

ISSN 0389-4010
UDC 536.5.58

航空宇宙技術研究所報告

TECHNICAL REPORT OF NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

TR-791

可搬形低溫度較正器

黒田行郎・日下和夫・熊谷達夫

1983年11月

航空宇宙技術研究所
NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

目 次

1. まえがき	1
2. クライオスタットの概要	2
3. 制御, 計測装置および操作手順	4
3. 1 制御装置および計測装置	4
3. 2 操作手順	4
4. 試験および試験結果	6
4. 1 クライオスタットの単体性能試験	6
4. 2 各種温度計の較正試験	9
5. 結 論	15
6. おわりに	15
参考文献	15
付 錄	16

可搬形低温度較正器*

黒田行郎** 日下和夫** 熊谷達夫**

A Transportable Cryostat

Yukio KUROTA, Kazuo KUSAKA and Tatsuo KUMAGAI

ABSTRACT

A transportable cryostat was developed for the calibration for thermometers at low temperatures between 20K and 150K. This calibration system is easy to handle, transportable, and yet has high calibration precision.

Six calibrated Si diodes imbedded in the 'uniform' temperature copper block were used for a check of the uniformity of temperature within the block. The temperature gradient in the copper block was shown to be negligible.

Calibration tests of thermometers showed that the calibration precision of the system was within $\pm 0.2\text{K}$. The calibration time for one temperature was about 10 minutes. It was confirmed that an Si diode is a useful and economic thermometer for precise measurements of temperatures near the boiling point of nitrogen and oxygen and this system is useful for the calibration of thermometers at low temperatures.

概要

低温用温度計を高精度で温度較正する技術の開発のために、取扱いが容易でしかもできるだけ実際の計測に即した較正ができるように可搬形とした低温度較正器を試作した。本装置により較正したSiダイオードを較正器の均温銅ブロックに埋込み、各点の温度を測定した結果、均温銅ブロックには温度差の無いことがわかった。また、本装置により被較正温度計の較正を行なった結果士 0.2K 以内の精度で十分安定した較正ができ、一点の温度を10分以内で較正できること、ならびにSiダイオードは液体酸素および液体窒素温度近辺の温度計素子として使用できることがわかった。以上のことから、試作した装置は低温度較正器として十分に目的を果たすことが確認された。

1. まえがき

現在、LE-5等打上げ用ロケットエンジンの推進剤として液体酸素および液体水素を用いる計画が進められている。当所においても、すでにLE-5エンジン開発の支援として、液酸・液水エンジン要素の研究や同高空性能の研究が行なわれた。

ロケットエンジンの性能は、一般に比推力(I_{sp})で評価される。当研究室で行なった燃焼試験結果から予想出来る性能評価の精度は約 1.1% であるが、更に精度の向上が必要とされる。比推力は、エンジンの推力と毎秒当たりの推進薬の質量流量の比で表わされるので、推力と流量の精度良い測定が必要である。このうち、推力の測定に関しては高精度のセンサーがあり、較正方法もほぼ確立されている。当計測設備における推力の測定精度は約 0.36% であり、現在これ以上の精度向上は難かしい。一方、流量の測定には通常ターピン式流量計が用いられているので、流体の圧力と温度を測定して質量流量を求める。

* 昭和58年6月13日受付

** 角田支所

当研究室の質量流量の精度は1.05%であり、このうち温度の測定精度は液体酸素温度91Kにおいて士1.65K、液体水素温度28Kにおいて士1Kである。付録2で述べるように、圧力の測定精度が流量全体の精度に与える影響は小さいので、温度の測定精度が大きな比重を占めている。従ってロケットエンジンの性能評価の精度向上を計るためにには精度良い温度測定が重要であるが、推進剤が液体酸素や液体水素などの低温流体の場合は測定に用いる温度計の精度良い較正は容易でない。

現在、低温用温度計としては、白金測温抵抗体、熱電対、および半導体温度計などがある。白金測温抵抗体は再現性が良いこと、経時変化が少ないとこと、ならびに広い温度範囲をカバーすることなどから、低温用温度計として広く使われているが、更に精度良く使うためには1年に1度は再較正をし、また実際の計測に即した較正（以下END-TO-END較正と言う）を行なうことが望ましい。熱電対は、低温になると熱電能が小さくなり、従って不均質誤差や熱電導誤差が大きくなる。そのため、JIS熱起電表からのずれが大きくなる。そこで、実験に先だって毎回較正を行なえば、低温用温度計として十分に使用できるものと思われる。また、半導体温度計は狭い温度範囲で精度良く測定できるが、定期的に再較正することが必要である。

本研究は、液水、液酸付近の温度範囲(20K~150K)において、これら低温用温度計を士0.1K以内の精度（基準温度計との相対誤差）で温度較正する技術の開発のために、END-TO-END較正が可能な可搬形の低温度較正器を試作し、数種類の温度計の較正を行なって試作した較正器の性能の確認および各種温度計の評価を行なうこととしたものである。

本装置は、各種温度計を挿入する均温銅ブロック、均温銅ブロックを冷却する冷凍機、任意の設定温度に昇温する温度制御装置、それに各種温度計の抵抗を測定する計測装置、真空排気装置等から構成されている。較正器として、すでに冷凍器とヒータを使って温度制御する方式のものはあるが、槽内温度を均一にし、低温部と温度計との熱伝導をよくするためにヘリウムガス等を封入しており、その内部の構

造が複雑になる。また、各種温度計の取付け・取外しや較正等に時間がかかる。そこで本装置は、ヘリウムガスなどを封入しない構造とし、それによる前述の問題を各種対策（4章で述べる）を施すことにより解決した。また、任意の設定温度への早期達成と安定化を計るために均温銅ブロックの昇温には2系統のヒータを用いた。本装置により各種温度計の較正を行なった結果士0.2Kの較正精度が得られた。以下2章では可搬形低温度較正器（以下クライオスターとlt;sup>(1)(2)</sup>言う）の概要を述べる。3章では制御、計測装置および操作手順を述べる。4章ではクライオスターの単体性能試験および各種温度計の較正試験について報告する。

2. クライオスターの概要

低温用温度計を較正する方法には、被較正温度計に一定の温度を与える均温銅ブロックの冷却を液体ヘリウムなどの寒剤を用いて行ない、また昇温を寒剤の自然蒸発やヒーターの制御により行なう方法、および冷却を冷凍機を用いて行ない、槽内を均一な温度にするためにヘリウムガス等を封入して、ヒーターにより昇温する方法がある。冷却に寒剤を用いる方法は、クライオスターの構造が簡単で、しかも取り扱いが容易であるが、データの取得に時間がかかることや、寒剤の入手が難かしいなどの問題がある。また、冷凍機を使う方法は寒剤を用いる場合より昇温に時間がかかる。そのため容易に較正温度に調節できるが、槽内の温度を均一にすることが難しい。

ここで試作したクライオスターは、較正を早く行なうために、冷却には冷凍機を、昇温にはヒーターを用いた。また、各種温度計の取付け・取外しを容易にするためにクライオスター内にはガスを封入しない構造を考案した。更に、温度測定の精度向上のためにEND-TO-END較正が可能な可搬形とした。

図1にクライオスターの全体構成を、図2にその外観を示す。本装置は、クライオスター内を排気する真空排気装置、被較正温度計を挿入する均温銅ブロック、均温銅ブロックを冷却する冷凍機、一度冷却した均温銅ブロックを任意の設定温度に調節

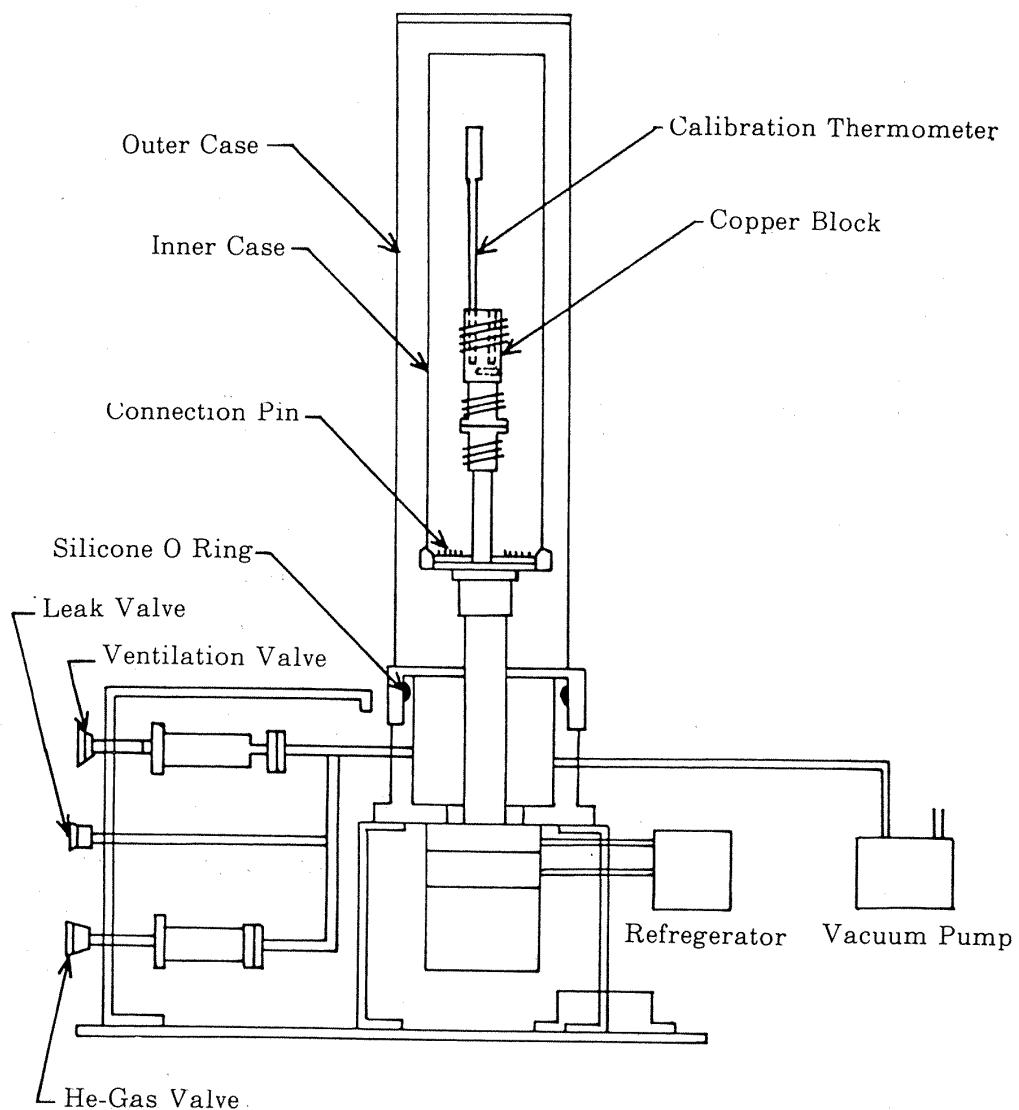


図1 クライオスタットの全体構成

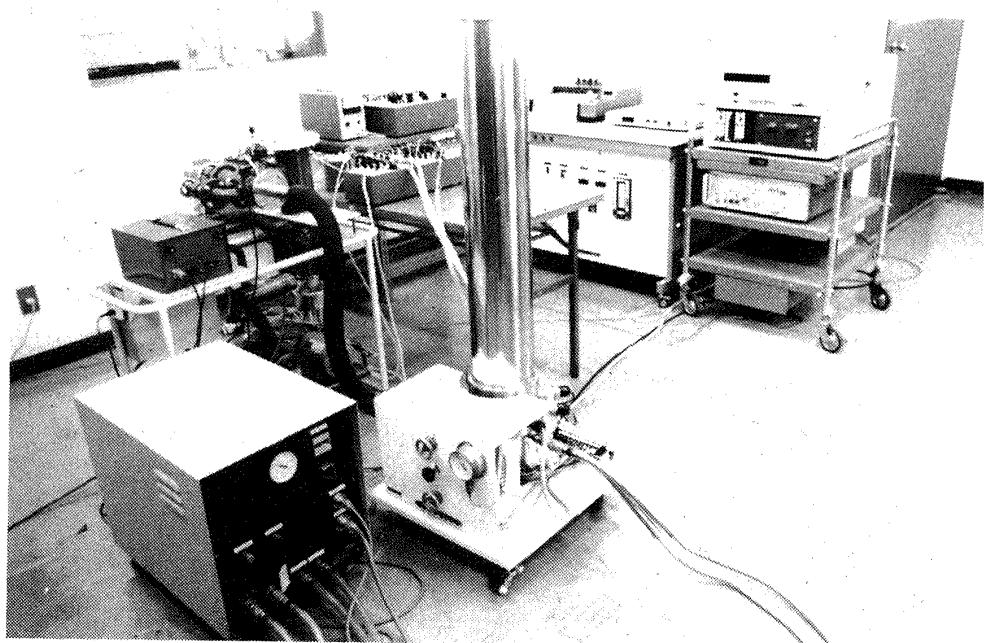


図2 クライオスタットの外観

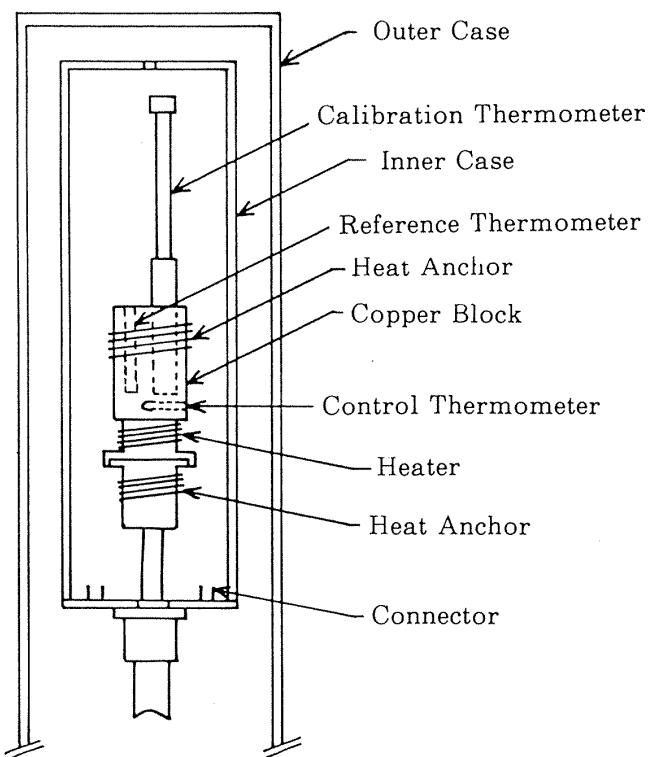


図 3 クライオスタット内の構成

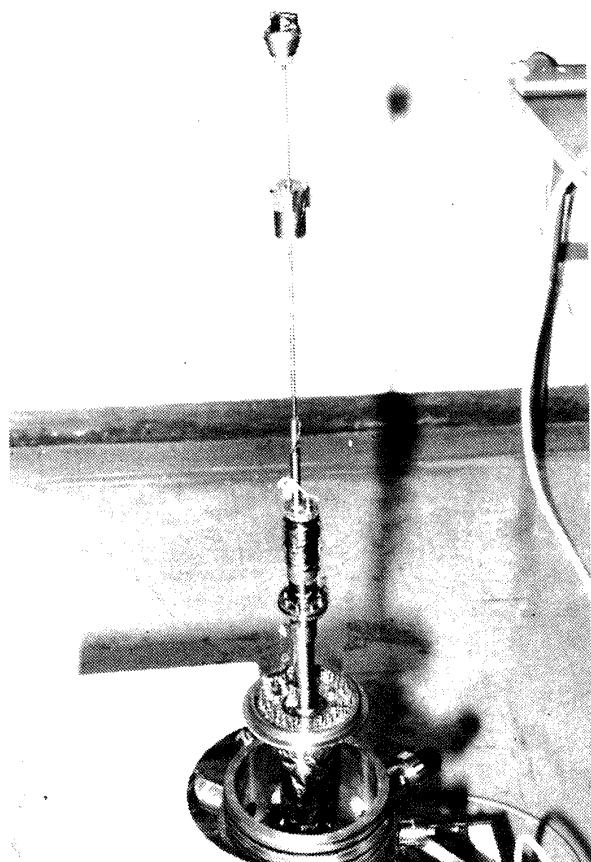


図 4 クライオスタット内のセンサ挿入部外観

する制御装置、それと基準温度計及び被較正温度計を測定する計測装置等から構成されている。図 3 にクライオスタット内の構成、図 4 に白金抵抗温度計を挿入した一例を示す。クライオスタットは、外筒（肉厚 1.5 mm のステンレス鋼製）と、内筒（肉厚 0.3 mm の銅製、又はステンレス鋼製）の 2 重構造とした。内筒の内面と外面に、熱しゃへいのためにアルミメッキを施して槽内の温度を均一に保つようにした。更に、ラジエーションシールドを効果的に行なえるように、均温銅ブロックを Aluminum Mylar（商品名 - 強化ポリエステルフィルムにアルミを蒸着。以下アルミマイラと言う）で包む。また、内筒の下部のフランジ部に貫通端子を設け、各種温度計のリード線を接続するようにした。均温銅ブロックへは、基準温度計、被較正温度計と制御用温度計を取付ける。ヒータは、ヒータ専用の銅ブロックに巻付けて、冷凍機と均温銅ブロックの間に取付けた。

3. 制御、計測装置および操作手順

3.1 制御装置および計測装置

図 5 に制御装置のブロック図を、また図 6 に計測装置のブロック図を示す。尚、使用した機器の一覧表を表 1 に示す。

制御装置は、均温銅ブロックの温度を測定する制御用温度計、その出力を電圧に変換する R/V 変換器、更にその出力を記録する X-Y 記録計、それに均温銅ブロックの加熱用ヒータ、およびヒータへ流す電流を制御する温度調節計とサイリスタから構成されている。

計測装置は、均温銅ブロックの温度を測定する基準温度計、温度計の抵抗値を測定するブリッジ抵抗測定器と高感度検流計、それに被較正温度計に定電流を供給する定電流源、および被較正温度計の出力電圧を測定するディジタル電圧計等から構成されている。

以上の装置を用いて、温度計の較正を行なう場合の手順を以下に述べる。

3.2 操作手順

被較正温度計および基準温度計を均温銅ブロックに挿入し、結線を行なった後に、内筒および外筒を

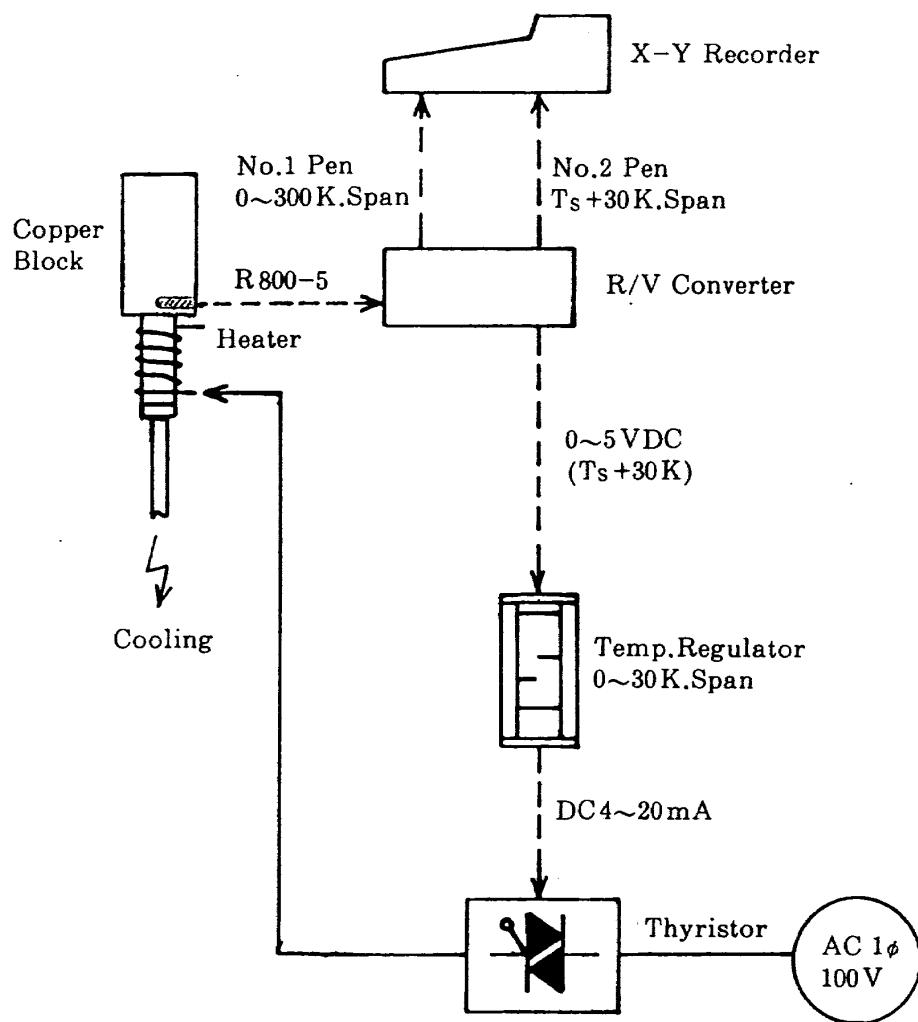


図 5 削御装置のブロック図

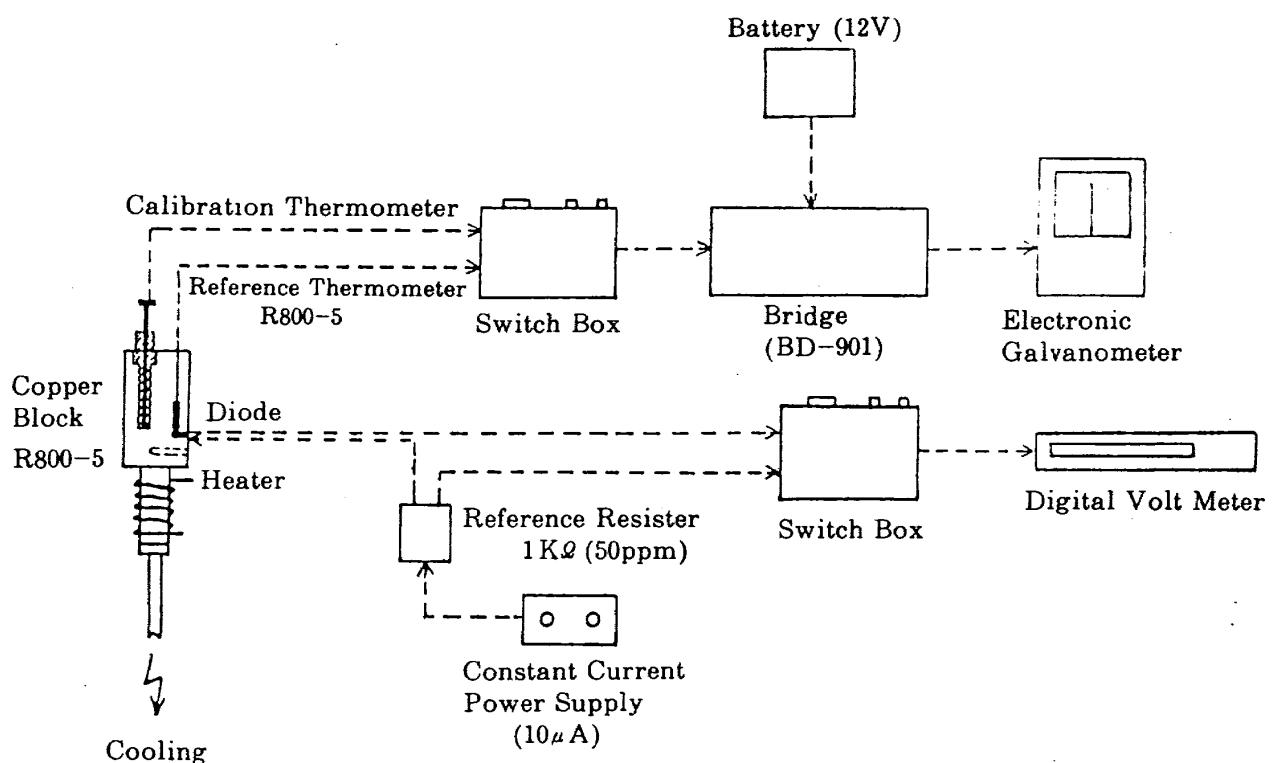


図 6 計測装置のブロック図

表 1 使用した機器の一覧表

機 器 名	メ 一 力	型 式	精 度	備 考
基 準 温 度 計	千 野	R 800 - 5	± 0.1 K	
制 御 用 温 度 計	"	"	"	
X-Y 記 録 計	"	EB 22005		
ブリッジ抵抗測定器	島 津 電 気	BD - 901	指示値 × 0.002% + 0.001Ω	
高 感 度 検 流 計	"	EG - 503A		
基 準 抵 抗 器	横 河 電 機	2792	1 K ± 0.02 Ω	
冷 凍 機	大 阪 酸 素	DV - 2		
電 圧 計	TAKEDA RIKEN	TR - 6567	1 μV	*

* Siダイオードの特性で1Kの温度に対して、抵抗の変化が大きい所で約 0.02 K/mV、基準温度計は約 0.003 K/μV であるので、1 μV 測定可能な電圧計で十分である。

それぞれクライオスタッフに取付ける。次に、真空排気装置によりクライオスタッフ内を 10^{-3} Torr 程度に排気する。冷凍機を作動して、均温銅ブロックの設定温度を 20K 近くにした後に、ヒータにより均温銅ブロックを任意の設定温度に昇温する。均温銅ブロックの温度は、制御用温度計によって測定され、その出力は R/V 変換器で 0~5V の電圧に変換される。温度調節計およびサイリスタでは、制御用温度計の出力電圧を比較してヒータへ流す電流を制御する。以上のことにより、均温銅ブロックは任意の設定温度に調節される。R/V 変換器は、0~300K および設定温度 $T_s + 30$ K の 2 つの温度範囲で出力して、X-Y 記録計に入力する。均温銅ブロックの昇温用ヒータは、設定温度 15K~40K および 40K~120K に対して、定格がそれぞれ 10VA と 20VA で、最大電流が 800mA の 2 系統の電源を使用した。また、ヒータ線にはワニスを塗り込み、銅ブロックに密着する。

均温銅ブロックの温度は、また基準温度計により測定する。均温銅ブロックの温度が安定した時の基準温度計の抵抗値は、ブリッジ抵抗測定器と高感度検流計により測定する。基準温度計のリード線の抵抗が指示におよぼす影響をさけ、感温素子の抵抗値のみを正確に測定できるように、素子に電流を供給するケーブルと電圧出力を取り出すケーブルを別にした。熱起電力などの影響を除去するために温度計へ流す

電流の極性を変えて、それぞれの出力の平均値を取る。被較正温度計の抵抗値は切換器を介して、基準温度計に使用した同じブリッジ抵抗測定器で測定する。また、定電流の値はいずれも 1 mA とした。以上により得られた被較正温度計の出力を基準温度計の出力と比較較正する。クライオスタッフにより被較正温度計を較正する前に、確認のためにその温度計を液体窒素と液体酸素に挿入し、得られた結果とクライオスタッフによる較正結果と比較した。ダイオードの較正では、任意の設定温度が安定した時に定電流を流して、その出力を分解能 1 μV の電圧計で精度よく測定する。半導体素子は、低温になると抵抗値が大きくなるので、素子自体の発熱をおさえる意味で、流す電流の値を 10 μA におさえることが必要である。計測の間、安定した電流が流れることを確認するために、電流を基準抵抗器に流してその出力を読み取るようにした。この測定に使用した定電流源装置の回路⁽³⁾を図 7 に示す。

4. 試験および試験結果

4.1 クライオスタッフの単体性能試験

均温銅ブロックへの外部からの熱侵入を少なくして、クライオスタッフの降温を早くし、安定な状態で較正が行なえるように、槽内のリード線の取付け方や内筒の種類などを調べることにした。クライオスタッフの降温特性の一例を図 8(a)に示す。熱しゃ

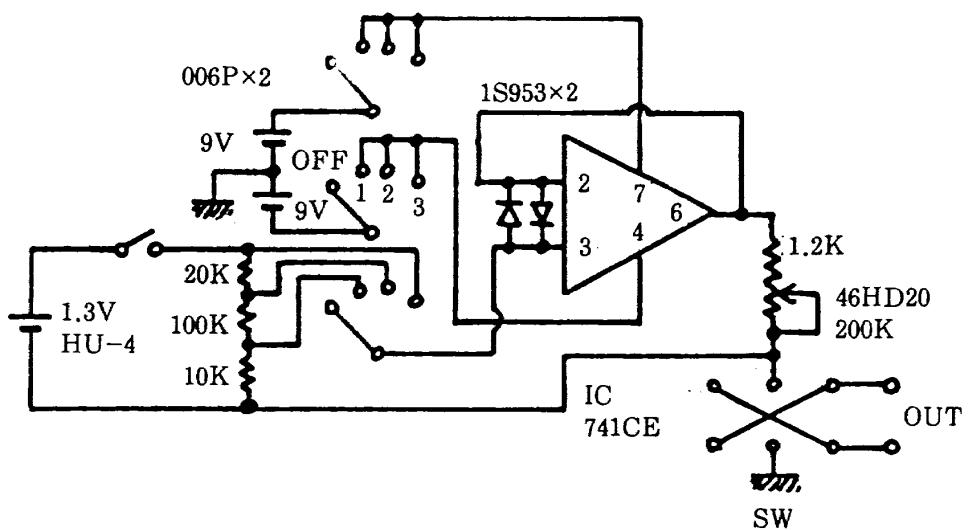


図7 定電流源回路

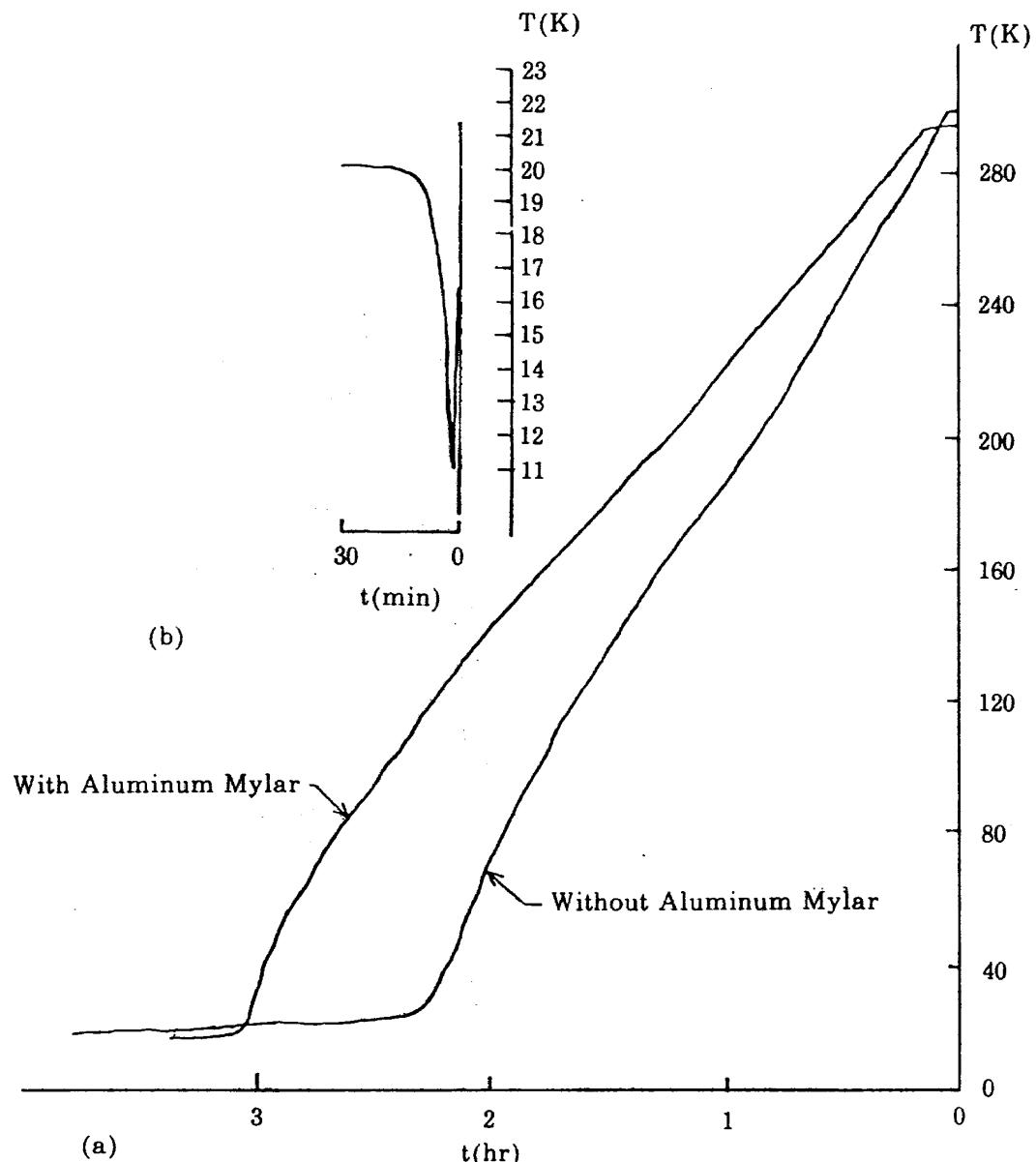


図8 クライオスタットの降温特性

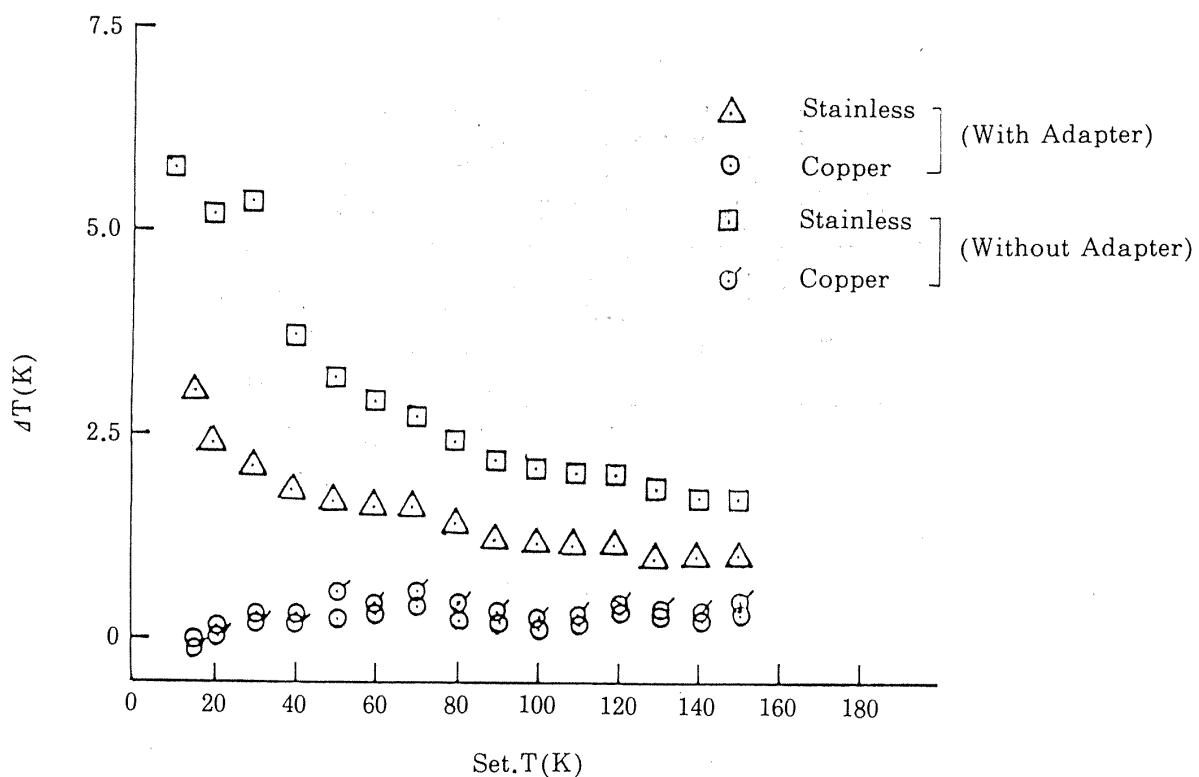


図 9 内筒の効果

ついのために、均温銅ブロックおよびリード線をアルミマイラで包んだ場合は、20Kまで降温するのに約3時間、そうでない場合は約4時間要した。次に、銅製とステンレス鋼製の2種類の内筒を用いてクライオスタットを20Kまで降温し、その後に任意の設定温度に昇温して安定した時の均温銅ブロックの温度を基準温度計で測定し、その結果と設定温度を比較した。結果を図9に、また内筒の外観を図10に示す。図9に記入した ΔT は、均温銅ブロックの温度を基準温度計により測定した結果と設定温度の差である。銅製の内筒を使った場合は、均温銅ブロックの温度は設定温度にほぼ近いことが示された。この結果から、本装置による被較正温度計の較正には、銅製の内筒を使うことにした。なお、各種温度計のリード線は、一度銅ブロックの上端に取付けた中継端子に結び、リード線の自己加熱による温度計への影響(熱侵入)を抑えるために、リード線は中継端子から銅ブロックに数回巻きつけた後、貫通端子へ結ぐことが必要である。以上のこと留意して、クライオスタットを任意の設定温度にした時の到達時間と温度安定性を調べた。図8(b)は、設定温度が20Kの時の制御用温度計の出力である。約10分で均温

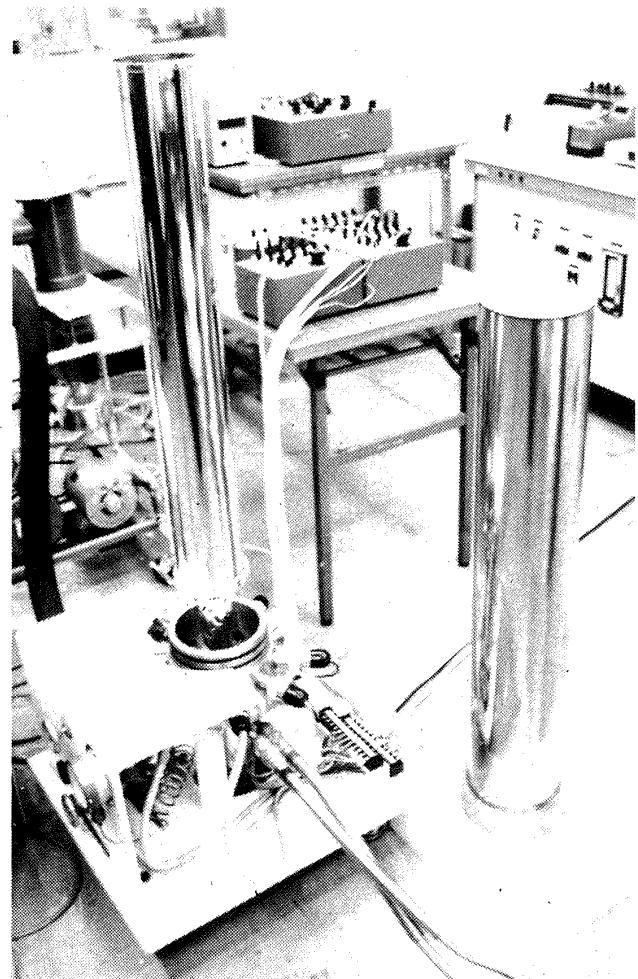


図 10 内筒の外観

銅ブロックの温度が 0.1 K 以内で十分に安定した。

4.2 各種温度計の較正試験

一般に、精密な温度計を使う場合は、その温度計

表 2 白金測温抵抗体の較正結果

	Calibration Sensor		(Calib.T - Ref.T)
	R(Ω)	T(K)	Δ T(K)
Without Aluminum Mylar	28.31	20.41	- 0.39
	52.02	25.03	- 0.08
	92.30	30.09	0.04
	213.78	39.96	0.12
	380.49	49.88	0.17
	787.22	69.96	0.16
	1214.5	89.75	0.08
	1644.7	109.69	0.02
	2069.7	129.68	- 0.01
	2489.6	149.71	- 0.01
With Aluminum Mylar	28.53	20.46	- 0.41
	52.34	25.08	- 0.13
	93.20	30.18	- 0.01
	213.88	39.97	0.17
	381.85	49.96	0.09
	789.10	70.05	0.16
	1215.6	89.80	0.07
	1645.3	109.72	- 0.03
	2069.8	129.69	- 0.02
	2489.5	149.70	0.00

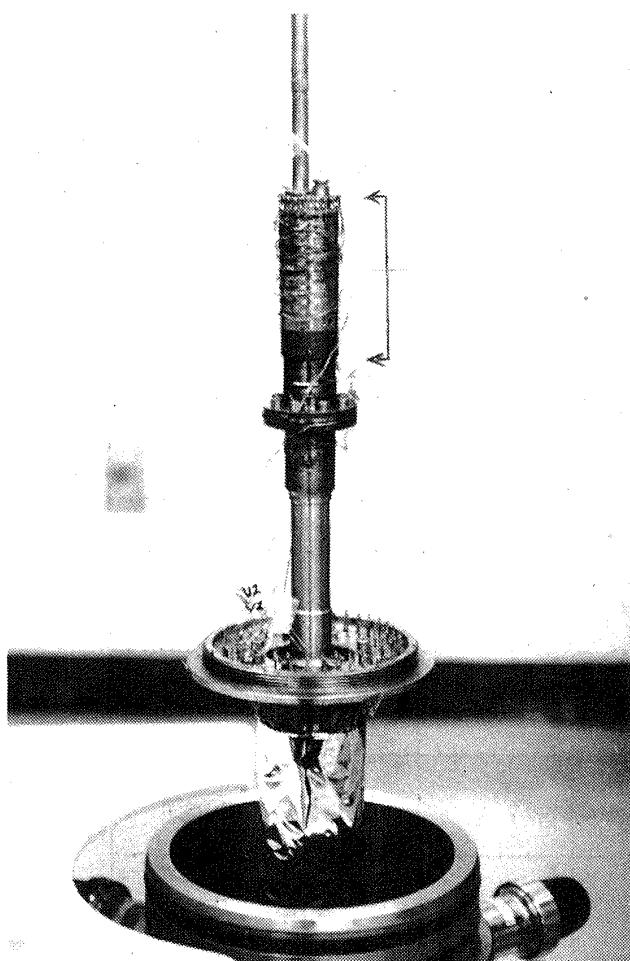


図 11 均温銅ブロックの外観(矢線部分)

の特性つまり再現性、経年変化等についてよく把握しておく必要がある。そこで各種低温用温度計の較正に際して、その点についても吟味した。

最初に、白金測温抵抗体の較正試験を行なった。結果を表 2 に示す。20K 近辺を除いて、相対誤差士 0.2 K 以内であった。20K 近辺で誤差が大きいのは、使用した被較正温度計(白金測温抵抗体、134PM)の形状が大きく、温度計の感温部が十分に冷却されなかったためと推定される。そのため後述する方法にて再度較正を行なってその効果を調べた。すなわち、熱接触部を多くするためのアダプタを均温銅ブロックの被較正温度計挿入部に取付けて較正を行なった。図 11 に、較正に使用した均温銅ブロックの外観(矢線部分)を示す。

次に、図 12(b)に示すダイオード較正用銅ブロックを使って、各種ダイオードの較正を行なった。結果を図 13 に示す。ダイオードの抵抗を測定する電流が大きいと、ジュール熱による温度上昇のために正確な温度を与えないで、ダイオードに流す電流を 10 μ A に押えた。ダイオードの較正結果を検討するために、液体酸素(較正を行なった時の温度は、それぞれ 90.13K, 90.16K, 90.22K)と液体窒素(77.40 K)にダイオードを直接浸して求めた結果と、図 13 に示した較正結果を比較した。結果を表 3 に示す。各ダイオード共士 0.1 K 以内で一致している。更に、

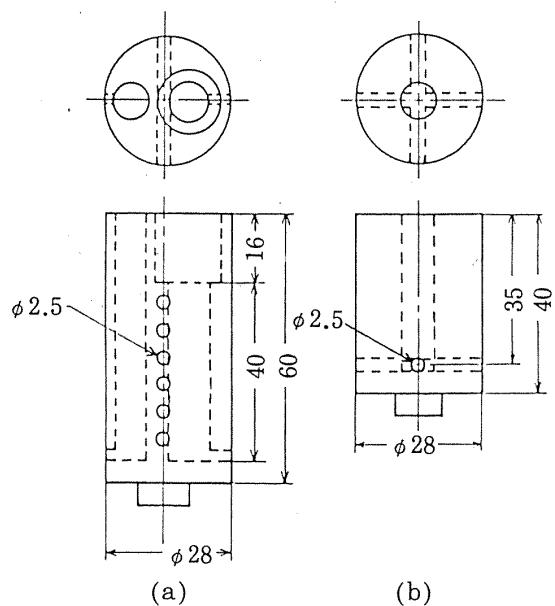


図 12 (a) 温度分布測定用銅ブロック
(b) ダイオード単体較正用銅ブロック

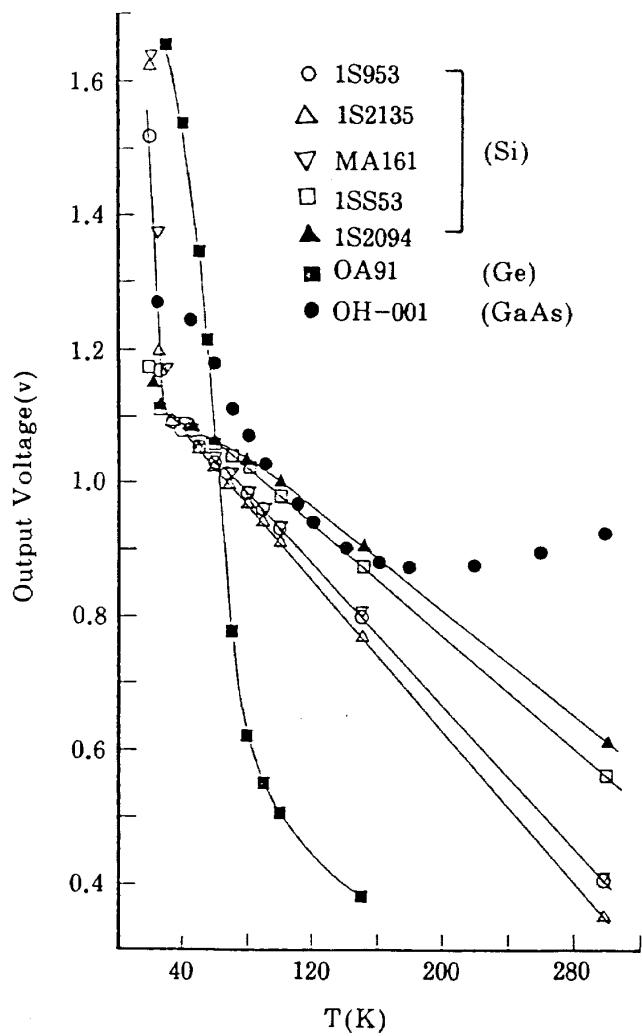


図 13 ダイオードの較正結果

再現性と経時変化についても調べた。図14に、約6ヶ月間の経時変化を示す。図に記入した ΔT は、Si ダイオード 1S-953⁽⁴⁾ を最初に較正してから約6ヶ月後の出力のずれである。このダイオードの較正精度は、先の較正結果から $\pm 0.2\text{ K}$ と判断されたので、図14に示す $\pm 0.2\text{ K}$ 以内のばらつきは誤差の範囲内である。このことから、Si ダイオード 1S-953 は、6ヶ月間では較正結果のずれがほとんどなく、低温用温度計として使用できることが示された。

次に、一般に低温用としても用いられている C C および C A 熱電対を較正して、熱電対の低温度における特性を調べ、低温度測定に熱電対を使う時の要点を検討した。まず、較正する熱電対を液体窒素に挿入して熱電対の感温部と冷接点と同じ温度にした時の出力（以後零バイアスと言う）を求めた。結果を表 4 に示す。

C C および C A 熱電対でそれぞれ約 0.2 K と 0.4 K であった。また、液体窒素に基準温度計と熱電対を挿入し、その出力の差を液体窒素温度におけるバイアスとした。このバイアスは、個々により差はあるが、最大で $+2\text{ K}$ であった（液体酸素による結果でも、ほとんど同じであった）。次に、本装置により熱電対を $70\text{ K} \sim 120\text{ K}$ まで較正し、較正結果を先の液体窒素温度におけるバイアス分で補正した。結果を図15に示す。図に記入した ΔT は、基準温度計と

表 3 ダイオードの液体酸素・液体窒素温度における較正結果

Diode	L O X			LN ₂		
	Ref.T (K)	Cal.T (K)	ΔT (K)	Ref.T (K)	Cal.T (K)	ΔT (K)
1S2135-(1)	90.22	90.21	-0.01	77.40	77.36	-0.04
1S953-(1)	90.13	90.11	-0.02	77.40	77.40	0
MA161-(1)	90.16	90.10	-0.06	77.40	77.32	-0.08
1SS53-(1)	90.22	90.29	0.07	77.40	77.37	-0.03

表 4 热電対の零バイアス

No.	CA		CC	
	V(μV)	T(°C)	V(μV)	T(°C)
1	13	0.33	-5	-0.13
2	18	0.46	13	0.33
3	-9	-0.23	8	0.21
4	24	0.62	2	0.05
5	11	0.28	-7	-0.18

熱電対の測定結果の差で、CCおよびCA熱電対共0.2 Kであった（液体窒素温度におけるバイアスは補正した）。この結果から、熱電対を本装置により較正し、その較正結果を較正温度近辺のバイアスで補正することにより、0.2 K程度のずれで較正が可能であり、零バイアスは無視できることがわかった。次に、低温用温度計として熱電対を使用する際に必要とされるもう1つの特性、経時変化について調べた。図16に、約1ヶ月間における熱電対の経時変化を示す。図に記入した ΔT は、液体窒素に基準温度

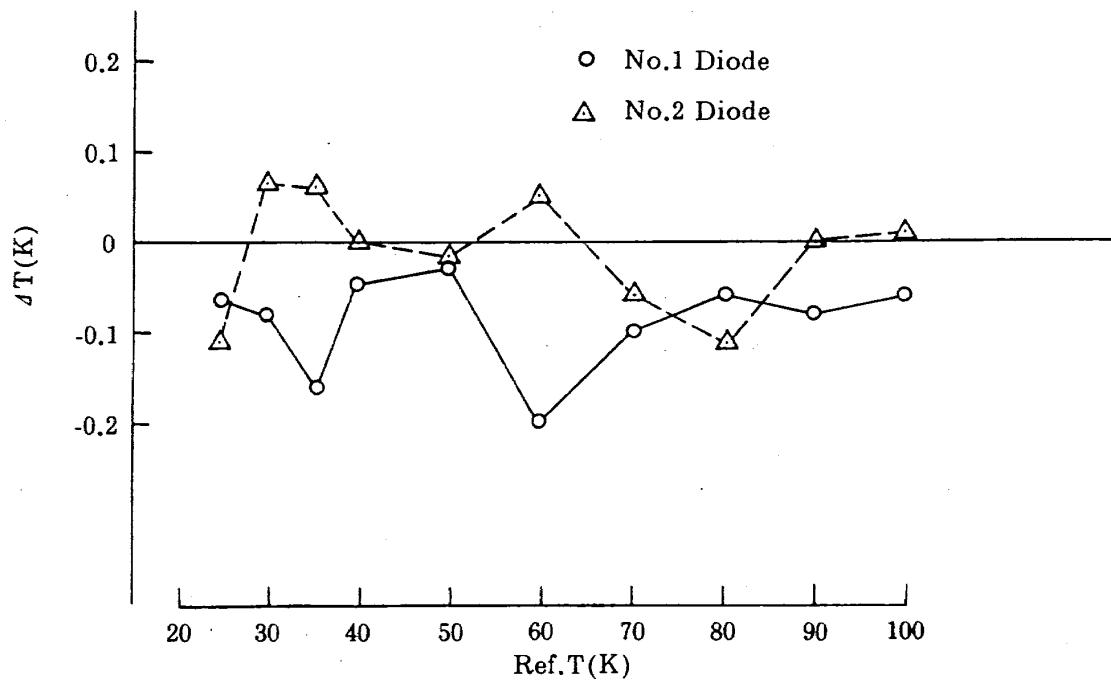


図 14 Si ダイオード 1S-953 の 6 ケ月後における較正曲線からのずれ

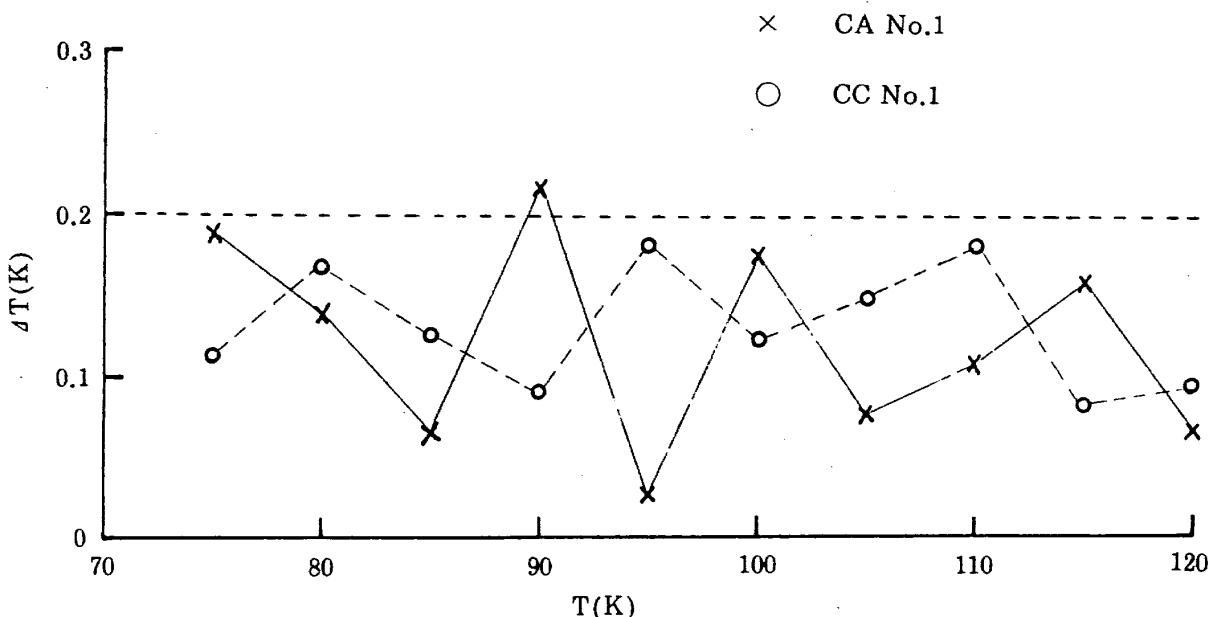


図 15 热電対の較正結果

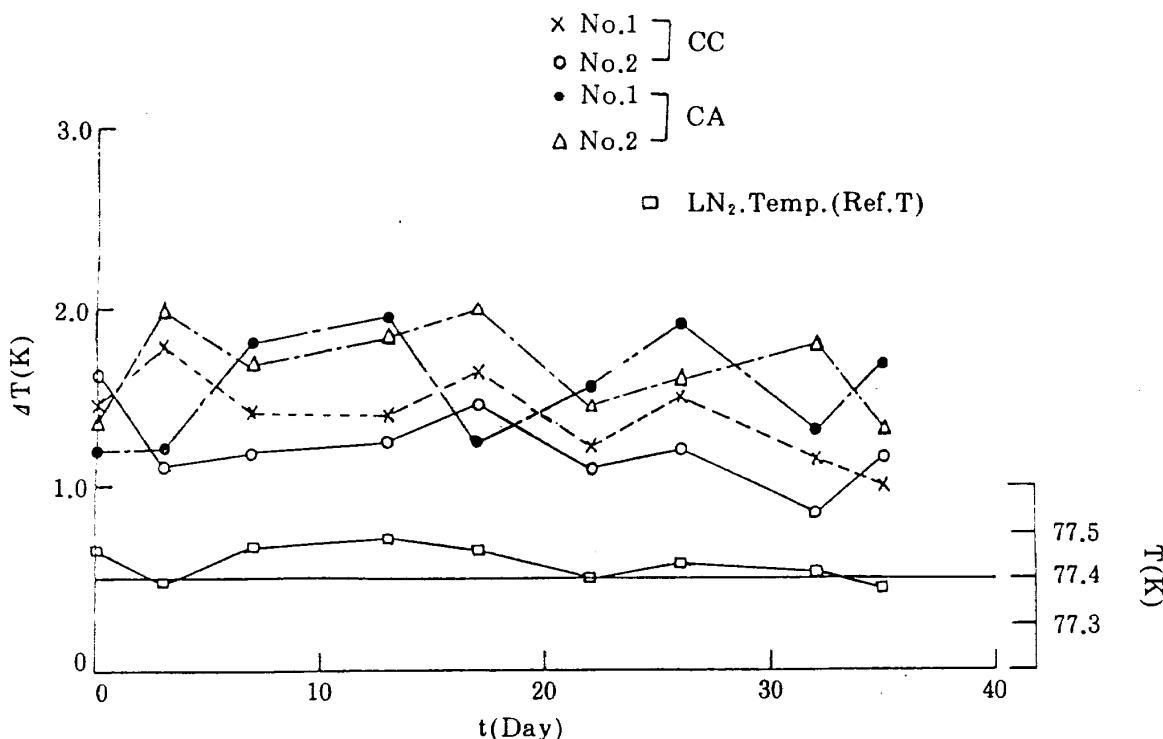


図 16 热電対の経時変化

計と熱電対を挿入して求めた測定値の差で、 t は最初に較正してから経過した時間である。約1ヶ月間ににおける経時変化は約±0.5 Kであった。これらのことから、熱電対は他の温度計に比べて経時変化が大きいので、精度良く使うためには、実験に先だって毎回較正する必要があることがわかった。

被較正温度計の感温部が十分に冷却されなかったり、均温銅ブロックへ挿入した温度計の長手方向に温度差があると、被較正温度計の温度が設定温度と同じ温度にならない。そこで、均温銅ブロックの長手方向へ等間隔に6ヶの径2.5mmの穴をあけて、そこへ温度計を挿入し、各点の温度を測定することにした。そのためには、まず均温銅ブロックの各点の温度を測定するのに適した温度計を選ぶ必要がある。Siダイオードは先の較正結果からわかるように、再現性がよく、小型で熱容量が小さいので局部温度の測定用として適しており、また温度測定範囲内においてダイオードの順方向電圧 V_F の変化が温度に対してほぼ直線的であるので、均温銅ブロックの各点の温度測定用としてSiダイオードを使うことにした。均温銅ブロックに被較正温度計を挿入しない場合の結果を図17に示す。図17に記入したRef·Tは、均

温銅ブロックの温度を基準温度計により求めた測定値、 ΔT は均温銅ブロックの各位置(No.1, 4, 6)の温度を先に較正した各ダイオードによって求めた測定値とRef·Tの差である。No.1の位置は、銅ブロックの最下部にあたり、各位置の出力は基準温度との差が±0.2 K以内でばらついている。次に、被較正温度計を挿入した場合の均温銅ブロックの各点の温度を測定し、挿入による均温銅ブロック長手方向の温度の乱れについて調べた。結果を図18に示す。基準温度計とのばらつきは、各位置共±0.2 K以内である。ダイオードの較正精度は±0.2 Kであるので、以上の結果から均温銅ブロックの長手方向には温度差は認められないことがわかった。つまり、使用した均温銅ブロックで被較正温度計を±0.2 K以内で較正できることが示された。

更に、低温用温度計を使って低温流体を正確に測定する場合は、測定する流体と温度計の接触部を多くすることが望ましいのであるが、実際の測定にしては、液体の流れる配管の太さなどによりその接觸部が制約されることが多い。そこで、正確な温度を示すのに必要な最低限の温度計の配管内挿入深さを、本装置により模擬的に被較正温度計の均温銅ブ

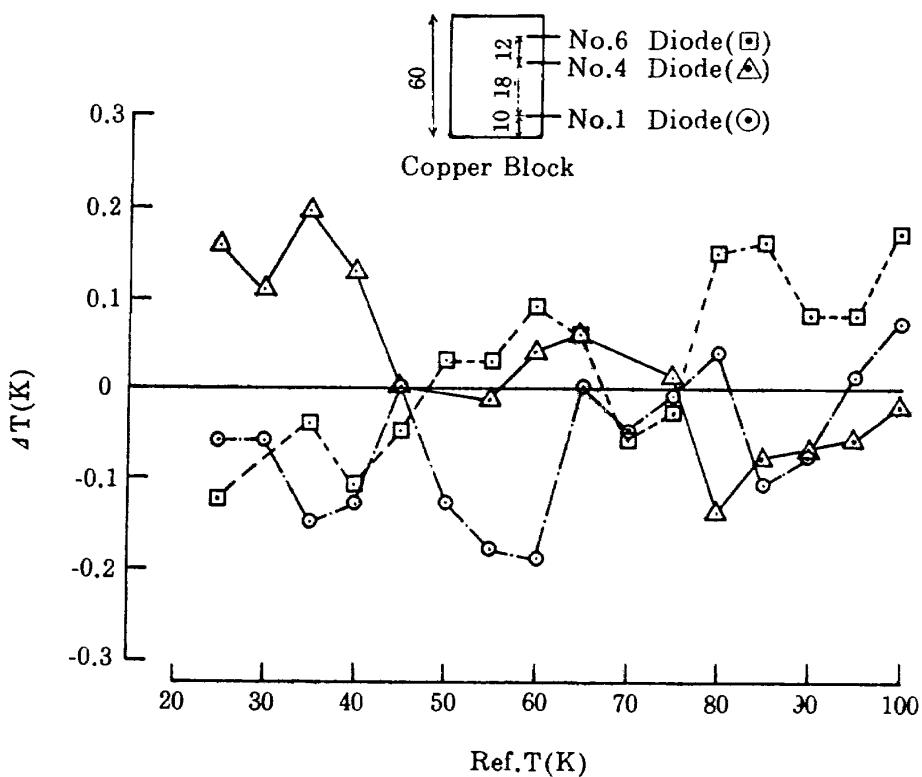


図 17 被較正用温度計を挿入しない場合の均温銅ブロックの温度分布

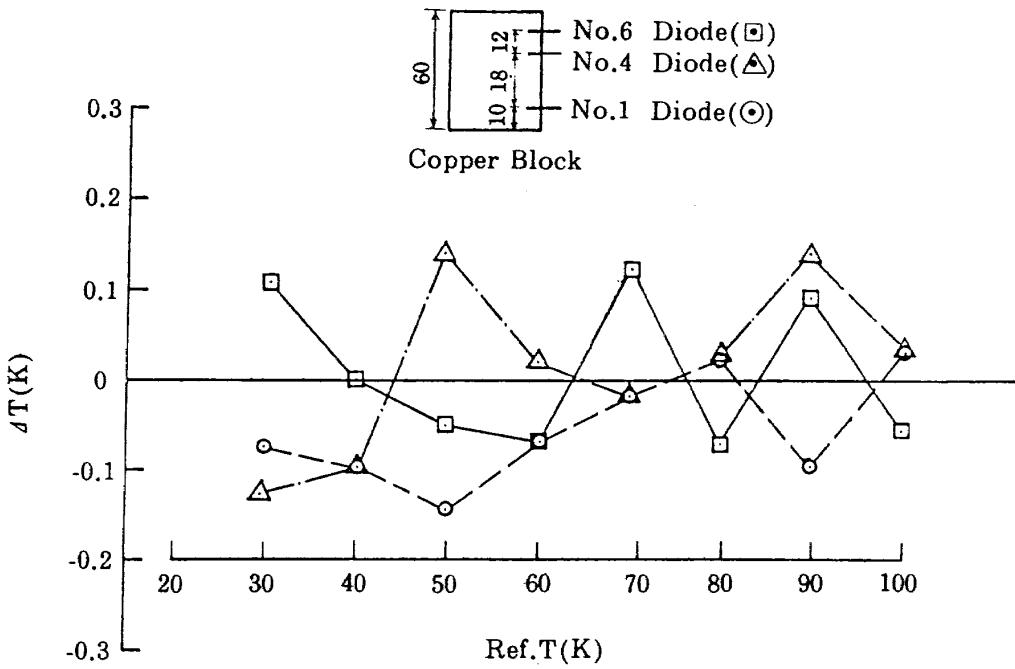


図 18 被較正用温度計を挿入した場合の均温銅ブロックの温度分布

ロックへの挿入深さを変えることにより調べ、それと並行して本装置で較正試験を行なう場合の温度計挿入深さについても検討した。被較正温度計の均温銅ブロックへの挿入部長さを変えるのに、アダプタ（銅管）を用いた。アダプタの例（外径 8mm、内径 3.3mm、長さ 80mm）を図 19（矢線部）に示す。図

20に示す結果から、アダプタを使用した場合、すなわち被較正温度計の保護管部長さの $\frac{1}{3}$ 以上を測定部に挿入した場合は、アダプタが無い場合に比べて基準温度計からの偏差の少ない較正結果が得られ、均温銅ブロックの温度差も無く、 $\pm 0.2\text{ K}$ 以内の精度で較正が行なえることが示された。配管内を流れて

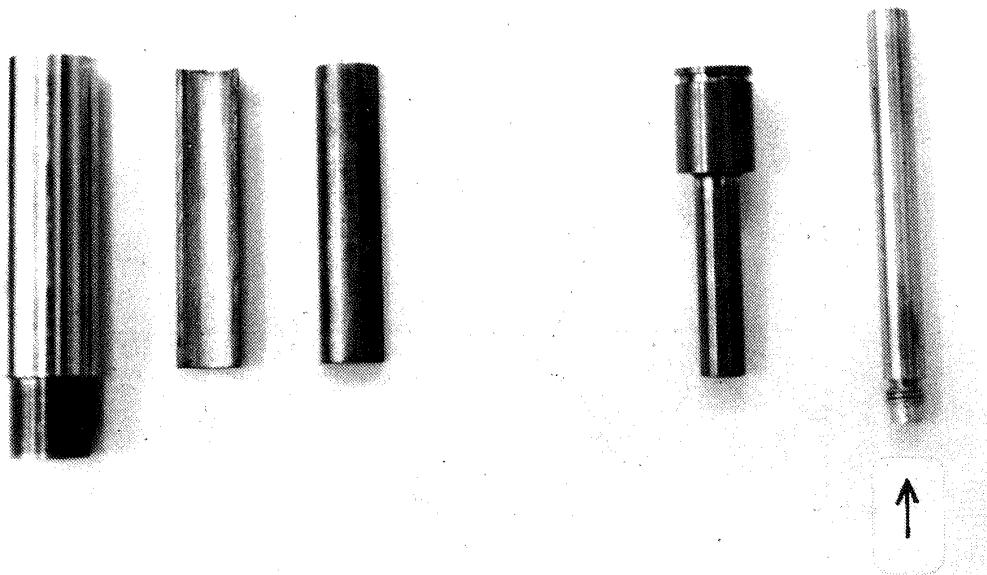


図 19 均温銅ブロックに取付けた銅管

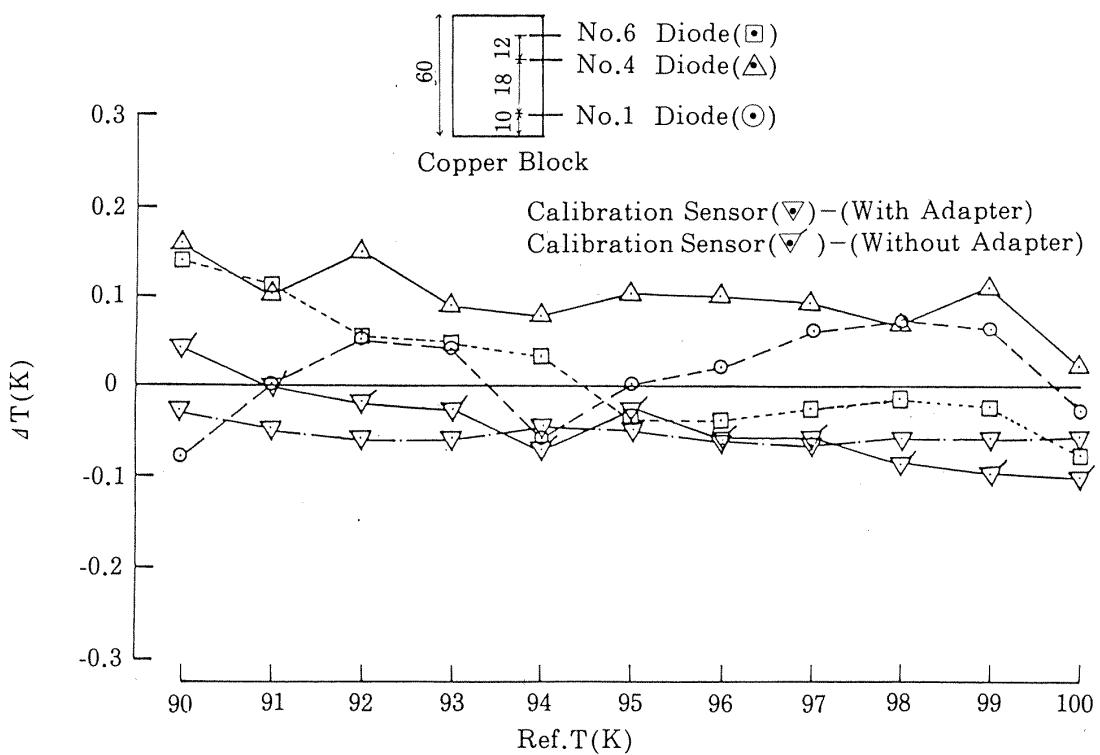


図 20 被較正用温度計を挿入した場合の均温銅ブロックの温度分布(銅管の効果)

いる低温流体の温度を測定する場合は、本装置による較正方法とは条件が少し違うが、ある程度の目安になるものと思う。ここでは、配管内の低温流体の温度分布は無いものと仮定したが、これに関する検討は以前較正したSiダイオード1S-953を使って以後検討する予定である。

以上のこと留意して、液体酸素ライン及び液体水素ライン温度測定部のEND-TO-END較正を行なった。較正結果の一例を表5に示す。ここで、クライオスタットで較正を行なった被較正温度計を、液体酸素及び液体水素ライン温度測定部の計測用リード線に結び、計測室でデータを取得して求めた温

表 5 液体酸素ライン及び液体水素ライン温度測定部のEND-TO-END較正

	Calibration Sensor			(B-A)
	Test room(A)		Meas. room(B)	
	R(Ω)	T(K)	T(K)	ΔT(K)
LOX Line	25.222	91.85	91.75	-0.10
	26.080	93.84	93.84	0.00
	26.904	95.75	95.73	-0.02
	27.750	97.72	97.56	-0.16
	28.627	99.76	99.59	-0.17
LH ₂ Line	26.500	19.92	19.92	0.00
	34.196	21.80	21.73	-0.07
	43.406	23.60	23.60	0.00
	55.824	25.61	25.73	0.12

度と、クライオスタット側で測定した温度の差を ΔT で表わした。END-TO-END較正の精度は、±0.2 Kであった。

5. 結 論

可搬形低温度較正器を試作し、装置の単体較正試験および20K～150Kの温度範囲における各種温度計の較正試験を行なった。この試作研究における主な成果として、次の様な事項を挙げることができる。

(1) 試作した較正器では、温度を設定してから約10分後に均温銅ブロックの温度は設定温度±0.1 K以内で十分に安定することが示された。

(2) 本装置を使って、Siダイオード1S-953の較正を行なった結果、較正精度は±0.2 K以内であり、再現性がよく、また約6ヶ月間における経時変化もほとんど無かったので、本装置によりダイオードの較正を行ない、抵抗と温度の関係を多項式近似してプログラム(付録1)に組み込めば、後に測定した抵抗値から信頼のおける温度の値を得ることができ、液体酸素および液体窒素温度近辺の温度計としてSiダイオードが使用できることがわかった。

(3) 熱電対を、液体窒素に挿入して求めた熱電対のバイアスを、本装置による較正結果に補正することにより、70K～120Kの温度範囲において約0.2 Kの誤差で熱電対を較正できることが示された。

(4) 本装置を使いEND-TO-END較正を行なっ

た結果、約±0.2 Kの精度で較正できることを確認した。

(5) 較正を行なったSiダイオードを使って均温銅ブロックの長手方向の温度差を調べた結果、温度のバラツキは±0.2 K以内であり、温度計および計測系の精度を考慮に入れると均温銅ブロック内の温度はほぼ一様であることが示され、試作した均温銅ブロックは被較正温度計の較正用銅ブロックとして十分使用できることが示された。

(6) 低温用温度計を使って低温部の温度を測るために、温度計の保護管部の $1/3$ 以上を測定部に挿入することが望ましい。

(7) 本装置により、各種温度計を較正した結果、20K～150Kの温度範囲において較正精度±0.2 Kであった。これは、目標としていた±0.1 Kの較正精度には及ばなかったが、ロケットエンジン性能値評価の精度におよぼす温度計の較正精度(±0.2 K)を検討した結果(付録2参照)，ほとんど影響のないことが示された。

6. おわりに

この可搬形低温度較正器を行なうに当り、またそれをまとめるに当たり適切な助言をいただいた航空宇宙技術研究所・角田支所の宮島博研究調整官に感謝の意を表する。また、本装置の製作に当って千野製作所株式会社に協力していただいたことを付記する。

参考文献

- 1) R.J.Corrucini ; Temperature Measurements In Cryogenics Engineering
- 2) G. Klipping, D. Vetterkind, and G. Walentowitz ; Cryogenics April (1965) An Electrical Temperature Control for Continuous Flow Cryostats between 4.2K and 293K.
- 3) 能登宏七；Vol. 14 No. 2 (1979) 低温工学，簡単で便利な低温実験用回路集
- 4) 能登宏七；Vol. 9 No. 9 (1974) 固体物理，市販のスイッチング・ダイオードの低温用温度計としての特性

- 5) D.W.Osborne et al ; Rev. Sci. Instr.38 (1967) 159
Calibration and Use of Germanium Resistance Thermometers for Precision Heat Capacity Measurement from 1 to 25K.
High Purity Copper for Interlaboratory Heat Capacity Comparisons.
- 6) G.Ahlers and J.F.Macre ; Rev. Sci. Instr. Vol.37 (1966) 962
Temperature-Resistance Relation for Germanium Thermometers.
- 7) 宮島 博, 他; 液体酸素・液体水素小型高膨張燃焼器の実験(1), 航技研報告 TR-662 (1981)

付録1. ダイオード温度計の抵抗-温度の関係

Si半導体センサーは, 先に示した様に比較的広い温度範囲をカバーし, 熱サイクルに対しての再現性が非常に良いので, 前もって試作した較正器により較正を行ない, 抵抗-温度の関係を多項式近似しプログラムに組み込んでおけば, 實際の計測時には測定した抵抗値から信頼のおける温度の値を得ることができる。Ge, Si, Ga As 等の半導体センサーにおいては, 抵抗と温度の関係⁽⁵⁾⁽⁶⁾として,

$$\log R = \sum_{n=1}^N Z_n (\log T)^{n-1} \quad (1)$$

$$(\log R/T)^{1/2} = \sum_{n=1}^N Z_n (\log R)^{n-1} \quad (2)$$

等の多項式近似が用いられている。ここで R は温度計の抵抗値, T は温度, Z は係数である。先に求めた Si ダイオードの較正結果をもとにして(1)式による多項式近似式を求めた。液体水素温度近辺(21K ~ 24K)と, 液体酸素温度近辺(86K~91K)の2つの温度範囲における較正点温度とその温度における

表 6 Si ダイオード 1S-953 を本装置により較正し, 得られた抵抗-温度の関係を(1)式に代入して求めた温度の計算結果 1.

$R_0 * 10^4 (\Omega)$	TC(K)	T0(K)	DELT(K)
12.23	24.26	24.31	-0.05
12.31	24.12	24.19	-0.07
12.41	23.95	23.90	0.05
12.51	23.77	23.79	-0.02
12.61	23.60	23.59	0.01
12.69	23.45	23.39	0.06
12.78	23.29	23.25	0.04
12.88	23.10	23.05	0.05
12.90	23.06	23.01	0.05
13.09	22.69	22.70	-0.01
13.21	22.46	22.40	0.06
13.34	22.19	22.20	-0.01
13.41	22.04	22.05	-0.01
13.47	21.91	21.98	-0.07
13.60	21.62	21.72	-0.10

$$AV = 0.04 (K)$$

表7 Siダイオード1S-953を本装置により較正し、得られた抵抗-温度の関係を(1)式に代入して求めた温度の計算結果2.

$R_0 \times 10^3 (\Omega)$	TC(K)	T0(K)	DELT(K)
95.83	90.94	91.20	-0.26
95.86	90.86	90.10	-0.13
95.93	90.66	90.80	-0.14
95.97	90.54	90.60	-0.06
96.01	90.43	90.40	0.03
96.07	90.24	90.19	0.05
96.12	90.09	90.02	0.07
96.22	89.76	89.71	0.05
96.31	89.45	89.32	0.13
96.43	89.00	88.80	0.20
96.51	88.68	88.49	0.19
96.61	88.24	88.01	0.23
96.72	87.69	87.62	0.07
96.81	87.16	87.29	-0.13
96.91	86.41	86.69	-0.28

$$AV = 0.13 (K)$$

る測定抵抗値から(1)式を用いて算出した温度とを表6と表7に示す。ここで、 R_0 は較正点での抵抗値、 TC は R_0 に対して(1)式により算出した温度、 $T0$ は較正点での温度、 $DELT$ は較正の温度誤差($TC - T0$)、 AV は温度誤差の平均値 $\Sigma |TC - T0| / L$ (L は較正データの数)である。表4及び表5から、液体水素温度近辺における温度誤差の平均値は約0.05Kであり、また液体酸素温度近辺における温度誤差の平均値は約0.1Kであることが示された。

付録2. ロケットエンジン性能値評価の精度におよぼす温度計の較正精度

ロケットエンジンの性能を評価するのに、一般に I_{sp} が用いられる。 I_{sp} は、エンジンの推力と毎秒当たりの推進薬の質量流量の比で表わされる。NALのロケットエンジン高空性能試験設備を用いたロケットエンジンの燃焼試験における性能値の評価については、すでに報告されている⁽⁷⁾。ここでは、流量計については、電気系の精度(計測システム精度)のみを示し、温度計については、センサーの精度として本装置により較正された精度を用い、計測システム精度と合わせて求め、温度測定の精度が I_{sp} に及ぼ

す効果について検討することにする。

推進薬流量はターピン流量計で体積流量を測定し、流量計部の温度と圧力の測定値から密度を求め質量流量を算出する方法を取っている。質量流量は、 ρ を密度とし \dot{Q} を体積流量とすれば、次式であらわされる。

$$\dot{m} = \rho \dot{Q} = \rho(P, T) \dot{Q} \quad (A-1)$$

また、計測値(x, y, z, \dots)の関係 $f(x, y, z, \dots)$ への分散の伝播は、次式であらわされる。

$$\sigma_f^2 = \left(\frac{\partial f}{\partial x}\right)^2 \sigma_x^2 + \left(\frac{\partial f}{\partial y}\right)^2 \sigma_y^2 + \left(\frac{\partial f}{\partial z}\right)^2 \sigma_z^2 + \dots \quad (A-2)$$

ここで測定値に対する偏差を精度 P_r と定義し、

$$P_{r(\dot{m})} = \frac{\sigma(\dot{m})}{\dot{m}}, \quad P_{r(\dot{Q})} = \frac{\sigma(\dot{Q})}{\dot{Q}}, \quad \text{etc.} \quad \text{とすると(A-1)式は、次式であらわされる。}$$

$$P_{r(\dot{m})}^2 = P_{r(\dot{Q})}^2 + \left(\frac{T}{\rho} \frac{\partial \rho}{\partial T}\right)^2 P_{r(T)}^2 + \left(\frac{P}{\rho} \frac{\partial \rho}{\partial P}\right)^2 P_{r(P)}^2 \quad (A-3)$$

流量計の単体精度は、メーカーの保証値を使用すれば、

$$P_{r(\dot{Q})} = 1.02 \%$$

LOX流量について代表点を、 $T=91K$, $P=55.1 \text{ kg/cm}^2 \cdot \text{a}$, $\rho=1.1486 \text{ kg/l}$ とすれば、

$$P_{r(\dot{m}_{ox})}^2 = P_{r(\dot{Q})}^2 + 0.1446 P_{r(T)}^2 + 0.000092 P_{r(P)}^2 \quad (A-4)$$

となる。また、LOXライン温度測定の総合精度は、

$$\sqrt{(\text{計測システム精度})^2 + (\text{単体精度})^2}$$

ここで、単体精度を本装置による較正精度±0.2Kとすると、

$$\text{総合精度} = \sqrt{(0.12)^2 + (0.2)^2} \cong 0.23K$$

$$P_{r(T)} = (0.23/91) \times 100 = 0.25 \%$$

$$P_{r(\dot{m}_{ox})} = \sqrt{(1.02)^2 + 0.009} = 1.024 \% \quad \text{となる。}$$

この結果からわかるように、本装置による温度計の較正精度は $P_{r(\dot{m}_{ox})}$ に影響をおよぼさないほど十分な精度の値であることがわかる。(A-4)式に示すように、圧力測定の精度は \dot{m}_{ox} の精度に影響をおよぼさないので、更に精度よいロケットエンジンの性能値評価のためには、推進薬の体積流量の測定を行なう場合の流量計の精度向上を計ることが必要である。

航空宇宙技術研究所報告 791号

昭和 58 年 11 月 発行

発行所 航空宇宙技術研究所
東京都調布市深大寺町 1880

電話 武藏野三鷹 (0422)47-5911(大代表) 〒182

印刷所 株式会社 三興印刷
東京都新宿区信濃町 12 三河ビル

Printed in Japan