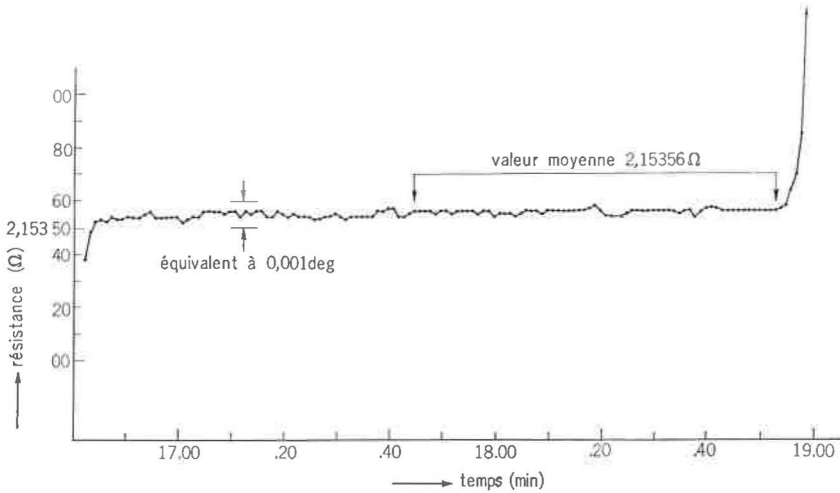


Fig. 4.

Les autres expériences ont également montré des paliers très nets de durée assez longue. La reproductibilité du palier, estimée par l'écart-type de toutes les mesures, a été de l'ordre de $\pm 1 \times 10^{-4}$ deg.

En conclusion, ces expériences confirment bien que le point triple de l'oxygène est susceptible de jouer le rôle de point fixe primaire.

(Juillet 1964)

BIBLIOGRAPHIE

- [1] MICHELS (A.), WASSENAAR (T.), SLUYTERS (Th.) et DE GRAAFF (W.), *Physica*, **23**, 1957, p. 89.

ANNEXE 3

Détermination de la relation entre la tension de vapeur de l'oxygène et la température internationale pratique dans le domaine de 660 à 860 mm Hg

Par T. MOCHIZUKI, S. SAWADA et M. TAKAHASHI

National Research Laboratory of Metrology (Japan)

Abstract. — In order to obtain a p (vapour pressure)- t (temperature) relation which can serve for calibrating platinum resistance thermometers at the boiling point of oxygen with a precision better than 0.001 deg, two capsule-type thermometers of which the values of α and δ were known have been compared with a vapour pressure thermometer containing the oxygen of which the purity was carefully checked. It was found that the observed t_{int} and p are expressed by

$$t_{\text{int}} = -182.97 + 9.5435 \left(\frac{p}{p_0} - 1 \right) - 3.680 \left(\frac{p}{p_0} - 1 \right)^2 + 2.16 \left(\frac{p}{p_0} - 1 \right)^3$$

with a standard deviation of 0.000 25 deg. Though generally t_{int} depends slightly on the thermometer used, it is concluded that the equation is more accurate than that given in the text of the I. P. T. S. for thermometers which satisfy the I. P. T. S. criterion.

Lors de l'étalonnage de thermomètres à résistance au point d'ébullition de l'oxygène, la connaissance de la relation entre la tension de vapeur et la température simplifie la technique d'étalonnage. En effet cette connaissance permet d'effectuer l'étalonnage à une température qui n'est pas obligatoirement celle qui correspond à la pression exacte d'équilibre de 760 mm Hg. Pour cette raison, l'Échelle Internationale Pratique de Température recommande une relation p - t valable dans le domaine de pression compris entre 660 et 860 mm Hg. Cependant, on a trouvé que cette relation n'est pas satisfaisante pour des étalonnages visant une précision supérieure à 0,001 degré. Le résultat des étalonnages faits à différentes températures conduit à des valeurs différentes de la résistance ramenées à $p = 760$ mm Hg au moyen de la relation p - t indiquée ci-dessus. Cela signifie que la température calculée à partir de cette formule n'est pas exactement en accord

avec la température internationale pratique, sauf à la pression de 760 mm Hg. Pour remédier à cet état de choses, on a besoin d'une nouvelle relation entre la pression et la résistance de thermomètres de platine, c'est-à-dire entre la pression et la température internationale pratique t_{int} seulement, sans faire intervenir la température thermodynamique. On donne ici le résultat de la détermination d'une relation de ce type applicable au domaine de pression compris entre 660 et 860 mm Hg.

EXPÉRIENCE

Au moyen du montage représenté aux figures 1 et 2, on a comparé t_{int} , calculée à partir de la résistance des thermomètres de platine du type à capsule, à la tension de vapeur de l'oxygène pur. La chambre à tension de vapeur est placée dans la cavité centrale d'un bloc de cuivre cylindrique qui permet de diminuer la différence de température entre la chambre à tension de vapeur et les thermomètres. L'un de ceux-ci peut être introduit dans le puits creusé suivant l'axe de la chambre à tension de vapeur, et les autres dans les quatre puits creusés dans le bloc de cuivre autour de la chambre à tension de vapeur. Un thermomètre introduit dans le puits central est donc entouré de vapeur et du liquide contenus dans la chambre à tension de vapeur.

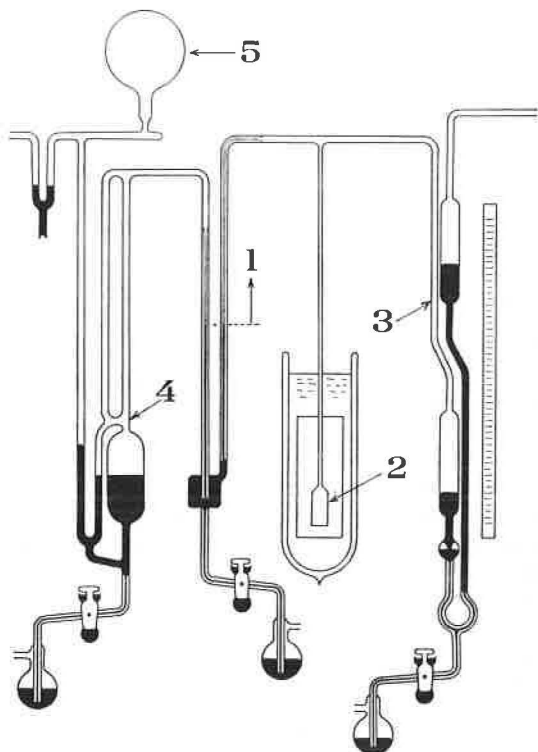


Fig. 1. — 1, Système à tension de vapeur; 2, Chambre à tension de vapeur; 3, Manomètre à mercure; 4, Pompe du type Töpler; 5, Réservoir à oxygène.

Le bloc de cuivre est enfermé dans une enceinte à double paroi où règne le vide. La paroi externe de l'enceinte est en contact avec de l'oxygène liquide réfrigérant. La paroi interne est fixée à la partie inférieure du réservoir d'oxygène liquide, ce réservoir étant fixé à la plaque supérieure de l'enceinte. La tension de vapeur dans ce réservoir est réglée de manière à ce que la température du bloc de cuivre se maintienne à la valeur désirée.

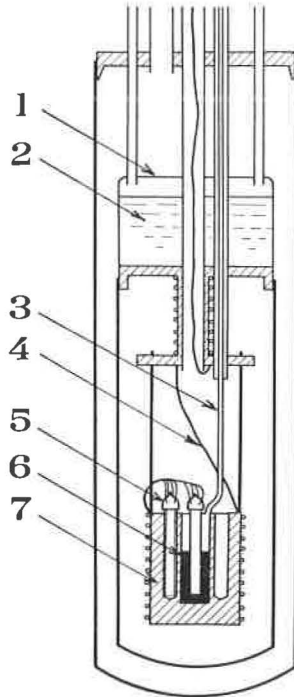


Fig. 2. — 1, Réservoir d'oxygène liquide; 2, Oxygène liquide; 3, Tube à tension de vapeur; 4, Conducteur du thermomètre; 5, Thermomètre à résistance; 6, Chambre à tension de vapeur; 7, Bloc de cuivre.

Deux thermomètres N° 5904 et N° 6002 sont introduits séparément dans les puits, le premier dans le puits de la chambre à tension de vapeur et l'autre dans le puits de la chambre à tension de vapeur, et fixés au moyen d'alliage de Wood.

L'oxygène, dont la tension de vapeur doit être mesurée, a été préparé par décomposition de KMnO_4 à la chaleur et, après plusieurs distillations fractionnées, conservé dans un réservoir en verre de 5 l. Avant la mesure, la quantité désirée d'oxygène est transférée du réservoir dans le thermomètre à tension de vapeur au moyen d'une pompe du type Töpler. Ce procédé, qui permet de faire varier le rapport du volume de l'oxygène liquide au volume de la vapeur de l'oxygène, permet de contrôler la pureté de l'oxygène utilisé. On n'a décelé aucune différence de pression supérieure à $\pm 0,02$ mm Hg, ce qui correspond à la précision des mesures, quand le volume de l'oxygène liquide dans la chambre à tension de vapeur passe de $0,04 \text{ cm}^3$ à $0,8 \text{ cm}^3$ environ pour un volume de vapeur de 100 cm^3 environ.

Pour chaque thermomètre, on observe simultanément la résistance et

la tension de vapeur à 65 températures différentes. La température t_{int} est calculée à partir de la résistance observée au moyen de la formule

$$(1) \quad R = R_0[1 + At_{\text{int}} + Bt_{\text{int}}^2 + C(t_{\text{int}} - 100)t_{\text{int}}^3];$$

les valeurs de t_{int} obtenues sont ensuite représentées par une équation du troisième degré en $\left(\frac{P}{p_0} - 1\right)$ au moyen de la méthode des moindres carrés, où $p_0 = 760$ mm Hg. Dans ces calculs, les constantes R_0 , A et B sont connues pour chaque thermomètre. En revanche, la constante C doit être déterminée de telle façon que la formule à déterminer de t_{int} en fonction de p donne la valeur $- 182,97$ °C pour $p = p_0$. Cette condition a été satisfaite par approximations successives. Le tableau I donne ces constantes.

TABLEAU I

| Thermomètre | α | A | $B \times 10^6$ | $C \times 10^{12}$ |
|-------------------|--------------|--------------|-----------------|--------------------|
| N° 5904 | 0,003 924 09 | 0,003 982 63 | - 0,585 43 | - 4,329 8 |
| N° 6002 | 0,003 923 50 | 0,003 982 05 | - 0,585 59 | - 4,329 5 |

On obtient les constantes R_0 et α directement à partir de l'étalonnage au point de fusion de la glace (pratiquement, au point triple de l'eau) et au point d'ébullition de l'eau, mais on ne peut pas obtenir la constante δ à partir de l'étalonnage direct au point d'ébullition du soufre, car il n'est pas souhaitable d'exposer ces thermomètres à une température aussi élevée. Les bobines de résistance de ces thermomètres du type à capsule sont celles qui ont été prises sur des thermomètres de type courant à tube protecteur en verre, et qui peuvent être exposées à la température du point du soufre. On a trouvé que l'opération consistant à sortir ces bobines des tubes protecteurs et à les mettre dans les capsules (fermées ensuite hermétiquement) ne modifie aucunement la valeur de α de ces bobines. On suppose donc que la valeur de δ reste également constante malgré la mise en capsule, et l'on adopte, pour calculer t_{int} , la valeur de δ mesurée lorsque la bobine était dans son tube protecteur en verre.

RÉSULTATS

On a obtenu les résultats suivants

$$(2) \quad t_{\text{int}} = - 182,97 + 9,543 5 \left(\frac{P}{p_0} - 1\right) - 3,682 \left(\frac{P}{p_0} - 1\right)^2 + 2,19 \left(\frac{P}{p_0} - 1\right)^3$$

avec le thermomètre N° 5904, et

$$(2') \quad t_{\text{int}} = - 182,97 + 9,542 6 \left(\frac{P}{p_0} - 1\right) - 3,680 \left(\frac{P}{p_0} - 1\right)^2 + 2,23 \left(\frac{P}{p_0} - 1\right)^3$$

avec le thermomètre N° 6002.

Ces deux équations concordent à $\pm 0,000 1$ deg dans tout le domaine de pression considéré. Ceci peut faire penser que ces équations ne contiennent pas d'erreurs systématiques dues à l'inégalité éventuelle de la température entre la chambre à tension de vapeur et les deux thermomètres à résistance de platine, ou dues à une erreur d'étalonnage de ces thermomètres. On estime qu'une erreur d'étalonnage de $+ 0,001$ deg au point de fusion de la glace, d'ébullition de l'eau et d'ébullition du soufre introduit respectivement sur t_{int} une erreur de $\pm 0,065$, $\pm 0,045$ et $\pm 0,003 5 \times 10^{-3}$ deg à $760 \text{ mm Hg} \pm 100 \text{ mm Hg}$. On voit que l'incertitude dans l'étalonnage au point du soufre n'a que relativement peu d'effet sur la détermination de t_{int} . Ce fait justifie l'estimation un peu grossière de δ dans l'étude présente.

En donnant le même poids aux lectures des deux thermomètres, on obtient finalement une seule équation

$$(3) \quad t_{int} = - 182,97 + 9,543 5 \left(\frac{P}{P_0} - 1 \right) - 3,680 \left(\frac{P}{P_0} - 1 \right)^2 + 2,16 \left(\frac{P}{P_0} - 1 \right)^3$$

avec l'écart-type de $0,000 25$ deg. La dispersion des données expérimentales, ainsi que l'exactitude avec laquelle l'équation (3) traduit ces données, est indiquée à la figure 3 sur laquelle les écarts par rapport à l'équation (3) des valeurs observées de t_{int} sont portés en fonction de p . L'écart de t_p , adopté dans le texte de l'Échelle Internationale Pratique de Température de 1948, par rapport à l'équation (3) est représenté par la ligne pointillée.

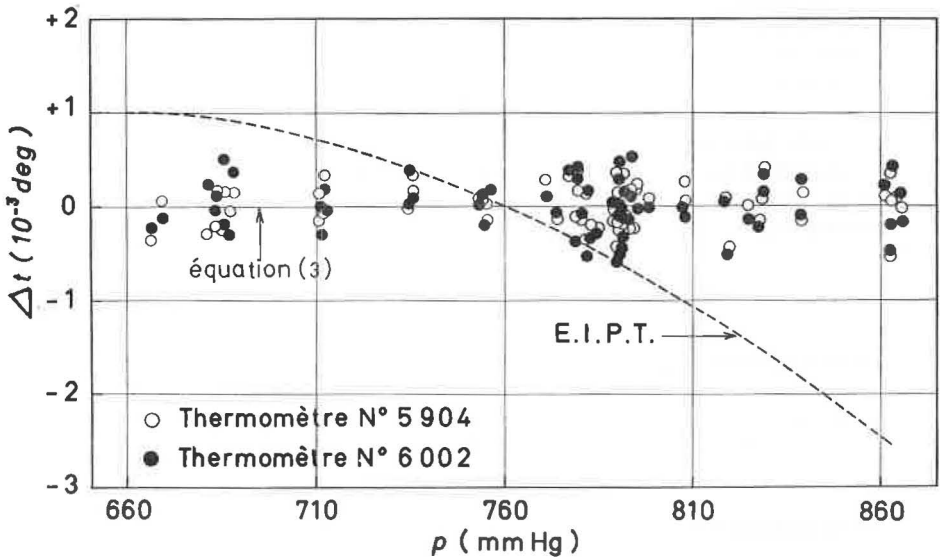


Fig. 3. — Dispersion des données expérimentales et écart entre t_p (formule du texte de l'Échelle Internationale Pratique de Température) et t_{int} (équation (3)).

Dans ce travail, on n'a utilisé que deux thermomètres à résistance de platine pour déterminer t_{int} . Comme t_{int} dépend quelque peu du thermomètre

à résistance de platine employé, il peut exister un doute sur la généralité de l'équation (3). Cependant, le résultat de la comparaison des thermomètres à résistance rapporté par Hoge et Brickwedde [1] montre que cette dépendance n'a pas d'effet sérieux sur l'équation (3), lorsque l'on ne prend en considération qu'un petit domaine de température de 2,5 deg au plus.

On peut conclure de cette expérience que l'équation (3) sera très largement utilisée pour ramener la résistance d'un thermomètre, qui répond aux critères de l'E.I.P.T., à une valeur déterminée de la tension de vapeur avec une précision meilleure que 0,001 deg.

(Juillet 1964)

BIBLIOGRAPHIE

- [1] HOGE (H. J.) et BRICKWEDDE (F. G.), *J. Res. N.B.S.*, **28**, 1942, p. 217.
-

ANNEXE 4

Quelques effets d'impuretés sur les thermomètres à résistance de platine

Par R. J. BERRY

Conseil National de Recherches (Canada)

Abstract. — Several platinum resistance thermometers have been purposely contaminated with both oxidized and unoxidized impurities. It has been found that the presence of unoxidized impurities could cause the resistance function to deviate widely from the 2-band theoretical model; on the other hand, the presence of oxidized impurities does not appear to have this adverse effect. Based on these results, a method for obtaining more uniform thermometer characteristics is suggested.

Au cours de ces dernières années on a porté beaucoup d'attention aux diverses relations résistance-température relevées pour des thermomètres à résistance de platine de construction et de marque différentes. On espérait pouvoir parvenir à une relation simple entre les résistances réduites $W_T = R_T/R_0$ des différents thermomètres, ce qui aurait fourni une base pour l'extension de l'échelle du thermomètre à résistance de platine au-dessous de 90 °K.

Dans un article sur ce sujet publié en 1963 [1] on a montré qu'aucun des 65 thermomètres examinés n'obéissait à la règle simple de Matthiessen et que seulement 20 pour cent des thermomètres semblaient répondre à la théorie plus élaborée des deux bandes de Sondheimer et Wilson. Le comportement des thermomètres étant si varié et si complexe, on a suggéré que la meilleure méthode pour procéder à l'interpolation de la fonction W_T entre un certain nombre de points fixes serait de tracer un graphique et une telle méthode a été proposée. Cependant, on a constaté avec intérêt que les thermomètres qui avaient tendance à suivre la théorie des deux bandes se plaçaient toujours, sur un graphique de W_T en fonction de $W_{0\cdot K}$, selon des points limités par une droite désignée par L_1 . Pour comprendre ce phénomène, de nouvelles études expérimentales ont été effectuées au N.R.C.; on trouvera ci-dessous un compte rendu préliminaire des résultats déjà obtenus.

On a trouvé essentiellement que la présence d'impuretés non oxydées, c'est-à-dire libres, dans la platine peut en modifier radicalement les proprié-

tés. Le procédé expérimental employé pour étudier cet effet a d'abord consisté à contaminer le platine d'un thermomètre à résistance du type de ceux que l'on trouve dans le commerce en le chauffant dans une atmosphère neutre ou réductrice à 700-850 °C. Les impuretés ainsi introduites dans le fil de platine par les supports ont ensuite été oxydées en chauffant le fil dans une atmosphère d'oxygène à 700-850 °C. Au début et à la fin de chaque période de contamination et d'oxydation, le thermomètre était contrôlé à plusieurs points fixes y compris celui de l'hélium; le cycle complet fut alors répété plusieurs fois.

A titre d'exemple, les résultats obtenus avec un thermomètre déterminé (Meyers 425) sont représentés à la figure 1 par un graphique de la résistance réduite à 100 °C (W_{ST}) en fonction de la résistance réduite à 0 °K (W_0).

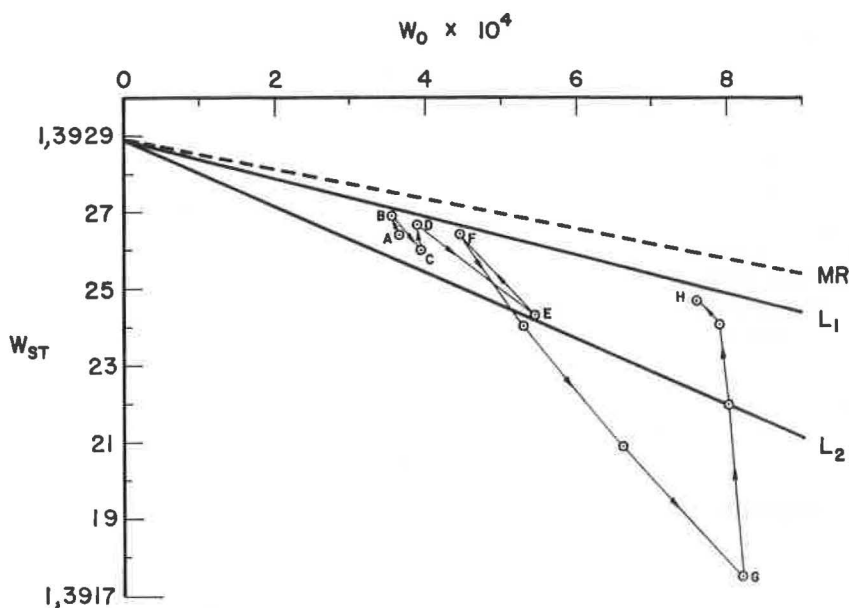


Fig. 1.

Un tel graphique a déjà été donné [1] pour 102 thermomètres différents et presque tous les points se trouvaient dans la zone comprise entre les droites L_1 et L_2 qui sont également indiquées à la figure 1. La droite MR est la droite sur laquelle tous les thermomètres se trouveraient s'ils obéissaient à la règle de Matthiessen. Le point A représente l'état du thermomètre au moment où il a été livré par le fabricant; le traitement ultérieur, indiqué par les flèches, a eu pour tendance générale de déplacer le point représentatif vers la droite à mesure que l'on introduisait des impuretés de plus en plus nombreuses. Au cours des oxydations, la résistance a évolué et le point est passé de A à B, de C à D, de E à F et de G à H tandis qu'au cours des contaminations le point est passé de B à C, de D à E et de F à G. Il est facile de voir que l'oxydation des impuretés rapprochait toujours le point de la droite L_1 tandis que l'introduction d'impuretés libres l'en éloignait.

Pour préciser la façon dont les propriétés du platine changent, il faudrait introduire des fonctions de correction comme η_T ou Γ_T [1]. Cependant, dans ce cas, il suffit de noter que sur des courbes comme celles de la figure 1, les fonctions de correction ci-dessus sont liées linéairement à la pente de la droite joignant le point particulier au point d'ordonnée $(W_{ST})_i$ sur l'axe vertical, ce dernier point correspondant à un platine idéalement pur. Nous voyons donc que les contaminations et les oxydations peuvent changer les propriétés du platine sur la presque totalité de l'intervalle normalement observé entre les droites L_1 et L_2 . En fait, il devrait être possible d'atteindre des états bien au-dessous de L_2 en augmentant simplement le degré de contamination par des impuretés non oxydées. A l'heure actuelle nous ne savons pas très bien pourquoi les oxydations n'ont pas conduit le point représentatif jusqu'à la ligne L_1 ; il est possible, cependant, que la température de 850 °C n'ait pas été suffisamment élevée pour oxyder toutes les impuretés.

Étant donné que la plupart des thermomètres commerciaux sont recuits à des températures inférieures à 650 °C, il est possible que leurs relations différentes entre la température et la résistance soient dues à la présence de quantités variables d'impuretés non oxydées dans le platine. Si c'est le cas, il devrait être possible d'obtenir des caractéristiques plus uniformes en appliquant à ces instruments un traitement thermique plus efficace en cours de fabrication. Les avantages résultant d'une telle uniformité seraient considérables; en particulier elle faciliterait l'interpolation de W_T entre des points fixes et réduirait l'incertitude de l'échelle des thermomètres à résistance. Des recherches complémentaires sur ce problème sont en cours.

(28 juillet 1964)

BIBLIOGRAPHIE

- [1] BERRY (R. J.), *Can. J. Phys.*, **41**, 1963, p. 946.
-

Thermométrie des hautes températures à l'aide du thermomètre à résistance de platine. II

Par S. NAKAYA et H. UCHIYAMA

National Research Laboratory of Metrology (Japon)

Abstract. — This is a report on the stability of platinum-resistance thermometers No. 611 and No. 621, as studied since the last report made at the 6 th session of C.C.T. in 1962. The report also indicates the promising characteristics of three new thermometers No. 631, No. 6441 and No. 6452. These thermometers have been held at a temperature of 1 064 °C for 200-300 hours and, at present, they show a continuous slight decrease of the R_{t_r} value. The R_{100}/R_0 value remains substantially constant before and after annealing at a temperature of 1 064 °C for 200 hours.

Nous présentons ici un rapport sur la stabilité de deux thermomètres à résistance de platine, N^{os} 611 et 621, observés depuis notre dernier compte rendu [1], et sur les caractéristiques de trois nouveaux thermomètres, N^{os} 631, 6441 et 6452.

Les nouveaux thermomètres ont été construits de la même manière que les précédents, à ceci près que l'on a utilisé de l'alumine pure recristallisée pour les tubes d'isolation à l'intérieur du tube de protection, à la place d'alumine moins pure. Les fils de platine utilisés ont un diamètre de 0,5 mm. La pureté du platine est inconnue pour le N^o 631; pour les N^{os} 6441 et 6452 cette pureté, exprimée par R_{100}/R_0 , est respectivement égale à 1,392 4 et 1,392 5.

Les thermomètres N^{os} 611 et 621 ont été maintenus environ pendant un an à la température ambiante, puis ils ont été soumis à la série de traitements thermiques suivants: (1) chauffage pendant quelques heures ou quelques dizaines d'heures à 1 070-1 080 °C; (2) refroidissement lent sans que les thermomètres soient sortis du four électrique arrêté et (3) mesure de la résistance au point triple de l'eau, R_{t_r} . Les thermomètres N^{os} 631, 6441 et 6452 ont été soumis à un cycle identique d'opérations aussitôt après leur construction.

A la suite des traitements appliqués jusqu'à présent, on constate que R_{t_r} de chaque thermomètre diminue à chaque cycle de chauffage-refroidissement (*fig. 1*). Ce fait prouve vraisemblablement que le fil thermométrique n'a guère été contaminé.

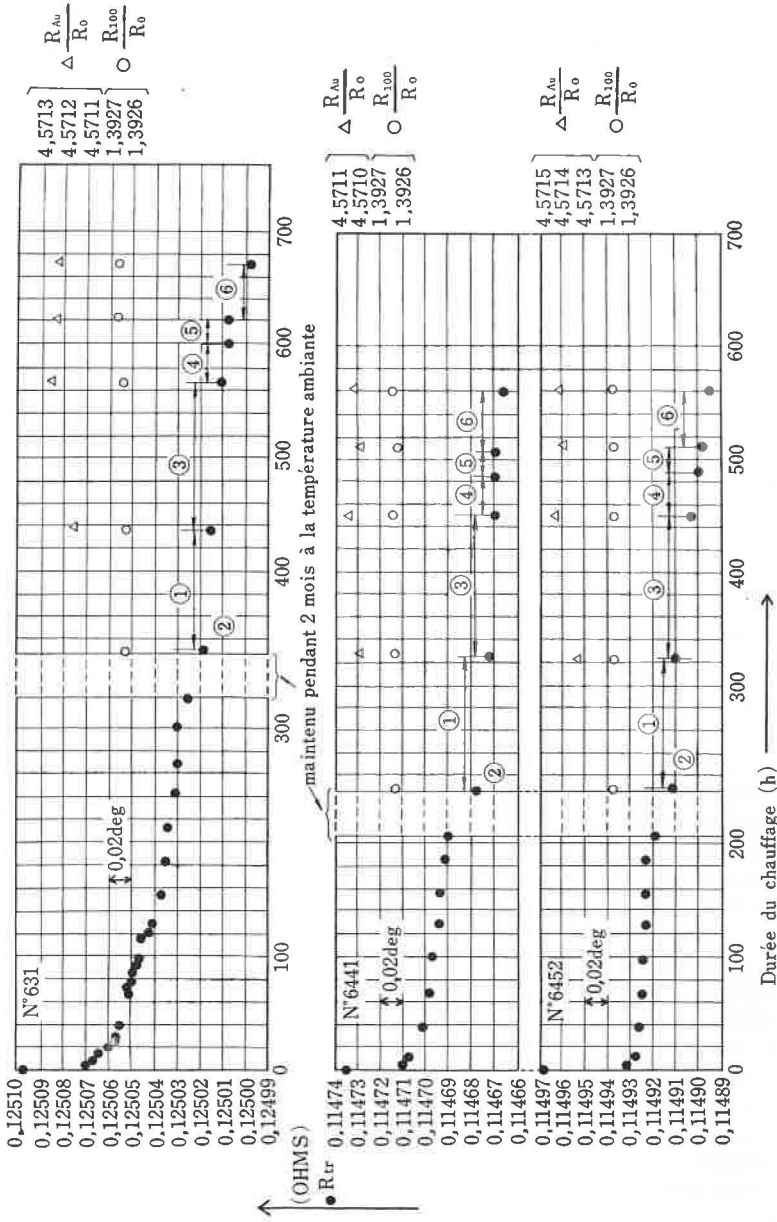


Fig. 1.

1 chauffage pendant 115 h à 1 060 °C. 2 chauffage pendant 1 h à 1 086 °C. 3 chauffage pendant 130 h à 1 064 °C.
 4 — — — 33 h à 1 100 °C. 5 — — — 24 h à 1 100 °C. 6 — — — 50 h à 1 064 °C.

Bien que les thermomètres N^{os} 611 et 621 aient été soumis à un chauffage d'environ 150 heures à une température plus élevée que le point de l'or [1], les valeurs de R_{tr} ont diminué d'une quantité correspondant à 0,01-0,02 deg. Cette variation est due au chauffage appliqué pour la première fois après le maintien des thermomètres pendant un an à la température ambiante. On a constaté le même phénomène avec les thermomètres N^{os} 611, 631, 6441 et 6452, après qu'ils eurent été maintenus pendant deux mois à la température ambiante durant les expériences en cours.

Voyons la manière dont la valeur de R_{tr} pour chaque thermomètre se stabilise par répétition du cycle du traitement thermique. Parmi les nouveaux thermomètres, on constate que la valeur de R_{tr} s'est stabilisée le plus rapidement pour le N^o 6452, moins rapidement pour le N^o 6441 et d'une manière plus lente pour le N^o 631 (*fig. 1*). On voit que la stabilisation s'obtient d'autant plus rapidement que la pureté du platine est plus élevée.

De nouvelles recherches seront nécessaires pour établir une relation entre R_{100}/R_0 et R_{tr} . On note cependant que R_{100}/R_0 reste pratiquement constant avant et après un chauffage continu de 115 heures à une température voisine de celle du point de l'or, en dépit de la diminution appréciable de R_{tr} .

Il apparaît que ce phénomène est lié à la croissance du grain cristallin du platine. Les recherches seront poursuivies afin d'en tirer des conclusions.

Les mesures au point de fusion de l'or ont été faites en utilisant la méthode d'insertion directe du thermomètre dans le lingot d'or chauffé dans un creuset en graphite.

Au cours de ces expériences les thermomètres N^{os} 611 et 621 ont été malheureusement cassés. Après cet accident il a été confirmé qu'aucune déformation du fil de platine, causée par le chauffage, n'a pu être décelée et qu'en conséquence il n'y a pas risque de court-circuit dans l'enroulement du fil de platine.

(Septembre 1964)

BIBLIOGRAPHIE

- [1] NAKAYA (S.) et UCHIYAMA (H.), *Comité Consultatif de Thermométrie*, 6^e Session, 1962, p. 57.
-

Sur la stabilité du thermomètre à résistance de platine aux hautes températures

Par F. Z. ALIEVA

Institut de Métrologie D. I. Mendéléév (U.R.S.S.)

Резюме. — Разработан высокотемпературный платиновый термометр сопротивления новой конструкции. Каркас термометра изготовлен из лейкосапфировых дисков. Через отверстия дисков прошита платиновая проволока чувствительного элемента диаметром 0,4 мм. Чувствительный элемент с выводами помещен в платиновую пробирку диаметром 8 мм, толщиной стенки 0,4 мм и длиной 500 мм. Платиновая пробирка герметично приварена к стеклянной трубке, через которую проходят платиновые выводы к головке термометра. Сопротивление термометра в тройной точке воды равно 0,245 ом.

Исследования показывают, что нестабильность термометра после многократного измерения точки золота в течение 3 месяцев не превышает 0,003 град.

Un thermomètre à résistance de platine pour hautes températures a été construit à l'I.M.M. (*fig. 1*).

La monture du thermomètre est constituée de trois disques (1) en leucosaphir percés chacun de sept ouvertures. Ces disques sont fixés par un fil de platine (0,5 mm de diamètre et 45 mm de longueur) traversant l'ouverture centrale, les extrémités du fil étant terminées par de petites boules (2). Des perles (6) de leucosaphir enfilées sur le fil servent à isoler celui-ci et à maintenir la distance nécessaire entre les disques. Par les six autres ouvertures passe le fil de platine (0,4 mm de diamètre) de l'élément sensible (9). A chaque extrémité du fil sont soudées deux sorties en platine (3) de 0,5 mm de diamètre qui vont vers la tête (4) du thermomètre; ces sorties sont aussi isolées par des perles (6) en leucosaphir. Le long de ces sorties on a fixé six disques de blindage (7). L'ensemble est placé dans une gaine en platine (8) de 8 mm de diamètre, 0,4 mm d'épaisseur de paroi et 500 mm de long. Cette gaine est hermétiquement scellée au tube en verre (5) dans lequel passent les sorties de platine vers la tête du thermomètre.

Ce dernier est rempli d'hélium à la température de 600 °C et contient une certaine quantité d'oxygène; la pression de l'hélium à cette température est d'environ 10^5 N.m⁻² (1 atm).

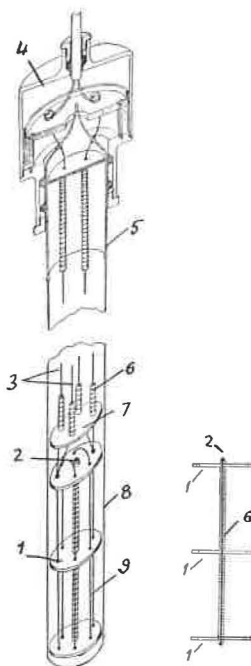


Fig. 1.

Le coefficient de température α de la résistance du thermomètre était égal à $3,9268 \times 10^{-3} \text{ deg}^{-1}$ immédiatement après sa construction. Après un recuit de 13 h à 1 080-1 090 °C, le coefficient α a été abaissé jusqu'à $3,9251 \times 10^{-3} \text{ deg}^{-1}$. La résistance du thermomètre au point triple de l'eau est voisine de 0,245 Ω .

Pour déterminer l'influence d'une température élevée sur la résistance du thermomètre, celui-ci a été continuellement maintenu à 1 080-1 090 °C pendant 100 h. Le changement de la résistance au point triple après le recuit correspond à un changement de température de 0,001 degré.

On a également déterminé l'influence du changement de la pression de l'hélium à l'intérieur du thermomètre. La résistance du thermomètre au point triple de l'eau a été mesurée pour les pressions de $0,7 \times 10^4$ et 16×10^4 N.m⁻². Aucun changement de la résistance du thermomètre en fonction de la pression n'a été observé dans les limites de la sensibilité de l'appareil de mesure.

On a constaté que le mode de refroidissement du thermomètre après usage à hautes températures était très important. Après avoir retiré le thermomètre du point de l'or et l'avoir laissé refroidir à la température ambiante, on a mesuré sa résistance au point triple de l'eau; on a constaté une augmentation de la résistance, correspondant à 0,02-0,3 degré.

Par la suite, le thermomètre a été retiré du métal fondu et laissé au-dessus du creuset à l'intérieur du four qui se refroidissait lentement. La résistance du thermomètre au point triple de l'eau a été mesurée après un refroidissement de 20 h jusqu'à la température ambiante. La reproductibilité des valeurs de la résistance était équivalente à 0,001-0,002 degré.

Ces recherches montrent que l'instabilité du thermomètre au cours d'un régime de refroidissement lent après des mesures répétées au point de l'or pendant deux à trois mois ne dépasse pas 0,003 degré.

La précision des mesures de température dans le domaine de 400 à 1 063 °C à l'aide de ce type de thermomètre est dix fois supérieure à la précision que fournissent les thermocouples dans ce même domaine de température.

(Septembre 1964)

ANNEXE 7

Effets du rayonnement dans les mesures précises avec des thermomètres à résistance

Par E. H. McLAREN et E. G. MURDOCK

Conseil National de Recherches (Canada)

Abstract. — Two radiation effects that give rise to significant errors in temperature measurements with standard platinum resistance thermometers have been experimentally observed and examined in some detail. The first effect is due to black body radiation losses in transparent (visible and near infra-red) thermometer sheaths that are large enough to preclude a true black body temperature equilibrium between platinum sensor and fixed point; a degradation > 0.08 deg from black body equilibrium has been observed for a fused silica sheathed thermometer at the antimony point. The second effect is due to the transmission of and subsequent absorption by the platinum sensor of visible and near infra-red radiation from normal laboratory illuminations through ice packed water triple point cells; the absorbed energy may heat the platinum enough to introduce significant (several 10^{-4} deg) errors in the resistance measurements at the water triple point.

The report describes the investigations and suggests methods for eliminating uncertainties in temperature measurements caused by these radiation effects.

INTRODUCTION

Deux effets de rayonnement qui donnent lieu à des erreurs importantes dans les mesures de température pour lesquelles on emploie des thermomètres étalons à résistance de platine, ont fait l'objet d'expériences et ont été examinés de façon assez détaillée. Le premier effet est dû à des pertes par rayonnement de corps noir dans les gaines transparentes (aux rayonnements visible et du proche infrarouge) des thermomètres, pertes qui sont assez importantes pour empêcher un véritable équilibre de température entre le détecteur en platine et un point fixe; on a observé un écart de température supérieur à 0,08 deg pour un thermomètre à gaine de silice fondue au point de l'antimoine. Le deuxième effet est dû à la transmission, et à l'absorption qui s'ensuit par le détecteur en platine, de rayonnements visible et du proche infrarouge provenant de l'éclairage normal du laboratoire au travers des ampoules à point triple de l'eau entourées de glace; l'énergie absorbée peut échauffer suffisamment le platine pour introduire des erreurs appré-

ciables (plusieurs 10^{-4} deg) dans les mesures de résistance au point triple de l'eau.

Le présent rapport décrit les recherches effectuées et l'on y suggère des méthodes visant à éliminer dans les mesures de température les incertitudes causées par ces effets de rayonnement.

Les effets de rayonnement dépendent des propriétés optiques des matériaux employés dans la mesure des températures. Le platine absorbe une grande partie des radiations du spectre visible et du proche infrarouge. Le rayonnement du corps noir est perdu par réflexions internes (*piping*) dans les parois des gaines transparentes des thermomètres; la silice fondue et le verre « Pyrex » laissent relativement bien passer les radiations dont les longueurs d'onde sont inférieures à environ $5,0 \mu\text{m}$ et $3,5 \mu\text{m}$, respectivement. La glace et l'eau deviennent opaques aux radiations d'environ $1,4 \mu\text{m}$. Les effets de rayonnement ne peuvent être éliminés qu'en empêchant de façon efficace la perte de rayonnement par l'intérieur ou par une protection contre l'apport de rayonnement venant de l'extérieur de la zone critique où le point fixe est réalisé.

DONNÉES EXPÉRIMENTALES

1. *Réflexions internes du rayonnement du corps noir dans les gaines transparentes de thermomètres.*

a. *Point de l'antimoine.* — Le four et les dispositifs de support des échantillons ont été décrits par ailleurs (*cf.* Annexe 1, Document N° 17). L'importance des pertes par rayonnement dans les tiges de thermomètres a été découverte au cours des recherches effectuées sur l'influence de la profondeur d'immersion, due à la pression, sur le point de congélation de l'antimoine. La figure 1 montre la façon dont ce point variait avec la profondeur d'immersion pour un thermomètre étalon de type Meyers à gaine de silice fondue selon que la gaine était noircie [courbe (a)], ou claire [courbe (d)]. De plus la figure 1 montre l'effet d'un petit dispositif de chauffage de la tige situé dans le puits du thermomètre à environ 8 cm au-dessus du niveau de l'antimoine liquide. Sans dispositif de chauffage de la tige [courbe (a)], le thermomètre noirci a suivi le gradient hydrostatique pression-température auquel on s'attendait lorsque le milieu du détecteur était immergé à environ 10 cm dans la masse fondue. Quant au thermomètre clair [courbe (d)], il n'a pas suivi le gradient de température théorique lors des immersions; lors de l'immersion la plus profonde, la température était inférieure d'environ $0,035$ deg à celle qui était obtenue pour le même thermomètre avec une tige noircie. Par ailleurs, pour une immersion de 15,5 cm la température indiquée par le thermomètre à tige claire pouvait varier de $0,002$ ou $0,003$ deg en faisant simplement tourner le thermomètre dans son puits; lors de la même expérience avec le thermomètre noirci on ne constatait aucun effet sur la température indiquée. Un chauffage complémentaire de la tige du thermomètre noirci (a, b, c) ne change pas la température indiquée du point de l'antimoine, mais il semble affecter l'immersion minimale requise avant que le gradient idéal de température ne soit relevé dans la masse fondue. Les courbes (d) à (h) mettent en évidence une mauvaise liaison thermique entre le thermomètre à tige claire et le point fixe.

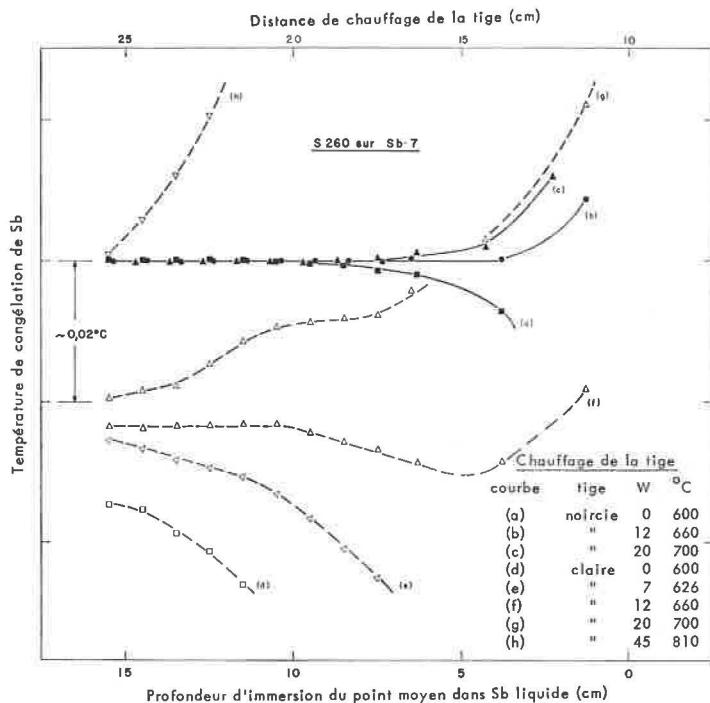


Fig. 1. — Influence des variations de la profondeur d'immersion sur la température.

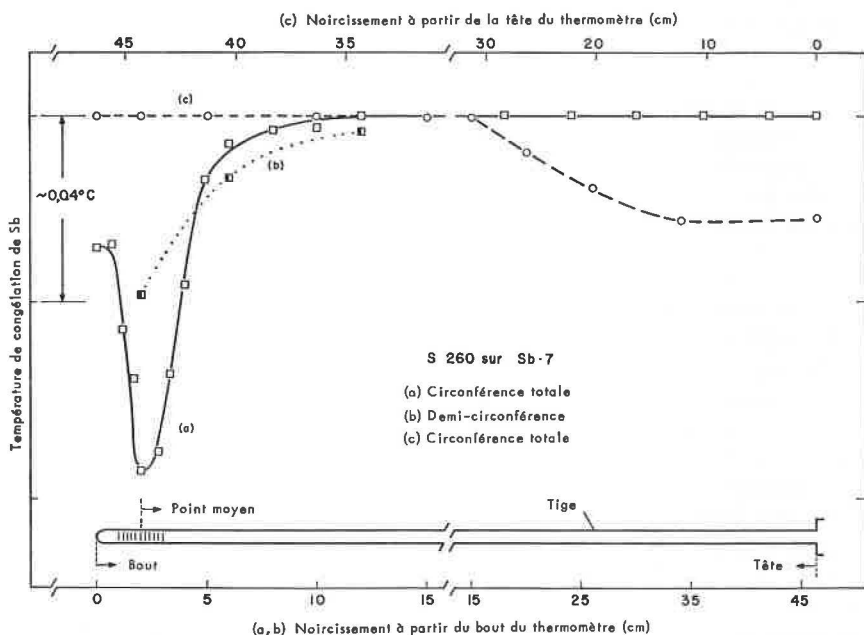


Fig. 2. — Variation de la température de congélation de l'antimoine selon le noircissement de la tige du thermomètre.

La figure 2 montre comment la température de congélation de l'antimoine variait avec le noircissement de la tige pour le même thermomètre pour une immersion donnée de 13,5 cm. D'autres expériences ont montré qu'une bande étroite de noircissement, entre 10 et 15 cm (zone où la tige émerge de la masse fondue), était aussi efficace que le fait de peindre le thermomètre tout entier pour empêcher les pertes par rayonnement. La partie de la courbe (a) correspondant au point où le noircissement passe au-dessus de la bobine de détection est particulièrement intéressante. A mesure que le noircissement commence à éloigner de la bobine le rayonnement lumineux direct, la température indiquée pour le point de congélation de l'antimoine baisse rapidement jusqu'à ce que la moitié de la bobine soit recouverte; la température de congélation s'élève ensuite jusqu'à la valeur d'équilibre tandis que le noircissement continu arrête efficacement les importantes pertes de rayonnement dans la tige.

Le fait de noircir l'intérieur du puits du thermomètre ou de donner à la face externe de ce puits un fini mat n'a pas modifié la température de congélation de l'antimoine en équilibre lors des mesures effectuées avec un thermomètre noirci mais, comme l'on s'y attendait, cela a modifié la température indiquée lors de mesures effectuées avec un thermomètre non noirci. Des éraflures de surface et la dévitrification des gaines de silice claire, lorsque le thermomètre est employé à des températures élevées, peuvent réduire peu à peu les pertes par rayonnement quel que soit le thermomètre. L'efficacité du noircissement peut être facilement démontrée si l'on observe des tubes de silice peints ou non dans un four à 630 °C. Des pellicules ou des revêtements d'or seraient probablement tout aussi efficaces. Les gaines des thermomètres faites de tubes en silice translucide, au lieu de silice transparente ou de tubes en Al_2O_3 , élimineraient très probablement les erreurs dues aux pertes dans les tiges, mais ces matériaux rendraient impossibles les contrôles simples et directs du détecteur. Un fini mat exécuté à la meule sur une partie de la tige du thermomètre conviendrait probablement pour capter le rayonnement de la tige, mais étant donné le manque de thermomètres à résistance cette dernière méthode n'a pas été vérifiée par crainte de briser des thermomètres. Le tableau I donne quelques-uns des résultats obtenus avec quatre thermomètres de type Meyers concernant les effets de perte sur la tige par rayonnement aux points de l'antimoine, du zinc et de l'étain: les thermomètres S261, S260 et 326 ont une gaine en silice fondue tandis que le thermomètre 422 est un thermomètre ordinaire à gaine en « Pyrex ».

b) *Points du zinc et de l'étain.* — Le tableau I donne aussi quelques résultats obtenus aux points du zinc et de l'étain. Des pertes significatives dans les tiges par rayonnement ont été mesurées pour les thermomètres à gaine en silice, mais de nouvelles mesures sont nécessaires pour déterminer l'importance des pertes que l'on peut déceler dans les thermomètres à gaine en « Pyrex ».

Les valeurs indiquées aux points du zinc et de l'étain dans le tableau I ont été obtenues alors que l'enduit de noircissement de la tige était appliqué en bandes de 5 cm de long et les thermomètres immergés (immersions au point moyen: 13,5 cm) de telle sorte que le sommet de ces bandes se trouvait à la surface du métal liquide dans les creusets. On doit veiller, à ces basses températures, lorsque l'on utilise des enduits d'Aquadag, à ce

TABLEAU I

*Diminution de la température mesurée *
due aux pertes par rayonnement dans la tige.*

| | Gaine en silice fondue | | | Gaine en « Pyrex » |
|---|------------------------|-------------|-----------|--------------------|
| | S 261 | S 260 | 326 | 422 |
| Transparence visible de la gaine . . . | faible | assez bonne | bonne | bonne |
| Point de Sb : puits en silice . . . | 0,002 deg | 0,035 deg | 0,084 deg | — |
| Point de Zn : puits en silice . . . | — | 0,000 9 | 0,016 | ≦ 0,000 3 deg |
| — « Pyrex ». | — | 0,000 9 | 0,013 | ≦ 0,000 3 |
| Point de Sn : puits en silice . . . | — | ≦ 0,000 2 | 0,000 6 | ≦ 0,000 2 |
| — « Pyrex ». | — | ≦ 0,000 2 | 0,000 6 | ≦ 0,000 2 |

* Différence entre la gaine noircie et la gaine non noircie.

que les processus d'oxydation exothermiques n'introduisent pas d'erreurs dans le cas des thermomètres entièrement noircis. Au point de l'antimoine, ces processus d'oxydation créent rapidement, autour du graphite sur la tige près du détecteur, une atmosphère réductrice qui les arrête. La combustion lente du graphite continue, mais seulement à partir d'une interface de combustion qui avance lentement à partir d'une position située à environ 28 cm de l'extrémité du thermomètre dans nos fours.

2. Influence de l'irradiation sur les ampoules à point triple de l'eau, entourées de glace.

Une ampoule a été entourée de glace pilée (3 à 6 mm de diamètre) au centre d'une boîte ouverte en polystyrène expansé de 30 × 35 cm de dimensions intérieures, 50 cm de profondeur et 10 cm d'épaisseur des parois; cette boîte est placée dans une cuve métallique ouverte. La figure 3 est un schéma de l'ampoule à point triple et de la disposition du thermomètre; on y voit comment l'immersion dans la glace a été mesurée. Aux points moyens d'immersion de 41 et de 33 cm, la surface de la glace pilée était au même niveau que le sommet de la boîte.

Les intensités de l'irradiation ont été déterminées pour des incidences normales par rapport à la surface de la glace avec un luxmètre, et elles n'ont pas été corrigées pour les variations de la couleur ou de l'angle d'incidence. Des mesures précises d'intensité lumineuse n'ont pas été jugées nécessaires parce qu'une bonne pratique de la thermométrie exigerait l'élimination complète de toute correction d'irradiation. Du fait que des effets de chauffage assez considérables ont été observés, une brève série de mesure de résistances (1N 1R 2R 2N 1N 1R) a été employée pour déterminer la résistance du thermomètre à courant nul au point triple de l'eau

avec une précision suffisante pour étudier l'influence de l'irradiation. Des écrans en aluminium étaient utilisés pour fermer la boîte ouverte afin de déterminer l'influence de la dimension de la fenêtre.

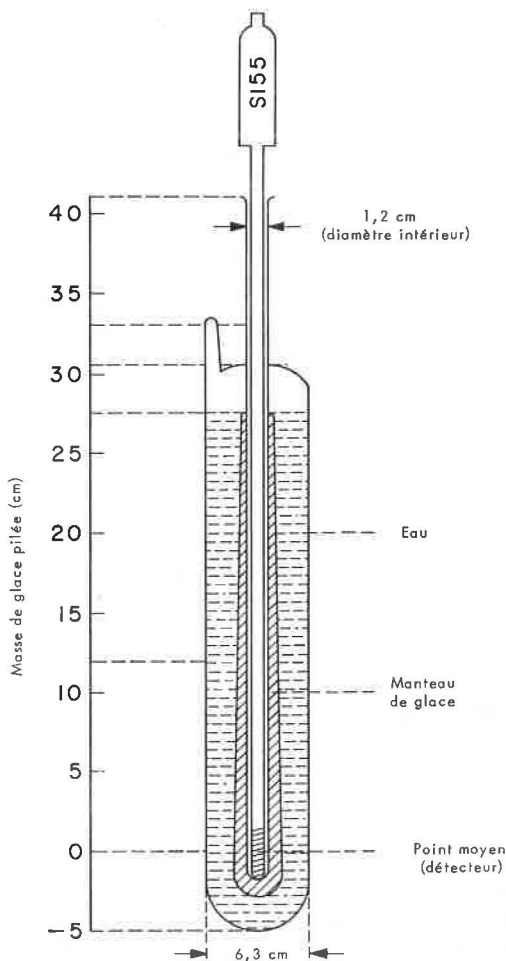


Fig. 3. — Schéma du montage expérimental de l'ampoule à point triple de l'eau entourée de glace pilée.

Le tableau II donne un aperçu des augmentations de température dues au chauffage par irradiation des détecteurs en platine au-dessus de leurs températures d'équilibre au point triple observé dans l'obscurité et déterminées pour différentes sources de rayonnement. On trouvera également au tableau II une mesure de l'influence de l'irradiation sur un thermomètre courant de type Meyers immergé dans un bain de glace habituel pour point zéro. On constate que des effets de chauffage comparables ont été observés sur les trois types de détecteurs.

TABLEAU II

Résumé des effets de chauffage observés pour diverses sources d'irradiation et différents détecteurs de température

| Thermomètre | Type de source # | Irradiation | | Profondeur d'immersion du point moyen dans la masse de glace (cm) | Effet de chauffage (10^{-4} deg) (pour des ouvertures, en cm^2 , de) | | |
|---|------------------|--|---|---|--|--------------------------|-------|
| | | t couleur approximative ($^{\circ}\text{K}$) | Eclaircement à la surface de la glace (lux) | | 1 050 | 160 | |
| a. Ampoule à point triple de l'eau N° 214 immergée dans de la glace pilée | | | | | | | |
| Meyers normal S 155 | F | 6 500 | 690 | 41 | 1,8 | 0,6 | 0,0 |
| | | | 625 | 33 | 3,9 | 1,8 | 0,1 |
| | T | 2 800 | 475 | 41 | 1,2 | 0,7 | 0,0 |
| | | | 430 | 33 | 3,4 | 1,8 | 0,4 |
| | S | 6 500 | 506(indirect) | 33 | 3,9 | 2,6 | - 0,2 |
| | | | $\approx 38\ 000$ (direct) | 33 | 40,4 | 263 | 17 |
| | H.P. (1000 W) | 800 | à 50 cm | 33 | - 0,1 | | |
| | | | à 90 cm | - 5 | - 0,2 | | |
| | I.F. (250 W) | 2 500 | à 70 cm | 33 | 2,8 | 2,2 | - 0,2 |
| | | | | | | | |
| Tinsley normal (165 040) | F | 6 500 | 625 | 33 | 3,8 | | |
| | T | 2 800 | 430 | 33 | 3,4 | | |
| Leeds and Northrup type capsule (1 600 952) | F | 6 500 | 625 | 33 | 4,2 | | |
| | T | 2 800 | 430 | 33 | 4,0 | | |
| b. Point de glace préparé dans un vase de Dewar argenté de 8,5 cm de diamètre intérieur | | | | | | | |
| Meyers normal S 155 | F | 6 500 | 690 | 41 | 2,3 | (pour 57 cm^2) | |

* F, fluorescence ; T, incandescence au tungstène ; S, lumière solaire ; H.P., plaque chauffante de réchaud ; I.F., infrarouge de réflecteur industriel.

CONCLUSIONS

1. Les pertes par rayonnement dans les thermomètres courants à résistance de platine et à gaine transparente donnent lieu à de grandes erreurs systématiques dans les mesures faites aux températures élevées et il convient d'éliminer ces pertes par des techniques appropriées.

2. On devrait vérifier soigneusement tous les montages expérimentaux employant des ampoules à point triple de l'eau entourées de glace pilée afin de déceler tout chauffage du détecteur en platine par des radiations lumineuses ou du proche infrarouge, en comparant la température du point triple obtenue sous irradiation normale avec les valeurs correspondantes obtenues dans l'obscurité. Toute erreur due au chauffage par rayonnement, détectée à la température du point triple, peut être éliminée soit en travaillant dans un laboratoire en éclairage réduit, soit en protégeant avec soin le thermomètre et l'ampoule du rayonnement indésirable.

Les recommandations du C.I.P.M. sur la préparation et l'emploi des ampoules à point triple de l'eau devraient comprendre une remarque restrictive concernant l'effet de chauffage par rayonnement.

3. L'importance des pertes par rayonnement dans les gaines transparentes des thermomètres à résistance aux températures relativement basses conduit naturellement à des spéculations concernant les erreurs systématiques qui peuvent se produire dans les mesures aux températures élevées, effectuées à l'aide des thermomètres à gaz, par suite de pertes par rayonnement dans les réservoirs et dans les capillaires en silice, et l'impossibilité générale d'atteindre les conditions d'équilibre du corps noir.

(28 juillet 1964)

Résultats de la détermination du coefficient de dilatation thermique du quartz fondu

Par A. N. KOROLEVA et E. B. CHEVTCHENKO

Institut de Métrologie D.I. Mendéléév (U.R.S.S.)

Резюме. — Дилатометр позволяет определять температурные коэффициенты расширения абсолютным методом в стационарных температурных условиях в интервале 20-800 °С с предельной погрешностью $\pm 5 \times 10^{-8}$ град⁻¹.

Приводятся результаты исследования интерференционного дилатометра, показывающие, что погрешность измерения длины образца при температурах до 600 °С не более $\pm 0,1$ мкм и $\pm 0,2$ мкм при температурах от 600 до 800 °С. Неравномерность температурного поля в зоне образца на расстоянии в 30 мм — не более 0,3 град.

Приводятся результаты определения температурных коэффициентов расширения образцов из плавленого кварца сорта «прозрачный» в интервале 20-800 °С и образцов из плавленого кварца сорта «оптический» в интервале 20-775 °С.

Расхождения в значениях коэффициентов расширения между отдельными сериями и для различных образцов одного сорта не превосходят величины 5×10^{-8} град⁻¹.

L'accroissement de la précision des mesures lors de la réalisation de l'échelle thermodynamique de température exige une très grande précision dans la détermination du coefficient de dilatation linéaire α du matériau dont sont fabriqués les réservoirs du thermomètre à gaz. En effet, l'erreur commise dans la détermination de α a une grosse influence sur le résultat de la mesure gazothermique.

Ce coefficient α a été déterminé à l'aide du dilatomètre interférentiel dans le laboratoire des mesures linéaires et angulaires de l'I.M.M. La longueur de l'échantillon est mesurée par une méthode absolue interférentielle à des températures constantes. Les éléments principaux du dilatomètre sont : un dispositif d'autocollimation, un interféromètre, un four électrique et un thermorégulateur.

L'interféromètre se compose de deux lames en quartz entre lesquelles est disposé l'échantillon à examiner. Celui-ci est fabriqué de telle manière qu'il est en contact avec chacune des lames en trois points. Les surfaces d'appui de l'échantillon n'étant pas parallèles on peut observer, lors de

l'éclairage de l'interféromètre par un faisceau parallèle de lumière monochromatique, des franges d'égale épaisseur. On détermine la longueur de l'échantillon à une température donnée par la différence de marche des deux faisceaux lumineux qui se réfléchissent sur la face supérieure de la lame inférieure et sur la face inférieure de la lame supérieure. On calcule l'ordre d'interférence par la méthode des excédents fractionnaires en utilisant plusieurs radiations monochromatiques réparties dans le spectre. Une correction est appliquée à la valeur des longueurs d'onde pour tenir compte des conditions expérimentales (température et pression) qui diffèrent des conditions normales. Pour l'indice de réfraction de l'air on a utilisé la formule de Sears et Barrell [1].

La correction calculée correspond à une précision de 2×10^{-8} à la température ambiante et de 1×10^{-6} vers 800 °C.

Les erreurs maximales de la mesure de la longueur de l'échantillon aux différentes températures sont données au tableau I.

TABLEAU I

| t mesure (°C) | Erreur sur la longueur de l'échantillon (μm) |
|--------------------|--|
| Ambiante | $\pm 0,05$ |
| 200 | $\pm 0,08$ |
| 400 | $\pm 0,1$ |
| 600 | $\pm 0,1$ |
| 800 | $\pm 0,2$ |

Pour que le gradient de température le long de l'échantillon soit minimal, l'échantillon disposé entre les lames est enfermé dans un bloc métallique. Le four possède trois enroulements; celui qui sert à chauffer l'échantillon est disposé sur toute la hauteur du four; les deux autres sont disposés dans les parties supérieure et inférieure, rendant ainsi la température uniforme sur toute la hauteur. La température est maintenue constante dans le four à l'aide de thermorégulateurs; ses variations ne dépassent pas $\pm 0,02$ degré.

On mesure la température de l'échantillon à l'aide de deux thermocouples Pt/Pt-Rh disposés le long de l'axe de l'échantillon, au centre de sa hauteur. La valeur de la f.é.m. a été mesurée par une méthode potentiométrique et toutes les précautions ont été prises pour obtenir la précision maximale.

L'incertitude sur la mesure de la température avec le thermocouple est, ici, égale à $\pm 0,05$ % de la différence des températures entre les soudures.

L'étalonnage des thermocouples a été effectué au laboratoire de thermométrie de l'I.M.M. On a étudié soigneusement le champ de température du thermostat; les examens ont montré que la non-uniformité de la température sur une longueur de 30 mm ne dépasse pas 0,3 deg dans l'intervalle 20 à 800 °C.

Pour déterminer le coefficient α du quartz « vitreux » des réservoirs du thermomètre à gaz, on a préparé deux échantillons (longueur 10 mm environ) prélevés sur les capillaires des réservoirs provenant de la même fusion que ceux qui ont été utilisés lors des essais aux points de l'or et du

zinc. Plusieurs séries de mesures ont été effectuées dans l'intervalle 20 à 800 °C. Les écarts entre les valeurs des différentes séries n'ont pas dépassé $6 \times 10^{-8}/\text{deg}$. Les résultats du coefficient moyen de dilatation du quartz « vitreux » des réservoirs sont donnés au tableau II.

TABLEAU II
Quartz vitreux

| t (°C) | $\alpha \times 10^6 \cdot \text{deg}^{-1}$ |
|----------|--|
| 200 | 0,55 |
| 300 | 0,59 |
| 400 | 0,60 |
| 500 | 0,60 |
| 600 | 0,60 |
| 700 | 0,59 |
| 800 | 0,59 |

Une partie des mesures aux points de l'étain et du cadmium ont été effectuées avec des réservoirs en quartz « optique ». Le coefficient α a été déterminé sur des échantillons fabriqués en quartz optique de la même qualité. On a fabriqué trois échantillons de 10 mm. Plusieurs séries de mesures ont été effectuées sur chaque échantillon dans l'intervalle 20 à 775 °C. Les écarts des valeurs pour chaque série et pour les différents échantillons ne dépassent pas $5 \times 10^{-8}/\text{deg}$.

Les résultats obtenus pour le quartz optique sont donnés au tableau III; ils concordent d'une manière satisfaisante avec les résultats publiés par d'autres auteurs [2, 3].

TABLEAU III
Quartz optique

| t (°C) | $\alpha \times 10^6 \cdot \text{deg}^{-1}$ |
|----------|--|
| 50 | 0,51 |
| 100 | 0,54 |
| 150 | 0,56 |
| 200 | 0,58 |
| 300 | 0,58 |
| 400 | 0,57 |
| 500 | 0,55 |
| 600 | 0,54 |
| 700 | 0,52 |
| 775 | 0,51 |

(Juillet 1964)

BIBLIOGRAPHIE

- [1] SEARS (J. E.) et BARRELL (H.), *Procès-Verbaux C.I.P.M.*, **18**, 1937, p. 94.
- [2] MOSER (H.), *Temperature; Its measurement and control in science and industry*, Reinhold Publ. Corp., New York, 1962, Vol. 3-I, p. 167.
- [3] SOUDER (W.) et HIDNERT (P.), *Sc. Papers Bur. Standards*, **21**, 1926, p. 1.

ANNEXE 9

Dilatation thermique du quartz fondu entre 300 et 1 065 °C

Par J. OISHI et T. KIMURA

Tokyo Institute of Technology (Japon)

Abstract. — Measurements of the thermal expansion coefficient of fused quartz were made between 15 °C and temperatures ranging from 300 °C to 1 065 °C, using a comparator method. The specimens were tubes 40 cm long and were supported horizontally in a furnace 60 cm long. Lines 30 cm apart were scribed on quartz plates fused to the specimens and were viewed through apertures in the furnace wall. Illumination was by mercury light of wavelength 435.8 nm. Two telescopes mounted on an Invar base were used to measure the distance between the lines. This comparator was shielded from the furnace by double aluminium screens and the accuracy of setting was about 1 μ m. The specimens were annealed for 18 h at 1 100 °C and the grand mean of the observations of the mean coefficient between 15 °C and 1 000 °C is given as $41.30 \pm 0.15 \times 10^{-8} \cdot \text{deg}^{-1}$. A graph showing the values of the mean coefficient for upper limit temperatures between 300 °C and 1 065 °C is given.

INTRODUCTION

Le quartz fondu est communément utilisé comme matériau dans la fabrication des réservoirs de thermomètres à gaz pour les mesures de hautes températures. On sait que [1] la plus importante correction dans la détermination de la température thermodynamique d'un point fixe est celle qui concerne la dilatation thermique du réservoir, à partir d'une température de référence, par exemple 15 °C, à la température à mesurer.

J. Otto et W. Thomas [2] ont rendu compte de leurs résultats expérimentaux sur la dilatation thermique de tubes de quartz fondu entre 200 et 1 060 °C et ont donné des valeurs considérablement plus faibles que celles qui avaient été obtenues par d'autres observateurs.

Les auteurs viennent d'effectuer une détermination, par la méthode du comparateur, de la dilatation thermique du quartz fondu jusqu'à 1 065 °C, en rapport avec des recherches sur la thermométrie à gaz aux températures élevées.

MÉTHODE ET APPAREIL DE MESURE

Des tubes de 40 cm de long, 6 ou 8 mm de diamètre extérieur et 0,5 mm d'épaisseur ont été employés. Deux minces plaquettes en silice, sur lesquelles un trait fin avait été tracé au diamant, étaient soudées symétriquement sur la surface des tubes de manière que les deux traits fussent distants de 30 cm. Le tube était placé sur deux supports en porcelaine de façon à se trouver dans l'axe d'un four électrique horizontal de 60 cm de long et d'un diamètre intérieur de 3 cm. Deux dispositifs de chauffage supplémentaires situés à chaque extrémité du four assuraient l'uniformité de température nécessaire. Les supports en porcelaine étaient situés à 8,8 cm des extrémités du tube de manière que le changement de longueur de celui-ci fût minimal, même si une déformation intervenait à la suite d'un chauffage à 1 000 °C ou plus pendant plusieurs heures. Des fenêtres de 1 cm de diamètre, ménagées en face des traits tracés sur le tube, permettaient d'éclairer ces traits à l'aide de deux lampes à mercure. Les microscopes d'observation étaient montés sur un socle en invar et l'ensemble était protégé du rayonnement par un double écran d'aluminium. La position des traits pouvait être repérée avec une précision d'environ 1 μm et, en utilisant une lumière monochromatique (435,8 nm), cette précision n'était pas modifiée aux températures élevées.

RÉSULTAT DES MESURES

Les échantillons furent recuits pendant 18 heures à 1 100 °C. Quelques-uns montrèrent un léger raccourcissement durant les premières heures qui suivirent l'arrivée à 1 000 °C (échantillon N° 1, ainsi qu'une série d'échantillons employés dans des expériences préliminaires). Les mesures ont été effectuées après que l'échantillon eut atteint un état stable. On a considéré que ce phénomène ne résultait pas d'un manque de recuit mais provenait des conditions de fusion, car on a observé des phénomènes similaires toutes les fois que l'échantillon était chauffé.

Il était nécessaire de contrôler le refroidissement de l'échantillon pour qu'il s'effectue à une vitesse de 30 deg/h jusqu'à 800 °C, afin que l'échantillon revienne à son état original.

Le tableau I donne les valeurs du coefficient moyen de dilatation linéaire, α_{15}^{1000} , obtenues entre 15 °C et 1 000 °C, pour quatre échantillons.

TABLEAU I
Coefficient moyen de dilatation linéaire du quartz fondu

| N° de l'échantillon | Processus « chauffage » | | Processus « refroidissement » | |
|---|-------------------------|----------------------------------|-------------------------------|----------------------------------|
| | nombre de mesures | $\alpha_{15}^{1000} \times 10^8$ | nombre de mesures | $\alpha_{15}^{1000} \times 10^8$ |
| 1 | 4 | 40,8 | 4 | 41,3 |
| 2 | 4 | 41,9 | 4 | 41,4 |
| 3 | 1 | 40,6 | 1 | 40,3 |
| 4 | 1 | 42,0 | 1 | 41,5 |
| Moyenne de 10 mesures | | 41,34 | | 41,26 |
| Moyenne générale : $\alpha_{15}^{1000} = 41,30 \pm 0,15 \times 10^{-8} \cdot \text{deg}^{-1}$. | | | | |

En outre, on a déterminé le coefficient moyen de dilatation entre 15 °C et t °C ($300 \leq t \leq 1\,065$), α_{15}^t , au cours des cycles de chauffage-refroidissement, sur deux des quatre échantillons; le résultat en est indiqué à la figure 1.

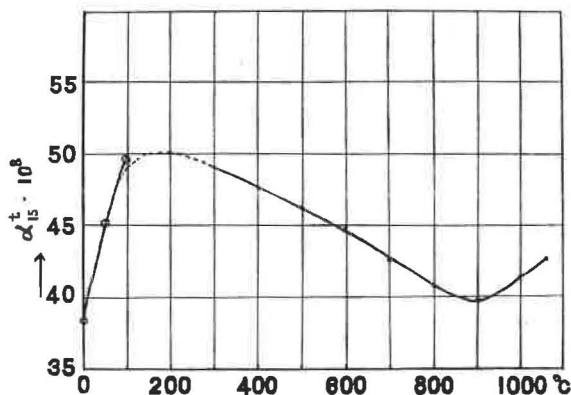


Fig. 1. — Coefficient moyen de dilatation linéaire du quartz fondu entre 300 et 1 065 °C.

○ Beattie 1941; ● Oishi et Kimura 1964.

DISCUSSION DU RÉSULTAT

On espère que le coefficient α_{15}^{1065} déterminé par cette méthode est exact à environ 0,8 pour cent, ainsi que le montre le tableau I. La précision dans la détermination du coefficient α_{15}^t était de plus en plus faible lorsque la température décroissait.

En plus des erreurs dues à la lecture du trait-repère, on doit tenir compte des causes d'erreur suivantes :

- 1° non-uniformité dans la répartition de la température à l'intérieur du four;
- 2° détermination de la température de l'échantillon;
- 3° variation de la température du socle en invar du comparateur;
- 4° modification de la forme de l'échantillon par suite de son ramollissement aux températures élevées;
- 5° déviation de l'axe optique du microscope du comparateur, due au rayonnement calorifique du four.

On a pu tenir pour négligeables les causes d'erreur 1° et 2°; on a pu également éliminer le facteur 3° en appliquant une correction de température d'après la lecture du thermomètre placé sur le socle en invar. Il a été confirmé que le facteur 4° est négligeable, bien que l'on eût trouvé une légère déformation (au maximum 0,14 mm) de l'échantillon après six heures de chauffage à 1 000 °C. Il n'est pas facile d'évaluer l'erreur 5°, mais aucune différence appréciable n'a été trouvée entre les résultats obtenus selon que les microscopes avaient été ou non protégés du rayonnement par un écran cylindrique.

La variation de α'_{15} avec la température est comparable à celle qui fut notée par d'autres observateurs, bien que nos valeurs soient nettement plus faibles.

Si l'on compare la méthode employée par Otto et Thomas [2] à la nôtre, on note que dans la première on pointe le trait-repère à l'extérieur du four à la température ambiante, tandis que dans la seconde on pointe le trait-repère à l'intérieur du four à température élevée. Dans le premier cas, la détermination exacte du coefficient de dilatation d'un échantillon est généralement difficile, parce que l'on doit appliquer une correction précise pour la partie soumise au fort gradient de température, en dépit de la facilité de lecture du trait-repère sur l'échantillon. Dans le deuxième cas au contraire, il semble que la lecture exacte du trait-repère soit généralement difficile aux températures élevées. Toutefois cette difficulté a été surmontée grâce à la méthode employée par les auteurs.

Moser, Otto et Thomas [3] ont discuté les corrections que l'on doit appliquer à la valeur observée au thermomètre à gaz muni d'un réservoir en silice et ils ont remplacé leur valeur originale du point de l'or par la valeur suivante: $t_{Au} = 1\ 064,48$ °C, en utilisant la nouvelle valeur du coefficient de dilatation de la silice $\alpha'_0^{1065} = 48,2 \times 10^{-8} \cdot \text{deg}^{-1}$ obtenue par Otto et Thomas.

Si l'on utilise la nouvelle valeur $\alpha'_{15}^{1065} = 42,5 \times 10^{-8} \cdot \text{deg}^{-1}$ que nous avons obtenue, au lieu de celle d'Otto et Thomas, cette valeur du point de l'or serait encore abaissée de 0,24 deg.

(23 juillet 1964)

BIBLIOGRAPHIE

- [1] MOSER (H.), OTTO (J.) et THOMAS (W.), *Z. Phys.*, **147**, 1957, p. 76.
 - [2] OTTO (J.) et THOMAS (W.), *Z. Phys.*, **175**, 1963, p. 337.
 - [3] MOSER (H.), OTTO (J.) et THOMAS (W.), *Z. Phys.*, **175**, 1963, p. 327.
-

Facteurs influençant le coefficient de dilatation thermique de la silice vitreuse

Par G. HETHERINGTON

Thermal Syndicate Limited (Royaume-Uni)

(Traduction)

Abstract. — There are four types of vitreous silica, produced by different methods of manufacture. Type I is made by electric fusion of quartz crystals: it has the highest metallic impurity but negligible hydroxyl content. Type II is prepared by flame fusion and has somewhat lower metallic impurity but higher hydroxyl content. Type III (« synthetic » vitreous silica) has the lowest metallic contamination but the highest amount of hydroxyl. Type IV is also a synthetic silica, but is free from hydroxyl as well as metallic impurities. It is still under development and is only available in limited amounts and in small pieces.

The results of many investigations into the dimensional stability and expansion coefficients of the different types are summarised. The effect of metallic impurities on the expansion coefficient is slight but that of hydroxyl is considerable. It also depends greatly on the fictive temperature of the specimen (i.e. on its thermal history) so that if measurements are to be compared it is necessary to stabilise the material at the measuring temperature and to state the type and purity of the material.

On considère généralement la silice vitreuse transparente, ou quartz fondu comme on l'appelle communément, comme le verre le plus simple, car c'est un système à un seul constituant. Toutefois, à cause de sa pureté relativement grande, en comparaison avec les autres verres, de petites variations dans sa composition ou dans son histoire thermique, qui peuvent passer inaperçues dans un verre plus complexe, peuvent avoir un effet marqué sur ses propriétés. C'est ainsi que bien des travaux de recherche valables sur les propriétés de la silice vitreuse perdent de leur valeur quand l'origine du matériau ou son type n'est pas indiqué.

Il existe plusieurs fabricants de silice vitreuse et certains en fabriquent plusieurs types. Les détails des méthodes de fabrication employées sont propres à chacun, mais on peut distinguer quatre types fondamentaux,

les différences reposant essentiellement sur a) le contenu en oxhydryle, b) le pourcentage d'impuretés métalliques, c) le mode de fusion.

Type I: Ce type de silice vitreuse est obtenu par fusion électrique de poudre de cristaux de quartz dans le vide ou dans un gaz inerte à basse pression. Il contient des traces d'oxhydryle mais à peu près les mêmes impuretés métalliques que la matière première non fondue, c'est-à-dire surtout de l'aluminium ($30 \text{ à } 100 \times 10^{-6}$) et du sodium (approximativement 4×10^{-6}).

Type II: Ce type est préparé par fusion de cristaux de quartz dans une flamme et, comme tous les verres de silice préparés dans une atmosphère de vapeur d'eau, il contient des pourcentages variés d'oxhydryle (généralement 0,015 à 0,04 pour cent en poids de OH) selon les conditions de fusion et la dimension des particules de cristaux de quartz. Comme certaines impuretés se volatilisent à la flamme, la pureté est quelque peu supérieure à celle du Type I obtenu à partir de la même matière première [1, 2].

Type III: Cette silice vitreuse synthétique est obtenue par hydrolyse en phase vapeur suivie d'une fusion à la flamme des composés silicieux purs tels que le tétrachlorure de silicium. Ce type contient le pourcentage le plus élevé d'oxhydryle (généralement 0,08 à 0,12 pour cent en poids de OH) mais il est virtuellement exempt d'impuretés métalliques (par exemple, la contamination métallique totale dans le *Spectrosil* est $< 0,2 \times 10^{-6}$).

Type IV: Ce type est aussi une silice vitreuse synthétique, mais qui est exempte d'oxhydryle et d'impuretés métalliques. C'est le type le plus récent et encore en voie de développement; il n'est possible de s'en procurer que des quantités limitées et en pièces de petites dimensions.

La situation est d'autant plus confuse que des types différents sont vendus sous la même marque. Des différences dans un même type peuvent également se rencontrer parce que des traitements spéciaux postérieurs à la fusion sont appliqués pour améliorer des qualités particulières [2]. Voici des exemples de produits industriels classés selon le type, du moins en ce qui concerne leur pourcentage d'oxhydryle.

Type I: *IR Vitreosil* et *Vitreosil* de qualité courante (Thermal Syndicate Limited); *Infrasil* (Heraeus); *Pursil* (Quartz et Silice).

Type II: *OG* et *OH Vitreosil* (Thermal Syndicate Limited); *Herasil*, *Homosil* et *Ultrasil* (Heraeus); la plupart des produits de fabrication japonaise, par exemple ceux de Kinmon Seisakusho K.K., Nihon Sekiei Garasu K.K., et Toshiba Denko K.K.

Type III: Silice fondue *Corning 7940*; *Spectrosil* (Thermal Syndicate Limited); *Suprasil* (Heraeus).

Type IV: Silice fondue *Corning 7943*; *Spectrosil WF* (Thermal Syndicate Limited).

Pour les types I, II et III les concentrations en impuretés métalliques sont dans l'ordre inverse des pourcentages en oxhydryle [1].

L'influence marquée que peuvent avoir les différences de pourcentages

en oxhydryle sur les propriétés des types I, II et III a déjà été signalée [2] dans une étude préliminaire au cours de laquelle les échantillons ont, autant que possible, subi des traitements thermiques semblables. D'après ce travail on peut voir, dans le cas de la dilatation thermique (mesurée de 0 à 100 °C par le N.P.L. [3]), que le *IR Vitreosil* (Type I) et le *Spectrosil* (Type III) diffèrent notablement :

$$(1) \quad \begin{array}{l} \text{IR Vitreosil} : l_t = l_0[1 + (0,409 t + 0,000 686 t^2) \times 10^{-6}], \\ \text{Spectrosil} \quad : l_t = l_0[1 + (0,468 t + 0,000 524 t^2) \times 10^{-6}]. \end{array}$$

On a indiqué plus haut que les variations des pourcentages en oxhydryle, le pourcentage d'impuretés métalliques et l'histoire thermique peuvent tous modifier profondément les propriétés physiques de la silice vitreuse et, comme ce sont là les trois différences essentielles que l'on peut rencontrer dans les produits provenant de fabricants différents, il est douteux que deux produits pris au hasard donnent des résultats identiques pour une propriété donnée, par exemple la dilatation thermique.

Dans le premier article d'une série consacrée aux influences de ces paramètres sur les propriétés physiques, Hetherington, Jack et Kennedy [4] ont étudié la viscosité de la silice vitreuse et, bien qu'étant hors de notre sujet, ce travail peut jeter une lumière importante sur le processus de la dilatation thermique. Dans cet article une tentative a été faite pour isoler les différents facteurs qui influencent la viscosité. Des mesures ont d'abord été faites sur des produits de fabrication courante : *IR Vitreosil* (Type I), *OG Vitreosil* (Type II) et *Spectrosil* (Type III). On a trouvé que l'histoire thermique antérieure (c'est-à-dire la température « fictive » — la température à laquelle le matériau serait en équilibre) avait l'influence la plus importante sur la viscosité. Un matériau donné n'est en équilibre qu'à une seule température (la température fictive) et la mesure de la viscosité à cette température donne la viscosité à l'équilibre. En réunissant de tels points on a obtenu la courbe de la viscosité en fonction de la température et en comparant de telles courbes de viscosité à l'équilibre on a établi l'influence de la température, de la concentration en oxhydryle et des impuretés métalliques.

Il est intéressant de noter que, pour un changement de 400 deg de la température fictive, la viscosité à 1 100 °C est multipliée par un facteur d'environ 2 500 pour le *IR Vitreosil*, par 700 pour le *OG Vitreosil* et par 5 pour le *Spectrosil*.

D'après les recherches de Douglas et Isard [5] sur les changements de masse volumique de la silice vitreuse, il faut 40 heures à 1 080 °C et 600 heures à 993 °C pour atteindre un équilibre de structure. En supposant pour simplifier que le temps de stabilisation est une fonction exponentielle simple de la température, les valeurs déduites des observations de Douglas et Isard sont données au tableau I.

L'expérience a montré [4] que les observations étaient trop courtes pour atteindre l'équilibre pendant les travaux sur la viscosité; c'est pourquoi les temps les plus longs donnés également dans le tableau I ont été adoptés, bien qu'il n'ait pas été suggéré que ce sont là les valeurs minimales nécessaires pour établir l'équilibre. Il semble toutefois possible que le degré de stabilisation apparente dépende de la propriété que l'on étudie.

Tout ceci concerne la viscosité mais le processus est le même pour les

propriétés physiques, par exemple la masse volumique (cf. Douglas et Isard [5]) et la dilatation thermique (voir plus loin).

TABLEAU I
Temps de stabilisation pour le « IR Vitreosil »

| t (°C) | Douglas et Isard [5] | Hetherington, Jack et Kennedy [4] |
|----------|----------------------|-----------------------------------|
| 900 | 10 000 h | > 50 000 h |
| 1 000 | 500 h | > 1 000 h |
| 1 100 | 20 h | 170 h |
| 1 200 | 1 h | 24 h |
| 1 300 | 3 min | 6 h |
| 1 400 | 6 s | 2 h |

Ainsi différents types de silice vitreuse, de fabrication différente, qui contiennent des quantités différentes d'oxyhydryle et d'impuretés métalliques, risquent d'avoir une dilatation thermique différente, même après stabilisation à la même température. Des variations de la température fictive (obtenues soit grâce à un traitement spécial ou bien par hasard pendant le refroidissement normal) auront l'influence la plus importante et, comme les différents fabricants risquent de laisser leur matériau se refroidir à des vitesses différentes, il faut s'attendre à des différences importantes. De plus, comme le matériau n'est réellement en équilibre qu'à une seule température, lorsqu'il est ensuite chauffé à une autre température (par exemple lorsqu'il est employé en thermométrie) il tendra à modifier sa structure d'équilibre pour celle qui correspond à la température du milieu, modifiant en conséquence ses propriétés physiques. Ce changement de la température fictive peut être faible, mais l'influence sur les propriétés peut être considérable.

Des changements dans le coefficient de dilatation thermique de la silice vitreuse résultant de son histoire thermique ont été indiqués par divers auteurs.

Freshwater et Hall [6] ont donné des équations traduisant les changements du coefficient de dilatation thermique du *IR Vitreosil* (Type I) après chauffage pendant des temps variables à 970 °C. Le matériau de départ, dans l'état où il était reçu, montrait le même coefficient que celui donné dans l'équation (1) p. T 66 :

(a) à la réception

$$l_t = 101,568\ 792 [1 + (0,409 t + 0,000\ 686 t^2) \times 10^{-6}]$$

(b) après 24 h à 970 °C

$$l_t = 101,571\ 154 [1 + (0,411 t + 0,000\ 678 t^2) \times 10^{-6}]$$

(c) après 2 476 h à 970 °C (et nouveau dressage des faces)

$$l_t = 100,007\ 340 [1 + (0,532 t + 0,000\ 473 t^2) \times 10^{-6}]$$

Après ces traitements thermiques, l'échantillon a montré aussi un allon-

gement permanent, mesuré à 20 °C, de 22×10^{-6} après le traitement *b* et de 223×10^{-6} après le traitement *c* et avant le dressage des faces.

Oldfield [7] a comparé les coefficients relatifs de dilatation linéaire de différents types de silice vitreuse. Ces types sont les suivants :

(1) *Vitreosil* translucide à surface satinée (Thermal Syndicate Limited) : sable pur fondu électriquement ;

(2) *IR Vitreosil* et *Vitreosil* transparent de qualité normale (Type I) ;

(3) *OG Vitreosil* et *OH Vitreosil* (Type II) ;

(4) *Spectrosil* (Type III) ;

(5) General Electric Co., Cleveland, Ohio : silice vitreuse transparente normale ;

(6) Heraeus *Herasil*, qualités I, II et III (Type III) ;

(7) Heraeus *Rotosil*, silice vitreuse translucide à surface satinée : sable pur fondu électriquement.

Ces divers types furent comparés avec le *Vitreosil* transparent de qualité normale comme matériau de référence au moyen de la technique du levier optique.

Oldfield a montré que les types translucides et transparents de bonne qualité courante, obtenus par fusion électrique de cristal de roche ou de sable pur, ont des coefficients de dilatation thermique semblables à mieux que $\pm 0,03 \times 10^{-6}$ /deg entre 20 et 500 °C. Les silices vitreuses des types II et III présentent des variations plus grandes, en particulier aux températures supérieures à 300 °C. Oldfield attribue cette différence à une sensibilité accrue des types contenant nettement plus d'oxyde de fer aux traitements thermiques effectués à l'air libre au-dessus de 500 °C. Le *Spectrosil*, par exemple, se contractait de 175×10^{-6} lorsqu'il était maintenu à 700 °C pendant environ 24 heures et le coefficient moyen de dilatation (20-400 °C) était de 8×10^{-8} /deg inférieur à celui du Type I qui avait subi le même traitement thermique. Après avoir été stabilisé à 700 °C et maintenu à 800 °C pendant 220 heures, cet échantillon se dilata de 225×10^{-6} . Le coefficient moyen (20-200 °C) était de 5 à 8×10^{-8} /deg supérieur à celui du Type I ayant subi le même traitement.

Brückner [8] a montré que le coefficient de dilatation thermique de la silice vitreuse dépend particulièrement de la température « fictive ». Il employa le Heraeus *Homosil* (Type II) et des échantillons de Osram (Type I). La figure 1 donne des courbes caractéristiques pour des échantillons qui montrent des valeurs extrêmes de leur dilatation thermique dues à de grandes différences dans la température fictive. Les courbes 1 et 3 se rapportent aux dilatations entre -180 et 0 °C et entre 0 et 1000 °C de deux échantillons ayant chacun une température fictive de 1000 °C. La courbe 2 montre la dilatation entre -180 et 0 °C d'un échantillon ayant une température fictive de 1720 °C, et la courbe 4 la dilatation entre 0 et 1000 °C d'un échantillon ayant une température fictive de 1530 °C.

Brückner remarque que les résultats publiés sur la dilatation thermique de la silice vitreuse diffèrent entre eux beaucoup plus que les limites expérimentales mentionnées par les différents expérimentateurs ; il attribue cela au fait que chaque auteur a mesuré des échantillons ayant des propriétés

différentes consécutives à des histoires thermiques et des puretés chimiques différentes. Les lignes verticales dans la figure 1 représentent les limites de toutes les valeurs connues en bibliographie pour la dilatation de la silice vitreuse; ces valeurs sont toutes comprises dans les courbes représentant les traitements extrêmes de Brückner.

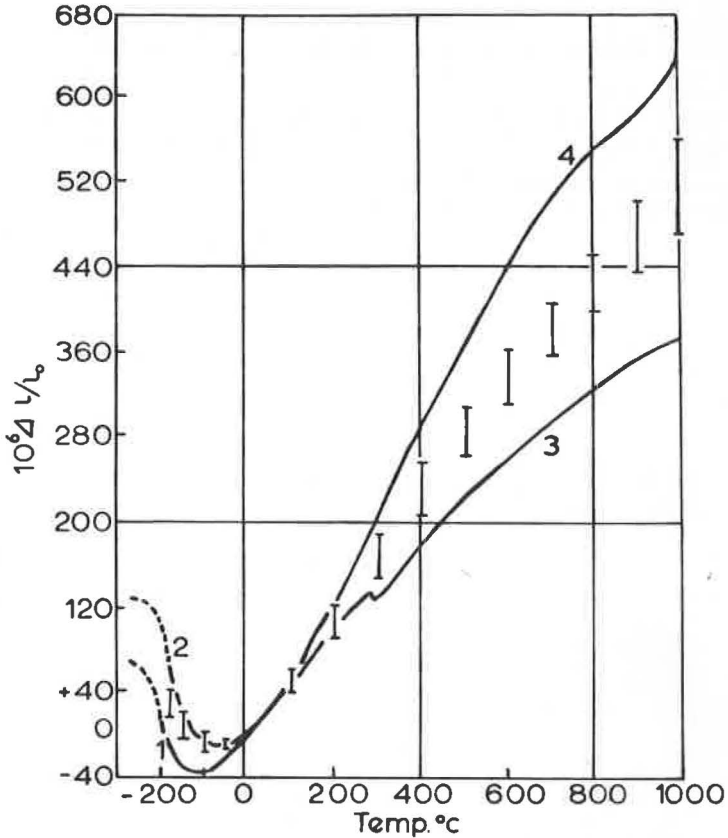


Fig. 1. — Dilatation thermique de la silice vitreuse [8].

Courbes 1 et 3 : Température fictive 1 000 °C
Courbe 2 : — — — 1 720 °C
Courbe 4 : — — — 1 530 °C.

CONCLUSION

L'histoire thermique antérieure d'un échantillon de silice vitreuse constitue une influence essentielle sur sa dilatation thermique mesurée. Pour comparer des mesures, il est nécessaire de stabiliser le matériau à la température des mesures et, dans chaque cas, il convient de préciser le type et la pureté de la silice vitreuse utilisée.

(27 juillet 1964)

BIBLIOGRAPHIE

- [1] HETHERINGTON (G.) et JACK (K. H.), *Quarzglas und Quarzglas*; Ullmanns Encyclopädie der technischen Chemie, München-Berlin, Urban und Schwarzenberg, 14, 1963, pp. 511-524.
 - [2] HETHERINGTON (G.) et JACK (K. H.), *Phys. Chem. Glasses*, 3, 1962, p. 129.
 - [3] National Physical Laboratory, Teddington, communication privée.
 - [4] HETHERINGTON (G.), JACK (K. H.) et KENNEDY (J. C.), *Phys. Chem. Glasses*, 5, 1964, p. 130.
 - [5] DOUGLAS (R. W.) et ISARD (J. O.), *J. Soc. Glass Tech.*, 35, 1951, p. 206T.
 - [6] FRESHWATER (F.) et HALL (J. A.), *Comité Consultatif de Thermométrie*, 6^e session, 1962, p. 195.
 - [7] OLDFIELD (L. F.), *Glass Technology*, 5, 1964, p. 41.
 - [8] BRÜCKNER (R.), *Naturwiss.*, 49, 1962, p. 150.
-

ANNEXE 11

Sur les mesures de Holborn, Day et Sosman au thermomètre à gaz

Par H. MOSER

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (Allemagne)

Zusammenfassung. — Aus den gastermometrischen Messungen von Holborn und Day (1900) und von Day und Sosman (1910) hat man vor dem Jahre 1927 die Werte 960,5 °C (später erhöht auf 960,8 °C) für den Silber- und 1 063,0 °C für den Goldpunkt als wahrscheinlichste Werte abgeleitet und der Internationalen Temperaturskala zugrunde gelegt. Da man heute die systematischen Fehler bei diesen Messungen unterhalb von 650 °C mit großer Sicherheit feststellen kann, ergeben sich andere Gesichtspunkte für die Ableitung der wahrscheinlichsten Werte für den Silber- und Goldpunkt. Man kommt zu dem Ergebnis, daß allein aufgrund der obigen Arbeiten Temperaturwerte > 961,5 °C für den Silberpunkt und > 1 063,9 °C für den Goldpunkt viel wahrscheinlicher sind als die bisherigen internationalen Werte.

On sait que les valeurs internationales des températures de congélation de l'argent et de l'or sont fondées sur les résultats des mesures au thermomètre à gaz de Holborn et Day [1] (1900) et de Day et Sosman [2] (1910). On peut encore aujourd'hui considérer ces travaux comme les plus précis pour l'époque. Les mesures de Day et Sosman en particulier ont été exécutées avec tant de soin et décrites avec tous les détails qu'on ne devrait pas les négliger en les rapprochant de mesures plus récentes, parce qu'une erreur systématique peut aujourd'hui être décelée et sa grandeur estimée.

Le tableau suivant rapproche les valeurs originales de Day et Sosman et les résultats de mesures plus récentes [3] au thermomètre à gaz, entre le point du cadmium et le point de l'or.

| | Cd | Zn | Sb | Al | Ag | Au |
|--------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|------------|
| I. Day et Sosman | 320,0 | 418,2 | 629,2 | 658,0 | 960,0 | 1 062,4 °C |
| II. Valeurs récentes | 321,1 | 419,6 | 630,7 | 660,1 | 961,9 | 1 064,5 °C |
| Δ (II-I) | 1,1 | 1,4 | 1,5 | (2,1) | 1,9 | 2,1 deg |

Les différences $\Delta(\text{II-I})$ correspondent aux erreurs systématiques négatives (ou aux corrections positives) des mesures de Day et Sosman en supposant exacts les résultats des mesures plus récentes. La différence Δ pour Al a été mise entre parenthèses parce que le pourcentage d'impuretés dans ce métal (0,25 %) était beaucoup plus élevé que dans les autres métaux employés (< 0,1 %) par Day et Sosman.

Sur la figure 1 on a indiqué les valeurs Δ en fonction de la température. Les très petits écarts par rapport à la droite A surprennent d'abord car ils ne peuvent pas être considérés comme accidentels. Mais ceci est compréhensible quand on sait que Day et Sosman ont travaillé avec un thermomètre à gaz dont le réservoir était placé dans un four électrique, qu'ils modifiaient de temps en temps quelques détails de leur méthode, qu'ils opéraient chaque fois sur tout le domaine de température et qu'ils ont rassemblé les nombreuses valeurs individuelles en une valeur moyenne. Dans ces conditions, on peut s'attendre à une petite incertitude relative, beaucoup plus faible que l'incertitude absolue donnée par Day et Sosman, et à une variation sans saut brusque de l'erreur systématique avec la température, à peu près selon la droite A. La courbe B établie à partir des valeurs admises internationalement, 960,8 °C et 1 063,0 °C, paraît extrêmement invraisemblable.

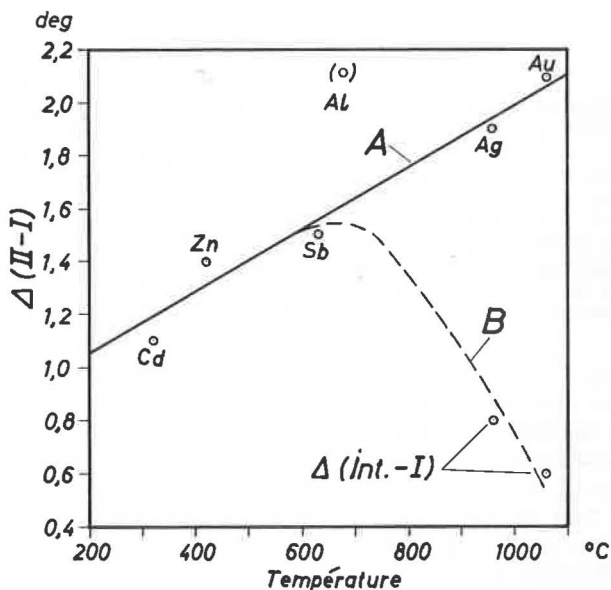


Fig. 1.

Même sans connaître les valeurs thermodynamiques plus récentes pour les points de l'argent et de l'or, il faut aujourd'hui partir des mesures de Day et Sosman pour assigner aux températures de ces deux points des valeurs plus élevées qu'il y a quelques dizaines d'années. On est certain maintenant que les valeurs données par ces auteurs contiennent une erreur systématique de -1,1 à -1,5 deg entre 320 et 630 °C, parce que les

températures thermodynamiques des points fixes dans ce domaine sont aujourd'hui connues avec suffisamment d'exactitude. On ne connaît pas la cause de cette erreur, probablement due à une exactitude insuffisante de la mesure de la température du gaz du thermomètre avec les thermocouples. Pourtant, après avoir considéré toutes les possibilités d'erreurs [4], il faut tirer la conclusion suivante: toutes les causes probables ont pour effet d'augmenter, en valeur absolue, l'erreur systématique quand la température croît. Des causes ayant un effet contraire sont improbables. Pour cette raison, la droite A de la figure 1 est beaucoup plus vraisemblable que la courbe B. Cela signifie que les valeurs de Day et Sosman aux points de l'argent et de l'or sont à augmenter d'au moins 1,5 deg. Des valeurs supérieures à 961,5 °C et 1 063,9 °C sont beaucoup plus probables que les valeurs 960,8 °C et 1 063,0 °C admises internationalement.

Un examen critique des mesures de Holborn et Day [1] conduit à un résultat identique, bien que la comparaison ne puisse être faite que pour les valeurs supérieures à 500 °C parce que ces auteurs ont employé une méthode de mesure différente au-dessous de 500 °C. Les valeurs de Holborn et Day sont les suivantes :

| | | | |
|-------|-------|-------|------------|
| Sb | Al | Ag | Au |
| 630,6 | (657) | 961,5 | 1 063,5 °C |

La valeur pour Al doit être éliminée de la comparaison parce que les auteurs eux-mêmes ont considéré le métal comme insuffisamment pur.

On peut conclure, de la bonne concordance entre la valeur du point de l'antimoine et les plus récents résultats des mesures thermodynamiques, que dans ce cas il n'existait pas d'erreur systématique importante. Les possibilités plus grandes que l'on a aujourd'hui de corriger les mesures faites au thermomètre à gaz pour les ramener à l'état parfait du gaz ne conduisent qu'à une augmentation des valeurs de quelques dixièmes de degré. Cela veut dire aussi que d'après les résultats de Holborn et Day des valeurs supérieures à 961,5 °C et 1 063,5 °C pour les points de l'argent et de l'or sont plus probables que les valeurs admises internationalement.

(11 septembre 1964)

BIBLIOGRAPHIE

- [1] HOLBORN (L.) et DAY (A.), *Wied. Ann.*, **68**, 1899, p. 817; *Ann. der Phys.*, **2**, 1900, p. 523; **4**, 1901, p. 99.
- [2] DAY (A. L.) et SOSMAN (R. B.), *High Temperature Gas Thermometry*, Washington, 1911.
- [3] Les valeurs pour Zn, Sb, Ag et Au sont extraites de la publication de MOSER (H.), OTTO (J.) et THOMAS (W.), *Z. f. Phys.*, **175**, 1963, p. 327.
- [4] Voir aussi le tableau des erreurs de Day et Sosman, [2], p. 69.

ANNEXE 12

Étalonnage du pyromètre photoélectrique du N.B.S. de 1961

Par R. D. LEE

National Bureau of Standards (États-Unis d'Amérique)

Abstract. — The N.B.S. photoelectric pyrometer has been developed for the purpose of realizing the International Practical Temperature Scale (I.P.T.S.) above 1 063 °C. A calibration to 1 256 °C has been performed with an overall uncertainty of about 0.1 deg at 1 063 °C, and 0.2 deg at 1 256 °C. An uncertainty of 0.8 deg is predicted at 2 400 °C. At the present time the chief limitation in realizing and maintaining the I.P.T.S. to the available precision (0.02 deg) lies in the long term instability of the pyrometer and ribbon filament lamps. The best lamps observed so far might change the order of 0.1 deg in fifty hours of use. To maintain the I.P.T.S. within the stated uncertainties, periodic checks are made of a lamp in routine use with lamps unused except for these checks.

Au cours des dernières années, un pyromètre photoélectrique a été mis au point [1] et expérimenté au National Bureau of Standards (N.B.S.) en vue de la réalisation de l'Échelle Internationale Pratique de Température (E.I.P.T.) au-dessus de 1 063 °C. Un rapport [2] a été présenté en 1962 à la sixième session du Comité Consultatif de Thermométrie; ce rapport résumait les progrès réalisés au N.B.S. dans les essais et l'étalonnage de ce pyromètre. Le présent rapport relate les progrès effectués depuis lors, qui comprennent un étalonnage jusqu'à 1 256 °C.

1. DÉTAILS SUR L'OPTIQUE DU PYROMÈTRE PHOTOÉLECTRIQUE

La description et le schéma de l'appareil original se trouvent dans le rapport de 1962 [2]. Depuis lors, ce pyromètre a subi les modifications suivantes : adjonction d'un petit diaphragme de champ (1,3 mm de diamètre) placé dans le plan objet de l'objectif et d'un autre objectif destiné à former une image de la source de rayonnement dans ce plan. L'image n'est pas agrandie et le nouvel objectif laisse la même distance de travail que précédemment dans le plan objet. La raison de cette addition sera exposée plus loin.

2. EXAMEN DES DIFFÉRENTS FACTEURS AFFECTANT LA REPRODUCTIBILITÉ

Une grande partie du temps passé à la mise au point du pyromètre fut consacrée à la recherche et à la correction, lorsque cela était possible, des différents facteurs affectant la reproductibilité. Ces facteurs sont les suivants :

a. Variations de la température de luminance des lampes pyrométriques en fonction du temps, pour un courant d'alimentation donné.

b. Diffusion du rayonnement dans le système optique qui contribue à la réponse photoélectrique et varie en grandeur suivant les dimensions de la source de rayonnement.

c. Chauffage inégal du filament de la lampe pyrométrique par des sources-images de dimensions différentes.

d. Variation du facteur d'absorption des verres absorbants au cours du chauffage par le rayonnement incident.

Les lampes actuellement utilisées peuvent subir des changements atteignant jusqu'à 0,1 deg au cours de 50 heures d'utilisation. Pour diminuer l'imprécision de l'E.I.P.T. qui peut résulter de cette instabilité, on effectue de fréquentes vérifications des lampes en cours d'utilisation avec des lampes qui ne servent qu'à ces vérifications. On effectue de plus, avec un four à point de fusion de l'or, des comparaisons plus fréquentes que prévu. On avait signalé à l'origine [1] une instabilité à court terme lors du passage des basses températures aux températures élevées et vice versa; cette instabilité n'a pas été observée avec ces lampes.

Il avait été signalé [2] que le rayonnement prenant origine en dehors de la région de la source cible et produisant un signal dans le pyromètre pourrait être causé par un phénomène de diffraction au niveau du diaphragme d'ouverture. On a découvert récemment que la diffusion du rayonnement par les éléments optiques était la cause principale de cet effet. Toutefois, seule la diffusion ayant son origine dans des éléments situés entre le filament du pyromètre et la source de rayonnement affecte défavorablement l'égalisation de luminance. L'importance de cette diffusion dépend des dimensions de la source de rayonnement. Par conséquent, si l'on prend deux sources de même luminance mais de dimensions différentes, la plus grande semblera avoir une température de luminance plus élevée à cause de la diffusion supplémentaire. Sans l'emploi du diaphragme de champ et de l'objectif supplémentaire il y avait une erreur prévisible de 0,1 deg environ entre le four à point de fusion de l'or (qui est en fait une source ayant un diamètre de 5 cm) et une lampe à ruban de 1,3 mm de largeur. L'addition du diaphragme de champ de 1,3 mm de diamètre dans le plan objet du nouvel objectif rend constante la dimension effective d'une source pour le reste du pyromètre. Des expériences réalisées avec le nouvel objectif ont permis de mettre en évidence une différence de 0,03 deg seulement entre le four à point de fusion de l'or et la lampe. Étant donné la faible valeur de cette correction, le problème n'a pas été exploré davantage.

Le phénomène de chauffage du filament et des verres absorbants fut pratiquement éliminé grâce à l'addition du diaphragme de champ. Celui-ci

isole une petite région de la source de rayonnement et évite le chauffage parasite des verres. De plus, il ne permet qu'une faible et, ce qui est plus important, une constante élévation de température du filament pour une luminance donnée de la source. Avant l'addition du diaphragme de champ et de l'objectif supplémentaire, un filtre interférentiel réfléchissant l'infrarouge était placé dans l'objectif pour éviter le chauffage du filament du pyromètre. Ce filtre jouait parfaitement ce rôle, mais il augmentait la diffusion du rayonnement de plus de 400 % et son facteur de transmission subissait une variation due au chauffage par le rayonnement incident.

ÉTALONNAGE DU PYROMÈTRE PHOTOÉLECTRIQUE
DANS LE DOMAINE INFÉRIEUR DES TEMPÉRATURES

Nous avons acquis une certaine expérience sur le comportement du corps noir et du four au point de l'or depuis 1962. Nous avons en particulier effectué des comparaisons sur deux creusets différents en or, sur la fusion et la congélation, sur la constance des paliers de fusion et de congélation et sur le sens des variations au cours d'une même journée.

D'après ces observations il semble que la stabilité de l'appareillage au point de l'or est bien dans les limites de la précision des mesures ($\pm 0,02$ deg). On s'est servi d'un creuset tandis que l'autre a été mis de côté pour des comparaisons ultérieures. Pour les derniers résultats chaque lampe a été comparée deux fois au cours de chacune des trois fusions et congélations différentes. Le résultat de chaque comparaison était la moyenne de huit pointés. L'écart-type de chaque détermination était de $\pm 0,023$ deg.

Un séparateur double de faisceau avait été utilisé [2, 3] pour obtenir les rapports de luminance au point de fusion de l'or; grâce à ce séparateur on a pu obtenir des rapports de 2^n , où n est un entier. D. E. Erminy, du N.B.S., a conçu une méthode permettant d'obtenir des rapports plus nombreux ainsi que des rapports fractionnaires [4] en utilisant un dispositif qui réunit les faisceaux provenant de trois sources de rayonnement. Cette méthode a été utilisée et des rapports de 1,5, 2, 3, 4, 6 et 8 furent employés au-dessus du point de fusion de l'or jusqu'à 1 256 °C. Un étalonnage jusqu'à 794 °C fut également réalisé au moyen des rapports de 0,67, 0,5, 0,25 etc., en divisant ainsi par deux de proche en proche la luminance. Cette dernière extension est nécessaire pour certains travaux d'étalonnage de pyromètres optiques commerciaux. En tout, 14 déterminations de température de luminance en fonction du courant d'alimentation de la lampe ont été obtenues de 794 à 1 256 °C.

Au N.B.S., H. J. Kostkowski a établi pour les lampes pyrométriques une équation qui sera bientôt publiée et qui lie la température de luminance à l'intensité du courant d'alimentation de la lampe, ce qui procure un moyen d'interpoler entre les 14 points. Cette équation est :

$$(1) \quad \frac{1}{I} = \frac{A}{T_L^2} + \frac{B}{T_L} + C + DT_L + ET_L^2 + FT_L^3 + GT_L^4 + \frac{H}{T_L^6} + \frac{J}{T_L^7} + \frac{K}{T_L^8},$$

où I est l'intensité du courant de la lampe pyrométrique et T_L la température de luminance en degrés Kelvin. Les termes de l'équation sont

ordonnés dans l'ordre de leur contribution décroissante prévue. Une approximation de cette équation, ainsi que d'équations plus simples, par la méthode des moindres carrés a été effectuée sur calculateur IBM 7094. Une bonne approximation (à $\pm 0,02$ deg) a été obtenue avec les sept premiers termes de l'équation (1); on a utilisé par la suite cette forme d'équation simplifiée.

Les longueurs d'onde effectives moyennes nécessaires pour l'étalonnage ont été obtenues à partir d'une courbe de la longueur d'onde effective en fonction de la température, déterminée expérimentalement. Le rayonnement provenant d'une source ayant une répartition spectrale connue était envoyé sur le pyromètre photoélectrique après être passé dans un monochromateur (largeur de la fente spectrale, environ 4 Å). La réponse spectrale résultante englobe, après correction pour le facteur spectral de transmission du monochromateur, tous les facteurs, optiques et électroniques, qui déterminent la longueur d'onde effective du pyromètre. Des mesures spectrales ont été effectuées de 6 000 à 6 900 Å, points pour lesquels la réponse était inférieure à 0,05 % de la réponse maximale.

Nous avons fait une comparaison des longueurs d'onde effectives obtenues il y a un an avec celles que nous avons obtenues récemment. Les travaux précédents furent effectués avec un arc au graphite et un corps noir à 1 250 °C. Pour l'utilisation de l'arc, la température de luminance fut évaluée expérimentalement à 3 800 °K et l'émissivité spectrale fut supposée constante [5] de 6 000 à 6 900 Å. Les longueurs d'onde effectives obtenues avec l'arc et avec le corps noir à 1 250 °C concordèrent à 0,25 Å près. La récente détermination des longueurs d'onde effectives a été faite avec l'arc au graphite seul. Cette détermination diffère de 0,52 Å de la moyenne précédente avec arc et corps noir. L'incertitude dans chacune des deux séries de résultats fut estimée à $\pm 0,3$ Å. Comme il n'est pas possible de discerner avec certitude une variation réelle, la moyenne de tous les résultats a été utilisée et une incertitude de $\pm 0,5$ Å a été attribuée à la longueur d'onde effective moyenne. Ceci conduit à une incertitude de $\pm 0,017$ deg dans l'étalonnage à 1 256 °C.

En utilisant les longueurs d'onde effectives moyennes obtenues il y a un an, un étalonnage a été fait à 1 256 °C avec un séparateur double de faisceau. Après correction pour tenir compte des variations de la lampe pyrométrique au cours du temps écoulé dans l'intervalle, les deux étalonnages effectués dans le domaine inférieur des températures étaient en accord à 0,12 deg près à 1 256 °C. Une mesure supplémentaire de l'exactitude des résultats d'ensemble a été possible grâce à une comparaison avec des lampes à ruban d'vide étalonnées avec un spectroradiomètre utilisé comme pyromètre photoélectrique. Le spectroradiomètre avait été étalonné au voisinage de 6 545 Å avec le corps noir au point de fusion de l'or et avec un autre séparateur de faisceau. Une lampe, étalonnée avec le spectroradiomètre et le pyromètre photoélectrique au point de fusion de l'or, ne montra aucune différence dépassant l'écart-type ($\pm 0,02$ deg) des mesures. Deux lampes étalonnées au-dessus du point de fusion de l'or avec les deux appareils concordèrent à 0,1 deg près à 1 256 °C. Cela représente également l'incertitude estimée de la détermination au spectroradiomètre. Ainsi, les deux appareils montrèrent une bonne concordance au point de fusion de l'or et à la partie supérieure du domaine inférieur des températures dans les limites de leurs incertitudes estimées combinées.

RÉSUMÉ ET CONCLUSIONS

La difficulté principale dans la réalisation et le maintien de l'E.I.P.T., à la précision que l'on peut obtenir avec le pyromètre photoélectrique, réside dans l'instabilité des lampes du pyromètre et des lampes à ruban. Des travaux sont prévus dans cette voie. Si la stabilité des lampes peut être améliorée, il sera probablement avantageux de réduire encore davantage la bande passante spectrale de l'instrument.

L'incertitude totale sur les résultats obtenus actuellement est évaluée à environ 0,1 deg à 1 063 °C, 0,2 deg à 1 256 °C, et l'on prévoit qu'elle sera d'environ 0,8 deg à 2 400 °C. A 1 063 °C, l'incertitude est due principalement aux instabilités de la lampe pyrométrique. A 1 256 °C, l'incertitude provient, à peu près à part égale, des instabilités de la lampe et du mode d'étalonnage.

(Novembre 1964)

BIBLIOGRAPHIE

- [1] LEE (R. S.), The N.B.S. photoelectric pyrometer of 1961, In « Temperature, its measurement and control in science and industry », vol. 3-I, p. 507, Reinhold Publ. Corp., New York, 1962.
- [2] LEE (R. D.), Quelques résultats et problèmes de l'étalonnage du pyromètre photoélectrique du N.B.S. de 1961, *Comité Consultatif de Thermométrie*, 6^e Session, 1962, p. 79.
- [3] BOJARSKI (L. A.) *et al.*, L'emploi de la méthode photoélectrique pour les mesures précises dans le domaine de la pyrométrie optique, *Procès-Verbaux C.I.P.M.*, 26-A, 1958, p. T 151.
- [4] ERMINY (D. E.), Scheme for obtaining integral and fractional multiples of a given radiance, *J. Opt. Soc. Am.*, **53**, 1963, p. 1448.
- [5] NOLL (M. R.) et LOZIER (W. W.), Measurement of reflectance and emissivity at high temperatures with a carbon arc image furnace, In « Measurement of thermal radiation properties of solids », NASA SP-31, 1963.

**Résultats d'un étalonnage photoélectrique
de quatre lampes à ruban de tungstène
destinées à la comparaison internationale
de l'échelle de température au-dessus de 1 063 °C**

Par H. KUNZ

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (Allemagne)

Zusammenfassung. — Es werden photoelektrisch gemessene Werte der schwarzen Temperatur von den 4 Bandlampen mitgeteilt, die von 6 Staatsinstituten mit visuellen Pyrometern an ihre Temperaturskalen angeschlossen worden sind. Ein Vergleich aller Werte untereinander zeigt, daß im wesentlichen 2 Gruppen von visuellen Beobachtungsreihen vorliegen. Zwischen diesen ist ein systematischer Gang der Temperaturunterschiede in Abhängigkeit von der Bandlampenstromstärke festzustellen. Die Mittelwerte aller visuellen Meßergebnisse liegen dabei stets höher als die photoelektrischen, bei 1 950 °C um maximal 3 grad.

Les valeurs des températures de luminance des lampes Nos 81, 613, 614 et 616 communiquées par la Physikalisch-Technische Bundesanstalt (P.T.B.) (voir Annexe 14) se basent sur des mesures faites avec un pyromètre optique étalon du type à disparition de filament. En outre, entre décembre 1962 et avril 1963 on a exécuté à la P.T.B. des mesures de température sur les mêmes lampes avec un pyromètre photoélectrique en vue de comparer les deux méthodes [1].

Une telle comparaison s'avérait nécessaire sur une base plus large que celle dont dispose un seul laboratoire. Jusqu'à présent on n'a pas nettement infirmé les résultats des mesures indépendantes de J. S. Preston et A. Dresler [2] (1937 et 1939) concernant les variations de la sensibilité spectrale des yeux humains, qui semblent dépendre de la saison et non pas seulement des différences individuelles entre observateurs. Ce fait très important pour la pyrométrie a déjà été signalé en 1958 [3].

A la différence d'autres laboratoires nationaux, le N.S.L. a heureusement considéré, dans les mesures pyrométriques, la sensibilité spectrale individuelle des yeux des observateurs au lieu de la courbe d'efficacité lumineuse $V(\lambda)$ de la C.I.E. D'autre part, comme la sensibilité spectrale des yeux est complètement éliminée dans les mesures photoélectriques,

TABLEAU I
LAMPE N° 81 ($\lambda = 6\ 600\ \text{\AA}$)

| | 9,235 | 9,238 | 9,275 | 10,099 | 10,151 | 10,154 | 10,426 | 11,300 | 11,342 | 11,346 | |
|---------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|-----|
| I | 1 309,24 | 1 309,63 | 1 327,23 | 1 415,16 | 1 421,20 | 1 421,54 | 1 452,54 | 1 546,94 | 1 551,31 | 1 551,73 | °C |
| t_p | 1 309,27 | 1 327,21 | 1 415,10 | | 1 421,62 | 1 452,45 | 1 546,92 | 1 551,34 | | | °C |
| $t_{PTB,ph}$ | + 0,03 | - 0,02 | - 0,06 | | + 0,08 | | - 0,09 | - 0,02 | + 0,03 | | deg |
| $t_{PTB,ph}^{-t_p}$ | | 1 328 | 1 417 | | | 1 454 | 1 548 | | | | °C |
| t_{int} | | + 0,77 | + 1,84 | | | + 1,46 | + 1,06 | | | | deg |
| $t_{int}^{-t_p}$ | | 1 327,2 | 1 415,8 | | | 1 453,7 | 1 547,0 | | | | °C |
| $t_{PTB,v}$ | | - 0,03 | + 0,64 | | | + 1,16 | + 0,06 | | | | deg |
| $t_{PTB,v}^{-t_p}$ | | 1 308,7 | | | 1 420,6 | | | | | 1 551,4 | °C |
| t_{NSL} | | - 0,93 | | | - 0,60 | | | | | - 0,33 | deg |
| $t_{NSL}^{-t_p}$ | | | | | | | | | | | |
| I | 12,342 | 12,503 | 12,506 | 12,941 | 13,540 | 13,541 | 15,289 | 15,711 | 15,713 | A | |
| t_p | 1 651,64 | 1 667,22 | 1 667,51 | 1 708,92 | 1 764,43 | 1 764,52 | 1 918,29 | 1 953,98 | 1 954,15 | °C | |
| $t_{PTB,ph}$ | 1 651,63 | 1 667,26 | | 1 708,87 | | 1 764,55 | 1 918,29 | | 1 954,16 | °C | |
| $t_{PTB,ph}^{-t_p}$ | - 0,01 | + 0,04 | | - 0,05 | | + 0,03 | ± 0 | | + 0,01 | deg | |
| t_{int} | 1 653 | | 1 711 | | | | 1 922 | | | °C | |
| $t_{int}^{-t_p}$ | + 1,36 | | + 2,08 | | | | + 3,71 | | | deg | |
| $t_{PTB,v}$ | 1 653,0 | | 1 710,3 | | | | 1 921,9 | | | °C | |
| $t_{PTB,v}^{-t_p}$ | + 1,36 | | + 1,38 | | | | + 3,61 | | | deg | |
| t_{NSL} | | 1 667,2 | | | 1 768,0 | | | 1 958,6 | | °C | |
| $t_{NSL}^{-t_p}$ | | - 0,31 | | | + 3,57 | | | + 4,62 | | deg | |

$t_p = t$ calculée par un polynôme du 5° degré ; ph = photoélectrique ; v = visuel

TABLEAU II

LAMPE N° 614 ($\lambda = 6\ 600\ \text{\AA}$)

| | | | | | | | | | | |
|---------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|-----|
| I | 4,614 | 4,616 | 4,622 | 5,458 | 5,461 | 5,741 | 6,237 | 6,250 | 6,586 | A |
| t_p | 1 062,74 | 1 063,03 | 1 063,87 | 1 174,61 | 1 174,99 | 1 209,52 | 1 268,40 | 1 269,91 | 1 308,46 | °C |
| $t_{PTB,ph}$ | 1 062,73 | 1 063,04 | | 1 174,60 | | 1 209,54 | 1 268,39 | | | °C |
| $t_{PTB,ph}^{-t_p}$ | - 0,01 | + 0,01 | | - 0,01 | | + 0,02 | - 0,01 | | | deg |
| t_{int} | | 1 063 | | | | 1 210 | | | | °C |
| $t_{int}^{-t_p}$ | | - 0,03 | | | | + 0,48 | | | | deg |
| $t_{PTB,v}$ | | 1 063,6 | | | | 1 211,2 | | | | °C |
| $t_{PTB,v}^{-t_p}$ | | + 0,57 | | | | + 1,68 | | | | deg |
| t_{NSL} | | | 1 063,0 | | 1 174,9 | | | 1 269,8 | 1 308,7 | °C |
| $t_{NSL}^{-t_p}$ | | | - 0,87 | | - 0,09 | | | - 0,11 | + 0,24 | deg |
| I | 6,599 | 6,772 | 7,568 | 7,607 | 7,608 | 8,793 | 8,860 | 8,887 | | A |
| t_p | 1 309,92 | 1 329,36 | 1 416,06 | 1 420,22 | 1 420,32 | 1 542,40 | 1 549,11 | 1 551,80 | | °C |
| $t_{PTB,ph}$ | 1 309,92 | 1 329,27 | 1 415,99 | | 1 420,30 | 1 542,40 | 1 549,11 | | | °C |
| $t_{PTB,ph}^{-t_p}$ | ± 0 | - 0,09 | - 0,07 | | - 0,02 | ± 0 | ± 0 | | | deg |
| t_{int} | | 1 331 | 1 418 | | | 1 545 | | | | °C |
| $t_{int}^{-t_p}$ | | + 1,64 | + 1,94 | | | + 2,60 | | | | deg |
| $t_{PTB,v}$ | | 1 331,9 | 1 419,3 | | | 1 545,8 | | | | °C |
| $t_{PTB,v}^{-t_p}$ | | + 2,54 | + 3,24 | | | + 3,40 | | | | deg |
| t_{NSL} | | | | 1 420,6 | | | | 1 551,4 | | °C |
| $t_{NSL}^{-t_p}$ | | | | + 0,38 | | | | - 0,40 | | deg |

TABLEAU III

LAMPE N° 616 ($\lambda = 6\ 600\ \text{\AA}$)

| I | 8,311 | 8,895 | 9,185 | 9,980 | 10,822 | 11,290 | 13,390 | A |
|----------------------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|-----|
| $t_{PTB,ph}$ | 1 328,9 | 1 410,9 | 1 449,3 | 1 548,8 | 1 647,2 | 1 699,5 | 1 918,3 | °C |
| \bar{t}_{int} | 1 329 | 1 412 | 1 452 | 1 551 | 1 649 | 1 702 | 1 921 | °C |
| $\bar{t}_{int}-t_{PTB,ph}$ | + 0,1 | + 1,1 | + 2,7 | + 2,2 | + 1,8 | + 2,5 | + 2,7 | deg |
| $t_{PTB,v}$ | 1 330 | 1 413 | 1 452 | 1 552 | 1 650 | 1 703 | 1 923 | °C |
| $t_{PTB,v}-t_{PTB,ph}$ | + 1,1 | + 2,1 | + 2,7 | + 3,2 | + 2,8 | + 3,5 | + 4,7 | deg |
| t_{NSL} | 1 327 | 1 410 | 1 448 | 1 547 | 1 647 | 1 700 | 1 920 | °C |
| $t_{NSL}-t_{PTB,ph}$ | - 1,9 | - 0,9 | - 1,3 | - 1,8 | - 0,2 | + 0,5 | + 1,7 | deg |

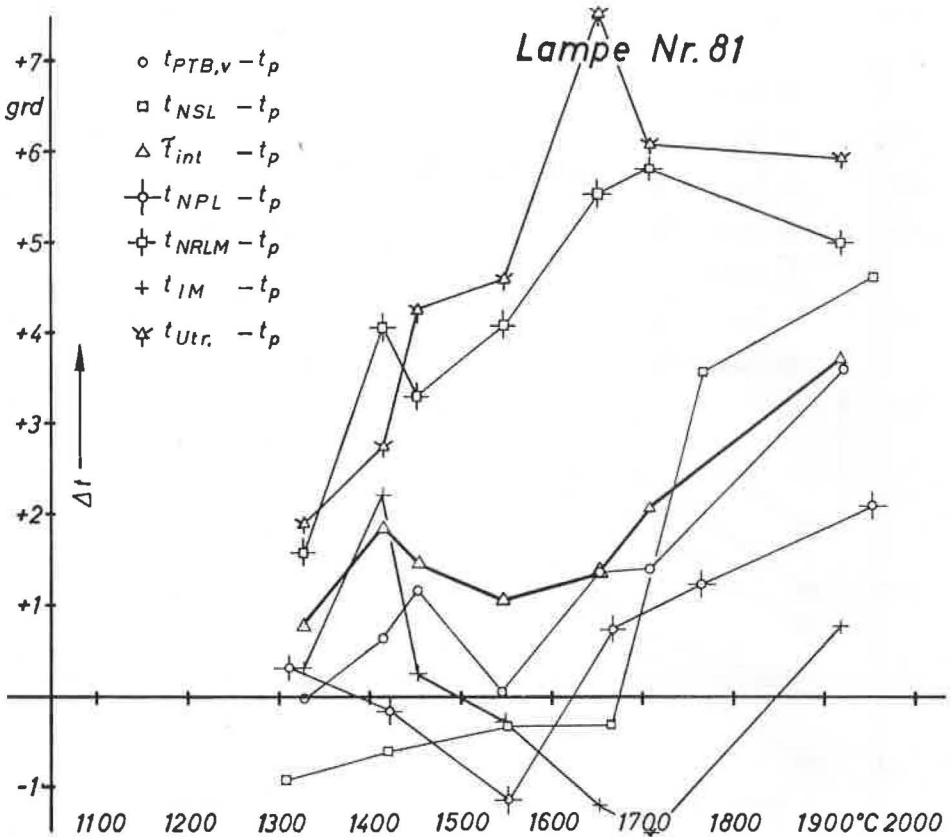


Fig. 1.

TABLEAU IV

LAMPE N° 613 ($\lambda = 6\ 600\ \text{\AA}$)

| I | 4,884 | 6,053 | 7,154 | 7,995 | 9,323 | A |
|--------------------------------|---------|---------|---------|---------|---------|-----|
| $t_{PTB,ph}$ | 1 062,6 | 1 207,4 | 1 328,7 | 1 415,4 | 1 545,0 | °C |
| \tilde{t}_{int} | 1 063 | 1 208 | 1 330 | 1 416 | 1 547 | °C |
| $\tilde{t}_{int} - t_{PTB,ph}$ | + 0,4 | + 0,6 | + 1,3 | + 0,6 | + 2,0 | deg |
| $t_{PTB,v}$ | 1 063 | 1 209 | 1 331 | 1 419 | 1 549 | °C |
| $t_{PTB,v} - t_{PTB,ph}$ | + 0,4 | + 1,6 | + 2,3 | + 3,6 | + 4,0 | deg |
| t_{NSL} | 1 061 | 1 206 | 1 328 | 1 414 | 1 544 | °C |
| $t_{NSL} - t_{PTB,ph}$ | - 1,6 | - 1,4 | - 0,7 | - 1,4 | - 1,0 | deg |

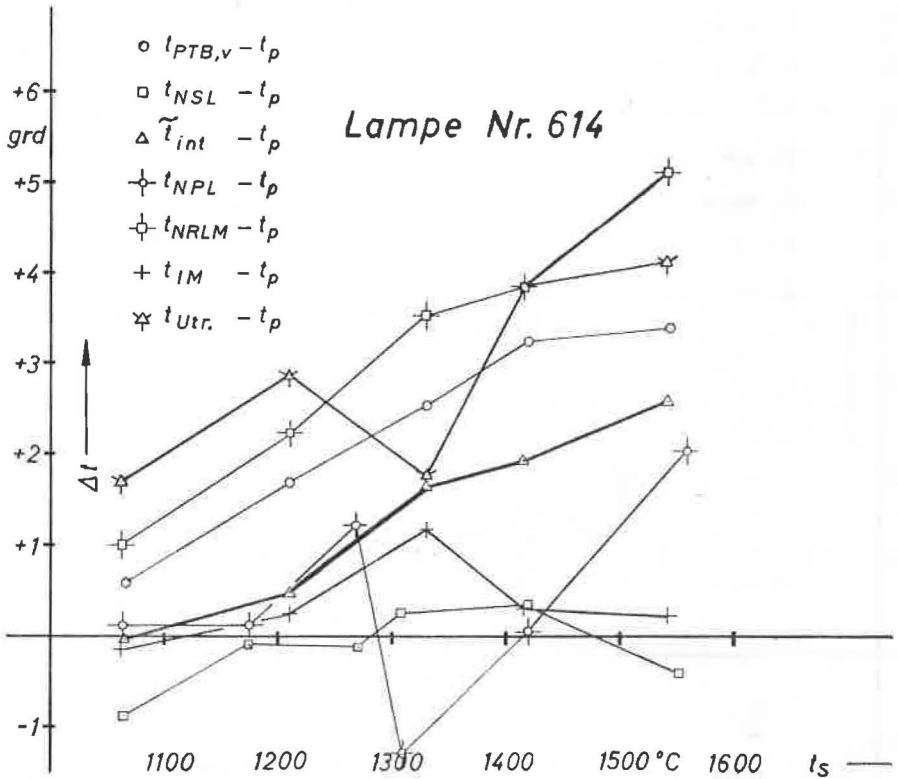


Fig. 2.

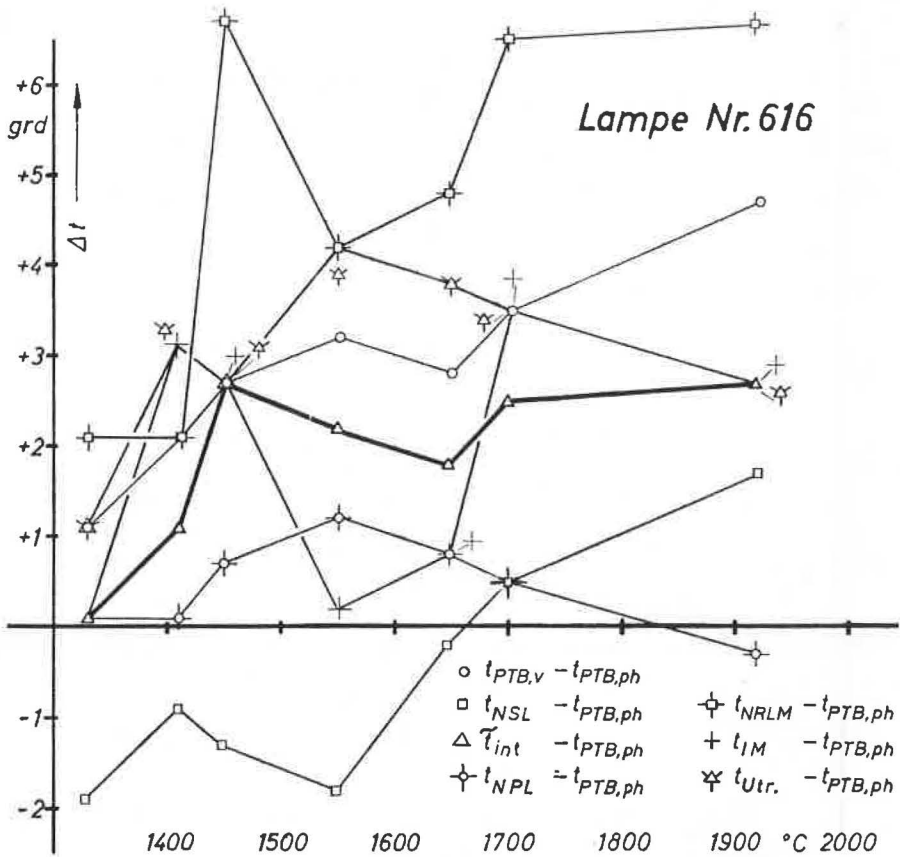


Fig. 3.

La température du laboratoire était maintenue constante à $22 \pm 0,5$ °C. Les lampes étaient montées sur un porte-lampes à ruban spécial en tenant compte des remarques de Barber [5].

Lors des mesures de la lampe N° 614, la mise en place fut effectuée de manière que les images de l'extrémité du repère marqué sur le verre de la lampe paraissent au bord du ruban (et non dans l'encoche). La grandeur du champ de mesure à la surface du ruban était de $0,4 \text{ mm} \times 0,4 \text{ mm}$ (en partie $0,15 \times 0,15 \text{ mm}$).

L'ouverture relative du pyromètre était de $1/10$. La longueur d'onde effective du pyromètre passait de 6586 \AA pour 1063 °C à 6577 \AA pour 1950 °C .

Une incertitude relative de 10^{-4} est donnée pour les valeurs du courant. Le contact central du culot était relié au pôle positif de la source de courant continu. Le pyromètre était étalonné par rapport à un corps noir en position horizontale [6] dont l'émissivité, calculée en employant les formules de S. Okayama [7], était supérieure à 0,999 en prenant pour base une émissivité estimée à 0,75 pour l'agent de noircissement.

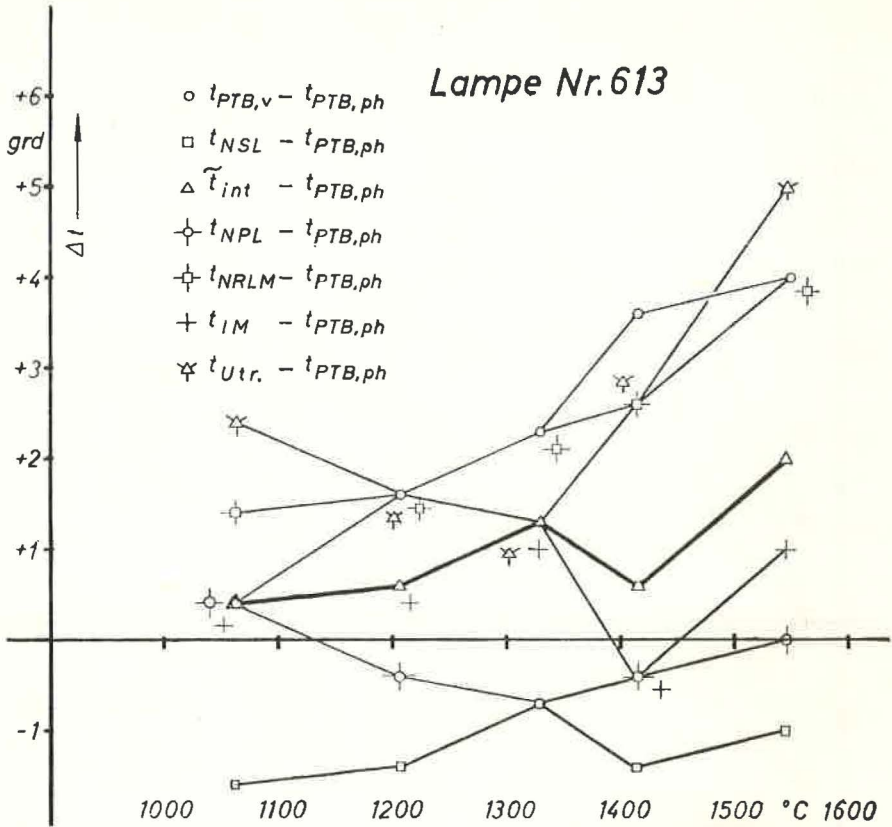


Fig. 4.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] KUNZ (H.), *Wiss. Abhand. der P.T.B.*, **15-I**, 1963, p. 24.
- [2] DRESLER (A.), *Das Licht*, 1940, p. 79.
- [3] KUNZ (H.), *Wiss. Abhand. der P.T.B.*, **10-I**, 1958, p. 27.
- [4] KUNZ (H.), *Wiss. Abhand. der P.T.B.*, **6-I**, 1954, p. 50; **7-I**, 1955, p. 28; **13-I**, 1961, p. 24.
- [5] BARBER (C. R.), *J. Sci. Instr.*, **23**, 1946, p. 238.
- [6] TINGWALDT (C.) et KUNZ (H.), *Optik*, **15**, 1958, p. 171.
- [7] OKAYAMA (S.), *J. Appl. Phys., Japan*, **27**, 1958, p. 737.

Étalonnage de quatre lampes étalons secondaires à ruban de tungstène par six laboratoires

Par C. R. BARBER

National Physical Laboratory (Royaume-Uni)

Abstract. — Four secondary standard tungsten-strip lamps have been measured at six laboratories (N.P.L., N.S.L., M.I.M., N.R.L.M., P.T.B. and the University of Utrecht). Two vacuum lamps were used over the range 1 063 to 1 453 °C and two gas-filled lamps from 1 330 to 1 922 °C. After the results had been converted to the same effective wavelength and to identical temperatures, the extreme differences between the scales of the laboratories ranged from 2 deg at 1 063 °C to 5.5 deg at 1 922 °C. The corresponding standard deviations were about 1.2 deg and 2.0 deg respectively.

Quatre lampes étalons secondaires à ruban de tungstène de fabrication anglaise ont été étalonnées dans chacun des six laboratoires suivants : National Physical Laboratory (N.P.L.) Royaume-Uni, National Standards Laboratory (N.S.L.) Australie, Institut de Métrologie D.I. Mendéléev (I.M.M.) U.R.S.S., National Research Laboratory of Metrology (N.R.L.M.) Japon, Physikalisch-Technische Bundesanstalt (P.T.B.) Allemagne et Laboratoire de physique de l'Université d'Utrecht. Deux des lampes étaient du type à vide (N^{os} 613 et 614) et les deux autres à atmosphère gazeuse (N^{os} 616 et 81).

Les lampes N^{os} 613, 614 et 616 ont été étalonnées au N.P.L. en 1956 et au N.S.L. en 1957 où l'on a ajouté une quatrième lampe (N^o 81) que le N.P.L. a étalonnée en 1958. Les intensités de courant employées pour les étalonnages au N.P.L. et au N.S.L. étaient différentes de celles employées dans les autres laboratoires. Nous avons donc réduit tous les résultats pour les ramener aux mêmes intensités et à une même longueur d'onde effective moyenne, 0,660 μm .

Les résultats, y compris les moyennes et l'écart-type correspondant, sont donnés au tableau I. On peut comparer ces résultats avec ceux qui ont été publiés en 1958 [1]; on constate que les écarts-types sont en bon accord. Néanmoins, il semble qu'il y a des différences significatives entre les échelles de température, comme l'indique le tableau II qui montre les différences des valeurs de chaque laboratoire par rapport aux valeurs moyennes données au tableau I.

TABLEAU I

Étalonnage en température de luminance (°C) de quatre lampes
étalons secondaires dans six laboratoires

| Amperes | N.P.L. | N.S.L. | I.M.M. | N.R.L.M. | P.T.B. | Utrecht | Moyenne | Écart- type (deg) |
|---------------------|--------|--------|--------|----------|--------|---------|---------|-------------------------|
| <u>Lampe N° 613</u> | | | | | | | | |
| 4,884 | 1 063 | 1 061 | 1 063 | 1 064 | 1 063 | 1 065 | 1 063 | 1,2 |
| 6,053 | 1 207 | 1 206 | 1 208 | 1 209 | 1 209 | 1 209 | 1 208 | 1,1 |
| 7,154 | 1 328 | 1 328 | 1 330 | 1 331 | 1 331 | 1 330 | 1 330 | 1,3 |
| 7,995 | 1 415 | 1 414 | 1 415 | 1 418 | 1 419 | 1 418 | 1 416 | 1,9 |
| 9,323 | 1 545 | 1 544 | 1 546 | 1 549 | 1 549 | 1 550 | 1 547 | 2,3 |
| <u>Lampe N° 614</u> | | | | | | | | |
| 4,616 | 1 063 | 1 062 | 1 063 | 1 064 | 1 064 | 1 065 | 1 063 | 1,1 |
| 5,741 | 1 209 | 1 209 | 1 210 | 1 211 | 1 211 | 1 212 | 1 210 | 1,2 |
| 6,772 | 1 330 | 1 330 | 1 331 | 1 333 | 1 332 | 1 331 | 1 331 | 1,1 |
| 7,568 | 1 417 | 1 416 | 1 416 | 1 420 | 1 419 | 1 420 | 1 418 | 1,7 |
| 8,793 | 1 544 | 1 542 | 1 543 | 1 548 | 1 546 | 1 547 | 1 545 | 2,2 |
| <u>Lampe N° 616</u> | | | | | | | | |
| 8,311 | 1 329 | 1 327 | 1 329 | 1 331 | 1 330 | 1 330 | 1 329 | 1,3 |
| 8,895 | 1 411 | 1 410 | 1 414 | 1 413 | 1 413 | 1 414 | 1 412 | 1,6 |
| 9,185 | 1 450 | 1 448 | 1 452 | 1 456 | 1 452 | 1 452 | 1 452 | 2,4 |
| 9,980 | 1 550 | 1 547 | 1 549 | 1 553 | 1 552 | 1 553 | 1 551 | 2,2 |
| 10,822 | 1 648 | 1 647 | 1 648 | 1 652 | 1 650 | 1 651 | 1 649 | 1,8 |
| 11,290 | 1 700 | 1 700 | 1 703 | 1 706 | 1 703 | 1 703 | 1 702 | 2,1 |
| 13,390 | 1 918 | 1 920 | 1 921 | 1 925 | 1 923 | 1 921 | 1 921 | 2,2 |
| <u>Lampe N° 81</u> | | | | | | | | |
| 9,375 | 1 327 | 1 326 | 1 328 | 1 329 | 1 327 | 1 329 | 1 328 | 1,2 |
| 10,099 | 1 415 | 1 415 | 1 417 | 1 419 | 1 416 | 1 418 | 1 417 | 1,5 |
| 10,426 | 1 452 | 1 452 | 1 453 | 1 456 | 1 454 | 1 457 | 1 454 | 1,9 |
| 11,300 | 1 546 | 1 546 | 1 547 | 1 551 | 1 547 | 1 552 | 1 548 | 2,4 |
| 12,342 | 1 652 | 1 652 | 1 650 | 1 657 | 1 653 | 1 657 | 1 653 | 2,7 |
| 12,941 | 1 710 | 1 711 | 1 707 | 1 714 | 1 710 | 1 715 | 1 711 | 2,7 |
| 15,289 | 1 920 | 1 923 | 1 919 | 1 924 | 1 922 | 1 924 | 1 922 | 1,9 |

TABLEAU II

Différences, en degré, entre l'étalonnage
de chaque laboratoire et l'étalonnage moyen

| t (°C) | N.P.L. | N.S.L. | I.M.M. | N.R.L.M. | P.T.B. | Utrecht |
|---------|--------|--------|--------|----------|--------|---------|
| 1 063* | 0 | - 1,5 | 0 | + 1 | + 0,5 | + 2 |
| 1 209* | - 1 | - 1,5 | 0 | + 1 | + 1 | + 1,5 |
| 1 330** | - 1 | - 1,5 | 0 | + 1,5 | + 0,5 | + 0,5 |
| 1 416** | - 1 | - 2 | 0 | + 1,5 | + 1 | + 1,5 |
| 1 453* | - 2 | - 3 | - 0,5 | + 3 | 0 | + 1,5 |
| 1 548** | - 1,5 | - 3 | - 1,5 | + 2,5 | + 0,5 | + 2,5 |
| 1 651* | - 1 | - 1,5 | - 2 | + 3,5 | + 0,5 | + 3 |
| 1 706* | - 1,5 | - 1 | - 1,5 | + 3,5 | 0 | + 2,5 |
| 1 922* | - 2,5 | 0 | - 1,5 | + 3 | + 1 | + 1 |

* Moyenne des valeurs de deux lampes

** Moyenne des valeurs de quatre lampes

En faisant une comparaison photoélectrique en 1964 entre les quatre lampes et une lampe (N° 610) qui avait été étalonnée au N.P.L. en 1956 en même temps que les autres, nous avons établi que les lampes n'avaient pas changé, dans les limites de $\pm 0,5$ deg, pendant la durée de la comparaison (1956-1963).

(10 août 1964)

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Rapport sur l'étalonnage de deux lampes étalons secondaires à ruban de tungstène par quatre laboratoires nationaux, *Procès-Verbaux C.I.P.M.*, 26-A, 1958, p. T 133.
-

**Sur la réduction des indications du thermomètre
à résistance de platine à la table étalon
dans le domaine 14 à 90 °K**

Par D. I. CHAREVSKAIA, M. S. GUITERMAN,
M. P. ORLOVA et D. N. ASTROV

Institut des Mesures Physicotechniques et Radiotechniques (U.R.S.S.)

(Traduction)

Резюме. — В качестве метода приведения показаний индивидуальных платиновых термометров сопротивления к стандартной таблице $T^t = f\left(W^t = \frac{R^t}{R_0^t \text{ } ^\circ\text{C}}\right)$, полученной путем обработки результатов международного сличения температурных шкал в области 10-90 °K, предлагается метод линейной интерполяции между реперными точками. Метод предполагает градуировку термометров в точках кипения водорода и кислорода и в тройных точках кислорода и водорода. Значения $\Delta W = W - W^t$, полученные для 4-х температур соединяются прямыми на графике $\Delta W(T)$, откуда и определяются поправки $\Delta W(T)$ к стандартной таблице для данного термометра во всей области 14-90 °K. На примере 10-ти различных сортов платины показано, что для достаточно чистых платин этот метод обеспечивает приводимость к стандартной таблице $\approx 0,01$ град.

Nous suggérons l'emploi de la méthode d'interpolation linéaire comme méthode de réduction des indications du thermomètre à résistance de platine à la table étalon $T^t = f\left(W^t = \frac{R^t}{R_0^t \text{ } ^\circ\text{C}}\right)$ établie après traitement des résultats de la comparaison internationale des échelles de température dans le domaine 10 à 90 °K (cf. Annexe 1, Documents Nos 1 et 2).

Nous avons considéré les valeurs expérimentales de l'étalonnage de 11 thermomètres à résistance de platine du point de vue de leur réduction

à la table étalon moyenne (Table B du Document N° 2, cf. Annexe 1). Parmi ces thermomètres se trouvaient ceux qui ont été utilisés pour la comparaison internationale et étudiés autrefois à l'I.M.P.R., et ceux qui ont été construits et étudiés plus récemment à l'I.M.P.R. Leurs caractéristiques sont résumées dans le tableau I. Il faut noter que l'indication de la pureté du platine dans le domaine des basses températures est $W_{4,2}^{\circ\text{K}}$ et non $W_{100}^{\circ\text{C}}$.

TABLEAU I

| | $W_{4,2}^{\circ\text{K}} \times 10^6$ | $W_{100}^{\circ\text{C}}$ | $W_{13,951}^{\circ\text{K}} \times 10^6$ |
|----------------|---------------------------------------|---------------------------|--|
| IMPR-2 | 374 | 1,392 63 | 1 277 |
| A | 437 | 60 | 1 347 |
| G ₂ | 485 | 50 | 1 395 |
| NPL | 510 | 64 | 1 414 |
| Ux-6 | 525 | 51 | 1 431 |
| Am-I | 582 | 28 | 1 508 |
| NBS | 724 | 53 | 1 630 |
| PSU | 729 | — | 1 646 |
| Ux-4 | 734 | 42 | 1 665 |
| II-364 | 765 | 52 | 1 767 |
| II-12 | 845 | 47 | 1 804 |

| | $W_{20,384}^{\circ\text{K}} \times 10^6$ | $W_{54,34}^{\circ\text{K}} \times 10^6$ | $W_{90,17}^{\circ\text{K}} \times 10^6$ |
|----------------|--|---|---|
| IMPR-2 | 4 399 | 91 789 | 243 691 |
| A | 4 478 | 91 866 | 243 758 |
| G ₂ | 4 535 | 92 055 | 243 959 |
| NPL | 4 523 | 91 865 | 243 757 |
| Ux-6 | 4 566 | 92 020 | 243 918 |
| Am-I | 4 664 | 92 264 | 244 202 |
| NBS | 4 752 | 92 074 | 243 934 |
| PSU | 4 780 | 92 147 | 244 011 |
| Ux-4 | 4 830 | 92 299 | 244 142 |
| II-364 | 4 904 | 92 179 | 244 010 |
| II-12 | 4 944 | 92 228 | 244 055 |

Pour étudier la réduction, les courbes $\Delta W_x = W^x - W^{\text{st}}$ ont été tracées en fonction de T pour chaque thermomètre. Puis, par les valeurs expérimentales de ΔW_x aux points fixes, on a tracé trois droites passant par les points 13,951 °K, 20,384 °K, 54,34 °K et 90,17 °K.

Les écarts maximaux δT_{max} (exprimés en température) entre les courbes expérimentales et les droites sont indiqués dans le tableau II pour tous les thermomètres dans les trois domaines de température. La figure 1 indique les valeurs de δT en fonction de T .

Il ressort de ces valeurs que pour les thermomètres fabriqués avec du platine suffisamment pur ($W_{4,2}^{\circ\text{K}} < 850 \times 10^{-6}$) la réduction est meilleure que 0,01 deg dans tout le domaine 14 à 90 °K.

Comme la méthode proposée n'exige pas l'étalonnage des thermomètres au point d'ébullition de l'hélium, on peut utiliser les valeurs ΔW au point

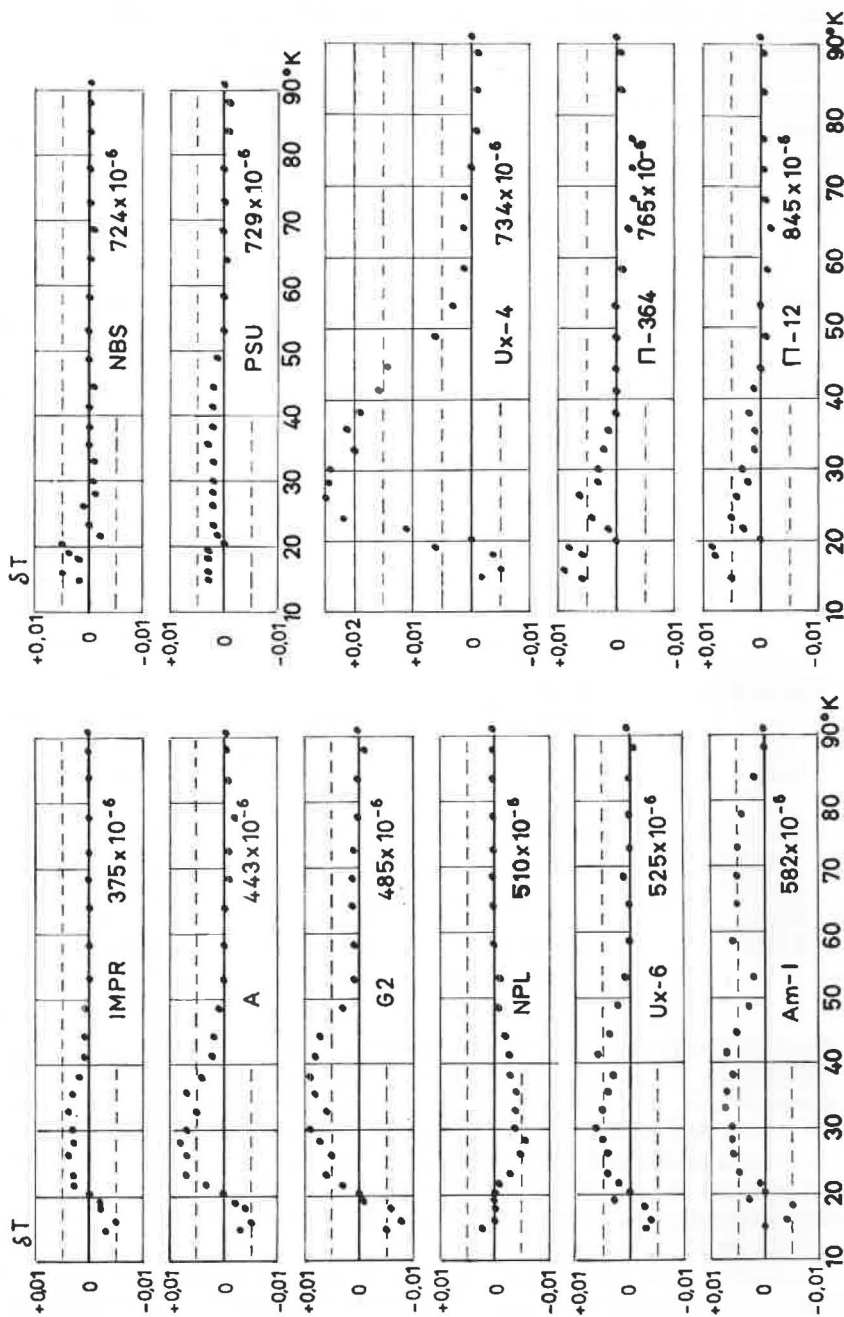


Fig. 1. — La valeur numérique indiquée est celle du rapport $R_{4,2}/R_{273,15}$.

TABLEAU II

| | 14 à 20 °K δT_{\max} | 20 à 54 °K δT_{\max} | 54 à 90 °K δT_{\max} |
|----------------|---------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|
| IMPR-2 | 0,005 deg | 0,004 deg | 0,000 deg |
| A | 0,005 | 0,008 | 0,002 |
| G ₂ | 0,008 | 0,009 | 0,001 |
| NPL | 0,002 | 0,006 | 0,000 |
| Ux-6 | 0,004 | 0,006 | 0,001 |
| Am-I | 0,005 | 0,007 | 0,006 |
| NBS | 0,005 | 0,002 | 0,001 |
| PSU | 0,003 | 0,003 | 0,001 |
| Ux-4 | 0,006 | 0,025 | 0,001 |
| II-364 | 0,009 | 0,006 | 0,003 |
| II-12 | 0,014 | 0,005 | 0,002 |

d'étalonnage le plus bas ($\Delta W_{13,951 \text{ °K}} < 360 \times 10^{-6}$) à la place des valeurs $W_{4,2 \text{ °K}}$.

Les valeurs de ΔW aux points fixes pour tous les thermomètres sont résumées dans le tableau III.

TABLEAU III

| | $\Delta W_{13,951 \text{ °K}} \times 10^6$ | $\Delta W_{20,384 \text{ °K}} \times 10^6$ | $\Delta W_{54,34 \text{ °K}} \times 10^6$ | $\Delta W_{90,17 \text{ °K}} \times 10^6$ |
|----------------|--|--|---|---|
| IMPR-2 | — 166 | — 168 | — 132 | — 109 |
| A | — 96 | — 89 | — 55 | — 42 |
| G ₂ | — 48 | — 32 | + 134 | + 159 |
| NPL | — 29 | — 44 | — 56 | — 43 |
| Ux-6 | — 12 | — 1 | + 99 | + 118 |
| Am-I | + 65 | + 97 | + 343 | + 402 |
| NBS | + 187 | + 185 | + 153 | + 134 |
| PSU | + 203 | + 213 | + 226 | + 211 |
| Ux-4 | + 222 | + 263 | + 378 | + 342 |
| II-364 | + 324 | + 337 | + 258 | + 210 |
| II-12 | + 361 | + 377 | + 307 | + 255 |

Malheureusement, la condition de pureté du platine

$$(W_{4,2 \text{ °K}} < 850 \times 10^{-6} \quad \text{ou} \quad \Delta W_{13,951 \text{ °K}} < 360 \times 10^{-6})$$

n'est pas suffisante pour que la méthode donne des résultats satisfaisants. Par exemple, pour le thermomètre Ux-4, δT atteint près de 0,025 deg entre 20 et 54 °K. Pour appliquer la méthode un critère supplémentaire est manifestement nécessaire. Ce critère, qui est la valeur de ΔW au point triple de l'oxygène ($\Delta W_{54,34 \text{ °K}} < 350 \times 10^{-6}$), ne s'applique pas au thermomètre Ux-4.

Ainsi, après que les thermomètres ont été étalonnés aux points triples de l'hydrogène et de l'oxygène et que l'applicabilité de cette méthode a été clarifiée, ils doivent être étalonnés aux points d'ébullition de l'hydrogène et de l'oxygène. Ces thermomètres peuvent alors être traités par la méthode d'interpolation linéaire qui permet la réduction à la table étalon

avec une exactitude meilleure que 0,01 deg dans les conditions spécifiées ci-dessus.

Il faut noter la particularité de cette méthode qui est la substitution de sections de droites ayant des valeurs essentiellement différentes du coefficient angulaire $\left(\frac{dW}{dT}\right)$ à la fonction lissée $\Delta W(T)$.

Il s'ensuit que si cette méthode est employée pour la détermination d'intervalles de température, c'est-à-dire dans les mesures de capacité thermique, il est nécessaire de choisir ces intervalles de façon qu'ils ne contiennent pas les points fixes. Autrement l'erreur dans le calcul de la température serait beaucoup plus grande.

Cette exigence n'est cependant pas très stricte, puisque le choix de l'intervalle près du point fixe ou même avec le point fixe comme limite de l'intervalle, n'entraîne pas d'erreurs supplémentaires dans les calculs de température.

La méthode proposée fournit un étalonnage avec une exactitude meilleure que 0,01 deg pour un grand nombre de qualités de platine en étalonnant les thermomètres en quatre points dans l'intervalle 14 à 90 °K.

Le principal avantage de cette méthode est sa simplicité, ce qui permet de la recommander en général pour l'étalonnage des thermomètres à résistance aux basses températures.

Il faut noter que l'évaluation de la réduction par la méthode proposée est influencée essentiellement par la table étalon employée. Les méthodes de réduction au platine « idéal » que nous avons suggérées auparavant sont exemptes de telles limitations.

(10 novembre 1964)

Commentaires sur la table étalon proposée de W_T dans le domaine de 12 à 90 °K [1]

Par R. J. BERRY

Conseil National de Recherches (Canada)

(Traduction)

Abstract. — A criterion is suggested for the selection of platinum thermometers for use with the CCT-64 Table, which covers the range from 12 °K to 273 °K. The grades of platinum which should give little difficulty in interpolation are those having a low Γ_T , a function which expresses the departures of the thermometers from Matthiessen's rule. A convenient method of applying the criterion is to specify two straight lines defining upper and lower limits for $W_{O_2} - W_0$ (the resistance ratios $R_T/R_{0^\circ C}$ at the oxygen point and the absolute zero respectively) on the graph of this function against W_0 .

La table étalon proposée pour les résistances réduites $W_T = R_T/R_{0^\circ C}$ [1] est établie à partir de la moyenne pondérée ⁽¹⁾ W_T de six thermomètres à résistance de platine: un de l'Institut des Mesures Physicotechniques et Radiotechniques (I.M.P.R.), deux du National Physical Laboratory (N.P.L.), un du National Bureau of Standards (N.B.S.) et deux de la Pennsylvania State University (P.S.U.).

En analysant les valeurs publiées [1, 3, 4] sur ces thermomètres, nous avons trouvé que la table étalon pourrait convenir pour l'interpolation de la fonction W_T d'une qualité particulièrement souhaitable de thermomètres (c'est-à-dire ceux ayant un faible Γ_T , voir ci-dessous). Beaucoup d'autres thermomètres de qualité apparemment bonne seront cependant beaucoup plus difficiles à interpoler. Une méthode pour sélectionner le groupe de thermomètres compatibles avec la table étalon est présentée dans ce rapport.

(1) La moyenne pondérée a été calculée d'après la relation

$$W_T \text{ (pondérée)} = \frac{1}{3} \left[W_{\text{IMPR}} + \overline{W}_{\text{NPL}} + \frac{(W_{\text{NBS}} + \overline{W}_{\text{PSU}})}{2} \right],$$

où \overline{W} indique que l'on a déjà pris la moyenne des deux thermomètres envoyés par le même laboratoire.

Pour déterminer à quelle qualité de platine correspond la table étalon, nous pouvons examiner d'abord le graphique des résistances réduites au point d'ébullition de l'eau (W_{ST}) en fonction des résistances réduites à 0 °K (W_0) (fig. 1). Nous avons porté sur ce graphique les points correspondant aux

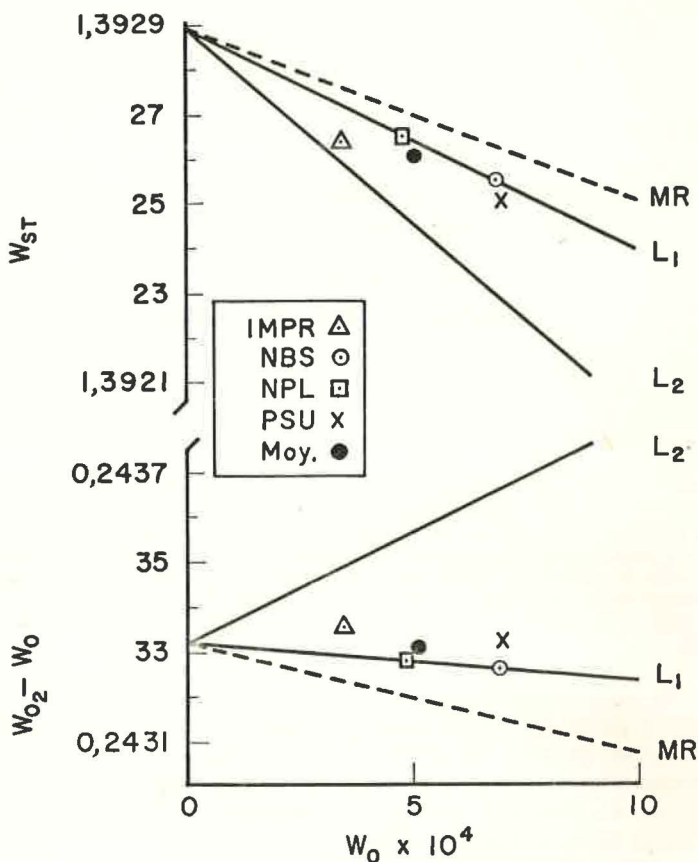


Fig. 1. — Valeur des résistances réduites au point d'ébullition de l'eau (W_{ST}) et au point d'ébullition de l'oxygène (W_{O_2}) en fonction de la résistance réduite à 0 °K (W_0). Les valeurs de W_0 ont été estimées à partir des résistances réduites mesurées au point de l'hélium en utilisant les petites corrections indiquées dans [2]. Les valeurs de W_{ST} pour les thermomètres de la P.S.U. ont été estimées d'après une relation entre W_{ST} et W_{O_2} indiquée dans [2].

quatre qualités de platine soumis par les différents laboratoires ainsi que le point correspondant à la qualité moyenne pondérée. Bien qu'une valeur moyenne de W_T ait été employée pour deux thermomètres soumis par le N.P.L. et par la P.S.U., il faut noter que les deux thermomètres de chaque paire avaient des fonctions W_T pratiquement identiques et qu'en conséquence leurs points moyens correspondent à des échantillons réels de platine. La signification des trois droites du graphique a été examinée en détail par ailleurs [2]. Brièvement, nous pouvons rappeler que les thermomètres

se situent presque toujours à l'intérieur de la région limitée par les droites L_1 et L_2 , et que les thermomètres situés au voisinage de la droite L_1 ou sur cette droite tendent habituellement à obéir à la théorie des deux bandes de Sondheimer et Wilson; la droite MR est la droite sur laquelle devraient tomber tous les points si la règle de Matthiessen était suivie. Sur les six thermomètres examinés ici, nous voyons que tous, sauf un, sont très près de la droite L_1 ou sur cette droite et qu'ainsi la moyenne pondérée tombe aussi très près de cette droite limite. Un graphique semblable pour la résistance réduite au point de l'oxygène W_{O_2} montre le même comportement (fig. 1).

Une façon plus commode pour montrer graphiquement la qualité du platine sur un large domaine de température est de représenter les écarts de W_T par rapport à sa valeur donnée par la règle de Matthiessen (en utilisant une fonction idéale et la valeur mesurée de W_0). Pour cela on peut employer la fonction suivante :

$$(2) \quad \frac{W_T - (W_T)_i}{W_0[1 - (W_T)_i]} - 1 = \Gamma_T,$$

où $(W_T)_i$ est la résistance réduite pour du platine idéalement pur. La fonction Γ_T a la propriété souhaitable d'être nulle si la règle de Matthiessen est suivie et elle peut être représentée par la relation simple

$$(3) \quad \Gamma_T = \frac{1}{a + b \times W_0/(W_T)_i}$$

si la théorie des deux bandes s'applique. Ici a et b sont les deux paramètres de Sondheimer et Wilson et sont ordinairement considérés comme constants. On peut également noter que la valeur Γ_T à une température quelconque peut être facilement tirée de graphiques tels que ceux de la figure 1 puisque Γ_T est lié linéairement à la pente de la droite joignant le point particulier correspondant au point d'ordonnée $(W_T)_i$ sur l'axe vertical. Par exemple, sur le graphique de W_{ST} en fonction de W_0 nous avons

$$(4) \quad \Gamma_{ST} = - \frac{\text{pente}}{0,3929} - 1.$$

Sur la figure 2, Γ_T est représentée en fonction de la température entre 10 et 90 °K pour les quatre qualités de platine et pour la table de la moyenne pondérée. Les valeurs de W_0 employées pour calculer Γ_T à partir de l'équation (2) sont indiquées sur la figure. La plupart des points ont été calculés à partir des valeurs obtenues au N.P.L. pendant la comparaison des échelles de température du thermomètre à gaz [3] (1). Pour la table moyenne étalon, une partie des valeurs obtenues à l'I.M.P.R. pendant les comparaisons d'échelles [4] est aussi reportée sur cette figure; on peut voir qu'il n'y a pas de désaccord significatif.

Des courbes de la figure 2, nous pouvons conclure que la table étalon correspond à une qualité de platine qui possède une fonction Γ_T particu-

(1) Les températures de l'échelle N.B.S. 1939 ont été déduites des mesures sur le thermomètre N° 1575702 du N.B.S. et les valeurs correspondantes de $(W_T)_i$ ont été obtenues à partir des tables indiquées par Berry [2].

lièrement faible, beaucoup plus faible que la fonction moyenne obtenue pour diverses variétés de platine [2]. La résistance réduite résiduelle (W_0) de 510×10^{-6} correspond approximativement à la moyenne W_0 trouvée pour les thermomètres de production courante, par exemple ceux de Leeds and Northrup Co. (U.S.A.). Les propriétés de la table étalon auraient bien pu être tout à fait différentes si l'on avait choisi six autres thermomètres. C'est ce que confirme l'étude des propriétés de thermomètres récemment construits par Leeds and Northrup où W_0 varie de 380 à 700×10^{-6} et Γ_{O_2} de 0,20 à 0,50.

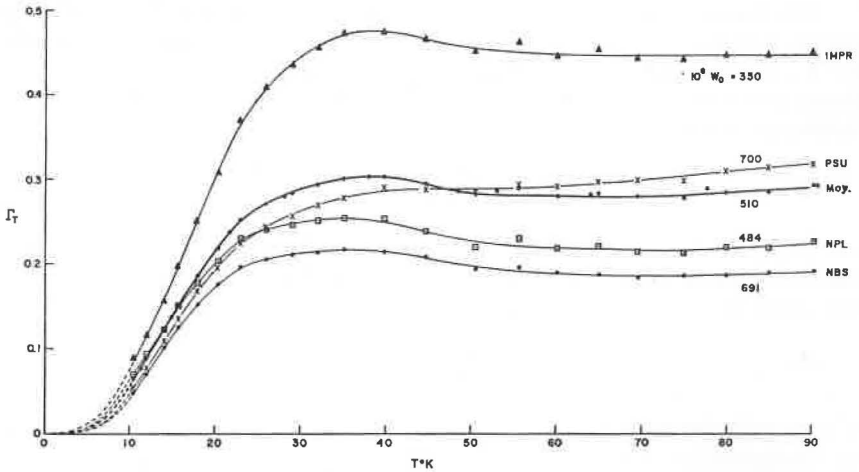


Fig. 2. — Valeurs de $\Gamma_T = \frac{W_T - (W_T)_i}{W_0[1 - (W_T)_i]}$ — 1; (voir le texte).

Finalement, la table étalon sera employée pour interpoler les fonctions W_T entre un certain nombre de points fixes. Il y aura peu de difficultés d'interpolation pour les thermomètres ayant des fonctions Γ_T similaires à celle de la table étalon puisqu'une différence ΔW_T pourrait être employée directement (une fois soustraites les contributions dues à W_0). Cependant, pour les thermomètres ayant des fonctions Γ_T radicalement différentes, l'interpolation sera beaucoup plus difficile. Il sera probablement nécessaire soit d'avoir un grand nombre de points fixes, soit d'éliminer de tels thermomètres de l'échelle en imposant des restrictions sur Γ_T ou sur une autre fonction similaire. En réalité, il serait plus direct d'imposer des restrictions à la région permise pour les points représentatifs des thermomètres sur des graphiques tels que ceux de la figure 1; à cet égard, il pourrait être préférable d'employer le graphique se rapportant au point de l'oxygène plutôt qu'au point d'ébullition de l'eau puisque le point de l'oxygène est voisin de la région à interpoler et devra nécessairement être mesuré.

Nous avons signalé [5] qu'il est quelquefois possible de déplacer les fonctions Γ_T en direction de la droite limite L_1 . Si cela peut être fait par les fabricants, il sera possible de construire des thermomètres ayant des caractéristiques plus uniformes, en accord plus étroit avec celles de la table étalon.

En conclusion, nous pouvons dire que la table étalon conviendrait bien pour interpoler les thermomètres ayant des fonctions Γ_T faibles. A l'heure actuelle, un grand nombre de thermomètres étalons se situent cependant en dehors de ce groupe.

(28 juillet 1964)

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Cf. Annexe 1, Document 2.
 - [2] BERRY (R. J.), *Canad. J. Phys.*, 41, 1963, p. 946.
 - [3] Cf. Annexe 1, Document 0.
 - [4] Cf. Annexe 1, Document 1.
 - [5] Ce volume, Annexe 4, p. T 40.
-

**Déterminations de la relation p - T
et du point triple de l'hydrogène en équilibre à 20,4 °K
avec des thermomètres à résistance de platine étalonnés
d'après les échelles NBS, PSU, IMPR et NPL**

Par M. DURIEUX, R. MUIJLWIJK et H. Van DIJK

Kamerlingh Onnes Laboratorium (Pays-Bas)

(Traduction)

Abstract. — The vapour pressure of liquid hydrogen and the resistances of several platinum thermometers, which were calibrated on the NBS, PSU, PRMI or NPL temperature scales below 90 °K have been measured between 14 and 23 °K and at the triple point of hydrogen. « 20.4 °K equilibrium hydrogen » has been used for all measurements. From the resistances of the thermometers the temperatures on the B_1 scale have been calculated. From the vapour pressures the temperatures $T_{L,60}$ have been derived, by using the vapour pressure-temperature relation which is in use in our laboratory.

It is found that $T_{B_1} - T_{L,60}$ is approximately 0.030 deg at 14 °K, 0.015 deg at 20 °K and 0.015 deg at 23 °K. Different thermometers do not always give the same temperature on the T_{B_1} scale as they should do. At the triple point $p = 52.73$ mm Hg, 0 °C and $T_{B_1} = 13.828$ °K. At the boiling point $T_{B_1} = 20.2753$ °K.

A comparison is given with other measurements of the boiling point and the triple point.

1. INTRODUCTION

On a mesuré entre 23 et 13,8 °K, à l'aide de thermomètres à résistance de platine étalonnés d'après l'échelle du N.B.S., de la P.S.U., de l'I.M.P.R. et du N.P.L., la relation température-tension de vapeur de l'hydrogène liquide de composition ortho-para en équilibre à 20,4 °K (désigné par la suite e- H_2).

On a employé deux appareils différents, A et B. Dans l'un des appareils on a aussi mesuré la température et la pression du point triple de e- H_2 .

2. EXPÉRIENCES

Dans l'appareil A on a utilisé les thermomètres suivants: Leeds and Northrup N° 1137601 (étalonné au National Bureau of Standards à Washington d'après l'échelle NBS), T4 (étalonné à l'Institut des Mesures Physico-techniques et Radiotechniques de Moscou d'après l'échelle IMPR), Tinsley N° 153371 (étalonné au National Physical Laboratory à Teddington d'après l'échelle NPL) et KOL N° 143, construit dans notre laboratoire. Les mesures ont été effectuées entre 20,4 et 13,8 °K. Dans cet appareil A les thermomètres et l'hydrogène liquide employé pour les mesures de tension de vapeur pouvaient être isolés thermiquement du bain d'hydrogène liquide; c'est pourquoi on a mesuré aussi la pression et la température de e-H₂ au point triple.

Dans l'appareil B on a utilisé les thermomètres suivants: Leeds and Northrup N° 1575702 (étalonné au N.B.S. d'après l'échelle NBS), Leeds and Northrup N°s 1577533 et 1577534 (étalonnés à la Pennsylvania State University d'après l'échelle PSU), T2 (étalonné à l'I.M.P.R. d'après l'échelle IMPR), Tinsley N°s 153373 et 164956 (étalonnés au N.P.L. d'après l'échelle NPL), et les thermomètres N° 1137601 et T4, également employés dans l'appareil A. Les cinq premiers thermomètres ont été aussi employés pour les comparaisons des échelles NBS, PSU, IMPR et NPL au N.P.L. [1] et à l'I.M.P.R. [2]. Dans cet appareil B les mesures ont été effectuées entre 23 et 13,8 °K. Une description des deux appareils a été donnée par ailleurs [3].

Nous n'indiquons pas ici les résultats obtenus avec les thermomètres KOL 143 et Tinsley N° 164956.

Les températures ont été déduites des tensions de vapeur mesurées de e-H₂ à l'aide de la relation suivante

$$(1) \log_{10} p \text{ (mm Hg, } 0 \text{ }^\circ\text{C)} = 4,635\,384 - 44,267\,4 T^{-1} \\ + 0,021\,669 T - 0,000\,021 T^2$$

qui est employée comme échelle pratique de température dans notre laboratoire [4]. Les températures dans cette échelle sont désignées par $T_{1,60}$.

On a calculé les températures dans les différentes échelles NBS, PSU, IMPR et NPL au moyen des résistances réduites $W = R/R_0$ des thermomètres. On a également calculé les températures dans l'échelle B₁ [5] (voir l'Appendice, p. T 107).

3. RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

a. Domaine de température entre 23 et 13,8 °K. — La figure 1 montre les différences entre T_{B_1} et $T_{1,60}$ obtenues pour les mesures effectuées avec l'appareil A. Les trois thermomètres donnent les mêmes températures dans l'échelle B₁ à 0,002 deg près.

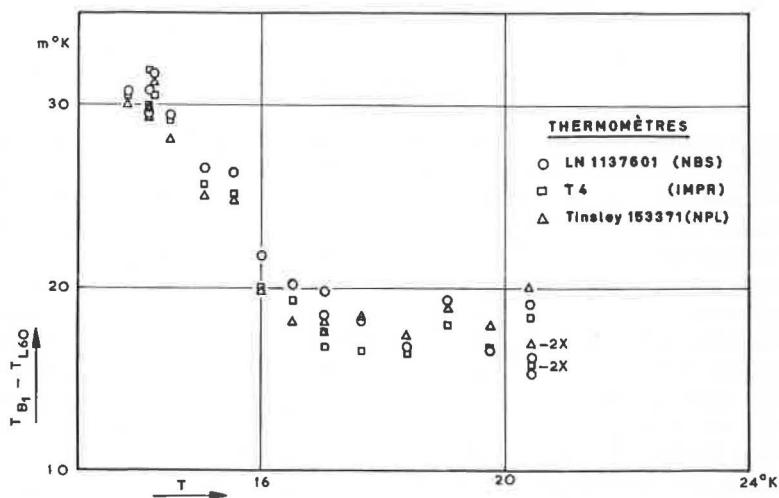


Fig. 1. — Différences entre les températures dans l'échelle B₁, déduites des lectures de thermomètres à résistance de platine, et les températures T_{L60}, déduites de la tension de vapeur de e-H₂ liquide (Appareil A).

La figure 2 montre les différences entre T_{B₁} et T_{L60} obtenues pour les mesures effectuées avec l'appareil B. Il existe des différences appréciables entre les températures calculées dans l'échelle B₁ pour les différents ther-

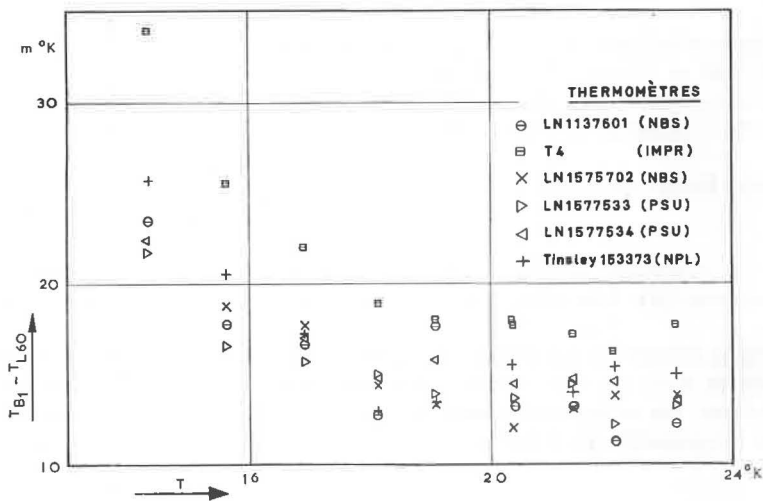


Fig. 2. — Différences entre T_{B₁} et T_{L60} (Appareil B).

momètres, en particulier aux plus basses températures. La moyenne pour tous les thermomètres employés dans l'appareil B est, à 14 °K, inférieure de 0,005 deg à la moyenne des trois thermomètres employés dans l'appareil A. A 20 °K la différence entre les deux appareils est d'environ 0,002 deg.

La figure 3 montre à une échelle agrandie et pour les deux appareils les résultats au point d'ébullition.

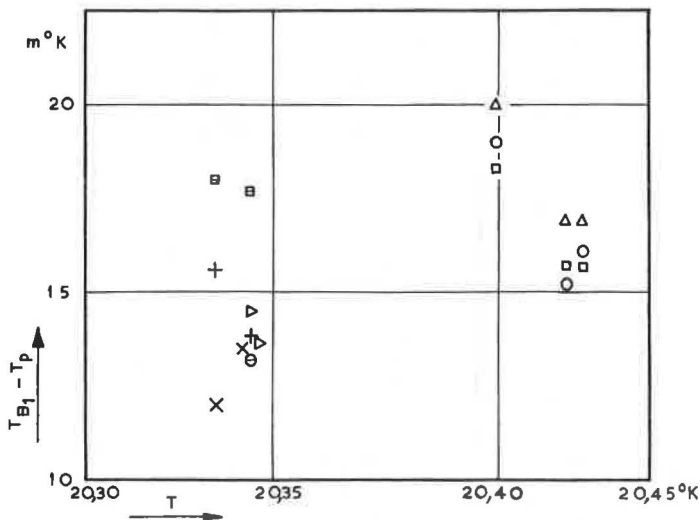


Fig. 3. — Différences entre T_{B1} et T_{L60} au voisinage du point d'ébullition. (L'identification des différents thermomètres est la même qu'aux figures 1 et 2).

Les températures calculées d'après les mesures effectuées avec le thermomètre T2 étaient toujours trop élevées, ce qui correspondait à un accroissement de W de 8×10^{-6} en comparaison avec l'étalonnage initial. Les résultats pour ce thermomètre ne sont donc pas donnés.

b. Point d'ébullition. — Le tableau I donne les points d'ébullition dans les échelles individuelles déduits des mesures avec huit thermomètres. On indique également pour chaque thermomètre la valeur moyenne de $R/R_{0,0C}$ au point d'ébullition. Les mesures n'ont pas été effectuées exactement au point d'ébullition, mais on a employé la température T_{L60} déduite de la tension de vapeur pour calculer les points d'ébullition dans les quatre échelles. ($T_n - T_{L60}$ au point d'ébullition a été pris égal à la valeur mesurée de $T_n - T_{L60}$ à des températures très proches du point d'ébullition). Pour chaque échelle la température moyenne du point d'ébullition est donnée par les différents thermomètres, ainsi que la température correspondante dans l'échelle B_1 .

c. Point triple. — On a laissé se réchauffer lentement le récipient intérieur de l'appareil A avec les quatre thermomètres et 8 cm^3 de e- H_2 solide. Au point triple, la température demeurait constante à mieux que 0,001 deg pendant 50 minutes. Le tableau II donne les résistances réduites au point triple ainsi que les températures dans les échelles individuelles et dans l'échelle B_1 . On a trouvé comme pression au point triple 52,73 mm Hg à 0°C , correspondant à $T_{L60} = 13,7977^\circ\text{K}$.

TABLEAU I

Points d'ébullition de e-H₂ dans les échelles NBS-1939, PSU, IMPR, NPL et B₁ d'après les mesures du K.O.L.
(Les mesures de 1963 ont été effectuées avec l'appareil A, celles de 1964 avec l'appareil B).

| Date | Thermomètres Nos | | | | | |
|---------------------|---------------------------------|-----------------------------|-------------------------------|-------------------------------|------------------------------------|----------------------------|
| | 1137601 étalonnés au NBS | 1575702 étalonnés au NBS | 1577533 étalonnés à la PSU | 1577534 étalonnés à l'IMPR | T ₄ étalonnés au NPL | 153373 étalonnés au NPL |
| | $T_{NBS-1939}$ (°K) | $T_{NBS-1939}$ (°K) | T_{PSU} (°K) | T_{IMPR} (°K) | T_{NPL} (°K) | T_{NPL} (°K) |
| 28.5.63 | 20,282 3 | 20,279 5 | 20,256 2 | 20,294 0 | 20,273 5 | 20,271 0 |
| 6.6.63 | 20,285 2 | 4 680,6 | 4 696,7 | 20,296 7 | 20,276 5 | 4 445,0 |
| 12.6.63 | 20,281 5 | | | 20,294 2 | 20,273 5 | |
| 17.6.64 | 20,279 5 | 20,279 9 | 20,256 2 | 20,295 5 | (20,302 8) | |
| 19.6.64 | 20,279 1 | 20,279 1 | | 20,295 7 | | 20,271 2 |
| R/R ₀ °C | 20,282 1 | 20,279 5 | 20,256 2 | 20,295 2 | 20,274 5 | 20,271 0 |
| | 4 624,2 | 4 680,6 | 4 696,7 | 4 327,9 | 4 484,9 | 4 445,0 |
| | $T_{NBS-1939}$ T_{B_1} | $T_{NBS-1939}$ T_{B_1} | T_{PSU} T_{B_1} | T_{IMPR} T_{B_1} | T_{NPL} T_{B_1} | T_{NPL} T_{B_1} |
| | = 20,280 8 = 20,274 1 | = 20,255 8 = 20,273 4 | = 20,295 2 = 20,277 0 | = 20,295 2 = 20,277 0 | = 20,272 8 = 20,276 6 | = 20,272 8 = 20,276 6 |
| | Moyenne $T_{B_1} = 20,275 3$ °K | | | | | |

TABLEAU II

Température du point triple de e-H₂ mesurée avec trois thermomètres à résistance de platine

| Thermomètre N° | $R/R_{0^{\circ}\text{C}} \times 10^6$ | T d'après l'étalonnage du thermomètre (°K) | T_{Bt} (°K) |
|----------------|---------------------------------------|--|---------------|
| 1137601 | 1 541,47 | $T_{\text{NBS-1939}} = 13,828\ 1$ | 13,828 |
| T4 | 1 248,51 | $T_{\text{IMPR}} = 13,860\ 9$ | 13,829 |
| 153371 | 1 411,36 | $T_{\text{NPL}} = 13,815\ 4$ | 13,827 |
| | | Moyenne | 13,828 |

4. DISCUSSION

a. Point d'ébullition. — Le tableau III compare nos valeurs moyennes pour le point d'ébullition de e-H₂ dans les échelles NBS, PSU, IMPR et NPL avec les valeurs données par ces quatre laboratoires. Il existe un bon accord entre nos résultats et la valeur du N.P.L., mais on constate une différence appréciable avec les autres valeurs.

Les différences au point d'ébullition entre l'échelle NPL et les échelles NBS, PSU et IMPR d'après les comparaisons effectuées au N.P.L. [1] et à l'I.M.P.R. [2] sont aussi indiquées au tableau III. On voit que les différences entre les points d'ébullition que nous donnons dans les échelles individuelles sont en accord à 0,003 deg près avec les moyennes des différences entre les échelles.

TABLEAU III

Comparaison des mesures au K.O.L. du point d'ébullition de e-H₂ dans les échelles NBS-1939, PSU, IMPR et NPL avec les valeurs données par ces quatre laboratoires

| Échelle | Résultats (°K) | | (2) — (3) | $T_n - T_{\text{NPL}} (10^{-3} \text{ deg})$ | | | KOL |
|----------|----------------|-------------|------------------------|--|------|------|------|
| | K.O.L. | Laboratoire | (10 ⁻³ deg) | NPL | IMPR | Moy. | |
| (1) | (2) | (3) | (4) | (5) | (6) | (7) | (8) |
| NBS-1939 | 20,280 8 | 20,275 5 | 5,3 | 11 | 11 | 11 | 8 |
| PSU | 20,255 8 | 20,248 | 7,8 | - 14 | - 14 | - 14 | - 17 |
| IMPR | 20,295 2 | 20,277 | 18,2 | 22 | 22 | 22 | 22 |
| NPL | 20,272 8 | 20,270 5 | 2,3 | | | | |

(2) : Résultats du K.O.L. d'après le tableau I.

(5), (6), (7) : Différences entre les points d'ébullition dans les échelles NBS-1939, PSU et IMPR et le point d'ébullition dans l'échelle NPL d'après les comparaisons des échelles effectuées au N.P.L. [1] et à l'I.M.P.R. [2], ainsi que les moyennes de ces différences.

(8) : Différences entre les échelles d'après les résultats de la colonne (2).

M. P. Orlova donne [2] les valeurs de $R/R_{0^{\circ}\text{C}}$ au point d'ébullition de l'hydrogène normal pour les cinq thermomètres employés lors de la compa-

raison des échelles NBS, PSU, IMPR et NPL. D'après ces valeurs de $R/R_{0\text{ }^{\circ}\text{C}}$ nous avons calculé les températures dans les échelles individuelles. Le tableau IV rassemble ces résultats et les nôtres pour les mêmes thermomètres. Si nous ne tenons pas compte du thermomètre T2 (voir paragraphe 3a) la différence moyenne entre le résultat de l'IMPR et le nôtre est de 0,013 deg.

TABLEAU IV

Comparaison des résultats de l'I.M.P.R. pour cinq thermomètres avec les résultats du K.O.L.

| Thermomètre N° | I.M.P.R. | | K.O.L. e-H ₂ (°K) | K.O.L. — I.M.P.R. (10 ⁻³ deg) |
|----------------|---|--------------------------|------------------------------------|---|
| | $R/R_{0\text{ }^{\circ}\text{C}} \times 10^6$ | n-H ₂ (°K) | | |
| (1) | (2) | (3) | (4) | (5) |
| 1575702 (NBS) | 4 752,2 | 20,383 8 | 20,279 5 | 12,7 |
| 1577533 (PSU) | 4 776,0 | 20,358 7 | 20,256 2 | 14,5 |
| 1577534 (PSU) | 4 779,5 | 20,360 9 | 20,255 3 | 11,4 |
| T2 (IMPR) | 4 398,7 | 20,392 7 | 20,302 8 | (27,1) |
| 153373 (NPL) | 4 523,3 | 20,374 4 | 20,271 0 | 13,6 |
| | | | Moyenne ... | 13,1 |

(2), (3): Valeurs de $R/R_{0\text{ }^{\circ}\text{C}}$ au point d'ébullition de n-H₂ indiquées par M. P. Orlova et températures des points d'ébullition de n-H₂ dans les échelles NBS-1939, PSU, IMPR et NPL.

(4): Résultats du K.O.L. d'après le tableau I.

(5): Différences obtenues en ajoutant aux valeurs de (4) 0,117 deg comme différence admise entre les points d'ébullition de n-H₂ et e-H₂.

D'après nos mesures, la valeur moyenne du point d'ébullition de e-H₂ dans l'échelle B₁ est 20,275 3 °K, c'est-à-dire 0,008 3 deg plus élevée que la valeur recommandée provisoirement (20,267 °K). Toutefois, pour le calcul de cette valeur provisoire [6] on avait employé les points d'ébullition donnés par les quatre laboratoires ainsi que d'autres résultats. Lorsque l'on refait le calcul avec nos résultats dans les quatre échelles et en tenant toujours compte des autres résultats, on obtient 20,272 6 °K.

b. Point triple. — Le point triple de e-H₂ a été mesuré antérieurement par Woolley, Scott et Brickwedde [7] au N.B.S. et, plus récemment, par Barber et Horsford [8] au N.P.L. Les résultats sont rassemblés dans le tableau V. Il y a accord à 0,001 deg près entre notre valeur pour la température du point triple dans l'échelle NPL (13,815 4 °K) et le résultat du N.P.L. L'accord entre les pressions trouvées au point triple est moins satisfaisant (0,001 deg correspond, au voisinage de 13,8 °K, à une variation de la tension de vapeur de 0,03 mm Hg, 0 °C).

De la tension de vapeur au point triple nous avons déduit $T_{160} = 13,797 7$ °K. Dans un autre document [9] nous avons rendu compte des mesures magnétiques de température effectuées à notre laboratoire et montré que, d'après les toutes récentes mesures et si l'on prend 20,267 °K pour le point d'ébullition de e-H₂, la température déduite de la tension de vapeur est, à 13,8 °K, la même que celle qui est déduite de l'équation (1).

TABLEAU V

Résumé des résultats obtenus pour la température et la pression
du point triple de e-H₂

| | | T_{B_1} | $\frac{p}{\text{(mm Hg, 0 }^\circ\text{C)}}$ |
|-------------------------------------|--|-----------|--|
| Woolley, Scott et Brickwedde [7] | $T_{\text{NBS-1939}} = 13,813$ °K | 13,813 °K | 52,8 |
| Barber et Hors- ford [8] | $T_{\text{NPL}} = 13,816$ | 13,828 | 52,95 |
| Thermomètre N° | | | |
| K.O.L. { | 1137601 $T_{\text{NBS-1939}} = 13,828$ 1 | 13,828 | } 52,73 |
| | T4 $T_{\text{IMPR}} = 13,860$ 9 | 13,829 | |
| | 153371 $T_{\text{NPL}} = 13,815$ 4 | 13,827 | |
| Moyenne | | 13,823 | 52,83 |

En conséquence, 13,798 °K est la meilleure approximation de la température thermodynamique du point triple de e-H₂ (en supposant que le point d'ébullition est 20,267 °K) à laquelle nous puissions arriver à l'heure actuelle d'après nos résultats. Nous allons poursuivre les mesures magnétiques de température et les mesures du point triple. Nous avons l'intention de modifier notre appareil pour les mesures magnétiques de température de façon à pouvoir déterminer directement la « température magnétique » du point triple.

c. La Table B₁. — D'après les figures 1 et 2 on peut voir que la différence $T_{B_1} - T_{L_{60}}$ est une fonction régulière de la température à quelques milli-degrés près entre 23 et 13,8 °K. Comme la relation température-tension de vapeur employée pour calculer $T_{L_{60}}$ concorde avec une relation $p-T$ calculée de façon thermodynamique, $T_{L_{60}}$ est une fonction régulière de la température thermodynamique. Cela a été confirmé par des mesures de température magnétique. En conséquence l'échelle B₁ est une échelle régulière entre 23 et 13,8 °K.

D'après nos résultats actuels, la température dans l'échelle B₁ est, à 13,8 °K, supérieure de 0,03 deg à la température thermodynamique.

(Septembre 1964, révisé en Mai 1965).

Appendice

Une table de $W = R/R_{0\text{ }^\circ\text{C}}$ en fonction de T , appelée Table B₁, a été établie pour l'interpolation des valeurs de W des thermomètres à résistance de platine entre les points fixes [5]. Toutefois, on peut également considérer que cette table donne la relation entre une moyenne pondérée, \bar{W} , des valeurs de W des six thermomètres à résistance de platine, comparés au N.P.L. et à l'I.M.P.R., et la moyenne lissée des échelles de températures réduites du N.B.S., de la P.S.U., de l'I.M.P.R. et du N.P.L. que nous appellerons T_{B_1} .

On peut obtenir de deux façons les températures dans l'échelle B₁ à partir des valeurs mesurées de W des thermomètres qui ont été étalonnés dans les échelles NBS, PSU, IMPR et NPL :

1. A partir des valeurs W du thermomètre et des résultats de l'étalonnage, on trouve la température dans l'échelle individuelle, T_n . D'après les réductions au point d'ébullition de O_2 et de H_2 on trouve la température réduite, T_{nr} . D'après les comparaisons des échelles par Barber et par Orlova on trouve la température moyenne réduite, \bar{T}_{nr} , et finalement d'après la table de [5] on trouve la température dans l'échelle B_1 (voir fig. 4). On trouve dans le travail de Barber et Orlova les résultats pour les 66 températures auxquelles les mesures ont été faites; pour les autres températures il convient d'interpoler entre les points mesurés.

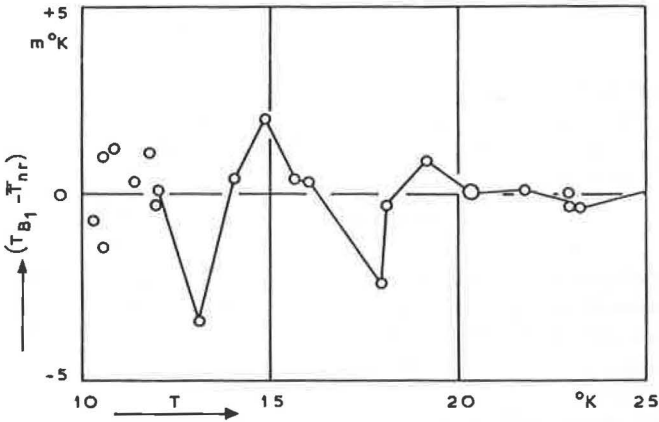


Fig. 4. — Différences entre l'échelle B_1 et l'échelle moyenne réduite.

2. On peut trouver directement, d'après les résultats de l'étalonnage, les différences entre les valeurs W d'un certain thermomètre étalonné par exemple dans l'échelle NBS, et les valeurs W du thermomètre NBS employé au N.P.L. et à l'I.M.P.R. pour la comparaison des échelles. On peut trouver, d'après les comparaisons d'échelles au N.P.L. et à l'I.M.P.R., les différences entre les valeurs W du thermomètre employé pour la comparaison des échelles et les valeurs moyennes pondérées W . Là aussi il convient d'interpoler entre les 66 températures mesurées. On peut trouver T_{B_1} d'après les valeurs de W dans la Table B_1 .

Aux températures les plus basses (par exemple vers 14 °K) pour lesquelles les résultats du N.P.L. et de l'I.M.P.R. sont un peu moins précis, l'interpolation n'est pas sans ambiguïté. Nous pensons alors que l'interpolation des différences de W donne de meilleurs résultats.

Nous avons employé dans cette Note la seconde méthode pour calculer T_{B_1} , sauf pour les résultats du tableau I où nous avons employé la première méthode.

BIBLIOGRAPHIE

- [1], [2] Cf. Annexe 1, Documents Nos 0 et 1.
- [3] Cf. Annexe 1, Document N° 40.
- [4] DURIEUX (M.) et VAN DIJK (H.), *Comité Consultatif de Thermométrie*, 6^e Session, 1962, p. 166.
- [5] Cf. Annexe 1, Document N° 2.
- [6] *Comité Consultatif de Thermométrie*, 6^e Session, 1962, p. 15, p. 97 et p. 166.
- [7] WOOLLEY (H. W.), SCOTT (R. B.) et BRICKWEDDE (F. G.), *J. Res. N.B.S.*, **41**, 1948, p. 379.
- [8] BARBER (C. R.) et HORSFORD (A.), *Brit. J. Appl. Phys.*, **14**, 1963, p. 920.
- [9] Cf. Annexe 1, Document N° 43.

Échelle de température thermodynamique pour le domaine de 4,2 à 20 °K

Par M. P. ORLOVA et D. N. ASTROV

Institut des Mesures Physicotechniques et Radiotechniques (U.R.S.S.)

(Traduction)

Резюме. — В статье изложены результаты работы по установлению термодинамической шкалы в области 4,2-20° К. Термодинамическая температура T определялась с помощью гелиевого газового термометра без вредного объема. В качестве реперной точки шкалы была выбрана точка кипения нормального водорода (20,384 °К). В качестве вторичного прибора, на который была нанесена шкала, использовалась группа из 4-х германиевых термометров сопротивления. Основным экспериментальным результатом работы явилась зависимость термодинамической температуры T и соответствующих сопротивлений R германиевых термометров, полученная из измерений в криостате в 130 точках интервала 4,2-20 °К. Для данного диапазона температур подобная работа была проведена впервые. С помощью газового термометра была также определена температура нормального кипения гелия: $(4,214 \pm 0,005)$ °К. Точность установления шкалы оценивается в $\pm 0,005$ град.

1. ÉTABLISSEMENT DE L'ÉCHELLE THERMODYNAMIQUE

Pour l'établissement de l'échelle thermodynamique dans la région 4,2-20 °K nous avons employé comme instrument de départ un thermomètre à hélium sans espace nuisible [1]. Le point d'ébullition de l'hydrogène de composition naturelle ($T_{H_2} = 20,384$ °K) a été choisi, en conformité avec la recommandation du Comité Consultatif de Thermométrie, comme point fixe pour l'échelle. Les mesures de températures thermodynamiques avec le thermomètre à gaz ont été faites avec trois remplissages différents.

La pression dans le thermomètre à gaz à la température d'ébullition de l'hydrogène était de 502,474, 475,400 et 145,450 mm Hg. Le point fixe a été observé onze fois sur le thermomètre à gaz. La température d'ébullition de l'hélium a été déterminée d'après six points. La valeur moyenne du point normal était $4,214 \pm 0,005$ °K. La température thermodynamique a été observée en 130 points sur un groupe de quatre thermomètres à semi-conducteurs dans un cryostat à basse température. Ce groupe conserve l'échelle pour ce domaine de températures [2].

Le thermomètre à gaz diffère de celui qui a été employé dans le travail [3] par quelques modifications de conception. La figure 1 montre schématiquement l'ensemble du thermomètre à gaz. Un manomètre à diaphragme A ferme le volume de travail B; les thermomètres sont insérés dans les puits des parois de la chambre de travail C. Le volume du thermomètre à gaz est d'environ 66 cm³.

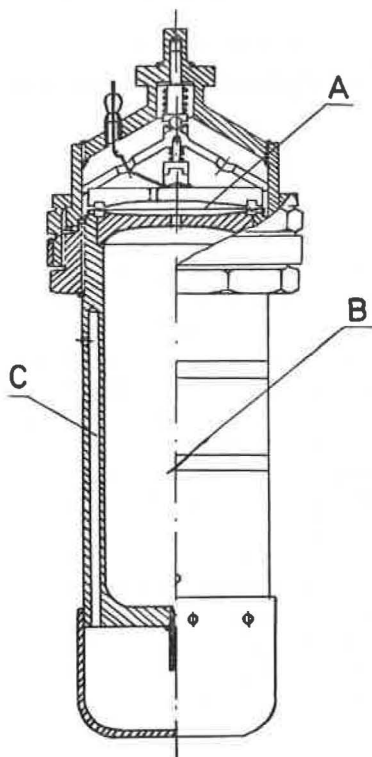


Fig. 1. — Thermomètre à gaz.

Le thermomètre à gaz était monté dans le cryostat qui présentait des variations non contrôlées de température de $\pm 0,0001$ deg/min.

La température constante était maintenue automatiquement. La pression était mesurée avec un manomètre à température constante [3] et un cathétomètre KM-9. L'erreur totale sur la mesure de la pression ne dépassait pas $\pm 0,015$ mm Hg.

Dans la détermination de la température thermodynamique des corrections ont été introduites pour tenir compte du fait que le gaz n'était pas parfait. Dans ce calcul nous avons employé les valeurs du second coefficient du viriel données par Kilpatrick [4].

Il convient de remarquer que les valeurs des coefficients du viriel définies par Keesom [3], que l'on peut également employer dans le calcul des températures, conduisent à des températures thermodynamiques bien supérieures à celles qui sont obtenues lorsque l'on emploie les valeurs de Kilpatrick. Pour une pression p_{H_2} de 500 mm Hg cette différence peut atteindre 3×10^{-3} degré.

Pour la détermination du troisième coefficient du viriel nous avons employé les données de Keesom [5].

Pour l'évaluation de la correction due à la dilatation du cuivre dans le domaine 4,2 à 20 °K nous avons employé les données de White [6]. Comme ces corrections étaient inférieures à $0,04 \times 10^{-3}$ degré, nous les avons négligées.

L'estimation de la correction pour l'absorption du gaz par les parois du réservoir des thermomètres a été faite à partir des résultats obtenus par Keesom et Schweers [7]; elle était d'environ 2×10^{-4} degré. Les mesures d'absorption du gaz sur la surface du réservoir des thermomètres ont été effectuées à la température d'ébullition de l'hélium. On a trouvé que la variation possible de la température d'ébullition de l'hélium due à l'absorption est inférieure à 1×10^{-3} degré.

D'après notre évaluation l'erreur totale dans la détermination de la température thermodynamique est $\pm 0,005$ deg.

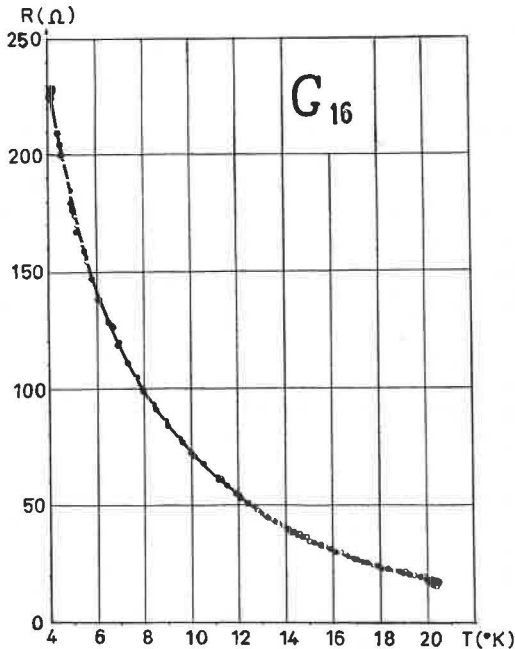


Fig. 2. — Étalonnage du thermomètre à résistance à semi-conducteurs N° 16.

Pendant les années 1962-63 on a effectué l'étalonnage fondamental du groupe de quatre thermomètres à résistance à semi-conducteurs (les points expérimentaux du thermomètre N° 16 sont indiqués sur la figure 2).

Le tableau I de l'Annexe 19, p. T 116, donne les valeurs de R_{H_t} pour les thermomètres de ce groupe. On peut recommander ce groupe de thermomètres comme étalon de travail pour l'échelle pratique de température dans ce domaine. Si l'on modifie la valeur adoptée pour le point d'ébullition de l'hydrogène, l'échelle pratique proposée sera facilement corrigée d'après la formule

$$T(^{\circ}\text{K}_{\text{therm.}}) = \left[T_{\text{prat.}} + T_{\text{prat.}} \left(\frac{T_{H_t} - H_t}{20,384} - 1 \right) \pm 0,005 \right] ^{\circ}\text{K}.$$

Le transfert de l'échelle du groupe étalon aux thermomètres de travail peut être effectué au moyen d'une comparaison dans le cryostat des thermomètres de travail avec l'un des thermomètres du groupe étalon.

2. COÏNCIDENCE DE L'ÉCHELLE ÉTABLIE POUR LE DOMAINE DE 4,2 A 20 °K AVEC L'ÉCHELLE MOYENNE POUR LA RÉGION DE 12 A 90 °K

On a comparé l'échelle de température obtenue avec l'échelle moyenne pour le domaine de 12 à 90 °K, fondée sur la comparaison internationale de l'échelle.

D'après les premiers résultats l'écart de notre nouvelle échelle, pour le domaine intermédiaire, avec l'échelle moyenne est dans les limites de l'erreur des mesures au thermomètre à gaz jusqu'au point triple de l'hydrogène. Il y a quelques raisons de croire qu'au-dessous de 14 °K la reproductibilité de l'échelle moyenne pour le domaine de 12 à 90 °K est inférieure et l'écart entre les deux échelles peut atteindre $\pm 0,015$ deg.

3. EXTENSION DE L'ÉCHELLE DE TEMPÉRATURE AU-DESSOUS DE 12 °K

Pour le moment il n'y a pas d'échelle de température légale pour l'intervalle entre la température du point d'ébullition de l'hélium et la température d'ébullition de l'hydrogène. Il n'y a pas non plus d'échelles nationales qui soient établies, à l'exception de l'échelle de température de l'I.M.P.R.

Comme le besoin d'une échelle de ce genre est grand, nous suggérons l'établissement d'une échelle provisoire.

A notre avis l'échelle provisoire pourrait être fondée sur le même principe que l'échelle pour les températures au-dessous de 90 °K. On se servirait d'un thermomètre à résistance à semi-conducteur avec une table détaillée de la fonction $W(T) = R_T/R_H$, déterminée en se servant de l'échelle de température de l'I.M.P.R. Comme il n'existe pas de fonctions analytiques $W(T)$ et $R(T)$ suffisamment précises, la seule méthode de transfert de l'échelle est la comparaison directe des thermomètres dans le cryostat.

Pour effectuer ce transfert, l'I.M.P.R. peut fournir aux principaux laboratoires intéressés quelques thermomètres à résistance pour étalonner leurs propres thermomètres d'après cette échelle provisoire.

Il est nécessaire de comparer les indications de ces thermomètres à la température du point d'ébullition de l'hélium en se servant de l'appareillage

approprié des laboratoires nationaux. Les résultats d'une telle comparaison devraient permettre de révéler des erreurs instrumentales probables liées à l'emploi de l'échelle T_{58} et, s'il est nécessaire, de corriger la valeur de la température du point d'ébullition de l'hélium sur l'échelle provisoire.

Après établissement des échelles de température pour le domaine 4,2 à 10 °K dans un certain nombre de laboratoires nationaux, il est nécessaire de faire des comparaisons internationales selon un programme semblable à celui qui a été suivi pour les comparaisons dans le domaine de 10 à 90 °K.

(10 novembre 1964)

BIBLIOGRAPHIE

- [1] ORLOVA (M. P.) et ASTROV (D. N.), *Izmeritelnaia Tekhnika*, N° 8, 1963, p. 37.
- [2] Ce volume, Annexe 19, p. T 114.
- [3] ASTROV (D. N.), BOROVIK-ROMANOV (A. S.), ORLOVA (M. P.) et STRELKOV (P. G.), *Izmeritelnaia Tekhnika*, N° 11, 1959.
- [4] KILPATRICK (I. E.), KELLER (W. E.) et HAMMEL (E. F.), *Phys. Rev.*, **94**, 1954, p. 5.
- [5] KEESOM (W. H.), *Helium*, I.L., 1949, p. 57.
- [6] WHITE (G. K.), *Phil. Mag.*, **6**, 1961, p. 815.
- [7] KEESOM (W. H.) et SCHWEERS (I.), *Leiden Comm.*, N° 264 d; *Physica*, **8**, 1941, p. 103.

Thermomètres à résistance de germanium

Par M. P. ORLOVA, D. N. ASTROV, L. B. BELIANSKY,
L. A. MEDVEDEVA et G. A. KYTIN

Institut des Mesures Physicotechniques et Radiotechniques (U.R.S.S.)

(Traduction)

Резюме. — В статье изложены результаты разработки и исследования полупроводниковых термометров сопротивления, рассчитанных на применение в области температур 1-40 °К. Предложена конструкция термометра из германия, легированного сурьмой с концентрацией носителей от 5×10^{16} до 1×10^{17} см⁻³. Термометры исследовались на стабильность при температурах кипения гелия и водорода. Полученный разброс значений R_{H_2} и R_{H_2O} не превышает разброса, обусловленного воспроизводимостью этих точек. Была исследована зависимость сопротивления термометров от измерительного тока и влияния на них магнитного поля.

L'emploi de thermomètres à germanium pour les mesures des basses températures [1] est connu.

Nous avons mis au point et étudié des thermomètres à résistance dans le domaine de 1,5 à 30 °K dans lesquels le germanium dopé à l'antimoine est employé comme élément sensible [2], la concentration des porteurs variant de 5×10^{16} à 1×10^{17} cm⁻³; le schéma de ces thermomètres est donné à la figure 1.

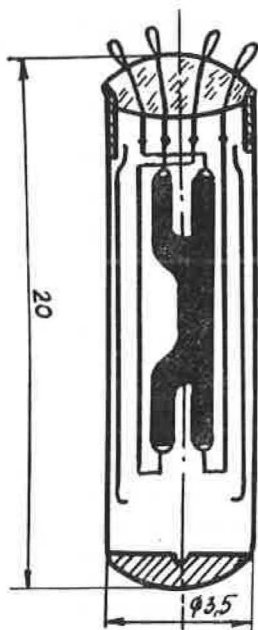


Fig. 1. — Schéma du thermomètre à résistance de germanium.

1. STABILITÉ DES THERMOMÈTRES

La stabilité de ces thermomètres a été étudiée par de nombreuses mesures à la température d'ébullition de l'hydrogène par comparaison avec un thermomètre étalon à résistance de platine, étalonné selon l'échelle IMPR [3] d'après un thermomètre à tension de vapeur de l'hydrogène [4] et un thermomètre à tension de vapeur de l'hélium [5] à la température d'ébullition de l'hélium.

Pendant la détermination de la stabilité les thermomètres ont été chauffés à la température ambiante environ 20 fois; ils furent ensuite refroidis 100 fois à la température de l'azote liquide et chauffés de nouveau à la température ambiante. Après ce traitement les lectures aux points d'ébullition normaux de l'hélium et de l'hydrogène ne diffèrent pas de celles qui furent obtenues lors des mesures initiales.

De février à décembre 1962 on a exécuté seize comparaisons avec le thermomètre de platine à la température d'ébullition de l'hydrogène et huit mesures par comparaison avec un thermomètre à tension de vapeur de l'hydrogène.

La colonne (2) du tableau I donne la résistance des thermomètres au point d'ébullition de l'hydrogène « normal » ($T_{n-H_2} = 20,384 \text{ }^\circ\text{K}$); la colonne (3) donne les différences maximales, exprimées en température, pour chaque mesure; la colonne (4) indique l'erreur quadratique moyenne résultant des mesures de résistance; la colonne (5) donne les valeurs dR/dT à la température d'ébullition de l'hydrogène.

TABLEAU I

| Thermomètre N° | R_{H_2} Ω | $\Delta T_i \times 10^3$ $^{\circ}K$ | $\sigma_T \times 10^3$ $^{\circ}K$ | dR/dT $\Omega \cdot \text{deg}^{-1}$ |
|----------------|-----------------------|---|---------------------------------------|---|
| (1) | (2) | (3) | (4) | (5) |
| 7 | 17,608 ₆ | + 2,6 - 2,9 | 0,6 | 1,69 |
| 16 | 17,892 ₆ | + 3,4 - 3,0 | 0,4 | 1,94 |
| 17 | 24,257 ₃ | + 2,6 - 3,2 | 0,4 | 2,62 |
| 18 | 22,526 ₆ | + 3,3 - 3,2 | 0,4 | 2,38 |

Il convient de noter que les valeurs R_{H_2} comprennent les erreurs de reproductibilité du point de l'hydrogène (environ $\pm 0,002$ deg) et les erreurs des mesures électriques (environ $\pm 0,001$ deg).

De septembre 1962 à février 1963 on a effectué huit mesures pour l'étalonnage au point de l'hélium. La température était déterminée au moyen d'un thermomètre à tension de vapeur de l'hélium d'après l'échelle T_{68} .

La colonne (2) du tableau II donne les valeurs de R_{He} au point de l'hélium ($T_{He} = 4,215\ 5$ °K); la colonne (3) donne les différences maximales, exprimées en température, pour chaque mesure avec les valeurs moyennes; la colonne (4) donne l'erreur quadratique moyenne, exprimée en température, des mesures de résistance et la colonne (5) donne $(dR/dT)_{He}$, c'est-à-dire le coefficient de température à la température d'ébullition de l'hélium.

TABLEAU II

| Thermomètre N° | R_{He} Ω | $\Delta T_i \times 10^3$ $^{\circ}K$ | $\sigma_T \times 10^3$ $^{\circ}K$ | dR/dT $\Omega \cdot \text{deg}^{-1}$ |
|----------------|----------------------|---|---------------------------------------|---|
| (1) | (2) | (3) | (4) | (5) |
| 7 | 151,636 | + 4,1 - 4,9 | $\pm 1,1$ | 59,375 |
| 16 | 228,485 | + 1,5 - 1,5 | $\pm 0,6$ | 91,341 |
| 17 | 219,338 | + 2,0 - 2,1 | $\pm 0,6$ | 67,857 |
| 18 | 213,060 | + 1,4 - 1,5 | $\pm 0,5$ | 67,712 |

On peut voir d'après le tableau II que le thermomètre N° 7 possède les caractéristiques les moins bonnes.

Comme dans le cas des mesures avec l'hydrogène, les valeurs de R_{He} comportent l'erreur de reproductibilité du point de l'hélium et les erreurs des mesures électriques.

2. INFLUENCE DU COURANT SUR LA RÉSISTANCE DES THERMOMÈTRES

La détermination des résistances des thermomètres aux températures d'ébullition de l'hydrogène et de l'hélium en fonction de l'intensité du courant de mesure a été effectuée sur sept thermomètres. La figure 2 donne la fonction typique $R(I^2)$ pour le thermomètre N° 16. On peut voir que pour des mesures précises et des étalonnages il est nécessaire d'utiliser le même « courant de mesure étalon » et que la courbe $R(I^2)$ est une droite pour les courants supérieurs à $100 \mu\text{A}$.

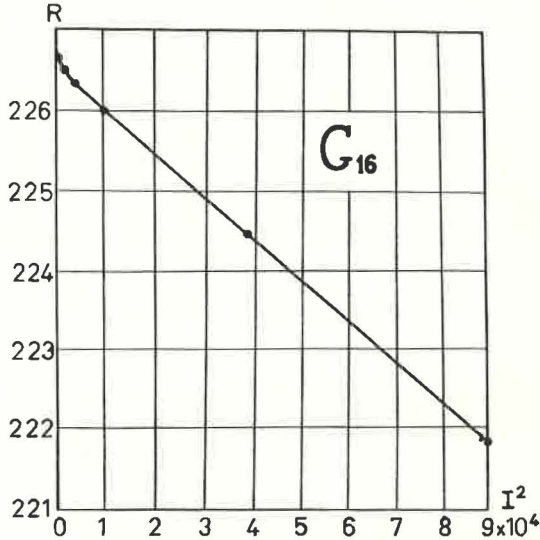


Fig. 2. — Relation $R(I^2)$ d'un thermomètre à germanium.

Les mesures dans le domaine des températures de l'hydrogène montrent que l'influence du courant de mesure sur la résistance intervient quand le courant I excède $200 \mu\text{A}$.

3. INFLUENCE D'UN CHAMP MAGNÉTIQUE

Un des désavantages des thermomètres à germanium est la magnéto-résistance relativement grande qui varie avec la température.

La figure 3 donne la courbe $\frac{\Delta R}{R_{H=0}}(H^2)$ pour le domaine de température de 78 à 40 °K et des champs jusqu'à environ 5 kOe ⁽¹⁾. L'échantillon employé était fait du même matériau que les thermomètres (33-C-6). Il est évident que $\frac{\Delta R}{R_{H=0}}$ n'est pas une fonction linéaire de H^2 , au moins dans le domaine des champs faibles.

(¹) 1 oersted = $\frac{1}{4\pi} \times 10^3 \text{ A/m}$.

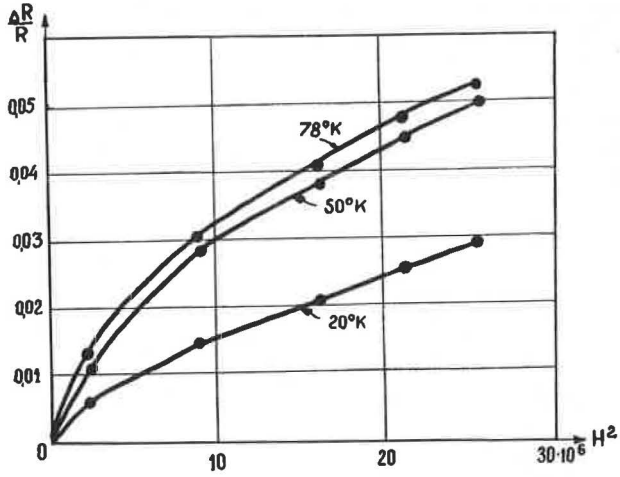


Fig. 3. — Influence du champ magnétique sur la résistance d'un thermomètre à germanium.

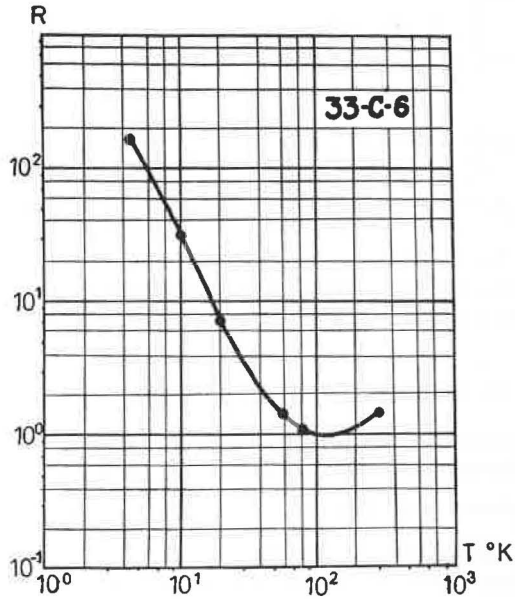


Fig. 4. — Sensibilité d'un thermomètre à résistance de germanium.

Le tableau III indique les valeurs de $\frac{\Delta R}{R_{H=0}}$ en pourcentage dans un champ de 5 kOe, pour l'échantillon 33-C-6 ainsi que pour deux autres échantillons dont les concentrations d'impuretés ont des valeurs légèrement différentes.

TABLEAU III

| Échantillon N° | $R_{4,2 \text{ °K}}$ | 290 | 78 | 55 | 20 | 4,2 °K |
|----------------|----------------------|--------------------|-----|-----|-----|--------|
| | | $\Delta R/R_{H=0}$ | | | | |
| | Ω | | | | | |
| 33-C-3 | 305,4 | 1,2 | 4,4 | 3,0 | 2,5 | 4,4 |
| 33-C-5 | 48,7 | 0,5 | 1 | 0,4 | 0,2 | 2,3 |
| 33-C-6 | 174,7 | 2 | 4,7 | 5,2 | 2,9 | 2,6 |

Il est clair que négliger les modifications de la magnéto-résistance d'un thermomètre quand la température est prise dans un champ magnétique peut entraîner des erreurs allant jusqu'à 0,1 deg. En conséquence, en cas d'emploi de thermomètres à germanium pour des mesures dans des champs magnétiques, il est nécessaire de les étalonner au préalable dans les champs effectifs de travail.

4. SENSIBILITÉ

Il est commode d'exprimer la sensibilité d'un thermomètre à germanium au moyen de la relation suivante [6]:

$$S = \frac{\ln R}{\ln T}$$

La figure 4 donne les courbes correspondantes pour l'échantillon 33-C-6. Il est net que la sensibilité est approximativement constante aux températures inférieures à 50 °K, ce qui rend les thermomètres très pratiques pour les mesures dans ce domaine.

5. ÉTALONNAGE DES THERMOMÈTRES A GERMANIUM

Jusqu'à maintenant on n'a pas trouvé de formule satisfaisante pour traduire la relation $R(T)$ dans le domaine 4,2 à 40 °K avec la précision nécessaire pour la thermométrie puisqu'il existe deux types différents de conductivité dans ce domaine de température.

Nos mesures avec un thermomètre à gaz montrent que la relation $\ln R \left(\frac{1}{T} \right)$ est linéaire de façon satisfaisante seulement au-dessous de 6 °K.

Aussi pour des mesures précises nous pouvons seulement suggérer l'étalonnage direct des thermomètres dans un cryostat par comparaison avec un thermomètre étalon sur toute la gamme de température. On peut employer l'échelle IMPR-NPL de 1963 dans le domaine 50-20 °K, l'échelle IMPR de 1964 dans le domaine 20-4,2 °K et l'échelle T_{58} au-dessous de 4,2 °K.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] KUNZLER (J. E.), GEBALLE (T. H.) et HULL (G. W.), *Rev. Sci. Instr.*, **28**, 1957, p. 96; Temperature, its measurement and control in science and industry, vol. 3-1, 1962, p. 391.
LINDENFELD (P.), Temperature, its measurement..., vol. 3-I, 1962, p. 399.
- [2] ORLOVA (M. P.), ASTROV (D. N.) et MEDVEDEVA (L. A.), *P.T.E.*, N° 1, 1964, p. 230.
- [3] BOROVIK-ROMANOV (A. S.), STRELKOV (P. G.) et ORLOVA (M. P.), *Izmerit. Tekhnika*, N° 12, 1959.
- [4] BOROVIK-ROMANOV (A. S.), ORLOVA (M. P.) et STRELKOV (P. G.), *Zh. Fiz. Khimii.*, **24**, 1954, p. 1219.
- [5] ORLOVA (M. P.) et ASTROV (D. N.), *Izmerit. Tekhnika*, N° 8, 1962, p. 37.
- [6] BLAKEMORE (J. S.), *Rev. Sci. Instr.*, **33**, 1962, p. 106.
-

TABLE DES MATIÈRES

COMITÉ CONSULTATIF DE THERMOMÉTRIE

7^e Session (1964)

| | Pages |
|---|-------|
| | T |
| Avertissement historique | 5 |
| Liste des membres | 7 |
| Ordre du jour | 10 |
| Rapport au Comité International des Poids et Mesures, par J. A. Hall. | |
| Domaine de — 183 °C à 1 063 °C (Examen et approbation du rapport des Groupes de travail I et II. Écart entre l'échelle thermodynamique et l'Échelle Internationale Pratique de Température. Coefficient de dilatation du quartz fondu. Effets des pertes par rayonnement dans les thermomètres à résistance de platine) | 11 |
| Pyrométrie (Résultats de la comparaison internationale de lampes à ruban de tungstène dans six laboratoires. Lampe pyrométrique à rayonnement de corps noir. Échelle pyrométrique au-dessous de 1 063 °C; mesures du N.P.L.) | 13 |
| Domaine de 20 °K à 90 °K (Établissement de la Table CCT-64 dans le domaine de 12 °K à 273,15 °K. Critères de pureté du platine destiné à être employé au-dessous de 90 °K) | 14 |
| Domaine des basses températures (Projet d'un échange de thermomètres au germanium. Nécessité d'une échelle et d'un procédé d'interpolation au-dessus du point d'ébullition de l'hélium. Dépôt au B.I.P.M. d'hélium 3 de provenance soviétique) | 16 |
| Travaux pour l'avenir en vue de la révision, de l'extension et de l'amélioration de l'E.I.P.T. | 16 |
| Équipement du Bureau International | 17 |
| Questions diverses (Propositions de E. Bodea pour définir la température thermodynamique. Possibilités de sessions du C.C.T. en dehors du Pavillon de Breteuil) | 17 |
| Rapport des Groupes de travail I et II | 18 |

Annexes

| | T |
|---|-----|
| 1. Liste des documents présentés à la 7 ^e session du Comité Consultatif de Thermométrie | 21 |
| 2. N.R.L.M. (Japon). — Réalisation et reproductibilité du point triple de l'oxygène, par T. Soejima, M. Takahashi et S. Sawada | 29 |
| 3. N.R.L.M. (Japon). — Détermination de la relation entre la tension de vapeur de l'oxygène et la température internationale pratique dans le domaine de 660 à 860 mm Hg, par T. Mochizuki, S. Sawada et M. Takahashi | 34 |
| 4. N.R.C. (Canada). — Quelques effets d'impuretés sur les thermomètres à résistance de platine, par R. J. Berry | 40 |
| 5. N.R.L.M. (Japon). — Thermométrie des hautes températures à l'aide du thermomètre à résistance de platine. II, par S. Nakaya et H. Uchiyama ... | 43 |
| 6. I.M.M. (U.R.S.S.). — Sur la stabilité du thermomètre à résistance de platine aux hautes températures, par F. Z. Alieva | 46 |
| 7. N.R.C. (Canada). — Effets du rayonnement dans les mesures précises avec des thermomètres à résistance, par E. H. McLaren et E. G. Murdock | 49 |
| 8. I.M.M. (U.R.S.S.). — Résultats de la détermination du coefficient de dilatation thermique du quartz fondu, par A. N. Koroleva et E. B. Chevtchenko | 57 |
| 9. Tokyo Inst. Technology (Japon). — Dilatation thermique du quartz fondu entre 300 et 1 065 °C, par J. Oishi et T. Kimura | 60 |
| 10. Thermal Syndicate Ltd. (Royaume-Uni). — Facteurs influençant le coefficient de dilatation thermique de la silice vitreuse, par G. Hetherington | 64 |
| 11. P.T.B. (Allemagne). — Sur les mesures de Holborn, Day et Sosman au thermomètre à gaz, par H. Moser | 71 |
| 12. N.B.S. (États-Unis d'Amérique). — Étalonnage du pyromètre photoélectrique du N.B.S. de 1961, par R. D. Lee | 74 |
| 13. P.T.B. (Allemagne). — Résultats d'un étalonnage photoélectrique de quatre lampes à ruban de tungstène destinées à la comparaison internationale de l'échelle de température au-dessus de 1 063 °C, par H. Kunz | 79 |
| 14. N.P.L. (Royaume-Uni). — Étalonnage de quatre lampes étalons secondaires à ruban de tungstène par six laboratoires, par C. R. Barber | 87 |
| 15. I.M.P.R. (U.R.S.S.). — Sur la réduction des indications du thermomètre à résistance de platine à la table étalon dans le domaine 14 à 90 °K, par D. I. Charevskaïa, M. S. Guiterman, M. P. Orlova et D. N. Astrov | 90 |
| 16. N.R.C. (Canada). — Commentaires sur la table proposée de W_T dans le domaine de 12 à 90 °K, par R. J. Berry | 95 |
| 17. K.O.L. (Pays-Bas). — Déterminations de la relation p-T et du point triple de l'hydrogène en équilibre à 20,4 °K avec des thermomètres à résistance de platine étalonnés d'après les échelles NBS, PSU, IMPR et NPL, par M. Durieux, R. Muijlwijk et H. van Dijk | 100 |
| 18. I.M.P.R. (U.R.S.S.). — Échelle de température thermodynamique pour le domaine de 4,2 à 20 °K, par M. P. Orlova et D. N. Astrov | 109 |
| 19. I.M.P.R. (U.R.S.S.). — Thermomètres à résistance de germanium, par M. P. Orlova, D. N. Astrov, L. B. Beliansky, L. A. Medvedeva et G. A. Kytin .. | 114 |

IMPRIMERIE DURAND

28-LUISANT (FRANCE)

Dépôt légal, Imprimeur, 1966, n° 341

Dépôt légal, Éditeur, 1966, n° 1451

ACHEVÉ D'IMPRIMER LE 10-7-1966

Imprimé en France