

Bartosz KOŁODZIEJ, Henryk MANUSZKIEWICZ, Leszek LIPIŃSKI, Anna SZMYRKA-GRZEBYK
 INSTYTUT NISKICH TEMPERATUR I BADAŃ STRUKTURALNYCH IM. W. TRZEBIATOWSKIEGO PAN
 ul. Okólna 2, 50-422 Wrocław

Problemy z realizacją punktu potrójnego argonu

Mgr inż. **Bartosz KOŁODZIEJ**

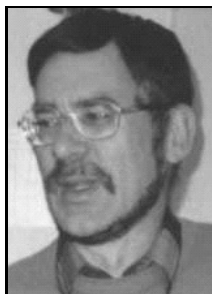
Elektronik i programista w Centrum Informatycznym Instytutu Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN we Wrocławiu. Od 2010 roku ściśle współpracuje z Laboratorium Wzorca Temperatury. Studia na wydziale Elektroniki Politechniki Wrocławskiej ukończył w 2008 roku. W 2011 roku otrzymał tytuł doktora z zakresu metrologii temperatury na wydziale Elektroniki Politechniki Wrocławskiej.



e-mail: B.Kolodziej@int.pan.wroc.pl

Dr **Henryk MANUSZKIEWICZ**

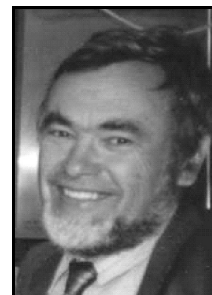
Fizyk w Laboratorium Wzorca Temperatury Instytutu Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN we Wrocławiu. Studia na Wydziale Mat-Fiz-Chem Uniwersytetu Wrocławskiego ukończył w 1976 r. Stopień doktora nauk fizycznych uzyskał w 1995 r w INT i BS PAN. Kierownik Laboratorium ds Technicznych.



e-mail: Manuskiewicz@int.pan.wroc.pl

Dr **Leszek LIPIŃSKI**

Studia na Wydziale Mat-Fiz-Chem Uniwersytetu Wrocławskiego ukończył w 1966 r. Stopień doktora nauk fizycznych uzyskał w 1976 r w INT i BS PAN. Obecnie emerytowany pracownik Laboratorium Wzorca Temperatury.



e-mail: L.Lipinski@int.pan.wroc.pl

Dr hab. **Anna SZMYRKA-GRZEBYK**

Absolwentka Uniwersytetu Wrocławskiego. Pracę doktorską obroniła w INTiBS. Stopień dr hab. z zakresu metrologii uzyskała na Politechnice Poznańskiej. Jest kierownikiem Laboratorium Wzorca Temperatury, w którym znajduje się państwowy wzorzec jednostki temperatury dla zakresu niskich temperatur. Jest członkiem Komitetu Technicznego T12 – IMEKO. Uczestniczy w debatach na temat reformy ustawy Prawo o miarach.



e-mail: A.Szmyrka@int.pan.wroc.pl

Streszczenie

Punkt potrójny argonu o temperaturze $T_{90} = 83,8058$ K jest definicyjnym punktem stałym Międzynarodowej Skali Temperatury z 1990 roku. W pracy opisano problemy z którymi musi zmierzyć się projektant i konstruktor stanowiska wzorcowego, wynikające z wytrzymałości materiałów konstrukcyjnych i kształtu termometrów platynowych oraz z konieczności utrzymywania stabilnych i odtwarzalnych warunków cieplnych w kriostacie. Rozwiązanie tych problemów umożliwiło osiągnięcie pożądanych parametrów metrologicznych opisanego urządzenia.

Słowa kluczowe: argon, skala MST-90, termometr platynowy, wzorcowanie.

Problems with implementation of the triple point of argon

Abstract

The argon triple point temperature $T_{90} = 83.8058$ K is one of fixed points of the International Temperature Scale of 1990. This paper describes some problems faced by a designer and a constructor of a system for realization of the fixed point, shown schematically in Figs. 1 and 2. These problems are: appropriate size and shape of the thermometric cell with argon, mechanical strength of materials used for the cell construction, ensuring good thermal contact with the platinum reference thermometers of different construction – long stem and capsule type – and the argon inside the cell, as well as stable and reproducible thermal conditions in a cryostat. The influence of an adiabatic shield temperature and problems of the heat transfer through the thermometer well are also presented (Figs. 3, 4 and 5). Solving these problems enabled to achieve the desired metrological parameters of this system. A thermal width of the phase transition plateau achieved in the described apparatus is lower than 300 μ K (Fig. 6). The plateau can be maintained for more than 20 hours. The system is used for calibration of the SPRTs and CSPRTs in the triple point of argon with the standard uncertainty u less than 1 mK (for $k = 1$).

Keywords: argon, ITS-90 scale, platinum thermometer, calibration.

1. Wprowadzenie

Urządzenie do realizacji punktu potrójnego argonu został zaprojektowane i wykonane w Laboratorium Wzorca Temperatury

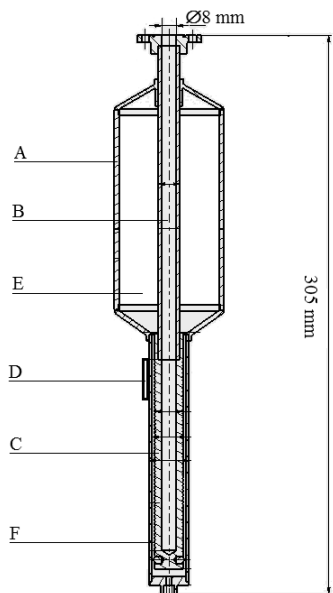
Instytutu Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych (INTiBS) we Wrocławiu w celu wzorcowania rezystancyjnych termometrów platynowych w stałym punkcie termometrycznym definiowanym przez Międzynarodową Skalę Temperatury z 1990 roku [1]. Punkt potrójny argonu o temperaturze $T_{90} = 83,8058$ K jest jednym z najczęściej stosowanych punktów stałych skali w zakresie niskich temperatur do wzorcowania termometrów platynowych wysokiej dokładności. Punkt potrójny argonu ma szczególne znaczenie, ponieważ wzorcowane są w nim zarówno interpolacyjne termometry platynowe dla zakresu niskich temperatur o niewielkich wymiarach CSPRT (Capsule Type Standard Platinum Resistance Thermometer) oraz termometry SPRT (Standard Platinum Resistance Thermometer) stosowane aż do kilkuset stopni Celsjusza o dużych wymiarach (tzw. long stem).

2. Budowa urządzenia

Podstawową częścią urządzenia do realizacji punktu potrójnego argonu jest komórka termometryczna zawierająca substancję wzorcową (argon) podlegającą przemianie fazowej. W praktyce laboratoryjnej istnieją rozwiązania ze szczelną komórką termometryczną [2] oraz z zewnętrznym zbiornikiem argonu [3]. Każde z tych rozwiązań ma istotne zalety. W przypadku komórki szczelnej zapewniona jest stałość parametrów gazu termometrycznego w długim okresie, a także zwarta i odporna na uszkodzenia konstrukcja. Rozwiązanie z zewnętrznym zbiornikiem argonu zapewnia natomiast możliwość dostarczenia do komórki dowolnej ilości gazu.

W Laboratorium Wzorca Temperatury zbudowane zostało stanowisko z zamkniętą komórką, napełnioną argonem o czystości 99,9999% w Instytucie Metrologii w Turynie (INRiM), której przekrój przedstawiono na rysunku 1. W temperaturze pokojowej argon znajduje się w stanie gazowym pod ciśnieniem około 10 MPa [4]. Obudowa A komórki, wykonana jest ze stali nierdzewnej o grubości 3 mm. Dolną część kanału termometrycznego B, stanowi miedziany wymiennik cieplny C o rozwiniętej powierzchni bocznej. Średnica wewnętrzna kanału termometrycznego umożliwia wzorcowanie termometrów o grubości do 8 mm.

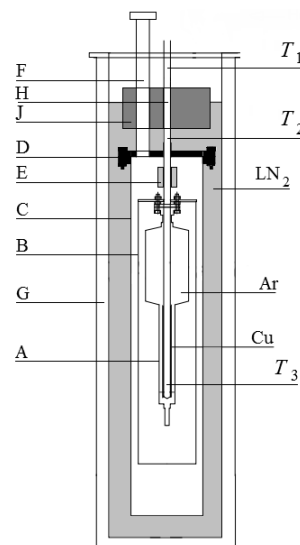
W pobliżu wymiennika miedzianego nawinięty został grzejnik z drutu oporowego do podgrzewania zestalonego argonu, w celu zainicjowania przemiany fazowej. Termometr D służy do kontroli warunków, w jakich zachodzi przemiana fazowa.



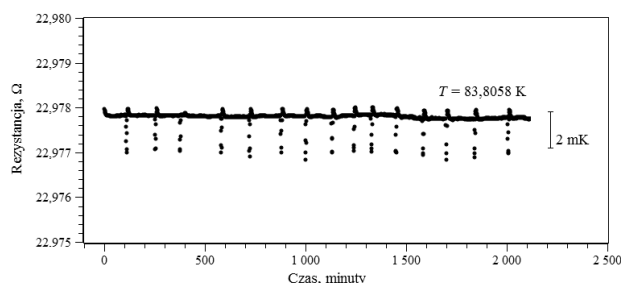
Rys. 1. Komórka termometryczna
Fig. 1. The fixed point cell

Na rysunku 2 przedstawiono przekrój kriostatu stosowanego do realizacji punktu potrójnego argonu. Komórka termometryczna A otoczona jest miedzianym ekranem adiabaticznym B o grubości 2 mm. Zadaniem ekranu jest zabezpieczenie komórki przed niekontrolowaną wymianą ciepła z otoczeniem. Komórka owinięta jest kilkoma warstwami superizolacji, a wszystkie przewody elektryczne D do niej dochodzące są kotwiczone cieplnie do osłony próżniowej C. Na ekranie B nawinięty grzejnik, którego moc maksymalna wynosi 10 W. Zadana temperatura ekranu zbliżona jest do temperatury punktu potrójnego, co w założeniu zapewnić ma quasi-adiabaticzne warunki eksperymentu. Komórka argonowa A zespolona z ekranem adiabaticznym B umieszczona została w kriostacie próżniowym C uszczelnionym za pomocą uszczelki indowej D. Ponad ekranem adiabaticznym w obszarze próżniowym na zewnętrznej ścianie kanału termometrycznego nawinięty dodatkowy grzejnik E oraz umieszczono sterujący jego pracą miniaturowy termometr platynowy. Grzejnik E ma zapobiegać niekontrolowanemu przepływowi ciepła w obszarze kanału termometrycznego. Z kriostatu wyprowadzono także, w sposób szczelny, wiązkę przewodów elektrycznych oraz króciec F do podłączenia pompy próżniowej. Kriostat umieszczony został w dewarze azotowym G.

Z uwagi na niedostateczną pojemność dewara azotowego stosowanego w początkowym etapie badań [4], konieczne stało się częste dolewanie ciekłego azotu. Powodowało to występowanie niekorzystnych dla realizacji punktu zaburzeń warunków cieplnych w kanale termometrycznym. Przebieg tych zaburzeń ilustruje rysunek 3 przedstawiający zmiany rezystancji termometru platynowego CSPRT umieszczonego w dolnej części kanału termometrycznego H (rysunek 2). Pomiary przeprowadzono przy użyciu platynowego termometru rezystancyjnego, którego rezystancja w temperaturze punktu potrójnego argonu wynosi około 23 Ω . Problem ten został rozwiązany w kolejnej fazie modernizacji stanowiska przez zastosowanie dewara azotowego o znacznie większej pojemności i umieszczenie w nim swobodnie zawieszzonego kriostatu C, utrzymywanego na stałym poziomie pod powierzchnią azotu za pomocą pływaka styrodureowego H (rysunek 2).



Rys. 2. Kriostat do realizacji punktu potrójnego argonu
Fig. 2. Cryostat for argon triple point realization



Rys. 3. Wpływ dolewania azotu na warunki cieplne w kanale termometrycznym
Fig. 3. Effect of nitrogen addition on thermal conditions in a thermometer well

Elementami stanowiska do realizacji punktu potrójnego argonu są również urządzenia do kontroli i sterowania procesami zachodzącymi w kriostacie: regulator temperatury sterujący mocą wydzielaną na ekranie adiabaticznym oraz w górnej części kanału termometrycznego, źródło prądowe i woltomierz do sterowania mocą podawaną na grzejnik komórki termometrycznej, mostki do pomiaru rezystancji termometrów. Integralną częścią stanowiska jest także układ próżniowy – pompa turbomolekularna z miernikiem próżni. Systemem steruje autorski program komputerowy napisany w środowisku LabView. Program ten zapewnia także akwizycję, wizualizację i podstawową analizę danych pomiarowych uzyskiwanych podczas wzorcowania termometru.

W trakcie badań testowych stanowiska zidentyfikowano szereg czynników mających wpływ na dokładność realizacji punktu potrójnego argonu. Jedną grupą zagadnień dotyczyła elementów konstrukcyjnych, drugą wymiany ciepła między elementami konstrukcyjnymi, komórką wzorcową i termometrem wzorcowym.

3. Uwarunkowania konstrukcyjne dla komórki termometrycznej

Wybór rozwiązania z zamkniętą komórką zawierającą argon narzuca projektantowi istotne ograniczenia. Podstawowym parametrem charakteryzującym użyteczność komórki do praktycznego wzorcowania termometrów jest ilość argonu w niej zawarta. Aby czas trwania przejścia fazowego był jak najdłuższy (kilkanaście godzin), ilość argonu powinna być odpowiednio duża. Z drugiej strony projektant komórki nie może przekroczyć ograniczeń wynikających z wytrzymałości mechanicznej materiałów konstrukcyjnych oraz z kształtu termometrów platynowych.

Długość termometrów SPRT dla wysokich temperatur może zawierać się w przedziale (450 – 550) mm, co powoduje, że całkowita długość kanału termometrycznego powinna wynosić około 500 mm. Na tym odcinku należy umieścić również uchwyt ekranu adiabatyicznego B, osłonę próżniową C, grzejnik kanału termometrycznego E, a także zapewnić obszar do wychładzania termometru ciekłym azotem (rysunek 2). Ogranicza to efektywną głębokość kanału termometrycznego w komórce do około 250 – 280 mm, a co za tym się wiąże, limituje długość całej komórki A do około 300 mm.

W procesie wzorcowania ważny jest także dobry kontakt cieplny pomiędzy platynowym czujnikiem termometru a substancją podlegającą przemianie fazowej. Wymiana ciepła odbywa się przez przewodnictwo cieplne wymiennika miedzianego C (rysunek 1) wzdłuż którego tworzy się warstwa ciekłego argonu.

Złożenie tych uwarunkowań ogranicza objętość komórki argonowej do 0,25 dm³ przy długości 300 mm. Oszacowano, że maksymalne ciśnienie gazu w komórce w temperaturze pokojowej nie może przekraczać 10 MPa. W przypadku omawianego rozwiązania zapewnia to taką ilość gazu w komórce, że ciepło przemiany potrzebne do całkowitego stopienia zestalonej substancji wynosi około 270 J. Ta ilość argonu pozwala na poprawne przeprowadzenie eksperymentów.

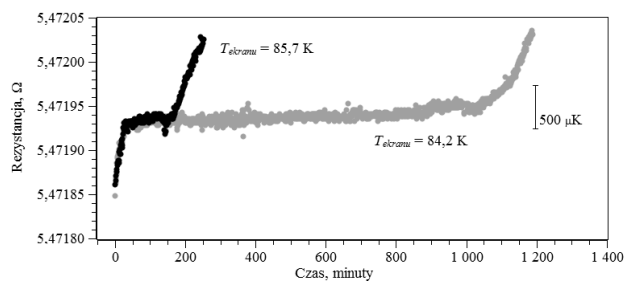
4. Zapewnienie odtwarzalności i stabilności warunków cieplnych w kriostacie i w komórce termometrycznej

Dla poprawnie działającego układu kluczowym problemem jest zapewnienie odtwarzalności i stabilności warunków cieplnych panujących w kriostacie i w komórce termometrycznej podczas kolejnych realizacji punktu potrójnego. Jednym z czynników, który ma znaczny wpływ na powyższe warunki, jest próżnia używana w kriostacie. Wartość jej powinna wynosić około 10⁻⁴ Pa. Źródłem niekontrolowanych dopływów ciepła od ekranu adiabatyicznego do komórki może być promieniowanie cieplne. Ogranicza się je przez zastosowanie odpowiednio dobranej warstwy superizolacji. Zbyt duża ilość materiału izolacyjnego (powyżej 3 – 4 warstw) utrudnia odpompowanie kriostatu do wymaganej próżni. Kriostat do realizacji punktu potrójnego musi być urządzeniem szczelnym, ale jednocześnie rozbiernym. Elementy demontowane są uszczelnieniami indowymi D (rysunek 2).

Istotnym problemem w czasie realizacji punktu potrójnego argonu jest zapewnienie stabilnej i odpowiedniej temperatury ekranu adiabatyicznego. Warunek stabilności zakładający zmiany temperatury ekranu o mniej niż 10 mK w czasie pracy urządzenia jest możliwy do spełnienia przy użyciu dostępnych regulatorów temperatury. W celu dostarczenia odpowiedniej mocy chłodzącej do ekranu adiabatyicznego, decydującej o szybkości jego wychładzania zastosowano zwarcie cieplne ekranu ze ścianą kriostatu. Trudniejszym zagadnieniem, możliwym do rozwiązania tylko na drodze serii eksperymentów, jest właściwy dobór temperatury ekranu. Zmiana temperatury ekranu adiabatyicznego zaledwie o 1 K może wielokrotnie zmienić czas trwania przemiany fazowej w komórce, co pokazano na rysunku 4. Do badań wykorzystano platynowy termometr rezystancyjny o nominalnej wartości 25 Ω, którego rezystancja w temperaturze punktu potrójnego argonu wynosi około 5,5 Ω. Precyzyjny dobór odpowiedniej temperatury ekranu jest procesem długotrwałym, a wszelkie modyfikacje wewnątrz kriostatu powodują konieczność powtarzania tej czynności.

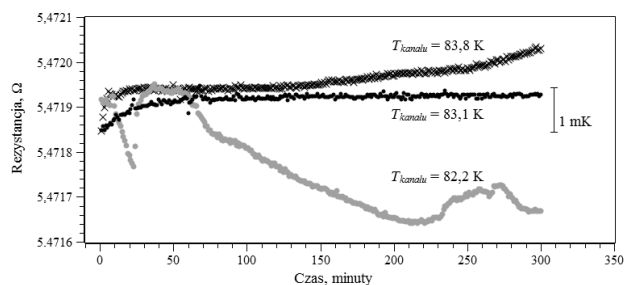
W trakcie badań zauważono znaczny wpływ procesów cieplnych powstających w kanale termometrycznym na reakcję komórki. Stwierdzono występowanie niekorzystnego gradientu temperatury w kanale termometrycznym. Temperatura górnej części kanału i gazu wymiennego wypełniającego kanał była bliska temperaturze pokojowej T_1 (rysunek 2). Obudowa kanału przechodzi następnie przez warstwę ciekłego azotu o temperaturze $T_2 \approx 77$ K.

Poniżej osłony próżniowej D temperatura w kanale termometrycznym wzrasta to temperatury punktu potrójnego argonu $T_3 = 83,8058$ K. Wywołuje to powstanie niekontrolowanego gradientu temperatury, ponieważ warstwa zimnego gazu o temperaturze T_2 znajduje się ponad warstwą gazu cieplejszego o temperaturze T_3 . Powodowało to występowanie zjawiska konwekcji i osignięcia stanu dynamicznej równowagi cieplnej w kanale utrudniającego osiągnięcie stabilności układu. Aby zapobiec temu zjawisku, na zewnętrznej ścianie kanału termometrycznego umieszczono grzejnik E. Doboru mocy grzejnika dokonywano eksperymentalnie, wybierając taką nastawę regulatora temperatury sterującego grzejnikiem, dla której uzyskuje się najmniejszą temperaturową szerokość przejścia fazowego. Wyniki eksperymentu dla trzech różnych nastaw wartości temperatury grzejnika przedstawione są na rysunku 5. Należy zauważyć, że tak dobrana nastawa regulatora jest właściwa tylko dla określonego modelu termometru. W przypadku wymiany termometru należy ponownie eksperymentalnie dobrać moc grzejnika.



Rys. 4. Przebieg krzywej topnienia argonu w komórce wzorcowej przy różnej temperaturze ekranu

Fig. 4. Argon melting curve in the cell for different shield temperature



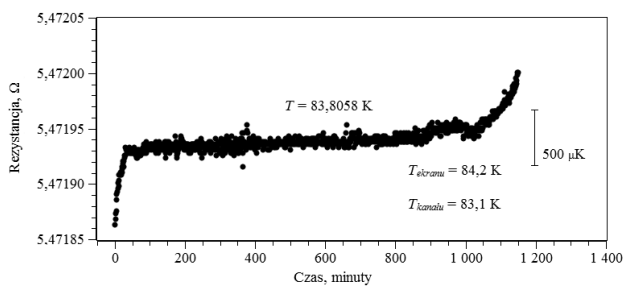
Rys. 5. Wpływ temperatury kanału termometrycznego na przebieg plateau

Fig. 5. Effect of the thermometric well temperature on the plateau

Istotny wpływ na poprawną realizację punktu potrójnego ma sposób tworzenia warstwy zestalonego argonu w komórce podczas procesu jej wychładzania. Początkowo stosowano zwarcie cieplne komórki ze zbiornikiem ciekłego azotu poprzez hel o ciśnieniu (1 – 1,5) Pa [4]. Powodowało to nieodtwarzalne formowanie się warstwy argonu w komórce. W momencie gwałtownego wychłodzenia komórki przez gaz wymienny część gazowego argonu kondensowała się, a następnie zestalała nie tylko w obszarze wymiennika miedzianego C, lecz także w górnej części komórki E (rysunek 1). Wpływało to na pozorne zmniejszenie ciepła przemiany i skrócenie czasu realizacji punktu potrójnego. Innym rozwiązaniem zastosowanym w trakcie modernizacji stanowiska jest być metoda wychładzania komórki od strony kanału termometrycznego małymi porcjami ciekłego azotu. Poprzez miedziany wymiennik C wychładzane jest wnętrze komórki, a warstwa zestalonego argonu formuje się najszybciej w jej dolnej części. Metoda ta zapewniła równomierne wypełnienie zestalonym argonem szczeliny F (rysunek 1) pomiędzy ścianą komórki a wymiennikiem.

5. Wyniki

Wnikliwa analiza pojawiających się w czasie badań efektów, trudnych często do przewidzenia na etapie prac konstrukcyjnych oraz poprawna eliminacja warunków niepożądanych, doprowadziły do osiągnięcia założonych parametrów metrologicznych stanowiska do realizacji punktu potrójnego argonu. Stan, w którym argon znajduje się w punkcie potrójnym, może być utrzymywany kilkanaście godzin, a temperaturowa szerokość przemiany fazowej (plateau), odpowiadająca różnicy temperatury na końcu i na początku przemiany jest nie większa niż 300 μK , co obrazuje krzywa na rysunku 6. Przebieg plateau jest odtwarzalny w kolejnych cyklach pomiarowych.



Rys. 6. Krzywa topnienia argonu w zmodyfikowanym kriostatcie
Fig. 6. Argon melting curve in the modified cryostat

6. Podsumowanie

Przedstawione w pracy problemy związane z poprawnym działaniem stanowiska do realizacji punktu potrójnego argonu udało się pozytywnie rozwiązać. Osiągnięto zakładane cele – wykonana konstrukcja umożliwia przeprowadzenie dokładnego wzorcowania platynowych termometrów rezystancyjnych o różnej konstrukcji w punkcie potrójnym argonu.

7. Literatura

- [1] Preston Thomas H.: The International Temperature Scale of 1990 (ITS – 90), Metrologia, 1990, 27, str. 3 – 10.
- [2] Yang I., Song C.H., Kang K.H., Kim Y.G., Gam K.S.: Development of Sealed-Type-of-Argon cell for Long-Stem SPRT Calibration at KRISS, Int. J. Thermophys., 2008, 29 pp 1740–1748.
- [3] Dobre M., Didialaoui I., Hermier Y., Argon Triple Point for Long-Stem SPRTs: Thermal Behavior, Int. J. Thermophys., 2011, 32 pp 1573 – 1580.
- [4] Manuszkiewicz H., Lipiński L., Kołodziej B., Szmyrka-Grzebyk A., Pavese F., P.Steur P.: Kriostat do realizacji punktu potrójnego argonu, Podstawowe Problemy Metrologii – Materiały VIII Konferencji Naukowo-Technicznej PPM'11, 2011, str. 114 – 118.

otrzymano / received: 04.02.2013

przyjęto do druku / accepted: 01.04.2013

artykuł recenzowany / revised paper

INFORMACJE



CONTROL-TECH

Targi Przemysłowej Techniki Pomiarowej
oraz Badań Nieniszczących

25-27 IX 2013, Kielce

SZEROKI WYBÓR URZĄDZEŃ NDT

Menedżer Projektu: Joanna Adamczyk
tel.: 41 365 12 14, e-mail: adamczyk.j@targikielce.pl

TargiKielce
EXHIBITION & CONGRESS CENTRE

Patronat medialny:



www.control-tech.pl

Wkrótce otwarcie!

NOWE CENTRUM KONGRESOWE TARGI KIELCE