



**HAL**  
open science

## **In situ evaluation of the linear thermal expansion coefficient of Cu-ETP from 4.3 K to 299 K**

Wenjing Liu, Haiyang Zhang, Bo Gao, Jia-Xi Zheng, Han Dong-Xu, Ercang Luo, Laurent Pitre

► **To cite this version:**

Wenjing Liu, Haiyang Zhang, Bo Gao, Jia-Xi Zheng, Han Dong-Xu, et al.. In situ evaluation of the linear thermal expansion coefficient of Cu-ETP from 4.3 K to 299 K. Chinese Journal of Engineering, 2023, 45 (3), pp.418-430. 10.13374/j.issn2095-9389.2021.12.03.010 . hal-04165088

**HAL Id: hal-04165088**

**<https://cnam.hal.science/hal-04165088v1>**

Submitted on 15 Nov 2023

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



## 4.3 K ~ 299 K温区Cu-ETP热膨胀系数原位实验测量研究

刘文静 张海洋 高波 郑嘉熹 韩东旭 罗二仓 PITRE Laurent

### *In situ* evaluation of the linear thermal expansion coefficient of Cu-ETP from 4.3 K to 299 K

LIU Wen-jing, ZHANG Hai-yang, GAO Bo, ZHENG Jia-xi, HAN Dong-xu, LUO Er-cang, PITRE Laurent

引用本文:

刘文静, 张海洋, 高波, 郑嘉熹, 韩东旭, 罗二仓, PITRE Laurent. 4.3 K ~ 299 K温区Cu-ETP热膨胀系数原位实验测量研究[J]. *工程科学学报*, 2023, 45(3): 419-430. doi: 10.13374/j.issn2095-9389.2021.12.03.010

LIU Wen-jing, ZHANG Hai-yang, GAO Bo, ZHENG Jia-xi, HAN Dong-xu, LUO Er-cang, PITRE Laurent. *In situ* evaluation of the linear thermal expansion coefficient of Cu-ETP from 4.3 K to 299 K[J]. *Chinese Journal of Engineering*, 2023, 45(3): 419-430. doi: 10.13374/j.issn2095-9389.2021.12.03.010

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.13374/j.issn2095-9389.2021.12.03.010>

## 您可能感兴趣的其他文章

### Articles you may be interested in

#### 热处理对Fe-Ni合金丝力学性能和膨胀特性的影响

Influence of heat treatments on the tensile properties and thermal expansion behavior of Fe-Ni wire

*工程科学学报*. 2018, 40(11): 1351 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095-9389.2018.11.009>

#### K424高温合金凝固特征及冷却速度对其影响规律

Solidification characteristics and microstructures evolution of Ni-based superalloy K424 with different solidification cooling rates

*工程科学学报*. 2018, 40(11): 1332 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095-9389.2018.11.007>

#### 连铸流动与凝固耦合模拟中糊状区系数的表征及影响

Representation and effect of mushy zone coefficient on coupled flow and solidification simulation during continuous casting

*工程科学学报*. 2019, 41(2): 199 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095-9389.2019.02.006>

#### 微波加热金属液体的实验研究

Experimental research into the heating of liquid metal with microwave

*工程科学学报*. 2019, 41(12): 1583 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095-9389.2018.12.10.004>

#### 高锰钢高速冲击时剪切区TRIP行为的准原位分析

Quasi-*in-situ* analysis of TRIP behaviors in shear zones of high-manganese steel specimen under dynamic compression

*工程科学学报*. 2018, 40(6): 703 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095-9389.2018.06.008>

#### 单轴压缩条件下裂隙粗糙度对渗透系数的影响

Effect of fracture roughness on permeability coefficient under uniaxial compression

*工程科学学报*. 2021, 43(7): 915 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095-9389.2020.05.26.001>

## 4.3 K ~ 299 K 温区 Cu-ETP 热膨胀系数原位实验测量研究

刘文静<sup>1,2,3)</sup>, 张海洋<sup>1,2)</sup>✉, 高波<sup>1,2,3)</sup>, 郑嘉熹<sup>1,2)</sup>✉, 韩东旭<sup>1,4)</sup>, 罗二仓<sup>1,2,3)</sup>, PITRE Laurent<sup>1,5)</sup>

1) 中国科学院理化技术研究所中法低温计量科学与技术国际联合实验室, 北京 100190 2) 中国科学院理化技术研究所中国科学院低温工程重点实验室, 北京 100190 3) 中国科学院大学, 北京 100049 4) 北京石油化工学院, 北京 102617 5) 法国国家计量院-法国国立科学技术与管理学院, 拉普莱纳-圣德尼 F93210

✉通信作者, 张海洋, E-mail: [zhy110@mail.ipc.ac.cn](mailto:zhy110@mail.ipc.ac.cn); 郑嘉熹, E-mail: [jxzheng@mail.ipc.ac.cn](mailto:jxzheng@mail.ipc.ac.cn)

**摘要** 采用多模式微波谐振法, 开展了定压气体折射率基准测温系统中谐振腔材料电解精炼铈铜(Cu-ETP)线性热膨胀系数的高精度原位实验测量及其不确定度分析研究, 温度范围为 4.3 ~ 299 K. 针对不同的温度区间, 采用了降温法(5 ~ 299 K)和控温法(4.3 ~ 26 K)两种实验测量方案, 通过降温法测得的线性热膨胀系数标准不确定度优于  $2.2 \times 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ , 其中, 重复性是其测量不确定度的主要来源; 通过控温法测得的线性热膨胀系数标准不确定度优于  $2.9 \times 10^{-9} \text{ K}^{-1}$ , 微波模式一致性和重复性是其测量不确定度的两大主要来源. 由于控温稳定性高、微波测量噪声低, 控温法所获得的线性热膨胀系数结果更为精确. 最后, 按照温区范围进一步发展了该系统内 Cu-ETP 材料线性热膨胀系数的计算方程, 实现了实验数据与温度的高精度关联.

**关键词** 微波谐振法; 准球形谐振腔; Cu-ETP; 线性热膨胀系数; 气体测温法

**分类号** TG142.71

### *In situ* evaluation of the linear thermal expansion coefficient of Cu-ETP from 4.3 K to 299 K

LIU Wen-jing<sup>1,2,3)</sup>, ZHANG Hai-yang<sup>1,2)</sup>✉, GAO Bo<sup>1,2,3)</sup>, ZHENG Jia-xi<sup>1,2)</sup>✉, HAN Dong-xu<sup>1,4)</sup>, LUO Er-cang<sup>1,2,3)</sup>, PITRE Laurent<sup>1,5)</sup>

1) TIPC-LNE Joint Laboratory on Cryogenic Metrology Science and Technology, Technical Institute of Physics and Chemistry, Chinese Academy of Science, Beijing 100190, China

2) Key Laboratory of Cryogenic Engineering, Technical Institute of Physics and Chemistry, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China

3) University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100490, China

4) Beijing Institute of Petrochemical Technology, Beijing 102617, China

5) Laboratoire National de Métrologie et d'essais-Conservatoire National des Arts et Métiers, La Plaine-Saint Denis F93210, France

✉ Corresponding author, Zhang Hai-yang, E-mail: [zhy110@mail.ipc.ac.cn](mailto:zhy110@mail.ipc.ac.cn); Zheng Jia-xi, E-mail: [jxzheng@mail.ipc.ac.cn](mailto:jxzheng@mail.ipc.ac.cn)

**ABSTRACT** In this study, the linear thermal expansion coefficient of electrolytic through pitch copper (Cu-ETP) was used as a resonator material in the single-pressure refractive-index gas thermometer and was evaluated *in situ* at high precision via the multi-mode microwave resonance method in the temperature range of 4.3 to 299 K. Two experimental measurement schemes, cooling method (5–299 K) and temperature control method (4.3–26 K), are employed for different temperature ranges. These methods adopt the same calculation method, wherein the relation between the length and temperature is obtained first, and then the polynomial fitting is used to obtain the linear thermal expansion coefficient of the resonator. The resonator installed in the cryostat has a quasi-spherical shape, with

收稿日期: 2021–12–03

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(52006231, 52125602); 中国科学院重大科研仪器研制资助项目(ZDKYQ20210001); 中国科学院青年创新促进会资助项目(2022028); 中国科学院理化技术研究所所长基金资助项目(E0A9T10301); 中国科学院低温工程重点实验室青年科技创新资助项目(CRYOQN202110)

similar radii in the  $x$ ,  $y$ , and  $z$  axes; for example, if the radius in one direction is  $R$ , then the radii in the other two directions are  $1.001R$  and  $1.0005R$ . The accurate radius of the quasi-sphere in low temperature can be measured by the multi-mode microwave resonance method, which is a mature method with a significant non-ideal correction to reduce the difference between the actual and ideal environments. For the cooling method, to reduce the impact of random errors, we collect five microwave modes (TM11, TE11, TM12, TE12, and TE13) and repeat four experiment runs (Run9, Run10, Run12, and Run17), assuming the average value as the final result. The max radius deviation during the different modes is  $0.37 \mu\text{m}$ , indicating that the result has a good mode consistency. Then, the measurement uncertainty of the radius is analyzed, with all values within  $0.27 \mu\text{m}$  and the mode consistency being the main influencing item. The linear thermal expansion coefficient can be calculated by the polynomial fitting method with the standard uncertainty of  $2.2 \times 10^{-7} \text{K}^{-1}$ , with repeatability being the main source of uncertainty. As for the controlling method, the same analyzing procedure is implemented, the max deviation of the radius during the four modes (TM11, TE11, TM12, and TE13) is  $0.12 \mu\text{m}$ , and the deviation of different runs from the average value is within  $0.0056 \mu\text{m}$ , smaller than the radius uncertainty, which has good repeatability. The standard uncertainty of radius is within  $0.12 \mu\text{m}$  in the entire range and the non-ideal correction and frequency stability are the two main influencing factors. The standard uncertainty of the linear thermal expansion is  $2.9 \times 10^{-9} \text{K}^{-1}$ , and the two main sources are the microwave mode consistency and repeatability. Due to the higher stability of temperature control and lower microwave measurement noise, the results determined by the temperature control method are more accurate. Finally, equations for the linear thermal expansion coefficient of Cu-ETP are further developed to realize a high-precision correlation between the experimental data and temperature.

**KEY WORDS** microwave resonance; quasi-spherical; Cu-ETP; linear thermal expansion coefficient; primary thermometry

2019年5月20日世界计量日,国际单位制发生了重大变革,自此,七个基本单位全部由基本物理常数定义。其中,热力学温度单位开尔文(K)将根据玻尔兹曼常数重新定义<sup>[1]</sup>。在基准测温领域,国际温度咨询委员会推荐了几种基准气体测温方法<sup>[2]</sup>:介电常数气体测温法<sup>[3]</sup>、声学气体测温法<sup>[4]</sup>和折射率气体测温法<sup>[5-6]</sup>。其中,声学法和折射率法通常采用准球形谐振腔结合微波谐振频率测量技术进行热力学温度测量。谐振腔的材料通常为金属材料——电解沥青铜(Cu-ETP)<sup>[7]</sup>,其一个特性是具有高导电性,微波谐振法使用的电磁波属于交变电流,当电磁波在金属谐振腔体内传播时,电磁场会集中在材料的表面形成感应电流,从而产生趋肤效应<sup>[8]</sup>,Cu-ETP材料的高导电性使得谐振腔具有趋肤效应低的优点;该材料的另一特性是高导热性,会使得谐振腔兼备低温热响应快的优点<sup>[9]</sup>。

Cu-ETP是一种重要的材料,在航空航天和温度计量等领域有着广泛的应用,其准确的材料特性是必不可少的,如热膨胀系数和等温压缩系数等。材料线性热膨胀系数的测量在温度计量行业至关重要,其温度依赖特性在机械结构设计及应用等领域是不可或缺的,特别是在低温工程领域,实验装置由具有不同热性能和机械性能的部件组成。等温压缩系数在折射率气体测温中起着极其重要的作用<sup>[10-11]</sup>,精确的材料热膨胀系数是获得高准确度等温压缩系数的前提之一。

由于Cu-ETP的热膨胀系数和等温压缩系数原位测量数据缺失,在基准测温领域国际同行通常以高导无氧铜(OFHC)物性作为Cu-ETP物性近似处理,这可能会引入固有测量误差。因此,需要获得一组高准确的Cu-ETP线性热膨胀系数,它也可用于检验微波谐振频率测量的准确性和测温的可靠性。

热膨胀系数表示材料在热载荷下的尺寸稳定性<sup>[12]</sup>,其测定要求为对正在经历适当热循环的材料样品测量两个物理量,分别为尺寸和温度。当样品放置在真空下测量时是一种绝对技术,此时的测量精度最高<sup>[13]</sup>。因此,本文的实验均是在真空条件下开展的线性热膨胀系数测量。根据样品的材料、尺寸、形状、温度范围和要求的精度,可采用多种方法进行温度小于 $300 \text{K}$ <sup>[14]</sup>时材料的热膨胀系数测量,例如,通过干涉式膨胀计<sup>[15]</sup>、电容式膨胀计<sup>[16]</sup>、光学膨胀计<sup>[17]</sup>、压缩膨胀计<sup>[18]</sup>或微波谐振法<sup>[19-20]</sup>,其中,微波谐振法是一种原位、精度高的测量方法,已获得较为广泛的应用<sup>[21-24]</sup>。

本文基于多模式微波谐振法,采用降温法和控温法两种实验方法原位测量了 $4.3 \text{K}$ 到 $299 \text{K}$ 温区Cu-ETP线性热膨胀系数。本文首先介绍了热膨胀系数的实验测量方法,后续介绍了其实验测量系统,最后介绍了两种方法的测量结果,这两种方法均采集了多组实验多个微波模式的微波谐振频率数据,研究了各轮实验的重复性、微波模式一致性以及热膨胀系数的测量不确定度,结果显示Cu-

ETP 线性热膨胀系数测量结果具有良好的微波模式一致性。通过原位实验测量, 得到了一组准确度高的线性热膨胀系数数据, 并基于此发展了线性热膨胀系数关联方程, 这在等温压缩系数测量和数据的预处理中是必不可少的, 也为热力学温度的测量提供了高准确度的基础物性数据。

## 1 实验方法

### 1.1 微波谐振频率测量方法

微波谐振频率的测量过程如图 1 所示。采用双端口网络分析仪 (Agilent N5241A) 作为微波信号源, 微波信号经 1 端口通过微波电缆、上天线传输至低温端谐振腔中, 在谐振腔中微波信号进行谐振, 谐振后的共振信号由下天线接收并通过另一根微波电缆传回到网络分析仪的 2 端口, 实验所用源频率  $f$  和散射参数  $S_{21}$  通过 Labview 软件采集记录。为提高源频率的准确度, 采用 GPS/GNSS 时间或频率标准系统 (FS740) 为网络分析仪提供 10 MHz 频率参考信号。

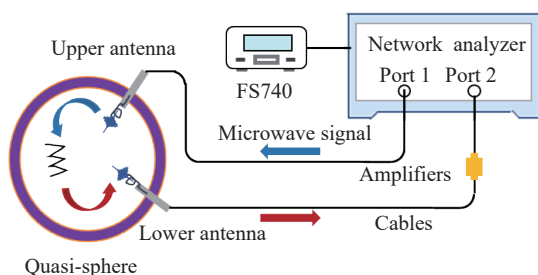


图 1 微波谐振频率测量示意图

Fig.1 The schematic of the microwave resonance frequency measurement

微波谐振频率和半宽度通过拟合源频率  $f$  和复数散射参数  $S_{21}$  确定, 拟合式如公式 (1) 所示<sup>[25]</sup>, 拟合方法为 Levenberg-Marquardt 方法。

$$S_{21}(f) = \sum_{n=1}^3 \frac{A_n f}{f^2 - (f_n + i g_n)} + B + C(f - f_*) + D(f - f_*)^2 \quad (1)$$

其中,  $n=1, 2, 3$  分别代表  $x, y, z$  方向,  $A_n, B, C, D$  为待拟合的复常数,  $f_n$  是每个共振峰的中心频率,  $g_n$  是半宽度, 变量  $f_*$  是所设置的任意频率, 本文中  $f_* = f_2$ 。

实际实验中, 腔体材料的非完美导电性、波导效应 (天线孔、进出气孔)、形状效应等因素会使共振频率偏离其理想值, 因而需要进行非理想修正<sup>[21-25]</sup>。由于加工技术及加工精度所限, 不能制造出完美球形, 加工出的球形谐振腔会出现微波缩

合现象, 难以获得高品质值共振频率, 导致谐振频率测量精度大幅下降。针对这个特点, 选择采用可以分离微波缔合模式的准球形谐振腔。真空状态下, 准球形谐振腔的半径  $R$  可通过测量微波谐振频率由公式 (2) 计算确定<sup>[9]</sup>:

$$R = \frac{c_0 \xi_{\text{corr}}}{2\pi < f_n + g_n >} \quad (2)$$

其中,  $c_0$  是真空光速,  $\xi_{\text{corr}}$  是形状修正后的特征根<sup>[24]</sup>,  $< f_n + g_n >$  是半宽度修正后的平均微波谐振频率。

### 1.2 准球形谐振腔

准球形谐振腔是完美球腔的一个微扰结构, 其在三维空间  $x, y, z$  方向上的半径具有适当的差异, 以实现微波频谱缔和的有效分离, 可将微波谐振频率测量准确度提升 3 个数量级<sup>[25]</sup>, 广泛应用于基准测温领域<sup>[2-6]</sup>。

谐振腔材料为经电解精炼后的 Cu-ETP, 具有很好的导热性, 更容易确保低温温度的均匀性<sup>[26]</sup>。由于制造工艺的限制, 每个准球形谐振腔由两个需组装的半球组成, 为了减少微波损耗, 上、下半球的内表面采用精密钻石刀抛光。我们采用相对过量半宽度监测方法, 实现了两个半球的精准闭合<sup>[27]</sup>, 保证了微波谐振频率的高精度测量。

准球形谐振腔内表面可由公式 (3) 表示:

$$\frac{x^2}{R^2(1+\varepsilon_2)^2} + \frac{y^2}{R^2} + \frac{z^2}{R^2(1+\varepsilon_1)^2} = 1 \quad (3)$$

其中,  $R=50.00$  mm 是准球腔在  $y$  轴方向的半径,  $\varepsilon_1=0.001$  和  $\varepsilon_2=0.0005$  分别是  $z$  轴和  $x$  轴的形状参数, 壳体设计厚度为 10.0 mm。准球形谐振腔详细结构和参数参见文献 [4]。

### 1.3 线性热膨胀系数计算方法

线性热膨胀系数  $\alpha$  表示的是温度  $T$  改变 1 K 时固态物质长度  $l$  的相对变化, 其定义如公式 (4) 所示。

$$\alpha(T) = \frac{1}{l} \cdot \frac{dl(T)}{dT} \quad (4)$$

长度  $l$  对温度  $T$  的导数通过以下方法确定: 首先将长度拟合为温度的一个合适的多项式函数, 如公式 (5) 所示; 然后, 再对温度求导获得长度对温度的导数, 如公式 (6) 所示。

$$l = \sum_{j=0}^J p_j T^j \quad (5)$$

$$\frac{dl(T)}{dT} = \sum_{j=1}^J j \cdot p_j T^{j-1} \quad (6)$$

其中,  $J$  为多项式拟合的阶数,  $p_j$  为待拟合的多项

式系数.

除特别说明外, 本文中的所有温度值均是指 1990 年国际温标 (ITS-90)<sup>[28]</sup> 框架下的温度值.

#### 1.4 不确定度分析方法

除非另有说明, 本工作中的所有不确定度均为标准不确定度, 置信因子为  $k=1$ , 对应于 68% 的置信区间. 如公式 (4) 所示, 热膨胀系数是由长度值随温度的变化关系经求导得出, 因此, 进行热膨胀系数的不确定度分析的前提是已知长度的不确定度, 本文中长度均指代谐振腔半径值. 下面首先介绍半径值的不确定度分析方法.

##### 1.4.1 半径不确定度计算

准球形谐振腔的半径值计算如公式 (2) 所示, 主要与微波谐振频率和修正后的特征根有关, 从这两个角度对半径进行不确定度分析, 计算方法如公式 (7) 所示. 微波谐振频率是由微波信号按照公式 (1) 进行频率扫描和拟合得到, 会存在拟合不确定度, 即 Levenberg-Marquardt 方法的拟合精度, 如公式 (7) 中的第一项  $u(f_{\text{fit}})$  所示; 每个数据点的结果是通过多次扫频取平均得到, 每次扫频

的微波谐振频率会有细微差异, 影响最终半径值的计算, 因此存在频率稳定性这个影响因素, 等效为多组微波谐振频率数据的标准差, 如公式 (7) 中的第二项  $u(f_{\text{stability}})$  所示; 公式 (2) 中的特征根是指经过非理想因素修正后的特征根, 表征了实际和理论测量的差异, 非理想修正的考虑与否也会影响半径的测量, 如公式 (7) 中的第三项  $u(f_{\text{non-ideal}})$  所示. 在进行微波谐振频率测量时, 根据初始扫频的不同, 最终采集了多个微波模式的频率数据, 各微波模式的测量结果之间存在偏差, 需要比较各微波模式频率数据计算得出的半径差, 即微波模式一致性, 控温过程等效为各微波模式计算结果的标准差, 降温过程中由于温度变化快, 先进行温度修正后作标准差, 为公式 (7) 中的第四项  $u(R_{\text{mode}})$ ; 为减小随机误差的影响, 测量过程中均进行了多轮独立测量, 各轮测量结果间存在差异, 与模式一致性分析方法相同, 也是对所采集的多轮数据先进行温度修正后对所得多轮新数据作标准差作为数据的重复性, 如公式 (7) 中的第五项  $u(R_{\text{Run repeability}})$  所示.

$$u(R) = \sqrt{\left(\frac{\partial R}{\partial f} \cdot u(f_{\text{fit}})\right)^2 + \left(\frac{\partial R}{\partial f} \cdot u(f_{\text{stability}})\right)^2 + \left(\frac{\partial R}{\partial f} \cdot u(f_{\text{non-ideal}})\right)^2 + u(R_{\text{mode}})^2 + u(R_{\text{Run repeability}})^2} \quad (7)$$

##### 1.4.2 热膨胀系数不确定度计算

该系统中的热膨胀系数是对半径值随温度的变化关系经求导得出, 而在联立半径值随温度的变化关系时, 受限于测量仪器的采样周期, 所采集的数据是覆盖整个温区的温度散点. 因此, 需要将所采集的半径和温度数据进行多项式拟合, 得到半径和温度的确切关系后, 对其进行拟合从而得到热膨胀系数值. 半径与温度的拟合程度对于热膨胀系数的计算至关重要, 通过比较对半径值增加一个半径不确定度和原半径值算出的热膨胀系数值, 从而确定半径拟合不确定度, 如公式 (8) 中的最后一项偏导数乘  $u(R_{\text{fit}})$  所示. 其他不确定度

影响因素同上, 计算方法与半径拟合相同, 均为比较对半径值增加一个各分量的不确定度和原半径值算出的热膨胀系数的差异得到, 最终不确定度分析方法如公式 (8) 所示, 其中, 前三项与半径不确定度计算时的表达意义相同, 而热膨胀系数的计算中同样会采用不同的微波模式频率数据进行计算, 同样会有微波模式一致性, 这里表示为  $u(\alpha_{\text{mode}})$ ; 与半径不确定度分析方法相同, 也是对所采集的多轮数据先进行温度修正后对所得多轮新数据作标准差作为数据的重复性, 如公式 (8) 中的第五项  $u(\alpha_{\text{Run repeability}})$  所示.

$$u(\alpha) = \sqrt{\left(\frac{\partial \alpha}{\partial f} \cdot u(f_{\text{fit}})\right)^2 + \left(\frac{\partial \alpha}{\partial f} \cdot u(f_{\text{stability}})\right)^2 + \left(\frac{\partial \alpha}{\partial f} \cdot u(f_{\text{non-ideal}})\right)^2 + u^2(\alpha_{\text{mode}}) + u^2(\alpha_{\text{Run repeability}}) + \left(\frac{\partial \alpha}{\partial R} \cdot u(R_{\text{fit}})\right)^2} \quad (8)$$

## 2 实验

### 2.1 实验系统

图 2 为定压气体折射率基准测温系统示意图<sup>[29]</sup>, 也是 Cu-ETP 线性热膨胀系数测量实验系统图, 该恒温器由脉冲管制冷机 (Sumitomo RP-082B2) 提供冷源, 可以在 4.2 K 提供约 1 W 的冷量. 为了获得更低的工作温度, 采用了多级防辐射屏和柔性热

连接件, 结合气体热开关, 可将准球形谐振腔的温度最低降至 4.3 K<sup>[30]</sup>. 每级法兰上都布置有 Cernox 温度计, 以监控温度的变化. 为获得高稳定的测量环境, 控温过程中, 使用 Cernox 1050 型温度计 T<sub>2</sub> 组合 8½ Keithley 2002 数字多用表对二级法兰进行控温, 采用一支经英国国家物理实验室 (NPL) 校准的标准铯铁温度计 (Tinsley, SN 226245, 下文简称为 NPL2) 配合 AC 交流电桥 (ASL F18) 对压力

腔进行联合控温, 最终, 实现了谐振腔温度的  $\mu\text{K}$  量级高稳定性控制<sup>[31]</sup>. 受温度计标定范围所限, 降温过程中采用序列号为 X118726 的 CX-1050-CU-HT-1.4L 型 Cernox 温度计  $T_{10}$  进行降温过程中谐振腔温度采集, 控温过程中采用另一支经 NPL 校准的标准铯铁温度计 (Tinsley, SN 226242, 下文

简称为 NPL1) 进行控温过程中谐振腔温度采集, 各温度计的布置如图 2 所示. 通过采用多重筒体和防辐射屏及在温度计表面进行绝热、防辐射处理, 减少与外界环境的影响, 确保装置内部测温环境的独立与准确, 该装置中涉及到的测量仪器具体信息及其精度如下表 1 所示.

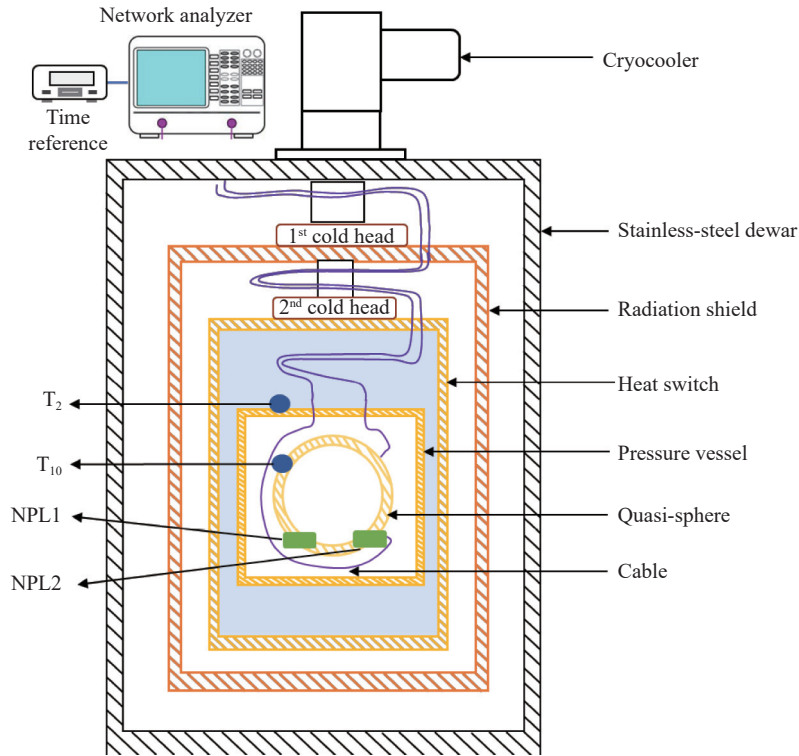


图 2 线性热膨胀系数测量实验系统图

Fig.2 The schematic of the linear thermal expansion experiment system

表 1 本装置中的仪表信息

Table 1 Instrument information in this cryostat

Name	Brand	Typical accuracy
Network Analyzer <sup>[32]</sup>	Keysight	$0.5 \times 10^{-6} \text{ Hz}^*$
2002 multimeter <sup>[33]</sup>	Keithley	0.0006%
AC resistance bridge (ASLF900) <sup>[34]</sup>	ASL	0.01 mK
Cernox sensor (CX-1050-CU-HT-1.4L) <sup>[35]</sup>	Lakeshore	4.2–10 K: $\pm 5 \text{ mK}$ 10–20 K: $\pm 6 \text{ mK}$ 20–30 K: $\pm 9 \text{ mK}$
RIRT censor (NPL-calibrated)—NPL1&NPL2 <sup>[36]</sup>	Tinsley	5 K: 0.26 mK 26 K: 0.47 mK

Note: \*In this paper, GPS/GNSS time or frequency standard system (FS740) is used as the frequency reference, and the frequency measurement accuracy can reach the order of from  $10^{-9}$  to  $10^{-12}$ .

## 2.2 实验步骤

本文中微波谐振频率测量采用降温法(动态法)和控温法(静态法)两种实验测量方案. 方案 1: 需要将整个恒温器从室温降温到低温并同时进行

微波谐振频率采集; 方案 2: 将准球形谐振腔降温到目标温度, 并进行单个点的温度控制和微波谐振频率采集.

具体步骤如下:

(1) 记录系统中各个温度计的读数温度  $T$ . 动态法中, 谐振腔温度值由  $T_{10}$ -Cernox 温度计进行测量; 静态法中, 谐振腔温度值由 NPL1 标准铯铁电阻温度计确定, 其由英国国家物理实验室标定, 详见文献<sup>[36]</sup> 第三章节部分.

(2) 微波发射功率为  $-10 \text{ dBm}$ , 多个微波模式下的  $S_{21}$  数据按照微波谐振频率由低到高连续循环采集 (比如, “TM11—TE11—TM12—TE13”, TM 为横磁模式, TE 为横电模式, 后面的数字为区分的微波谐振频率范围). 动态测量时, 谐振腔温度变化快, 为实时响应温度变化、保证微波谐振频率拟合结果收敛, 应加快频率扫描速度, 扫描带宽设为  $50 \text{ Hz}$ ; 静态测量时, 为降低微波测量噪声, 提高微波谐振频率测量精度, 应降低频率扫描速度, 扫

描带宽设为 5 Hz.

(3) 采用公式 (1) 实时拟合散射参数, 并记录相应微波模式的微波谐振频率、半宽度等数据. 对于静态法, 完成一个目标温度的测量后, 需重复上述相应测控过程, 直到覆盖整个研究温区 (4.3 ~ 26 K).

为了检验系统的可靠性, 本文中我们采用两种实验方案开展了多轮独立重复实验.

### 3 实验结果

#### 3.1 降温实验结果

为了消除随机误差的影响, 得到可靠的结论, 我们多次重复了降温过程并进行计算, 为了使整个实验装置降温到最低温度, 需要在降温过程开始之前向实验装置中添加氦-4 气体, 如图 2 中蓝色部分所示. 而所充入氦-4 气体的量会影响降温速度, 本文中研究的不同轮实验的降温过程如图 3 所示, 可以看到从室温 299 K 到 5 K 的降温过程持续约 30 h, 具体时间由室温起始温度和所充入氦-4 气体的量决定, 当起始充入的氦-4 气体越多时, 实验装置降温越快. 图中红线为 Run12 轮 (第 12 次) 实验, 此时的降温过程中水冷机发生了短暂暂停后并重启, 因此如图中所示重启后的降温速率有所减慢. Run9 到 Run17 之间图中没有的其他轮 (Run11、Run13 ~ Run16) 实验由于停电导致制冷机停机、降温中断, 未传输、保存温度数据, 降温过快导致个别微波模式数据不收敛等原因, 在降温过程中均未采集完整、有效的降温数据, 为此, 本文中研究了如下四轮 (Run9、Run10、Run12、Run17) 降温数据.

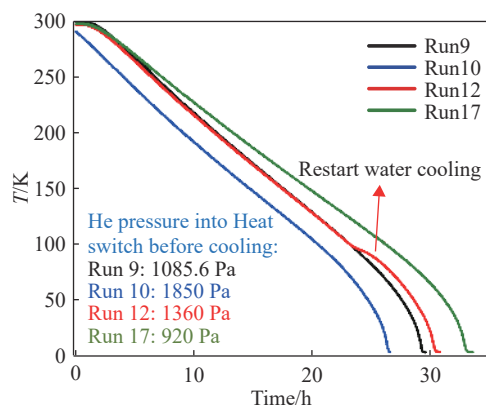


图 3 各轮实验的降温过程

Fig.3 The cooling procedure of different runs

##### 3.1.1 谐振腔半径

在降温过程中, 微波谐振腔的温度由 Cernox 低温电阻温度计 ( $T_{10}$ ) 采集, 低温下该温度计具有灵敏度高和稳定性良好的优点, 其测量不确定度

详见其官方网站<sup>[35]</sup>. 按 2.2 章节实验方案, 通过微波谐振频率测量, 由公式 (2) 可得到降温过程中不同微波模式测得的微波谐振腔体半径.

图 4 为微波谐振腔半径的实验测量结果. 其中, 图 4(a) 描绘了 Run9 降温过程中不同微波模式计算的半径  $R_{mode}$  随温度的变化; 并且, 获得了不同微波模式半径计算值与第 9 轮平均值  $R_{Run9,avg}$  的偏差, 如图 4(b) 所示, 最大偏差为  $0.37 \mu\text{m}$ , 表明半径测量结果具有良好的微波模式一致性.

进一步, 为考察半径测量的重复性, 我们在长达两年零三个月的时间内进行了四轮独立降温实验 (Run9、Run10、Run12、Run17), 实验结果如图 4(c) 所示, 可以看出, 各轮半径测量值  $R_{Run,avg}$  与四轮结果平均值  $R_{avg}$  之间的偏差均在  $R_{avg}$  的测量不确定度内, 多次独立降温实验结果具有良好的重复性.

最后, 我们将各次实验平均半径  $R_{Run,avg}$  的平均值  $R_{avg}$  作为最终的测量半径值, 图 4(d) 所示为半径  $R_{avg}$  测量标准不确定度  $u(R_{avg})$  的分析结果. 在整个测量温度范围内, 半径测量的标准不确定度  $u(R_{Total})$  小于  $0.27 \mu\text{m}$ , 其最大的不确定度源自不同微波模式测量半径结果的一致性. 在 150 K ~ 299 K 之间, 半径测量结果的重复性是其第二大来源, 主要是由于四次独立实验的开机降温条件不同 (室温温度、系统真空、热开关充气压力等参数), 导致该温度区间降温速率不同; 低于 150 K 的温度区间内, 微波测量的非理想性超过半径测量重复性成为其第二大不确定度来源, 可以看出, 低温区半径测量结果几乎不受室温端开机实验条件的影响, 从而更利于实现高准确度的半径测量.

##### 3.1.2 线性热膨胀系数

为了降低拟合公式 (5) 的残差影响、获得合适的拟合阶数, 我们采用不同的多项式阶数进行了拟合, 拟合结果  $R_{fitting}$  与实验结果  $R_{experiment}$  之间的对比结果如图 5 所示. 其中, 图 5(a) 为选取拟合阶数  $J$  为 7 到 12 时谐振腔半径的拟合残差, 图 5(b) 为不同拟合阶数对应的残差标准差, 当拟合阶数  $J=9$  时, 残差小于半径测量不确定度且残差标准差不再随拟合阶数的增加而大幅变化, 可满足计算要求. 因此, 在后续降温过程线性热膨胀系数的计算中, 选取拟合阶数  $J_{opt}=9$ .

图 6 为降温过程中测得的 5 ~ 299 K 的 Cu-ETP 线性热膨胀系数结果. 其中, 图 6(a) 为 Run9 不同微波模式计算结果  $\alpha_{mode}$  与文献 [7] 中高导无氧铜线性热膨胀系数数据  $\alpha_{NIST}$  (其中高导无氧铜热线



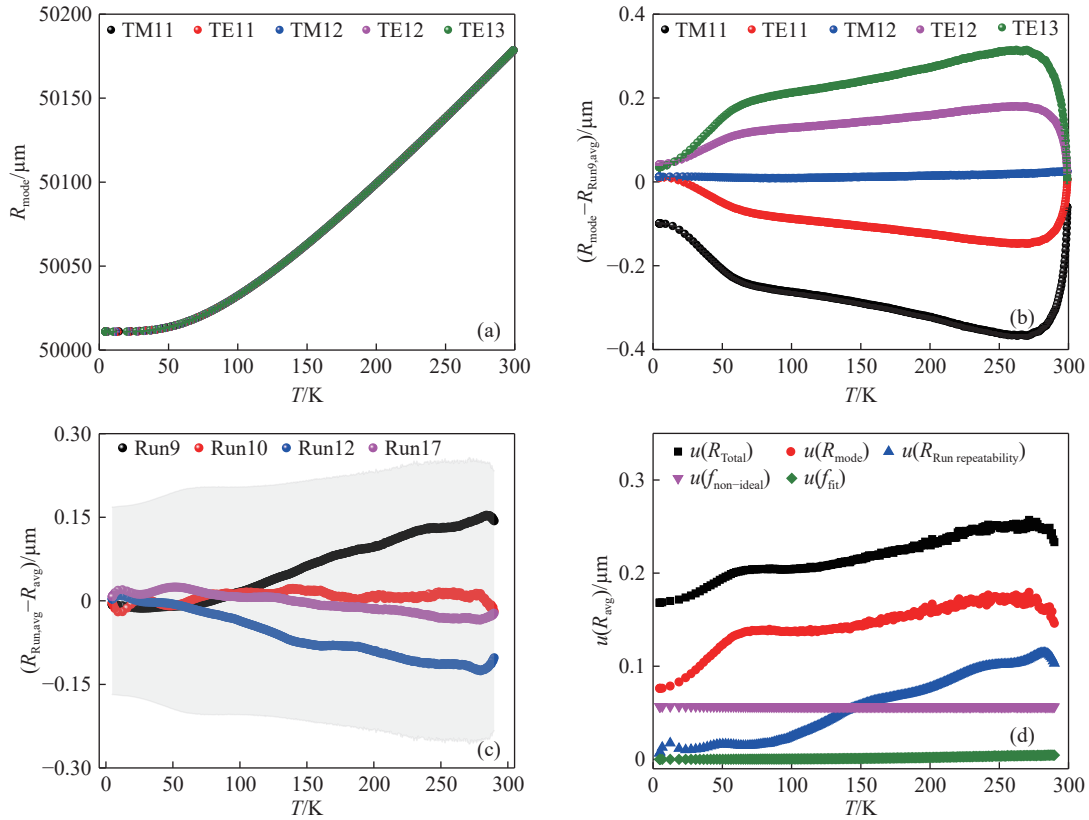


图4 降温过程中的谐振腔半径计算结果分析。(a) Run9 单个微波模式测得的半径; (b) Run9 单个微波模式测得的半径与平均半径的偏差; (c) 不同轮实验测得的半径平均值与最终半径平均值的偏差 (灰色背景为半径平均值的标准不确定度误差带); (d) 降温过程中最终半径平均值的不确定度分析

Fig.4 Analysis of the resonator radius during cooling: (a) radius of each microwave mode of Run9; (b) deviation of the single microwave mode and the average radius of Run9; (c) radius deviation in different runs and the average value (the gray background is the error bar of the standard uncertainty in the average radius value); (d) uncertainty analysis of the final average radius during cooling

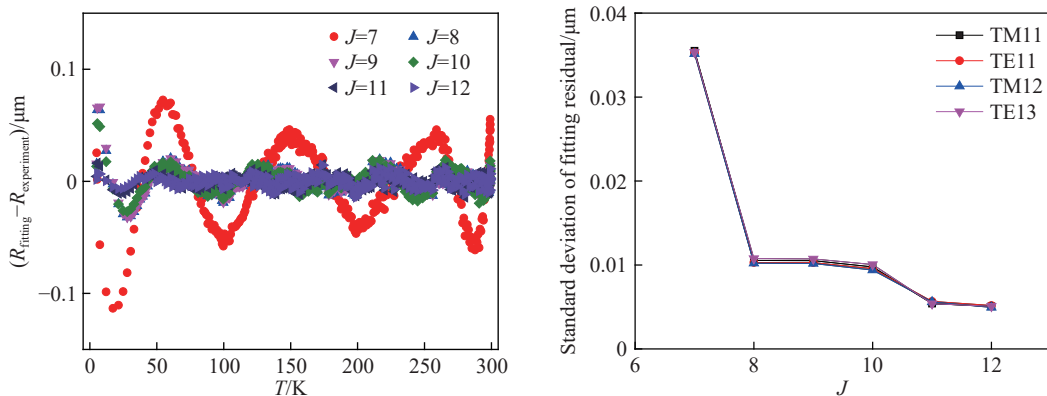


图5 不同拟合阶数的拟合结果。(a) 不同拟合阶数下半径实验值与拟合值相对偏差的变化; (b) 不同拟合阶数下拟合残差标准差的变化

Fig.5 Fitting result of different fitting sequences: (a) deviation of the experimental and fitting values of the radius with different fitting order; (b) change of standard deviation of the fitting residual with different fitting order

性膨胀系数的关联方程适用范围为  $4\text{ K} \leq T \leq 300\text{ K}$ , 计算不确定度为  $1.4 \times 10^{-7}\text{ K}^{-1}$  的对比结果, 可以看出, 两者偏差几乎全部在文献计算结果的标准不确定度内, 最大偏差仅为  $1.6 \times 10^{-7}\text{ K}^{-1}$ , 且不同微波模式的线性热膨胀系数实验结果具有良好的—致性。

进一步, 基于四次独立降温实验, 获得了线性热膨胀系数实验测量的重复性结果。图 6(b) 呈现了不同轮实验线性热膨胀系数平均值  $\alpha_{Run,avg}$  与多轮实验结果最终平均值  $\alpha_{avg}$  的偏差在 5 ~ 299 K 温度范围内的变化趋势。可以看出, 室温附近不同轮实验结果的偏差较大, 主要是由于四次独立实验

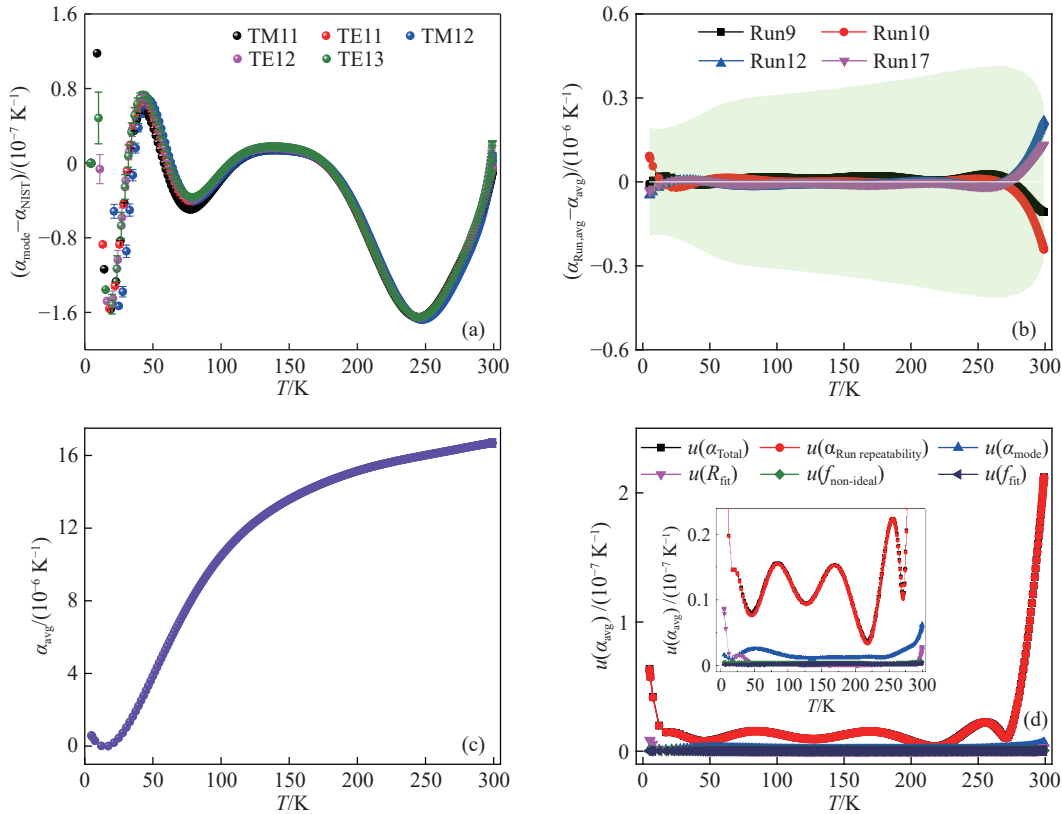


图 6 Run9 降温过程中线性热膨胀系数计算结果分析。(a) 各微波模式线性热膨胀系数计算值和文献值的偏差; (b) 不同轮实验线性热膨胀系数平均值与最终平均值的偏差; (c) 不同轮线性热膨胀系数的最终平均值; (d) 线性热膨胀系数的不确定度分析

Fig.6 Analysis of the linear thermal expansion during the cooling of Run9: (a) deviation of linear thermal expansion of every microwave mode and the literature value; (b) deviation of the linear thermal expansions of different runs and the final average value; (c) final average value of the linear thermal expansion of different runs; (d) uncertainty analysis of the linear thermal expansion

的开机降温条件不同, 导致室温至 270 K 温度范围内降温速率不同; 在低于 25 K 的温区内, 偏差再次变大, 主要是因为低温下谐振腔比热变小, 降温速度变快, 可采集的实验数据点较少导致, 这也说明了有必要采用控温法对该温区的线性热膨胀系数进行实验测量。整体而言, 5 ~ 299 K 温度范围内  $\alpha_{Run,avg}$  与  $\alpha_{avg}$  的偏差均小于  $1.9 \times 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ , 这表明降温数据具有良好的重复性, 结果可靠。

最后, 我们将各次实验  $\alpha_{Run,avg}$  取平均获得了线性热膨胀系数  $\alpha_{avg}$ ,  $\alpha_{avg}$  及其标准不确定度  $u(\alpha_{Total})$  随温度的变化分别如图 6(c) 和图 6(d) 所示。可以看出重复性是影响不确定度的最主要来源, 其影响比其他各分项大 2 到 3 个数量级, 并且在 270 K 以上和 24.5 K 以下影响更大, 这是由于刚开始降温时的降温速率很快, 而低温下由于降温很缓慢, 可采集的有效数据点数比较少; 微波模式一致性是重复性以外的第二大影响因素, 刚开始降温时和 24.5 K 以下的影响也比较大, 因此, 开展后续控温过程中的线性热膨胀系数计算很有必要, 降温过程线性热膨胀系数最大标准不确定度为  $2.2 \times 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ 。

### 3.2 控温实验结果

#### 3.2.1 谐振腔半径

受基准测温装置中制冷机冷量参数和加热器的功率峰值限制, 目前低温区可控的温度范围为 4.3 ~ 26 K, 因此, 在控温过程中主要开展此温度区间的热膨胀系数测量研究。同降温过程分析方法, 图 7(a) 为 Run10 控温法各个微波模式测量的微波谐振腔半径  $R_{mode}$  结果, 图 7(b) 为 Run10 各个微波模式测得的半径  $R_{mode}$  与 Run10 平均半径  $R_{Run10,avg}$  之间的偏差。可以看出, 不同微波模式测得的半径  $R_{mode}$  随温度的变化趋势并不完全相同, TE11 模式的半径与  $R_{Run10,avg}$  的偏差最小, 而 TM11 模式的半径与  $R_{Run10,avg}$  的偏差最大, 在 4.3 ~ 26 K 温度范围内, 四种微波模式半径与  $R_{Run10,avg}$  的偏差量级是相同的, 最大变化幅度为  $0.089 \mu\text{m}$ , 半径测量结果具有良好的微波模式一致性。

图 7(c) 为多次独立重复实验中各微波模式的平均半径值  $R_{Run,avg}$  与其最终平均值  $R_{avg}$  的偏差结果(其中, Run9 实验在不拆机的情况下进行了两轮实验, 分别表示为 Run9-1 和 Run9-2 如图中图例所

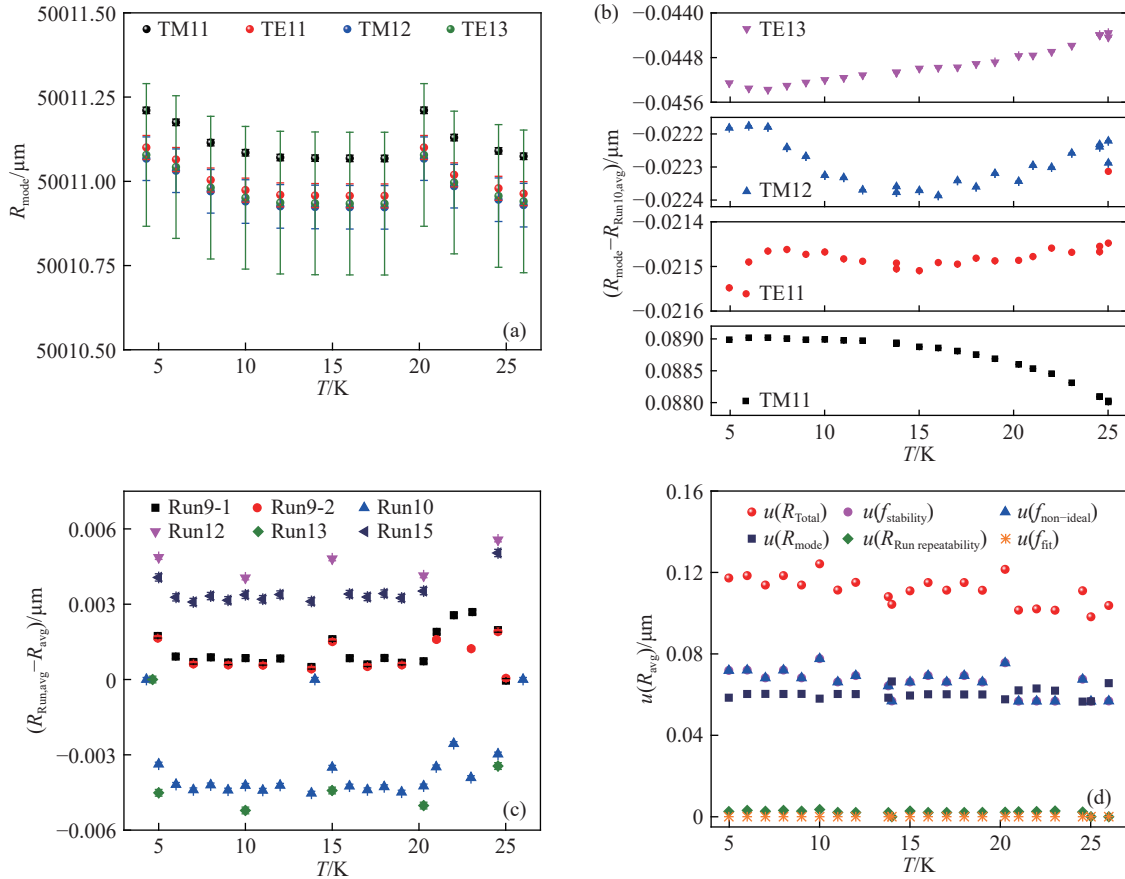


图7 控温过程中谐振腔半径计算结果分析。(a) Run10 控温过程中各微波模式谐振腔半径计算结果; (b) Run10 控温过程单个微波模式半径和平均半径的偏差; (c) 各轮控温过程中半径各模式平均值和最终平均半径值的偏差; (d) 控温过程中半径的不确定度分析

Fig.7 Analysis of the resonator radius during temperature control: (a) resonator radii of different microwave modes in Run10; (b) deviation of single microwave mode and average radius in Run10; (c) deviation of the average radii of different modes in different runs and the final average value; (d) uncertainty analysis of the resonator radius

示), 偏差均在  $0.0056 \mu\text{m}$  内, 小于半径测量标准不确定度  $u(R_{avg})$ , 具有良好的重复性. 与降温法半径测量结果相比, 控温法半径测量结果的重复性提升约 2 倍, 主要是因为多个微波模式连续循环采集存在时间差, 降温时各微波模式温度不一致引起.

最后, 我们将各次实验平均半径  $R_{Run,avg}$  的平均值  $R_{avg}$  作为最终的测量半径值, 其不确定度分析  $u(R_{avg})$  及不确定度分量占比如图 7(d) 所示. 可以看出,  $R_{avg}$  的合成标准不确定度  $u(R_{Total})$  约为  $0.12 \mu\text{m}$ , 这里列出了五个主要的不确定度分量. 其中, 非理想修正和频率稳定性是两个主要因素, 占比近乎相同; 其次, 微波模式一致性的影响比上述两个分量小, 但它们对半径的影响在同一量级; 而半径测量重复性和频率拟合的影响很小, 与其他三个因素相比可以忽略不计. 为了更清楚地了解每个分量的占比, 在表 2 中详细列出了半径  $R_{avg}$  在 5、15 和 24.5 K 时的标准不确定度结果.

### 3.2.2 线性热膨胀系数

我们首先对整个温区每个微波模式测得的半

表 2 5、15 和 24.5 K 下准球形谐振腔半径的不确定度分析

Table 2 Uncertainty analysis of the radius at 5, 15, and 24.5 K

Source	$u(R) / \mu\text{m}$		
	$T = 5 \text{ K}$	$T = 15 \text{ K}$	$T = 24.5 \text{ K}$
Frequency fitting	$2.76 \times 10^{-5}$	$3.38 \times 10^{-5}$	$3.23 \times 10^{-5}$
Frequency stability	0.072	0.066	0.067
Nonideal correction	0.071	0.065	0.066
Mode consistency	0.058	0.059	0.056
Run repeatability	0.0025	0.0027	0.0023
Total uncertainty	0.12	0.11	0.11

径数据作多项式拟合, 与降温法分析思路一样, 根据拟合残差、残差标准以及半径测量标准不确定度, 确定最佳的多项式拟合阶数为  $J_{opt}=7$ , 此时, 拟合残差的影响相对测量半径的不确定度可以忽略不计.

4.3 ~ 26 K 温区 Cu-ETP 线性热膨胀系数结果如图 8 所示. 图 8(a) 为 Run10 各微波模式实验测量值  $\alpha_{mode}$  和文献值  $\alpha_{NIST}^{[9]}$  的比较结果. 在图 8(a)

所示的整个温度范围内, 各微波模式线性热膨胀系数结果与文献值的偏差在  $2.1 \times 10^{-8} \text{ K}^{-1}$  范围内, 比降温实验结果 (图 6(a)) 小一个数量级, 表明控温法测量结果具有更好的微波模式一致性.

图 8(b) 呈现了不同轮实验线性热膨胀系数各微波模式平均值  $\alpha_{\text{Run,avg}}$  与多轮实验最终平均值  $\alpha_{\text{avg}}$  的偏差在 4.3 ~ 26 K 温度范围内的变化趋势. 可以看出, 整个测量范围内  $\alpha_{\text{Run,avg}}$  与  $\alpha_{\text{avg}}$  的偏差小于  $2.8 \times 10^{-9} \text{ K}^{-1}$ , 这一结果比降温法小一个数量级, 再次表明控温法测量结果具有更好的重复性.

图 8(c) 和图 8(d) 分别为各轮实验  $\alpha_{\text{Run,avg}}$  的平均值  $\alpha_{\text{avg}}$  及其标准不确定度  $u(\alpha_{\text{Total}})$  的分析结果, 控温过程中线性热膨胀系数的最大标准不确定度为  $2.9 \times 10^{-9} \text{ K}^{-1}$ . 线性热膨胀系数测量不确定度的来源主要有两类: 含有非理想修正的谐振频率的实验测量和多微波模式频率测量. 在第一类中, 主要包括由腔体非理想性导致的趋肤效应<sup>[37]</sup>, 由气体管道和天线探针孔洞引起的波导修正<sup>[37]</sup>, 准球腔特殊设计形状的二阶形状修正<sup>[38-39]</sup> 以及基于相

同温度分析的温度修正. 第二类是多轮独立实验, 多微波模式谐振频率测量等引入的不确定度. 其最大的测量不确定度来源为多模式微波测量结果的一致性; 其次, 是多次独立实验的重复性, 相比这两个因素, 其他不确定度来源的影响可以忽略不计, 表 3 中列举了 5、15 和 24.5 K 的  $\alpha_{\text{avg}}$  标准不确定度分析结果.

### 3.3 线性热膨胀系数关联方程

在 3.1 和 3.2 章节中, 我们基于多轮、多微波模式实验测量获得了定压气体折射率基准测温系统中 Cu-ETP 线性热膨胀系数, 为便于应用, 我们将所测得的线性热膨胀系数平均值  $\alpha_{\text{avg}}$  及其标准不确定度  $u(\alpha_{\text{avg}})$  关联为温度的多项式函数, 最佳的多项式阶数值  $J_{\text{opt}}$  的确定与上述章节中半径拟合时相同, 这里不在赘述. 为便于公式推广于适用于一般情况, 本章节中下标  $\alpha_{\text{avg}}$  表示为  $\alpha$ .

降温法 5 ~ 299 K 线性热膨胀系数  $\alpha$  及其标准不确定度  $u(\alpha)$  与温度的拟合函数  $\alpha(T)$  和  $u(\alpha(T))$  分别为:

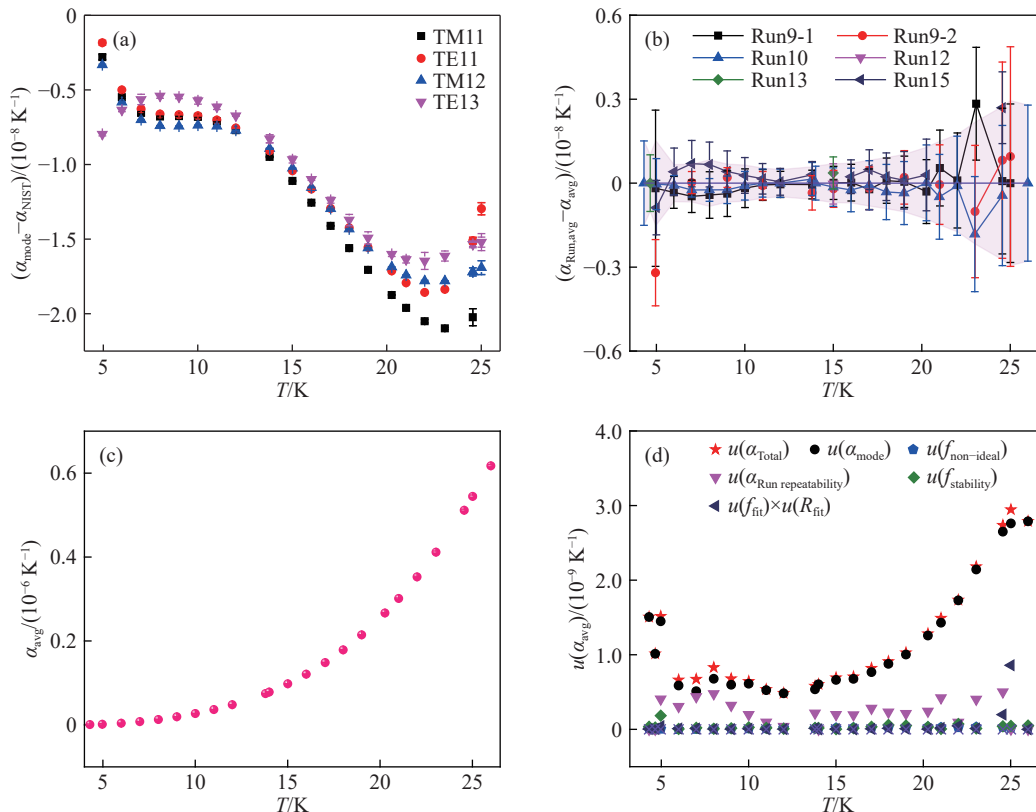


图 8 控温过程中线性热膨胀系数计算结果分析. (a) Run10 实验中各微波模式线性热膨胀系数计算结果与文献值的偏差; (b) 不同轮实验线性热膨胀系数平均值和最终平均值的偏差 (粉色背景为平均值的标准不确定度误差带); (c) 多轮控温过程中线性热膨胀系数的最终平均值; (d) 控温过程中线性热膨胀系数的不确定度分量占比

Fig.8 Analysis of the linear thermal expansion during temperature control: (a) deviation of experiment and reported linear thermal expansion of Run10 for microwave different modes; (b) deviation of average thermal expansion for different runs and the final average value (the pink background is the error bar of the standard uncertainty of the final average value); (c) final average value of linear thermal expansion for different runs; (d) uncertainty analysis of the final linear thermal expansion

表3 5、15 和 24.5 K 下线性热膨胀系数不确定度分析

Table 3 Uncertainty analysis of linear thermal expansion at 5, 15, and 24.5 K

Source	$u(\alpha) / (10^{-9} \text{ K}^{-1})$		
	$T = 5 \text{ K}$	$T = 15 \text{ K}$	$T = 24.5 \text{ K}$
Frequency fitting	0.042	0.0047	0.19
Frequency stability	0.18	0.0032	0.41
Nonideal correction	0.0058	0.019	0.029
Mode consistency	1.45	0.66	2.65
Run repeatability	0.40	0.20	0.50
Radius fitting	$1.93 \times 10^{-7}$	$7.52 \times 10^{-7}$	$2.95 \times 10^{-7}$
Total uncertainty	1.5	0.69	2.7

$$10^7 \cdot \alpha(T) = 8.72 \times 10^{-12} T^6 - 9.18 \times 10^{-9} T^5 + 3.79 \times 10^{-6} T^4 - 7.57 \times 10^{-4} T^3 + 7.03 \times 10^{-2} T^2 - 1.47 T + 9.673 \quad (9)$$

$$10^8 \cdot u(\alpha(T)) = 4.74 \times 10^{-12} T^6 - 4.07 \times 10^{-9} T^5 + 1.35 \times 10^{-6} T^4 - 2.18 \times 10^{-4} T^3 + 1.76 \times 10^{-2} T^2 - 0.64 T + 8.85 \quad (10)$$

其中, 公式 (9) 拟合残差的标准不确定度为  $3.3 \times 10^{-8} \text{ K}^{-1}$ , 小于实验标准不确定度  $u(\alpha)$ , 公式 (9) 拟合残差影响可以忽略不计; 公式 (10) 计算的残差仅为实验标准不确定度  $u(\alpha)$  的 2.2%, 具有很好的复现性。

控温法 4.3 ~ 26 K 线性热膨胀系数  $\alpha$  及其标准不确定度  $u(\alpha)$  的拟合函数  $\alpha(T)$  和  $u(\alpha(T))$  分别为:

$$10^8 \cdot \alpha(T) = 5.5076 \times 10^{-3} T^3 - 7.29465 \times 10^{-2} T^2 + 6.20987 T - 1.75577 \quad (11)$$

$$10^9 \cdot u(\alpha(T)) = 1.88953 \times 10^{-6} T^3 + 1.32594 \times 10^{-2} T^2 - 3.22805 T + 2.4634 \quad (12)$$

公式 (11) 的拟合残差的标准不确定度为  $4.1 \times 10^{-10} \text{ K}^{-1}$ , 实验标准不确定度与温度的关系如公式 (12) 所示, 由于 4.3 ~ 26 K 控温法测量结果更优, 实际使用时在 4.3 ~ 26 K 温度区间内建议采用公式 (11) 进行计算, 26 ~ 299 K 温度区间内建议采用公式 (9) 进行计算。

上述方程不仅可以用于等温压缩系数和热力学温度的计算, 还可以用于真空实验数据预处理, 不同温度下微波谐振频率可由公式 (13) 相互转换。在真空实验中, 如果在计划之外缺少了某个实验状态的微波谐振频率, 我们就可以利用公式 (13) 结合线性热膨胀系数关联方程  $\alpha(T)$  计算获得。

$$f_{(T_1,0)} = f_{(T_2,0)} \cdot \left[ 1 + \int_{T_1}^{T_2} \alpha(T) dT \right] \quad (13)$$

式中,  $f_{(T_1,0)}$  和  $f_{(T_2,0)}$  分别为真空状态下温度为  $T_1$  和  $T_2$  时所测得的微波谐振频率。

## 4 结论

基于多模式微波谐振法, 本文原位测量了定压气体折射率基准测温系统中 Cu-ETP 线性热膨胀系数, 采用降温法和控温法两种实验测量方法, 获得了 4.3 ~ 299 K 范围内一组完整、高精度的 Cu-ETP 热膨胀系数数据。

降温法 (5 ~ 299 K) 线性热膨胀系数测量标准不确定度为  $2.2 \times 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ , 其中, 重复性是其测量不确定度的主要来源, 室温区不确定度较大主要是由于重复实验的开机条件不同引起。控温法 (4.3 ~ 26 K) 线性热膨胀系数的测量标准不确定度为  $2.9 \times 10^{-9} \text{ K}^{-1}$ , 其中, 微波模式一致性和重复性是其测量不确定度的两大主要来源。这两种测量方法都采集了多个微波模式数据, 计算结果也反映了良好的微波模式一致性。控温稳定性高、微波测量噪声低, 控温法获得的线性热膨胀系数结果更为精确, 与降温法相比, 不确定度约小两个数量级, 控温法更适用于高精度线性热膨胀系数的实验测量。

最终, 发展了定压气体折射率基准测温系统中 Cu-ETP 材料的线性热膨胀系数方程, 实现了线性热膨胀系数与温度的高精度关联, 可用于低温计量领域等温压缩系数等物性测量计算、微波谐振频率测量的准确性检验以及真空条件下不同温度微波谐振频率的修正计算。

## 参 考 文 献

- [1] Phillips W D. The end of artefacts. *Nat Phys*, 2019, 15(5): 518
- [2] Consultative Committee for Time and Frequency. Mise en pratique for the definition of the second in the SI [Z/OL]. *Sciencepaper Online* (2019-05-20) [2021-12-03]. <https://www.bipm.org/utlis/en/pdf/si-mep/SI-App2-second.pdf>
- [3] Gaiser C, Fellmuth B, Haft N. Primary thermometry from 2.5 K to 140 K applying dielectric-constant gas thermometry. *Metrologia*, 2017, 54(1): 141
- [4] Pitre L, Sparasci F, Risegari L, et al. New measurement of the Boltzmann constant by acoustic thermometry of helium-4 gas. *Metrologia*, 2017, 54(6): 856
- [5] Rourke P M C, Gaiser C, Gao B, et al. Refractive-index gas thermometry. *Metrologia*, 2019, 56(3): 032001
- [6] Gao B, Pitre L, Luo E C, et al. Feasibility of primary thermometry using refractive index measurements at a single pressure. *Measurement*, 2017, 103: 258
- [7] Simon N J, Drexler E S, Reed R P. Properties of copper and

- copper alloys at cryogenic temperatures [R/OL]. *Sciencepaper Online* (1992-02-01) [2021-12-03].<https://www.osti.gov/servlets/purl/5340308>
- [8] Guo Y L. *CIVA Simulation and Experimental Study of Eddy Current Array Detection Aluminum Sheet* [Dissertation]. Nanchang: Nanchang Hangkong University, 2014  
(郭永良. 涡流阵列检测铝薄板的CIVA仿真与试验研究[学位论文]. 南昌: 南昌航空大学, 2014)
- [9] Mehl J B, Moldover M R, Pitre L. Designing quasi-spherical resonators for acoustic thermometry. *Metrologia*, 2004, 41(4): 295
- [10] Madonna Ripa D, Imbraguglio D, Gaiser C, et al. Refractive index gas thermometry between 13.8 K and 161.4 K. *Metrologia*, 2021, 58(2): 025008
- [11] Gaiser C, Fellmuth B. Method for extrapolating the compressibility data of solids from room to lower temperatures. *Phys Status Solidi B*, 2016, 253(8): 1549
- [12] Mendes S S, Filho J C A D, Melo A R A, et al. Determination of thermal expansion coefficient of a monofilament polyamide fiber using digital image correlation. *Polym Test*, 2020, 87: 106540
- [13] James J D, Spittle J A, Brown S R, et al. A review of measurement techniques for the thermal expansion coefficient of metals and alloys at elevated temperatures. *Meas Sci Technol*, 2001, 12(3): R1
- [14] Cooper R F. The thermal expansion of solids. *Phys Educ*, 1976, 11(4): 284
- [15] Ventura G, Bianchini G, Gottardi E, et al. Thermal expansion and thermal conductivity of Torlon at low temperatures. *Cryogenics*, 1999, 39(5): 481
- [16] Roth P, Gmelin E. A capacitance displacement sensor with elastic diaphragm. *Rev Sci Instrum*, 1992, 63(3): 2051
- [17] Hamilton W O, Greene D B, Davidson D E. Thermal expansion of epoxies between 2 and 300°K. *Rev Sci Instrum*, 1968, 39(5): 645
- [18] Smith M H. Technical literature digest. *AIAA J*, 1963, 1(8): 1971
- [19] Keyston J R G, MacPherson J D, Guptill E W. Coefficient of thermal expansion of Barium titanate. *Rev Sci Instrum*, 1959, 30(4): 246
- [20] Pudalov V M, Khaikin M S. Dilatometer with a sensitivity of  $10^{-4}$  angstrom. *Cryogenics*, 1969, 9(2): 128
- [21] Ewing M B, Mehl J B, Moldover M R, et al. Microwave measurements of the thermal expansion of a spherical cavity. *Metrologia*, 1988, 25(4): 211
- [22] Moldover M R, Waxman M, Greenspan M. Spherical acoustic resonators for temperature and thermophysical property measurements. *High Temp-High Press*, 1979, 11: 75
- [23] Zhang K, Feng X J, Zhang J T, et al. Microwave measurements of the length and thermal expansion of a cylindrical resonator for primary acoustic gas thermometry. *Meas Sci Technol*, 2017, 28(1): 015006
- [24] Rourke P M C, Hill K D. Progress toward development of low-temperature microwave refractive index gas thermometry at NRC. *Int J Thermophys*, 2015, 36(2): 205
- [25] May E F, Pitre L, Mehl J B, et al. Quasi-spherical cavity resonators for metrology based on the relative dielectric permittivity of gases. *Rev Sci Instrum*, 2004, 75(10): 3307
- [26] Cheng Y H. *Copper Electrorefining Workers (Copper Electrorefining Workers, Sulfate Workers)*. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2013  
(程永红. 铜电解精炼工(铜电解工、硫酸盐工). 北京: 冶金工业出版社, 2013)
- [27] Liu W J, Pitre L, Gao B, et al. Microwave method for closure of quasi-spherical resonator // 2018 *Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM 2018)*. Paris, 2018: 1
- [28] Preston-Thomas H. The international temperature scale of 1990 (ITS-90). *Metrologia*, 1990, 27(1): 3
- [29] Gao B, Zhang H Y, Han D X, et al. Measurement of thermodynamic temperature between 5 K and 24.5 K with single-pressure refractive-index gas thermometry. *Metrologia*, 2020, 57(6): 065006
- [30] Chen Y Y, Zhang H Y, Song Y N, et al. Thermal response characteristics of a SPRIGT primary thermometry system. *Cryogenics*, 2019, 97: 1
- [31] Hu J F, Zhang H Y, Song Y H, et al. Investigation of high-stability temperature control in primary gas thermometry. *J Therm Sci*, 2022, 21(3): 765
- [32] Keysight Technologies. Overview of vector network analyzer [Z/OL]. *Keysight Technologies* (2021-03-17) [2021-12-03]. <https://www.keysight.com/cn/zh/assets/7018-01698/technical-overviews/5989-7603.pdf>
- [33] Keithley. Instrument Driver Network [Z/OL]. *Engineer Ambitiously*(2002)[2021-12-03].[https://sine.ni.com/apps/utf8/niid\\_web\\_display.model\\_page?p\\_model\\_id=1547](https://sine.ni.com/apps/utf8/niid_web_display.model_page?p_model_id=1547)
- [34] ISOTECH. F900 precision thermometry bridge —operator's Handbook [Z/OL]. *ISOTECH* (2020) [2021-12-3]. [http://www.isotechna.com/v/vspfiles/product\\_manuals/asl/F900.pdf](http://www.isotechna.com/v/vspfiles/product_manuals/asl/F900.pdf)
- [35] Lake Shore Cryotronics, Inc. Cernox®/technical-specifications [Z/OL]. *Lake Shore Cryotronics* (2021) [2021-12-3].<https://www.lakeshore.com/products/categories/specification/temperature-products/cryogenic-temperature-sensors/cernox>
- [36] Hu J F, Zhang H Y, Song Y N, et al. Investigation of high-stability temperature control in primary gas thermometry. *J Therm Sci*, 2022, 31(3): 765
- [37] Sutton G, Underwood R, Pitre L, et al. Acoustic resonator experiments at the triple point of water: First results for the boltzmann constant and remaining challenges. *Int J Thermophys*, 2010, 31(7): 1310
- [38] Underwood R J, Mehl J B, Pitre L, et al. Waveguide effects on quasispherical microwave cavity resonators. *Meas Sci Technol*, 2010, 21(7): 075103
- [39] Mehl J B. Second-order electromagnetic eigenfrequencies of a triaxial ellipsoid II. *Metrologia*, 2015, 52(5): S227