

Verbesserung der Temperaturkalibrierung an Fixpunkten

John P. Tavener, Isothermal Technology Ltd, Pine Grove, Southport, Merseyside, PR9 9AG, United Kingdom

Dipl.-Ing. (FH) Thomas Klasmeier, Klasmeier Kalibrier- und Messtechnik GmbH, Flemingstrasse 12-14, D-36041 Fulda

Kurzfassung

Eine Patentanmeldung vom September 2007 beschreibt eine Kombination zwischen einer metallgefassten Fixpunktzelle und einem Wärmerohr. Wenn das Wärmerohr aufgeheizt wird, wird eine ideale isothermale Umgebung für das Metall erzeugt, um den Aggregatzustand zu ändern. Das äußere Gehäuse der Zelle wurde zur inneren Wand des Wärmerohres. Dies hat funktionelle und monetäre Vorteile. Das daraus entstandene Gerät wird „Siphonic-Zelle“ genannt. Siphonic-Zellen können aus Indium, Zinn, Zink, Aluminium, Silber, Gold oder Kupfer hergestellt werden.

Dieser Vortrag beschreibt die erfolgreiche Entwicklung der o. g. Ideen sowie die Umsetzung in einen Prototyp und stellt die ersten Ergebnisse aus 2008 dar.

1. Einleitung

Die Verwendung von Temperaturfixpunkten nach der ITS-90 ist die genaueste Methode, um Thermometer zu kalibrieren.

Um die besten Schmelz- oder Erstarrungsplateaus zu realisieren, sollen Fixpunktzellen in Geräten ohne Temperaturgradienten eingesetzt werden. Bedauerlicherweise ist keine Fixpunktzelle lang genug, um die Wärmeableitung des Thermometers zu eliminieren. Die verwendeten Geräte sind deswegen so konstruiert, dass durch Reflektoren und verschiedene Isolationsschichten die Wärmeableitung reduziert wird.

Das Ergebnis davon ist ein komplexer und teurer Kompromiss ohne wissenschaftliche Basis. In 2007 wurde der Versuch gestartet, die einzelnen Komponenten in einer wissenschaftlichen und logischen Art zu kombinieren.

2. Die kombinierte Fixpunktzelle

Ein Wärmerohr erzeugt die beste Umgebungsbedingung für eine Fixpunktzelle. Wenn die äußere Wand des Wärmerohrs als innere Wand der Fixpunktzelle verwendet wird, dann erzeugt diese einfache Konstruktion ein ideales thermisches Profil.

Zu Beginn der Untersuchung wurden über 160 Kalibrierscheine von Quarz- und Metallzellen verglichen, um auszuschließen, dass der Metallmantel das Fixpunktmaterial verunreinigt. [1].

Die Analyse hat gezeigt, dass das Fixpunktmaterial in den Metallzellen nicht beeinträchtigt wird, solange der Metallmantel korrekt hergestellt wird. Eine Literaturrecherche hat dies ebenfalls bestätigt [2, 3, 4, 5, 6, 7, 8].

Ein Hersteller von Wärmerohren wurde in den Fertigungsprozess der Temperaturfixpunkte mit einbezogen. Der neue Fertigungsprozess der kombinierten Fixpunktzelle ist praktisch identisch mit dem der herkömmlichen Fixpunktzelle mit Metallmantel. Die so entstandene Kombination von Temperaturfixpunkt und Wärmerohr wird „Siphonic-Zelle“ genannt und ist patentiert worden.

3. Arbeitsmedium

Als Arbeitsmedium des Wärmerohrs wird Wasser für Indium und Zinn, Caesium oder Kalium für Zink und Natrium für Aluminium verwendet.

4. Eintauchtiefen Kompensation

Der Abstand von der Oberfläche zum Boden des Messkanals beträgt 180 mm und reicht für die meisten SPRT's nicht aus. Die Prüflinge werden deswegen durch eine isothermale Zone über der Zelle geführt, die sich auf Phasenübergangstemperatur befindet. Diese Heizzone wird „Immersion Compensator“ genannt und befindet sich über der Siphonic-Zelle. Die notwendige Eintauchtiefe ist berechnet worden [9].

5. Wärmeverluste

Die Siphonic-Zelle ist wie ein „Dewar-Gefäß“ aufgebaut und hat keinen Wärmeverlust am Boden. Mit Verwendung des Immersion Compensators sind keine Wärmeverluste nach oben festzustellen. Extrem lange Plateaus mit extrem kleinen Reglereinstellungen (Offsets) sind erreichbar.

6. Ergebnisse

Als Bewertungskriterium der neuen Zelle wird das Dokument CCT/2000-13 „Optimal Realisations of the Defining Fixed Points of the ITS-90 that are used for Contact Thermometry“ verwendet, und alle Ergebnisse mit den Inhalten verglichen. Das Dokument beschreibt:

“...techniques that should be used when it is desired to achieve realisations at the highest levels of accuracy and precision that can be expected with the best equipment presently available” [11].

Das gleiche Dokument beschreibt Eigenschaften von Schmelz- und Erstarrungskurven:

“The desired features of (a melt) are constancy of the temperature of the plateau over 75 – 80% of the total (melt) curve to within 1mK.

...(during freezing) relative to the maximum of the freezing curve a depression of the fixed point temperature at 50% of the sample frozen of a few tenths of a milliKelvin.

...a 99.9999% pure sample might have depressions as follows; 0.5mK for In, 0.3mK for Sn, 0.5mK for Zn, 0.7mK for Al and 1.1mK for Ag.

A duration of the plateau of at least 10 hours.”

“...the samples liquidus-point temperature obtained from a slow freeze and from a melt obtained following a fast freeze should agree within 0.2mK.”

Um Wärmeableitung zu verhindern, sollte die Zelle ausreichend tief eingebaut sein. Mindestens aber 3 cm vom Boden des Messkanals entfernt.

Die Siphonic-Zelle wird zusammen mit dem Immersion Compensator in einen Tischkalibrator mit 400 mm Höhe und einfachen Reglern eingebaut (Bild 1 und 2). Die Kalibrieranlage wird ITS-90 Isothermal Tower genannt. Der erste untersuchte ITS-90 Isothermal Tower bestand aus Zinn. Es wurden acht bis zehn Schmelzen und Erstarrungen mit unterschiedlichen Regler- und Immersion Compensator-Einstellungen gefahren.

Je nach Regleroffset konnten Plateaus von 30+ Stunden (Offset 0,1°C) bis 4 Stunden (Offset 0,7°C) erreicht werden.

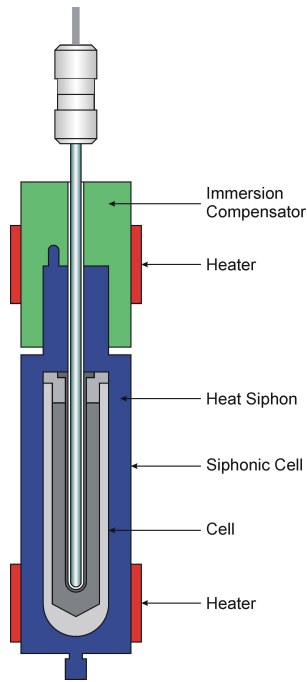
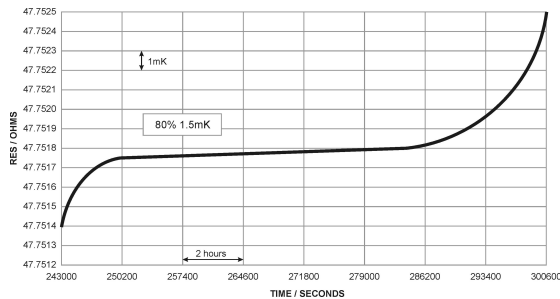


Bild 1: Siphonic Zelle und Immersion Compensator

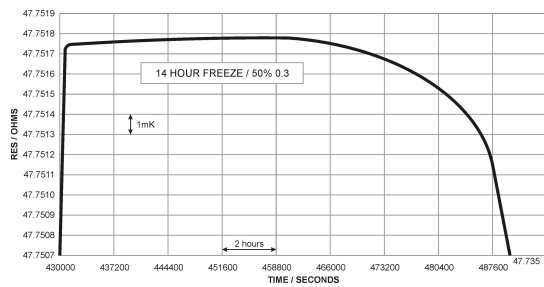


Bild 2: ITS-90 Isothermal Tower

Durch die Optimierung des Immersion Compensators während der Erstarrung konnte ein Temperaturgradient von $\pm 20 \mu\text{K}$ über einen Messbereich von 90 mm über dem Boden des Messkanals erreicht werden. Der Unterschied zwischen Schmelz- und Erstarrungsplateau lag bei geringer als 0,2 mK. 80% der Schmelze lag innerhalb 1 mK und 50% der Erstarrung lag in Abhängigkeit der Historie der Fixpunktzelle zwischen 0 und 0,3 mK (Grafik 1 und 2).



Grafik 1: Siphonic Zinn Fixpunktzelle Schmelzplateau (6. Dezember 2008).



Grafik 2: Siphonic Zinn Fixpunktzelle Erstarrungsplateau (8. Dezember 2008).

Die folgende Tabelle vergleicht die Leistungsfähigkeit des Zinn ITS-90 Isothermal Towers mit den 99,9999% reinem Zinn aus dem CCT/2000-13 Dokument.

Tabelle 1: Sn Siphonic-Zelle

	CCT/2000-13 Zinn	Sn Siphonic Zelle
Übereinstimmung	0,1 bis 0,2mK	✓
Plateaulänge	10Stunden+	✓
80% Schmelze	1mK	✓
50% Erstarrung	0,3mK	✓
Eintauchtiefeneinfluss	Boden 30mm	✓
Reinheit	99,9999%	✓

Der Zinn ITS-90 Isothermal Tower entspricht den Anforderungen des CCT/2000-13 Dokumentes für 99,9999% reines Zinn. Neben Zinn wurden auch Indium und Zink als Fixpunktmaterial untersucht. Die folgende Tabelle zeigt die Ergebnisse:

Tabelle 2: In und Zn Siphonic-Zelle

	CCT/2000-13 Indium	In Siphonic Zelle	CCT/2000-13 Zink	Zn Siphonic Zelle
Übereinstimmung	0,1 bis 0,2mK	✓	0,1 bis 0,2mK	✓
Plateaulänge	10Stunden+	✓	10Stunden+	✓
80% Schmelze	1mK	2mK	1mK	2mK
50% Erstarrung	0,5mK	✓	0,5mK	✓
Eintauchtiefeneinfluss	*	*	Boden 30mm	✓
Reinheit	99,9999%	99,9995%	99,9999%	✓

*Die Eintauchtiefe wurde nicht untersucht

7. Normale

Als SPRT wurde ein ISOTECH 670Q/25,5 Sn 002 und als Messbrücke eine ISOTECH microK400 mit internen Widerständen (TK 1ppm) verwendet.

8. Diskussion

Durch die Kombination von Temperaturfixpunkt und Wärmerohr in einem ITS-90 Isothermal Tower können die höchsten Anforderungen aus dem CCT/2000-13 Dokument erfüllt werden. Der eingebaute Immersion Compensator eliminiert die Wärmeableitung der zu prüfenden Thermometer.

Akkreditierungsstellen kritisieren oft, dass Fixpunktzellen und Thermostate bei Ringvergleichen nicht zusammen kalibriert werden können. Die ITS-90 Isothermal Tower sind geschlossene Kalibrieranlagen. Die Fixpunkte können nicht ausgebaut werden.

Die neuen ITS-90 Isothermal Tower sind einfacher als herkömmliche Kalibrieranlagen zu handhaben und zu kalibrieren.

9. Zusammenfassung

Die neuen Kalibrieranlagen erfüllen oder übertreffen die Anforderungen der optimalen Realisierung der ITS-90 (CCT/2000-13).

10. Literatur

- [1] John P. Tavener, Metal Clad Fixed Point Cells for the ITS-90, NCSLI 2008 International Workshop and Symposium.
- [2] John P. Tavener, Optimal Realizations of Some Fixed Points of the ITS-90, Isotech Journal of Thermometry, Volume 10, No. 1.
- [3] J. Ancsin, E. Mendez-Lango, Comparison of Realizations of the Thermometric Fixed Points of ITS-90 in the range -38 to 420°C between Canada and Mexico, Metrologia 1996 33 415-420.
- [4] C. K. Ma, D. J. Lawlor, A Rugged Zinc Freezing Point Cell for Industrial Applications, Temperature its Measurement and Control in Science and Industry, Page 339-342, Volume 6.
- [5] J. Ancsin, Adrian Solano, Comparing some of the Temperature Scale Defining Points of ITS-90 of Canada with those of Costa Rica, SIM Publication (undated).
- [6] John P. Tavener, Open Cells, Sealed Cells, Slim Cells, Isotech Journal of Thermometry, Volume 2, No. 1.
- [7] John P. Tavener, Freezing and Melting Points in Slim Cells, Isotech Journal of Thermometry, Volume 8, No. 1.
- [8] John P. Tavener, Slim Cells – An International Intercomparison, Temperatur 2003, PTB in Berlin, 8/9th September 2003.
- [9] Supplementary Information for the ITS-90, BIPM 1990, P.93.
- [10] J. V. Nicholas/Dr. White, J. Wiley 2001, Traceable Temperatures.
- [11] Optimal Realizations of the Defining Fixed Points of The ITS-90 that are used for Contact Thermometry, CCT/2000-13.

Kontakt:

Thomas Klasmeier

<https://klasmeier.engineer/>