



ISTITUTO NAZIONALE DI RICERCA METROLOGICA Repository Istituzionale

Caratterizzazione del bagno Kambic per il mantenimento delle celle del punto triplo dell'acqua

Original

Caratterizzazione del bagno Kambic per il mantenimento delle celle del punto triplo dell'acqua / Lopardo, Giuseppina; Dematteis, Roberto. - (2020).

Availability:

This version is available at: 11696/72898 since: 2022-02-11T11:14:44Z

Publisher:

Published

DOI:

Terms of use:

This article is made available under terms and conditions as specified in the corresponding bibliographic description in the repository

Publisher copyright

(Article begins on next page)

G. Lopardo, R. Dematteis

**<<Caratterizzazione del bagno Kambic per il mantenimento delle celle del
punto triplo dell'acqua>>**

T.R. 41/2020

<<Dicembre 2020>>

Abstract

This report describes the characterization of a new water triple point cells maintenance bath in use at INRiM Primary Thermometry Lab. The bath, model 0B-50/2 TPW manufactured by Kambic, replaces a Isotech bath model 18233 currently out of order. The optimum set point was selected than a study of thermal stability and uniformity was carried out. The radial uniformity was evaluated measuring the temperature inside the 4 cell holders, and the vertical uniformity raising the thermometer along the cell holders axis. The stability was established by evaluating the temperature fluctuations during a 50 hours. The measurements were carried out in cells both during phase transition and not in phase transition (“molten”). Finally the presence of electromagnetic noise, that could influence the thermometer resistance measurements during calibration, was investigated.

We found good results: the bath vertical uniformity is better than 2.6 mK (maximum value measured along 20 cm), the radial uniformity (at the cell bottom) is better than 1.5 mK, and stability is 0.6 mK during 52 hours. These values were measured in “molten” cells and an improvement was visible for cells in phase transition.

Abstract

In questo rapporto tecnico si descrive la caratterizzazione di un nuovo bagno di mantenimento per le celle del punto triplo dell'acqua messo in funzione presso il laboratorio di Termometria Primaria, Temperature Intermedie dell'INRiM. Il bagno della Kambic modello 0B-50/2 TPW va a sostituire quello della Isotech modello 18233, non più funzionante. Oltre a determinare i parametri di lavoro ottimali, è stato eseguito uno studio sull'uniformità spaziale della temperatura all'interno del bagno e la stabilità nel tempo. Il bagno presenta 4 pozzetti predisposti per alloggiare altrettante celle del punto triplo, è stato misurato il gradiente termico tra le 4 posizioni (uniformità radiale) ed anche il gradiente verticale misurando la temperatura lungo l'asse dei pozzetti. Per quanto riguarda la stabilità nel tempo sono state eseguite registrazioni della temperatura per circa 50 ore e valutate le fluttuazioni su tale periodo, le misure sono state eseguite sia in celle in transizione di fase che "sciolte". Infine è stata verificata la presenza di rumore elettrico che potrebbe influenzare la misura della resistenza del termometro in taratura.

I risultati ottenuti sono soddisfacenti, il bagno presenta uniformità verticale entro 2.6 mK (valore massimo misurato lungo 20 cm), uniformità radiale, misurata sul fondo dei pozzetti, entro 1.5 mK e una stabilità di 0.6 mK su 52 ore. Questi valori sono stati ottenuti posizionando il termometro all'interno di celle del punto triplo dell'acqua "sciolte" e migliorano per celle in transizione di fase.

Indice

1. Introduzione
 2. Il bagno di mantenimento Kambic
 3. Parametri del bagno
 - 3.1 Temperatura di regolazione
 4. Uniformità spaziale della temperatura
 - 4.1 Profilo radiale
 - 4.2 Profilo verticale
 5. Stabilità nel tempo della temperatura
 6. Rumore elettrico
 7. Conclusioni
- Bibliografia

1. Introduzione

A settembre 2020 presso il laboratorio di Termometria Primaria per le Temperature Intermedie è stato acquistato un nuovo bagno di mantenimento delle celle del punto triplo dell'acqua Kambic OB-50/2 TPW s.n. 20046536. Il bagno va a sostituire quello della Isotech modello 18233 s.n. 212866-2 non più funzionante.

Sebbene la nuova definizione del kelvin [1] non faccia più ricorso al punto triplo dell'acqua (TPW), questo punto fisso continua a giocare un ruolo fondamentale per la realizzazione della Scala Internazionale di Temperatura del 1990 (ITS-90) [2]. Le funzioni interpolatrici infatti sono definite in base ai rapporti tra la resistenza misurata ai vari punti fissi e quella misurata al TPW.

Il TPW è uno stato fisico unico in cui le tre fasi dell'acqua (solido, liquido e vapore) coesistono all'equilibrio termodinamico. In pratica, il TPW è realizzato usando delle celle sigillate di Pyrex o quarzo contenente 500 cm^3 di acqua di elevata purezza [3] (figura 1). Un pozzetto rientrante, localizzato lungo l'asse della cella, permette l'inserimento dei termometri a resistenza di platino di tipo standard (SPRT) da tarare all'interno della cella. Un mantello di ghiaccio e acqua si produce intorno al pozzetto termometrico. Dopo che il mantello è stato creato, la cella viene posizionata in un bagno di mantenimento che solitamente è fisso a pochi mK al di sotto della temperatura del PTW ($0.01\text{ }^\circ\text{C}$). A questo punto l'equilibrio nella cella fra le tre fasi è stabilito e può essere mantenuto per molte settimane, grazie anche alle prestazioni del bagno.

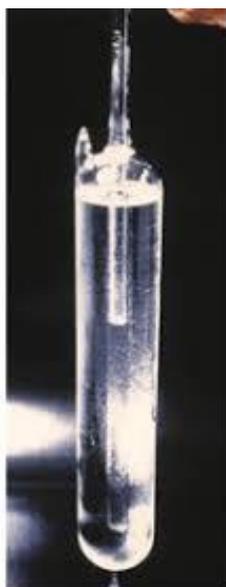


Figura 1: cella di vetro sigillata costruita all'INRiM e contenente acqua di elevata purezza per la realizzazione del punto triplo dell'acqua.

2. Il bagno di mantenimento Kambic

In figura 2 è riportata un'immagine del bagno di mantenimento delle celle del TPW Kambic OB-50/2.



Figura 2: immagine del bagno di mantenimento delle celle del TPW Kambic OB-50/2.

Il bagno è predisposto per contenere 4 celle del TPW. Le celle sono immerse in una miscela di circa 45 l di acqua deionizzata e 7 l di alcool puro al 99.9%. In figura 3 è riportato uno schema della configurazione interna in cui è visibile la struttura a doppio cilindro, il sostegno delle celle del TPW, i pozzetti in cui introdurre i termometri per il pre-raffreddamento e le guide per il perfetto inserimento dei termometri nelle celle

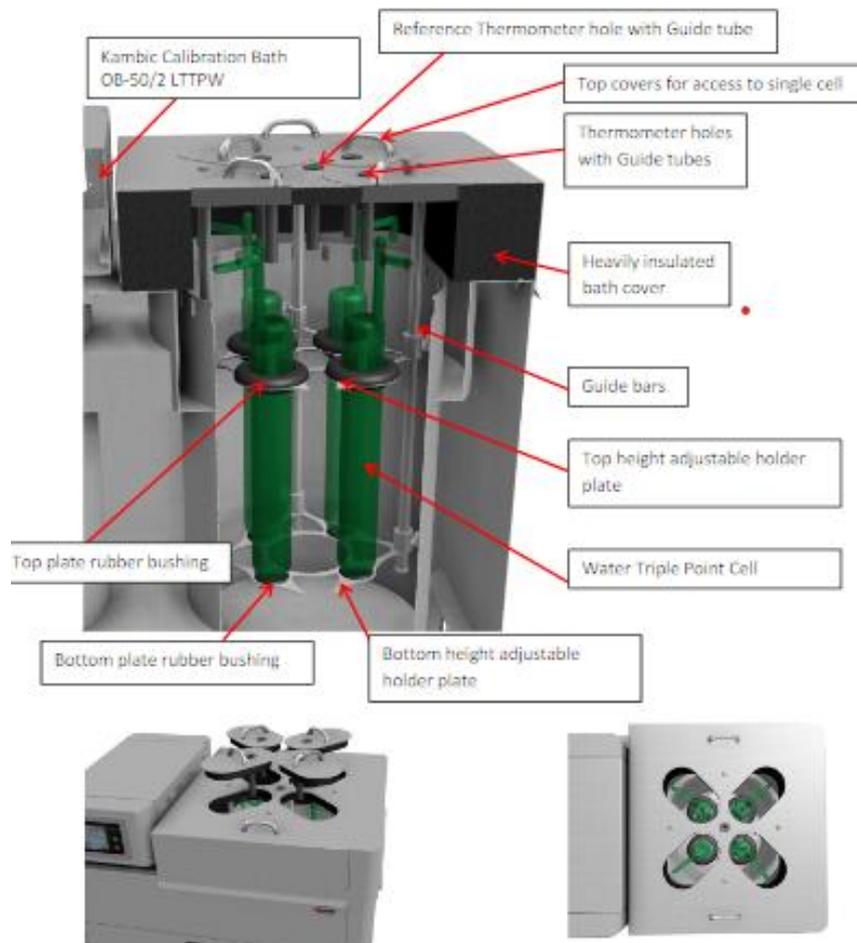


Figure 3: schema della configurazione interna

L'apparato (figura 3) è interamente realizzato in acciaio AISI 304, per garantirne una lunga durata. Nel volume di lavoro, dove si trovano i sostegni delle celle, scorre un flusso verticale uniforme di liquido che concorre a mantenere uniforme la temperatura del bagno. Il sistema di raffreddamento si basa su un compressore raffreddato ad aria, il quale è stato modificato dal costruttore, su nostra richiesta, con un silenziatore e un sistema di ventilazione con rpm controllati per ridurre livello di rumore acustico da < 58 dB a < 38 dB. L'intero sistema è gestito da un regolatore digitale PID di alta precisione controllato da microprocessore.

Di seguito vengono elencate le caratteristiche tecniche del bagno (come da manuale):

- * Campo di temperature: da -5 °C a +130 °C
- * Stabilità: ± 0.002 °C @ 0 °C; ± 0.005 °C @ 20 °C; ± 0.002 °C @ 100 °C
- * Uniformità: < ± 0.007 °C @ 0 °C
- * Dimensione interna bagno: \varnothing 320 mm / profondità 500 mm
- * Volume fluido: circa 50 litri
- * Display touch screen con risoluzione: 0,001 °C
- * Risoluzione set-point: 0,001 °C
- * Velocità di raffreddamento: ~150 minuti da +20 a -5 °C

- * Velocità di riscaldamento: ~78 minuti da +20 a 100 °C
- * Alimentazione: 230 V 50/60 Hz ($\pm 10\%$) - 3600 W
- * Sistema di raffreddamento: compressore
- * Interfaccia computer: RS232
- * Unità mobile autonoma montata su ruote girevoli dotate di freno
- * Dimensioni esterne (mm): 745 x 1240 x 495
- * Costruzione in acciaio inox AISI304
- * Peso: ~ 135 kg.

3. Parametri del bagno

Dopo una fase di test della strumentazione, sono stati impostati i seguenti parametri di settaggio:

- Temperatura di regolazione: -0.009 mK equivalente a 1 mK sotto PTW
- Low temperature cut-out: - 0.7 °C (il processore si trova sotto il pannello anteriore);
- Low limit cutout temperature: -0.20 °C
- Low limit cut-out stop delay : 30 minuti
- Stirring: 100%

Il bagno presenta due sistemi di spegnimento (cut-off) indipendenti, uno controllato dal pannello di controllo l'altro da un microprocessore indipendente posto sotto il pannello anteriore, per assicurare massima protezione contro la possibilità che il bagno si raffreddi troppo e possa danneggiare le celle

3.1 Temperatura di regolazione

Sono state testate tre diverse temperature di regolazione -0.001 °C, -0.007 °C e -0.009 °C.

In figura 4 è rappresentata la variazione di temperatura del bagno misurata rispetto al valore di riferimento per il SPRT LN42 al TPW. Per queste misure il termometro è stato inserito all'interno di una cella del TPW non in transizione di fase ("sciolta") posizionata all'interno del pozzetto n. 1 del bagno. Nella prima parte del grafico (prime due ore) il set point del bagno è impostato a -0.001 °C, dopo la seconda ora il set point passa a -0.007 °C. Dal grafico risulta che la temperatura del bagno è in media 7 mK più alta del riferimento nella prima parte e successivamente la differenza si riduce a 1 circa mK.

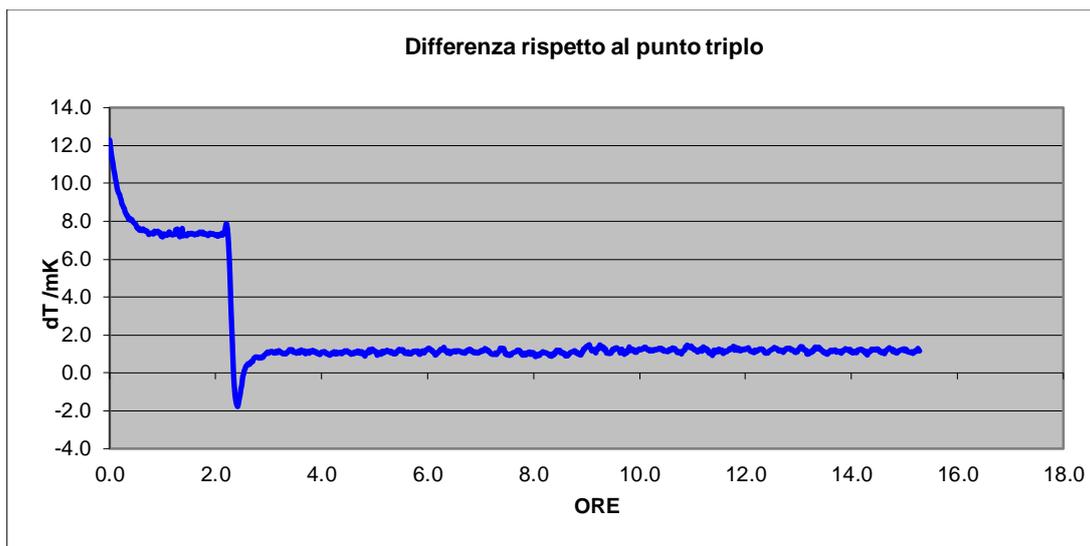


Figure 4: variazione della temperatura del bagno rispetto al TPW a due diversi set point $-0.001\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $-0.007\text{ }^{\circ}\text{C}$

Dati questi risultati, si è deciso di abbassare ulteriormente il set point portandolo a $-0.009\text{ }^{\circ}\text{C}$, ottenendo così che la temperatura del bagno si porti a -0.9 mK (sotto il TPW), valore a cui si sceglie di lavorare.

4. Uniformità spaziale della temperatura

Per caratterizzare l'uniformità spaziale del bagno sono state eseguite delle misure di temperature sia all'interno dei 4 pozzetti (uniformità radiale) che a differenti altezze all'interno di ciascun pozzetto (uniformità verticale). Anche in questo caso poiché si intendono testare le caratteristiche del bagno e non della cella, si sono adoperate delle celle del TPW non in transizione di fase ("sciolte") che fungono da semplice supporto per il termometro. Per tutte le misure è stato adoperato lo stesso termometro LN42 e il ponte resistivo ASL F18 (proprietà Callegaro).

4.1 Profilo radiale

In tabella 1 sono riportati i valori di resistenza (R) misurati dal termometro all'interno di una cella sciolta posizionata nei vari pozzetti e le differenze di temperatura calcolate a partire da R tra i pozzetti, avendo scelto il terzo come riferimento arbitrario. Le differenze maggiori, comunque dell'ordine di 1.5 mK , si ottengono per i pozzetti posizionati alla sinistra del bagno. Ma considerando le dimensioni del bagno il risultato è soddisfacente.

Pozzetto	R a 2 mA (Ω)	dT (mK)
1	25.5587948	-1.5250
2	25.5585574	0.8488
3	25.5586423	0
4	25,5585188	1,2351

Tabella I: resistenza (R) misurata a 2 mA dal termometro posizionato nei vari pozzetti con cella sciolta, e differenze in temperatura (dT) rispetto al pozzetto 3 preso come riferimento arbitrario.

In tabella II invece troviamo le analoghe misure effettuate con la cella del TPW n. 1015 in transizione di fase spostata di volta in volta nei diversi pozzetti. Le differenze in temperatura riferite al pozzetto 3 (riferimento arbitrario) sono inferiori al mK.

pozzetto	R0 (Ω)	dT (mK)
1	25.55850	-0.1221
2	25.55851	-0.1355
3	25.55849	0
4	25.55849	0.0314

Tabella II: resistenza misurata a corrente nulla (R_0) dal termometro posizionato nei vari pozzetti con cella in transizione di fase, e differenze in temperatura (dT) rispetto al pozzetto 3 preso come riferimento arbitrario.

Confrontando le due tabelle si nota l'ovvio miglioramento della stabilità lavorando con la cella in transizione di fase.

4.2 Profilo verticale

In figura 5 sono rappresentati i profili termici ottenuti all'interno di ciascun pozzetto. Si è misurata la temperatura sollevando il termometro a step di 5 cm partendo dal fondo della cella del TPW fino al raggiungimento di un'altezza massima di 20 cm e poi tornando indietro fino al fondo. I grafici rappresentano le variazioni di temperatura (dT) misurate rispetto alla temperatura sul fondo.

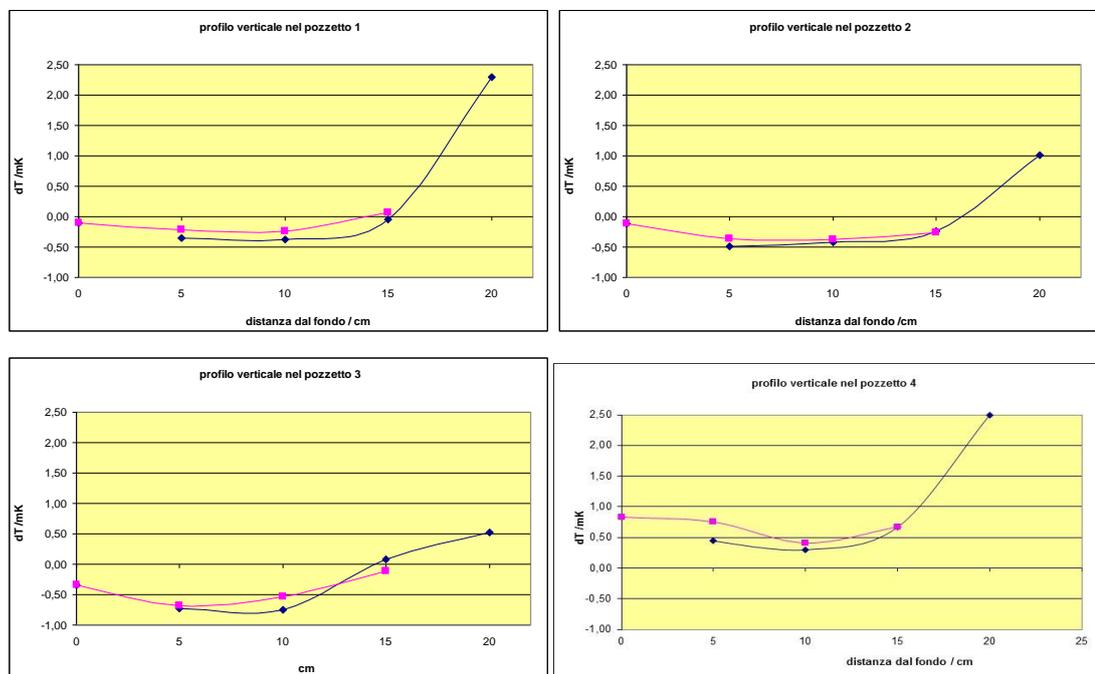


Figure 5: profilo termico nei pozzetti.

In generale non vi sono differenze significative tra la temperatura misurata dal termometro in fase di salita e discesa. Le misure a 20 cm dal fondo registrano differenze più importanti mentre fino a 15 cm le variazioni sono sempre entro 0.5 mK. La massima escursione nei pozzetti 2 e 3 è inferiore a

1.5 mK ed invece risulta leggermente superiore nei pozzetti 1 e 4. I pozzetti 2 e 3 sono quelli sistemati a destra nel termostato, gli altri a sinistra.

In conclusione la massima differenza misurata su 20 cm è di 2.60 mK che è sicuramente un buon risultato (entro le specifiche del costruttore) considerando che le misure sono state eseguite in una cella sciolta. Ed anche le differenze tra i vari pozzetti (dell'ordine del milli kelvin) possono essere considerate soddisfacenti.

5. Stabilità nel tempo della temperatura

E' stata valutata anche la stabilità nel tempo della temperatura, facendo delle acquisizioni su tempi lunghi. In figura 6 è riportata la variazione di temperatura registrata in una cella sciolta collocata nel pozzetto 1.

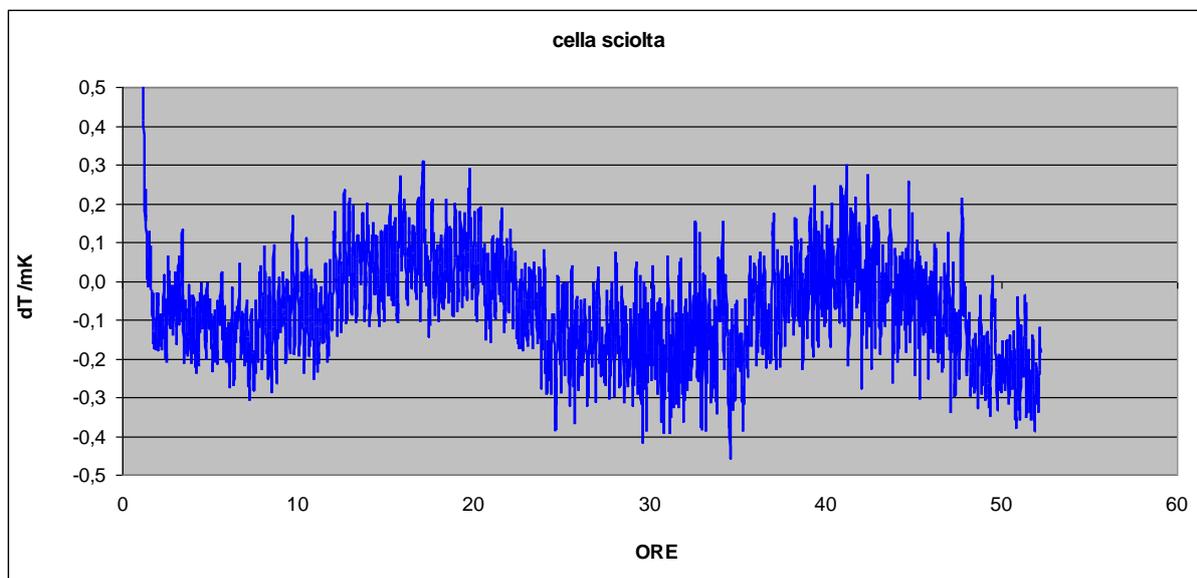
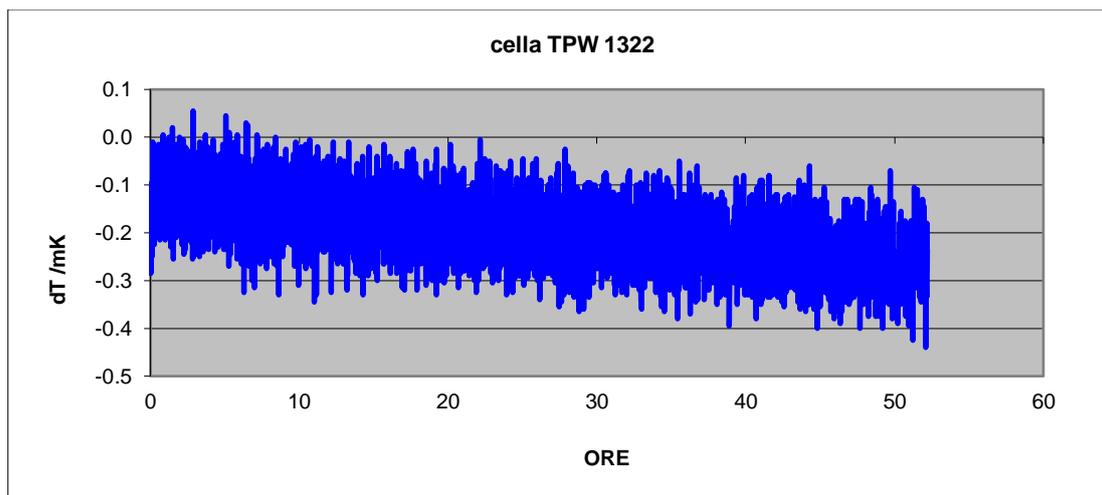


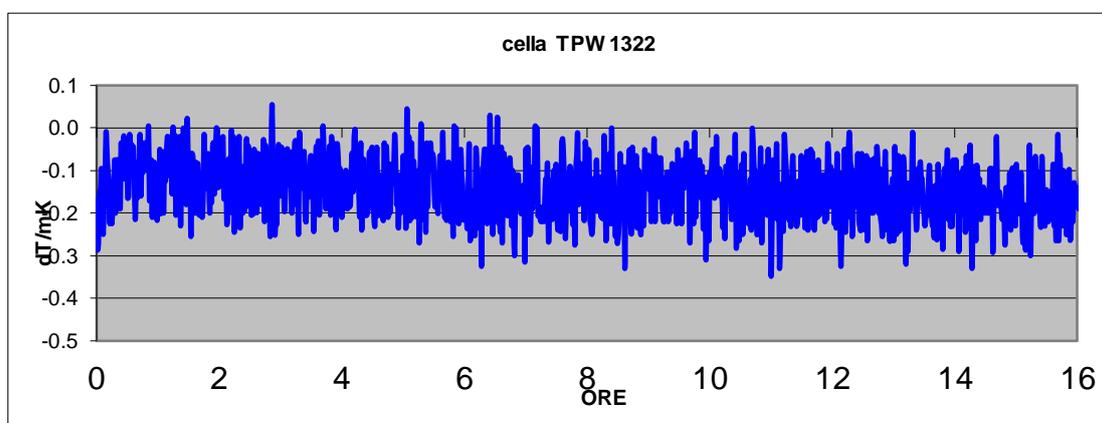
Figure 6: Variazioni di temperatura in funzione del tempo all'interno di una cella sciolta

Il bagno è stabile entro 0.6 mK per 52 ore ed il termometro segue le fluttuazioni periodiche del bagno. Anche in questo caso il risultato è soddisfacente e ben al di sotto di quanto dichiarato dal produttore.

Si ripete la stessa misura con due celle del TPW in transizione di fase: la cella 1322 e 1015. In figura 7 è riportato il risultato ottenuto nella cella 1322 all'interno del pozzetto 1. Le fluttuazioni rispetto al grafico precedente si sono ridotte a 0.3 mK per effetto della stabilità intrinseca del TPW e non è più visibile la fluttuazione periodica tipica del bagno.



(a)



(b)

Figure 7: (a) Variazioni di temperatura in funzione del tempo all'interno della cella del TPW 1322 in transizione di fase. (b) zoom su prime 16 ore

In figura 8 è riportata una analoga misura effettuata nel 2018 utilizzando il vecchio bagno di mantenimento Isotech. Le fluttuazioni per i due bagni sono comparabili.

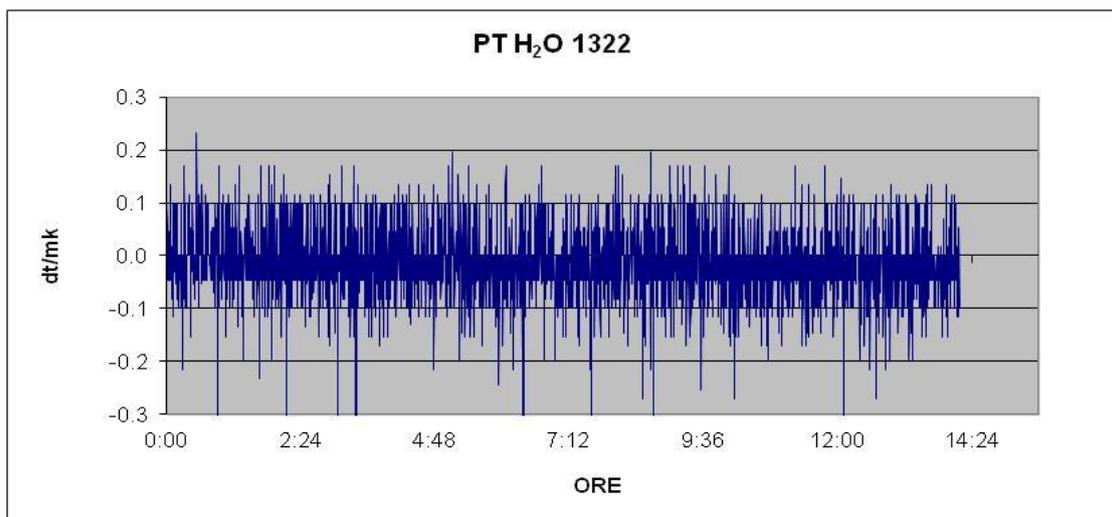


Figure 8 Variazioni di temperatura in funzione del tempo all'interno della cella del TPW 1322 in transizione di fase. Misura eseguita nel 2018 all'interno del bagno di mantenimento Isotech

Infine viene riportato il grafico delle fluttuazioni (figura 9) misurate all'interno della cella del TPW n. 1015 posizionata nel pozzetto 3. Le fluttuazioni sono entro 0.2 mK.

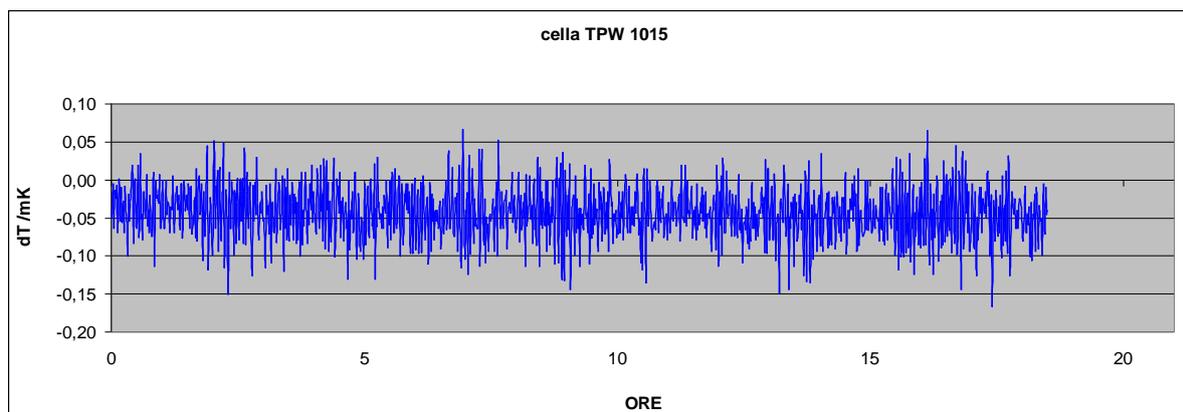


Figure 9 Variazioni di temperatura in funzione del tempo all'interno della cella del TPW 1015 in transizione di fase

Nel grafico in figura 7 si vede un drift verso il basso, non visibile nel grafico in figura 8 e 9. Questo potrebbe essere dovuto ad un drift proprio del bagno su un lungo periodo (50 ore). Mettendo a fuoco le prime 16 ore (figura 7 b) questo effetto non è visibile e i tre grafici sono perfettamente comparabili.

6. Rumore elettrico

Come ultima prova è stato fatto un test di rumore elettrico per evidenziare eventuali disturbi sulla misura di resistenza del termometro. È stata registrata la temperatura nella cella 1015 in transizione di fase posizionata nel pozzetto 3 con bagno acceso e spento (figura 10). La freccia in figura 10 rappresenta il momento in cui il bagno è stato spento. È evidente che le fluttuazioni della misura si riducono, passando da circa 0.06 mK a

0.04 mK. In termini di temperatura la differenza misurata nella cella in transizione di fase con bagno spento ed acceso (nel pozzetto 3) è di 0.073 mK. L'effetto è dunque nel complesso trascurabile.

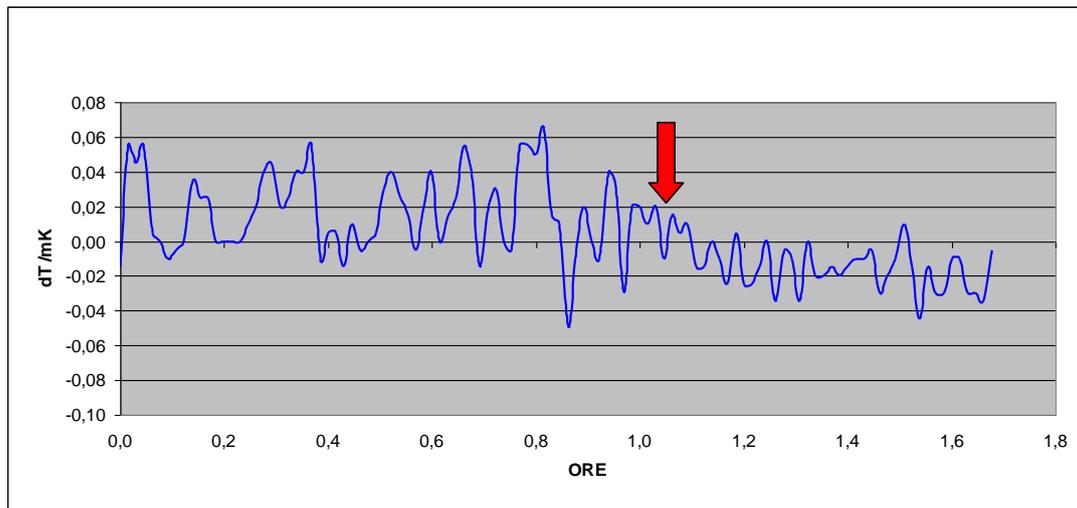


Figure 10 Variazioni di temperatura in funzione del tempo all'interno della cella del TPW 1015 in transizione di fase con bagno acceso e spento. La freccia indica il momento di spegnimento del bagno.

7. Conclusioni

Il nuovo bagno di mantenimento delle celle del punto triplo dell'acqua Kambic 0B-50/2 è stato installato all'interno del Laboratorio di Termometria Primaria, temperature intermedie, dell'INRiM. Il bagno è stato caratterizzato in termini di: temperatura di lavoro, uniformità spaziale e temporale ed infine disturbo elettromagnetico.

I risultati ottenuti sono soddisfacenti, il bagno presenta uniformità verticale entro 2.6 mK (valore massimo misurato lungo 20 cm), uniformità radiale, misurata sul fondo dei pozzetti, entro 1.5 mK e stabilità di 0.6 mK su 52 ore. Questi valori, ben al di sotto di quanto dichiarato dal produttore, sono stati ottenuti posizionando il termometro all'interno di celle del punto triplo dell'acqua "sciolte" ma migliorano per celle in transizione di fase. Per quanto riguarda il rumore elettromagnetico vi è un effetto di cui tener conto ma questo può ritenersi sotto controllo perché inferiore a 0.073 mK.

Bibliografia

- [1] BIPM 2019 The new SI Brochure (9th edn.) <https://www.bipm.org/utis/common/pdf/si-brochure/SI-Brochure-9.pdf> , (accessed April 2020)
- [2] Preston-Thomas H., The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90). Metrologia 27, (1990) 3–10. doi:10.1088/0026-1394/27/1/002
- [3] Guide to the Realization of the ITS-90, Triple Point of Water, https://www.bipm.org/utis/common/pdf/ITS-90/Guide ITS-90_2_2_TPW-2018.pdf