

# 77~300开范围内连续可调的低温恒温器

Hamadi Abachi

## 一、前言

在液氮和室温之间能进行的所有物理和化学实验，对流体热力学测量要求控温具有最高稳定性和准确度。此外，当流体样品封密在高压泡室时，这些实验往往需要大的容积。本文中，我们对用于这种热力学测量的现有低温恒温器给予评述。这些低温恒温器都是些需要调整压力或真空的复杂装置。况且，如果不更换低温液体就不能在整个温度范围内工作。我们的装置避免了这些不便，且得到的温度稳定度可与最好的恒温器相比。

## 二、可在液氮和室温之间工作的各种类型低温恒温器

低温恒温器可分为五种主要类型：

- (1) 用低温液体浸泡的恒温器；
- (2) 热漏式恒温器；
- (3) 带致冷器的恒温器；
- (4) 混合法恒温器；
- (5) 液体循环式恒温器。

### 1. 用低温液体浸泡的低温恒温器

这种低温恒温器最广泛、最通用。装置浸在低温液体中，通常用液氮。当缓慢地沸腾时，液氮给出一个固定温度(图1)。通常，一个双层壁的容器把液体与装置隔开。两壁之间的空间可抽空或充气。这种气体在可变压力下，可调节热交换。在装置周围或里面，有一个或多个加热元件把温度调到并稳定在一个规定值上。根据这些元件的分布，可抵消装置的温度梯度。这种类型低温恒温器一般用液氮进行工作，但也可借助液氢或液氦用于更低的温

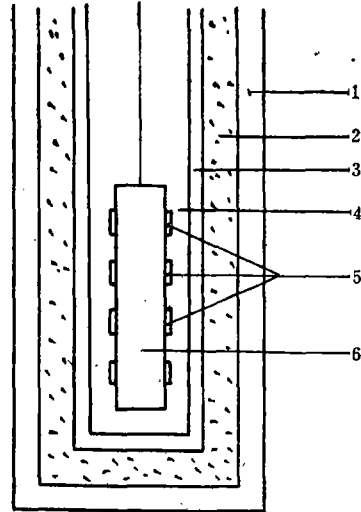


图1 用低温液体浸泡的低温恒温器。

- 1——杜瓦瓶；2——液氮；3——干燥气体或真空；  
4——干燥气体、真空或液体槽；5——加热器；  
6——中心室。

度。表1示出浸泡式低温恒温器的主要特性。经仔细分析，作出如下评论：

(1) 这些低温恒温器只能用于冷却容积小于给出良好热稳定性的低温液体的容积，为了冷却几升的容积，就需要体积庞大并且笨重的低温恒温器。

(2) 不太适合于大的温度范围。因为传热条件取决于温度。在较低的温度，室和冷却壁之间必须有良好的热传导。在较高的温度，必须有某种保温层，以避免氮的沸腾造成的不稳定和梯度。

(3) 通过调节中间空间里的压力或真空，可获得另一些的条件。不然，就必须更换冷却液体。然而，这不是解决的办法。同时不允许

连续工作。

(4) 然而,这些恒温器的确能为温度的稳定性和梯度提供良好条件。

### 2. 热漏式低温恒温器

这类装置要冷却的泡室安在杜瓦瓶内,只有较低的部分是浸在液氮中。这种装置必然会引起室内的温度梯度。用高热导率的金属把泡室加工成最低和最紧凑的形状,就可减轻这一缺点。

从表1中,可看出热漏式低温恒温器的主要特性在于,其稳定性不如浸泡式好。而且,热漏式低温恒温器确实也未在室温附近用过。

### 3. 带致冷器的低温恒温器

致冷器的冷凝箱在低温槽内,或者用泵使低温液体在低温恒温器和致冷器之间循环。在这两种情况下,用电加热来改进温度的稳定性。这些装置(表1)在室温附近可给出良好的结果,但是不能在低于干冰/丙酮混合物的温度下工作。

### 4. 混合法低温恒温器

对190~273开的温度范围,Leadkelter和Thomas(1965)曾以不同的方法制作了一台复合装置。他们用冰/水和干冰/丙酮混合物固定温度的两个槽在190开和732开得到稳定的温度。对于中间的温度,用氟利昂12的槽由蛇形管内一股冷空气调节的致冷器来冷却,冷空气的流速由氩蒸气压温度计控制。

### 5. 液体循环式低温恒温器

用这种低温恒温器时,用冷却的气氮或液氮的循环使装置保持在低温下。当液氮循环时,由蒸发致冷。加上电加热,就可给出很好的稳定性。由于不要更换液体和调节系统,所以是唯一能给出液氮和室温间全部温度的装置。此外,不限制被冷却装置的体积。这种低温恒温器不用像酒精或戊烷之类的有机液体。也允许在较高温度和室温附近工作。这些至关重要的特性说明我们为什么会选择这种低温恒温器。

## 三、连续可调式低温恒温器

### 1. 原理

这种低温恒温器依靠液氮循环和蒸发原

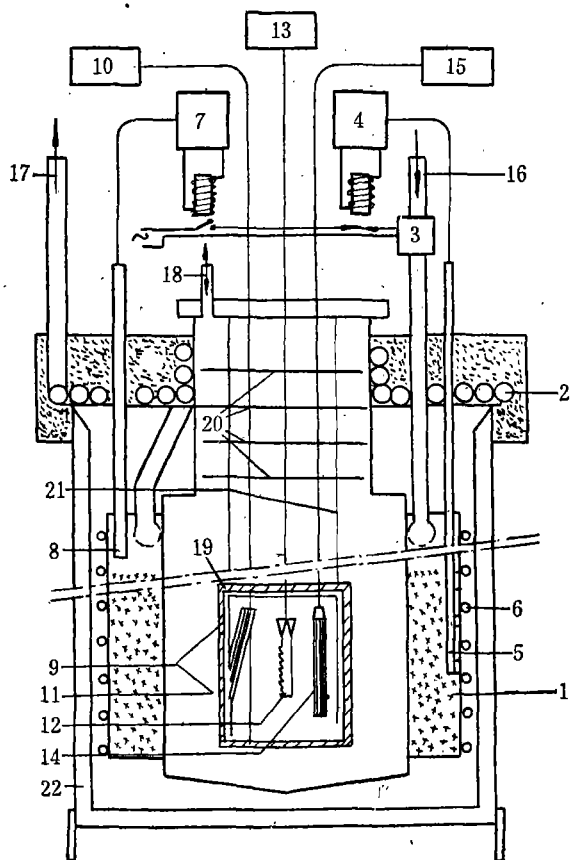


图2 连续可变式低温恒温器

- 1—环形箱; 2—蛇形管; 3—电磁阀;
- 4—电子温度调节器; 5—电阻温度计;
- 6—加热电阻; 7—电子液面调节器;
- 8—液面探头; 9—由两个电阻构成的加热器;
- 10—电子微调温度调节器; 11—三支串联热电偶;
- 12—铂电阻温度计; 13—史密斯电桥;
- 14—差动热电偶; 15—微伏计; 16—氮输入;
- 17—氮输出; 18—氮输入和输出; 19—绝热层;
- 20—辐射防护屏; 21—支持杆; 22—耐杜瓦容器。

理,是一种双层恒温器(图2)。外恒温器容纳可控的液氮流量,使温度保持比所要求的温度低几度。内恒温器由一个用电子调节器所监控的电阻来加热的金属块组成。这台装置可在任何温度上使中心室和冷却壁之间保持相同温差。这些条件允许在整个范围内进行正当的温

度控制。

## 2. 技术部分 (图2)

氮在环形箱 (1) (外恒温器) 内蒸发, 箱里用紫铜屑和细金属网充满, 以增大热交换面积。冷气体通过入口周围上部的一根蛇形管 (2) 扩展排出。这样, 可减少向上的热漏, 足以为低温恒温器提供一个口径和小的温度梯度。液氮是通过由电子温度调节器 (4) 控制的阀 (3) 输入的; 调节器 (4) 连接到电阻温度计 (5) 围绕环形箱 (1) 的电阻线圈 (6) 上。当液氮停止输入时, 线圈可加热, 使液氮断续输入所引起的温度波动得到减小。

阀 (3) 也可由接至液面探头 (8) 的液面调节器 (7) 来控制, 如图2所示。因此, 如有必要 (尤其是对氮沸点附近的温度), 可使用我们的低温恒温器而不作任何改进。液面调节器可使液氮保持在恒定的液位上。当这一低温恒温器通过循环和蒸发进行工作时, 液面探头可防止液氮溢流。

在两个恒温槽之间的空间充氦气, 氦气的压力用一个大橡皮气球保持在一个大气压左右。这样, 可以防止水的冷凝和结霜, 并可保障低温恒温器的两个主要部分之间有良好的热传导。这一简单的装置使我们能够调整传热, 传热速率由低温恒温器两个部分之间的温差来调节。当温差约为5至10开时获得最好的调节。

加热器(7)由接至热电偶(11)的电子调节器(10)来监控。这一加热器由两个电阻构成。这些电阻可人工平衡中心室里温度梯度。事实上, 这一梯度的修正始终是很小的。可以证实: 低温恒温器顶部带冷氮气循环的系统设计是成功的。

接至史密斯电桥(13)的铂电阻温度计(12)用来测量容积约2升的中心室内的温度。对小于0.01开的温差来说, 能给出0.001开的稳定性, 温差用串联到一个微伏计(15)的五支差动热电偶(14)来测量。

## 四、结论(略)

表 1 不同类型的低温恒温器

参考文献	温度范围 (开)	有效容 积(厘米 <sup>3</sup> )	温度稳 定性 (开)	温度梯度	备 注
浸泡式低温 恒温器 Michels等 (1942) Michels等 (1952)	95~300	250	0.001	—	低温恒温器内部用真空套同冷却液体隔开, 用经过有力搅拌的液体充满。由调节器监控的电加热器保证温度的稳定性。采用两种冷却液: 酒精或干冰与丙酮的混合物用于较高温度, 液态空气用于较低温度。
Uhlir (1952)	77~190	2000	—	—	无夹层真空铝泡内部套, 是有效容积, 没有任何调节系统时, 会缓慢升温。
Goodwin (1961) Webez (1970)	54~300	400	0.0015	—	可抽空的紫铜容器把测量室密封。在室的顶部是一个由液氢充满的箱, 用于200以下的温度, 由一个电加热器控制温度。
Van Itterbeek等 (1963)	90~190	250	0.01	—	温度由电子调节加热器控制, 没有中间真空绝热层。
Saji和 Kobayashi (1964)	78~90	200	—	—	测量室浸没在纯液氧中, 其蒸汽压由调节阀控制。
Street (1965)	66~120	50	0.002	—	冷却液蒸汽压的调节保证低温恒温器的温度控制。
Naugle (1966)	84~90 和112	2000	—	—	样品室浸没在含富氧的液空气中, 调节氧含量可以决定温度, 112开是用液态甲烷槽获得的。
Lim和Aziz (1967)	77~150	50	0.003	—	由充氮气的一

续表1

参虑文献	温度范围 (开)	有效容 积(厘米) <sup>3</sup>	温度稳 定性 (开)	温度梯度	备 注
			接近冷 冻剂的 温度		个夹层紫铜套可在测量室和冷却液之间进行热交换,电加热器由调节器监控,以获得稳定温度,对于较高的温度,按照热漏原理使用低温恒温器。
Van Witzzenburg和Stryland (1968)	96~150	500	>0.01	—	中间空间抽真空或充氮气,温度用电子调节加热器控制。
Goldman和Screase (1969)	80~150	650	0.01	—	在倒满液氮的一个杜瓦瓶中,装着充满液氧(低于90开)或液态丙烷的另一个杜瓦瓶,温度由桥式电路和电加热器控制。
Crowford和Danils (1969)	95~210	100	>0.01	—	夹层真空套把液氮同充进干燥氮气的空间隔开,在这空间中设置测量室,几个电加热器保证温度和温度梯度的控制。
Theeuwes和Beasman (1969)	77~300	500	0.001	0.001~0.003	真空套把测量室同液氮隔开,电气法控制,安在测量室上的另一个带加热器的调节器保证精细的温度控制。
热漏式低温恒温器 Naghizabeh和Rice (1962) Lowry等 (1964)	90~200	200	0.05	0.03	热漏是一根用紫铜套包围的黄铜杆,杆的位置决定了热漏的总导热量,电加热器保证测量容器的温度控制。
Grevendonk (1967)	77~150	500	0.05	0.1	热漏是一根可动的金属杆,选择的金属决

续表1

参虑文献	温度范围 (开)	有效容 积(厘米) <sup>3</sup>	温度稳 定性 (开)	温度梯度	备 注
					定了热交换,电气调节器保证温度控制。
Cowan和Ball (1972)	90~150	1000	0.02	—	温度用电气方法由一个与Goodwin (1961)用的类似装置来控制。
带致冷器的低温恒温器 Hoover (1965)	130~273	5000	0.0005	—	两级串联制冷系统用氟利昂 <sub>22</sub> 和氟利昂 <sub>13</sub> 作为制冷剂进行工作。另一个蒸发器浸没在一个装有经搅拌的异戊烷和异己烷混合物的杜瓦瓶中。电加热器可作温度微调。
Malbunot等 (1968)	190~350	500	0.005	0.01	由制冷器冷却在一个受控温度上的甲醇,在密封于杜瓦瓶里的铜块循环。
混合法低温恒温器 Leelbeter和Thomas (1965)	190~273	50	0.04	—	测量容器浸没在搅拌着的CF <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> 液体槽中。在浸泡的蛇形管里循环的冷空气流由氦蒸汽压温度计控制。温度计保证在所要求的温度的稳定性。273开和189开用冰槽和被搅拌的干冰/丙酮槽来获得。
流体循环式低温恒温器 Zeibland和Buston (1955)	80~200	600	—	—	控制通过密封在铝块中的蛇形管里的液氮流量确保温度的冷却和控制。

续表1

参考文献	温度范围 (开)	有效容 积(厘米) <sup>3</sup>	温度稳 定性 (开)	温度梯度	备 注
Boon(1964)	75~125	1500	0.01	—	冷却液流过固定在测量容积上部的蛇形管,可调电加热器保证精细的温度控制。
Baileg和 Keltner (1968)	90~300	300	0.1 用手控 更好	—	温度由调节通过恒温的液氮流速来控制;用手动控制器得到好的稳定性。
Furtabo (1976)	70~300	50	—	—	调节流过测量室的冷却氮气流量保证温度的冷却和控制;用调节电加热器得到好的稳定性。
koponev和 Shubin (1977)	77~400	5	0.5	—	液氮箱在该恒温器上部,由针阀控制在测量容积顶部流下和蒸发的液氮;电加热器

续表1

参考文献	温度范围 (开)	有效容 积(厘米) <sup>3</sup>	温度稳 定性 (开)	温度梯度	备 注
					和可控的冷却氮源可保证温度的控制。
液态空气低 温槽BRT和 控制装置 C <sup>12</sup>	150~300	5000	0.2	以测量室 本身为限	受断-通控制的液氮流在浸没在液体恒温槽(酒精混合物)里的紫铜蛇形管中蒸发,断-通调节加热器可使温度定稳。
连续可调式 低温恒温器	77~300	2000	0.001	>0.01	受调节的液氮流在环形箱中蒸发,从而保持给定的温度,箱的内部充氮并装有测量装置,温度的微调用电子调节器控制的加热丝获得。

邱百存、刘宝明译自“J. Phys. E”  
1979, 12, No.8, 706~711, 宋德华校

(上接第61页)

## 七、质量计量专家会议

自从国际计量局成立以来,质量计量的千克基准,其准确度和稳定性是最好的,几乎没有什么变化。根据近几年来对法国、毛里求斯、尼日利亚、西德、中国、罗马尼亚、英国、瑞士、捷克、苏联、美国和国际原子能机构的千克基准校准的结果,标准偏差(按两个工作基准的平均值测量千克铂铱合金基准)不到1微克。但是这些工作基准本身的质量,经过33年前国际千克原器的最后一次比对后,目前已知的标准偏差为8微克。

为了实现第十五届国际计量大会决议指出的要求,把国际计量局的工作扩大到质量计量领域,国际计量局于1976年11月召开了一次专家会议。会议就质量计量的现状和今后的发展进行了研究,一致同意成立三个工作小组。第

1工作小组负责拟定空气密度协议公式,以便在不同密度的砝码进行比对时能采用。经过一段时间的工作,第1工作小组提出了空气密度公式,受到部分国家实验室的赞成并且已由国际计量委员会通过。普遍采用这个协议公式可以显著地改善各国质量计量的一致性。第2工作小组负责研究空气密度的实验测量方法。第3工作小组负责研究质量基准的保存。着重研究铂铱合金基准的表面机械加工和精细加工,研究湿度和压力对基准稳定性的影响。继续研究灰尘长期堆积对基准的影响。此外,在测定纯水密度随同位素成分和溶解气体量变化方面继续进行研究。

从以上情况可以看出,第十六届国际计量大会取得的成果对今后计量学的发展将会作出重大贡献。

本刊编辑部编写