METRICA
METRology Institutional CAtalog

ISTITUTO NAZIONALE DI RICERCA METROLOGICA
Repository Istituzionale

Caratterizzazione del forno di ricottura Fluke 9117

Original
Caratterizzazione del forno di ricottura Fluke 9117 / Santoro, F., Lopardo, G.. - (2025).

Availability:
This version is available at: 11696/88202 since: 2026-02-25T10:24:54Z

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)

08 November 2026

F. Santoro, G. Lopardo

Caratterizzazione del forno di ricottura Fluke 9117

R.T. n. 5/2025 Maggio 2025

RAPPORTO TECNICO I.N.RI.M.

Abstract

Questo rapporto descrive il collaudo e la messa in funzione del forno Fluke 9117, acquistato per la ricottura degli SPRT presso il laboratorio “T02 - Termometria primaria temperature intermedie” dell’INRiM. Il documento illustra le fasi di installazione, le prove di stabilità e uniformità della temperatura e i risultati ottenuti, con particolare attenzione alla conformità alle specifiche del costruttore e ai requisiti metrologici.

This report describes the testing and commissioning of the Fluke 9117 furnace, purchased for annealing SPRTs at the INRiM laboratory T02 - Primary Thermometry for Intermediate Temperatures. The document details the installation phases, temperature stability and uniformity tests, and the results obtained, with a particular focus on compliance with the manufacturer’s specifications and metrological requirements.

INTRODUZIONE

Il laboratorio “Termometria primaria temperature intermedie” dell’Istituto Nazionale Ricerca Metrologica (INRiM) si occupa di realizzare e mantenere la scala Internazionale di Temperatura del 1990 (ITS-90) [1] e di tarare ai punti fissi termoresistenze in platino (TRP) e termocoppie, in un range di temperature che va da -189,34 °C (punto triplo dell’Argon) a 961,78 °C (punto di solidificazione dell’Argento).

Il primo passaggio del processo di taratura di una termoresistenza in platino è la ricottura, un trattamento termico che implica il riscaldamento di un materiale al di sopra della sua temperatura di cristallizzazione, il mantenimento a questa temperatura per un periodo di tempo adeguato, e quindi il raffreddamento. È un trattamento essenziale in quanto serve a ripristinare il reticolo cristallino del platino che costituisce l’elemento sensibile della termoresistenza e annullare le eventuali deformazioni meccaniche e difetti creatisi.

Gli SPRT (Standard Platinum Resistance Thermometer) sono infatti strumenti delicati. Urti, vibrazioni e simili shock, possono portare il filo di platino che compone l’elemento sensibile del termometro, a flettersi, producendo stress e danni meccanici. Singoli incidenti o la prolungata poca cura nel manovrare il termometro possono causare un incrementare della resistenza di quest’ultimo e quindi un aumento della temperatura letta che può variare da 0.01 °C fino a 0.1 °C. In ogni caso, è comunque inevitabile che un SPRT riceva almeno una piccola quantità di shock meccanico durante il suo funzionamento.

Nello specifico, il processo di ricottura eseguito presso il laboratorio T02 - Termometria primaria temperature intermedie, consiste nel mantenere per due ore alla temperatura di 660 °C i termometri il cui range di taratura arriva sino al punto di solidificazione dell’alluminio (660,323 °C) per poi inserirli

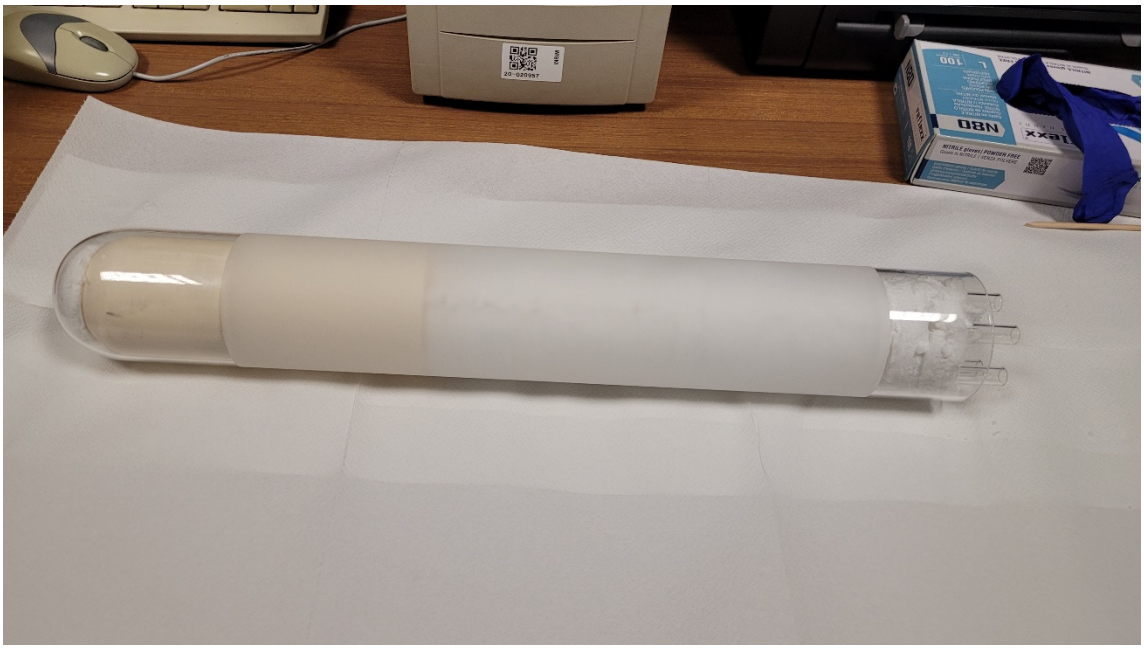
immediatamente a 480 °C per altre due ore. Stesso procedimento, ma partendo da una temperatura iniziale di 700 °C, per poi passare a 480°C, nel caso di termoresistenze per alte temperature da tarare fino al punto di solidificazione dell'argento (961.8 °C). Se invece il range di taratura del termometro si ferma al punto di solidificazione dello zinco (419,527 °C) è sufficiente inserirlo e mantenerlo per due ore a 480 °C.

Data l'elevata mole di lavoro del laboratorio viene acquistato, per la ricottura degli SPRT, il forno della Fluke Corporation modello 9117. Il forno è dotato di un provettone con cinque pozzetti termometrici in quarzo e rende dunque possibile ricuocere altrettanti termometri contemporaneamente. In questo rapporto vengono presentati i passaggi svolti al fine di collaudarlo e metterlo in funzione.

PROCEDURA DI COLLAUDO

In data 19/02/2024 si decide di aprire la cassa di legno contenente il forno. Una volta rimossi gli imballaggi esterni, usando dei guanti in nitrile, si estraggono tutti i componenti e li si pulisce con alcol e carta in modo da evitare il potenziale fenomeno della devetrificazione di alcuni dei suddetti componenti. Parte degli elementi che costituiscono il forno, sono infatti prodotti in silice sotto forma di vetro di quarzo, impermeabile alla quasi totalità dei contaminanti. Ci sono però delle sostanze, in particolare il cloruro di sodio, proveniente dal sudore presente sulla pelle, che fanno sì che la silice regredisca al suo stato cristallino, con una transizione di fase irreversibile. Questo processo, detto appunto "devetrificazione", si verifica con l'esposizione ad alte temperature e rende il materiale di un colore bianco latte, molto fragile e permeabile ai gas.

Una volta preparati i componenti si procede a montare il provettone come in foto: viene applicato sul fondo del provettone un cuscino in fiberfrax (un materiale isolante in fibra ceramica), poi un blocco di alluminia con cinque fori, all'interno dei quali vengono inseriti i cinque pozzetti in quarzo per i termometri. Il tutto viene circondato da fiberfrax per isolare, e chiuso in cima con un tappo di allumina.



I cinque pozzetti di cui è dotato il provettone, hanno le seguenti dimensioni: 500 millimetri di lunghezza, 11 millimetri di diametro esterno e 8 millimetri di diametro interno.

Una volta collegate le termocoppie in dotazione si accende il forno, senza volontariamente inserire il provettone, e si porta gradualmente alla temperatura a 970 °C, vicino al limite massimo del forno.

Al termine di questa prova si procede ad inserire il provettone, avendo avuto cura di posizionare sul fondo del foro del forno una base in fiberfrax sulla quale appoggiarlo. La distanza tra questa base e la superficie del forno è pari a 49,5 cm. Una volta inserito il provettone, quest'ultimo sporge di circa 2 cm.

Dopo di che, si riempie lo spazio tra il provettone e la circonferenza del foro che lo contiene con della lana di vetro in modo che sia centrato e meno soggetto a vibrazioni e spostamenti.

Nei giorni successivi vengono effettuate prove di raggiungimento e mantenimento della temperatura con il provettone inserito: una volta acceso il forno lo si porta da prima ad una temperatura di 120 °C per poi lasciarlo una notte a 690 °C ed una a 900 °C.

Una volta appurato che il forno si accenda correttamente, rispetti il tempo di risalita e i parametri impostati, e mantenga la temperatura, si procede ad eseguire una prova di uniformità tra i pozzetti per verificare che non ci siano differenze di temperatura tra di essi, e successivamente un profilo in estrazione ed immersione.

Strumentazione di misura

Tutte le misure effettuate durante il collaudo di questo forno sono state eseguite con la seguente strumentazione**:**

- TRP IMGC China 90122: termoresistenza in platino per alte temperature, con una resistenza di 0.25 Ω a 0 °C. Ex termometro di riferimento per il punto di solidificazione dell'argento.
- Resistenza Campione da 1 Ω per ponte di resistenza, modello Tinsley 5685A, collocata nel proprio termostato ad una temperatura fissa di 36.0 °C.
- Ponte di misura primario ASL F18 impostato con i seguenti parametri: corrente pari a 5 mA, frequenza a 25 Hz (Low), impedenza pari a 100 Ω e guadagno a 10^4.

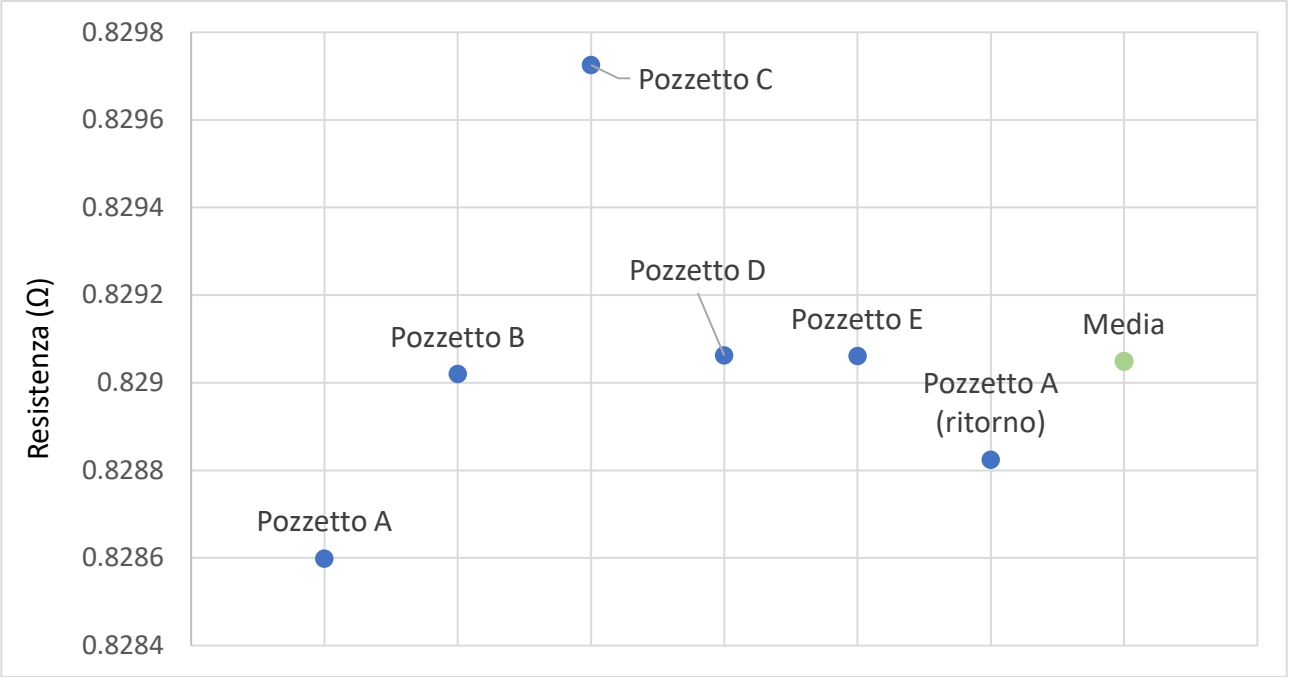
Per procedere alla prova di uniformità tra i pozzetti, si imposta il forno ad una temperatura di 660 °C e, una volta che il forno ha raggiunto la temperatura, si inserisce a turno lo stesso termometro in tutti e cinque i pozzetti del provettone, acquisendo per ogni pozzetto una dati per circa venti minuti. Inoltre, dopo le misure nel pozzetto "E" (l'ultimo dei cinque pozzetti ad essere misurato), si riporta il termometro nel pozzetto "A" (il primo) per una misura di ritorno.

Di seguito i risultati del test:

	Pozzetto A	**Pozzetto B**	**Pozzetto C**	**Pozzetto D**	**Pozzetto E**	**Pozzetto A**	**Media**
Media delle misure (Ω)	0.82859834	0.82902007	0.8297252	0.829062174	0.8290609	0.82882425	0.8290485
Differenza in K rispetto alla media dei 5 pozzetti	- 0.0056	- 0.0004	0.0085	0.0002	0.0001	- 0.0028	

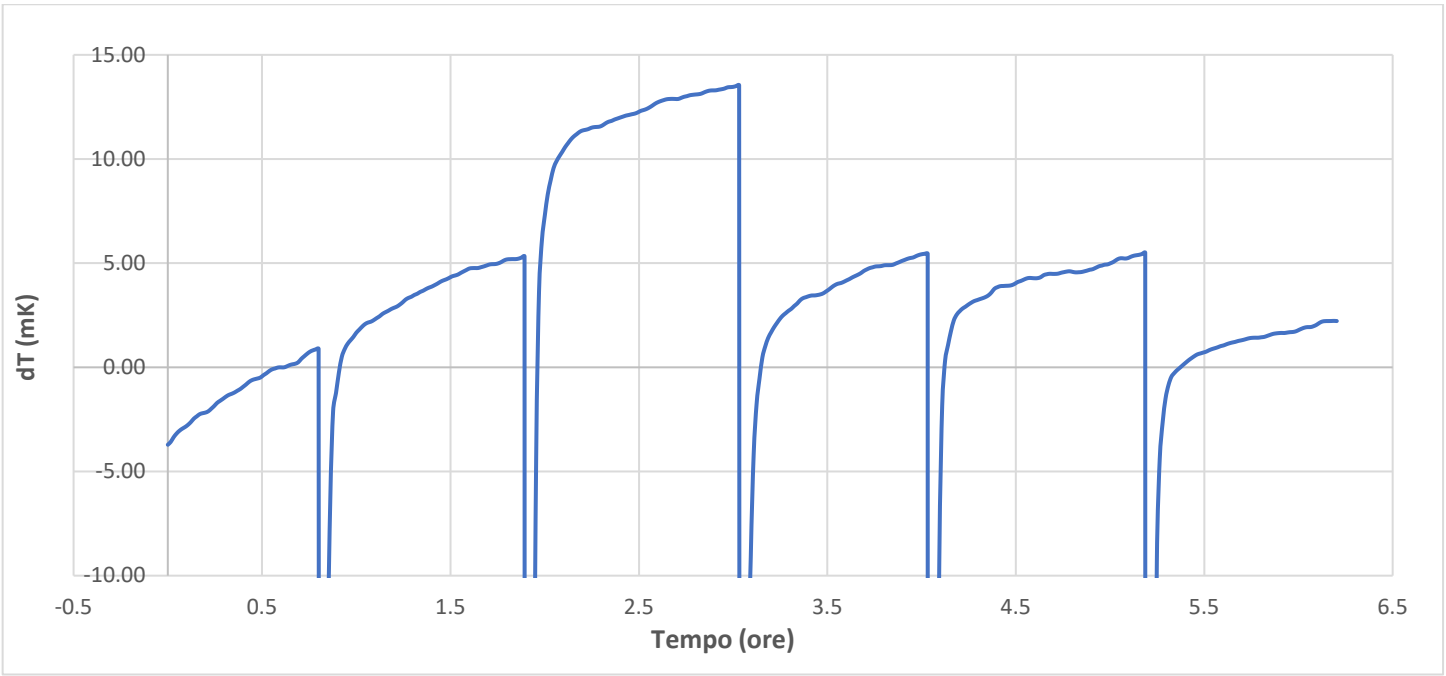
- *Tabella 1: riassunto delle misure effettuate nei 5 pozzetti*

In questa tabella sono riportate nella prima riga le misure di resistenza (Ω) del TRP IMGC China 90122 nei cinque pozzetti del forno, una misura di ritorno nel primo pozzetto e la media di tutte le misure. Nella seconda riga è presente la differenza in temperatura dei vari pozzetti rispetto alla media di tutte le misure.



-figura 1: misure della resistenza media dal pozzetto A al pozzetto E e resistenza media dei pozzetti

La *figura 1* è la rappresentazione grafica della *tabella 1*, riporta i valori di resistenza media dei vari pozzetti e il valore medio tra tutti i pozzetti (in verde).



-figura 2: misure dal pozzetto A al pozzetto E e ritorno in A con differenza in mK

Il grafico in *figura 2* mostra l'andamento della temperatura nei vari pozzetti. L' asse delle ascisse rappresenta l'andamento nel tempo, quello delle ordinate invece riporta la differenza in temperatura

rispetto ad un valore scelto come valore di riferimento. I picchi verso il basso corrispondono agli spostamenti del termometro da un pozzetto all'altro.

Secondo il manuale [2], il forno ha un'uniformità specificata di ±0,5°C a 660°C e ±1,0°C a 1000°C. Questo significa che le variazioni tra i pozzetti devono rimanere entro questi limiti per garantire condizioni riproducibili. Il test effettuato ha dimostrato che i pozzetti sono in accordo con quanto specificato dal costruttore. La differenza massima tra pozzetti è risultata circa 8 mK rispetto alla media, quindi molto inferiore al limite di dichiarato. Questo dimostra che il forno rispetta ampiamente le specifiche e offre una distribuzione termica stabile e riproducibile. L'ultima misura di ritorno nel pozzetto A ha confermato che non si sono verificati drift significativi nel tempo. In conclusione, tutti i pozzetti raggiungono e mantengono la stessa temperatura con scostamenti minimi, garantendo condizioni identiche per tutti i termometri.

La successiva prova effettuata è stata quella di realizzare un profilo in estrazione, seguito consequenzialmente da un profilo in immersione per verificare l'uniformità verticale del forno di ricottura, ovvero la costanza della temperatura lungo l'asse verticale dei pozzetti in cui vengono inseriti i termometri. Quando si misura la temperatura a diverse profondità all'interno del pozzetto (dal fondo fino alla parte superiore), ci si aspetta che la variazione di temperatura sia minima. Se la temperatura cambiasse significativamente lungo questa direzione, potrebbe influenzare l'uniformità della ricottura.

Per realizzare i profili è stato scelto il pozzetto A. Si è inserito il termometro facendolo arrivare fino al fondo del pozzetto termometrico e si sono acquisite le misure partendo dal fondo fino ad arrivare a 12 cm di distanza da quest'ultimo, con intervalli di due centimetri per volta. Arrivati a 12 cm dal fondo si è eseguito il profilo in immersione riportando il termometro a fine pozzetto, ripetendo misure con lo stesso intervallo del profilo in estrazione (2 cm). Ad ogni valore medio ricavato è poi stata applicata una correzione che serve ad elidere eventuali errori sistematici durante la misura del profilo.

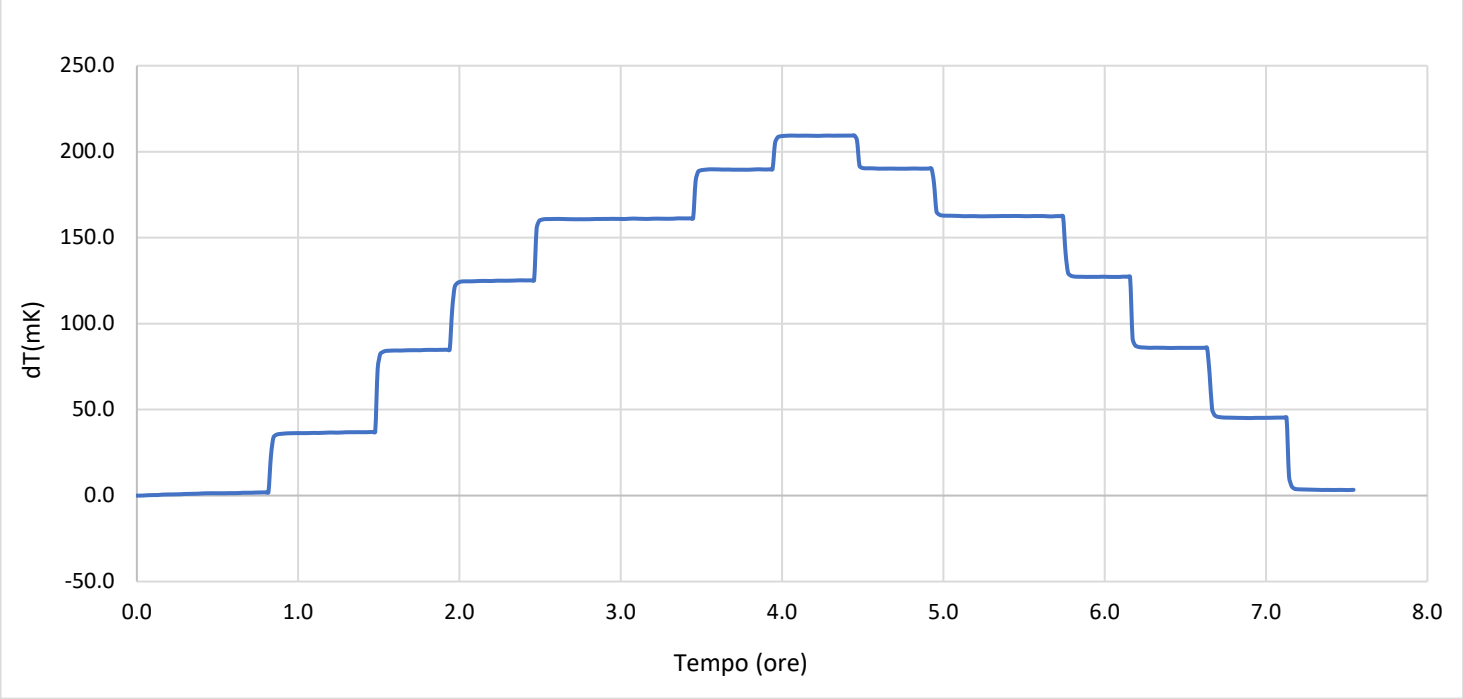
Di seguito i risultati del test:

Distanza dal fondo (Cm)	dT (mK)
0	1.57
2	36.70
4	84.36
6	124.62
8	160.47

10	188.88
12	208.45
10	189.15
8	161.37
6	125.93
4	84.49
2	43.67
0	1.57

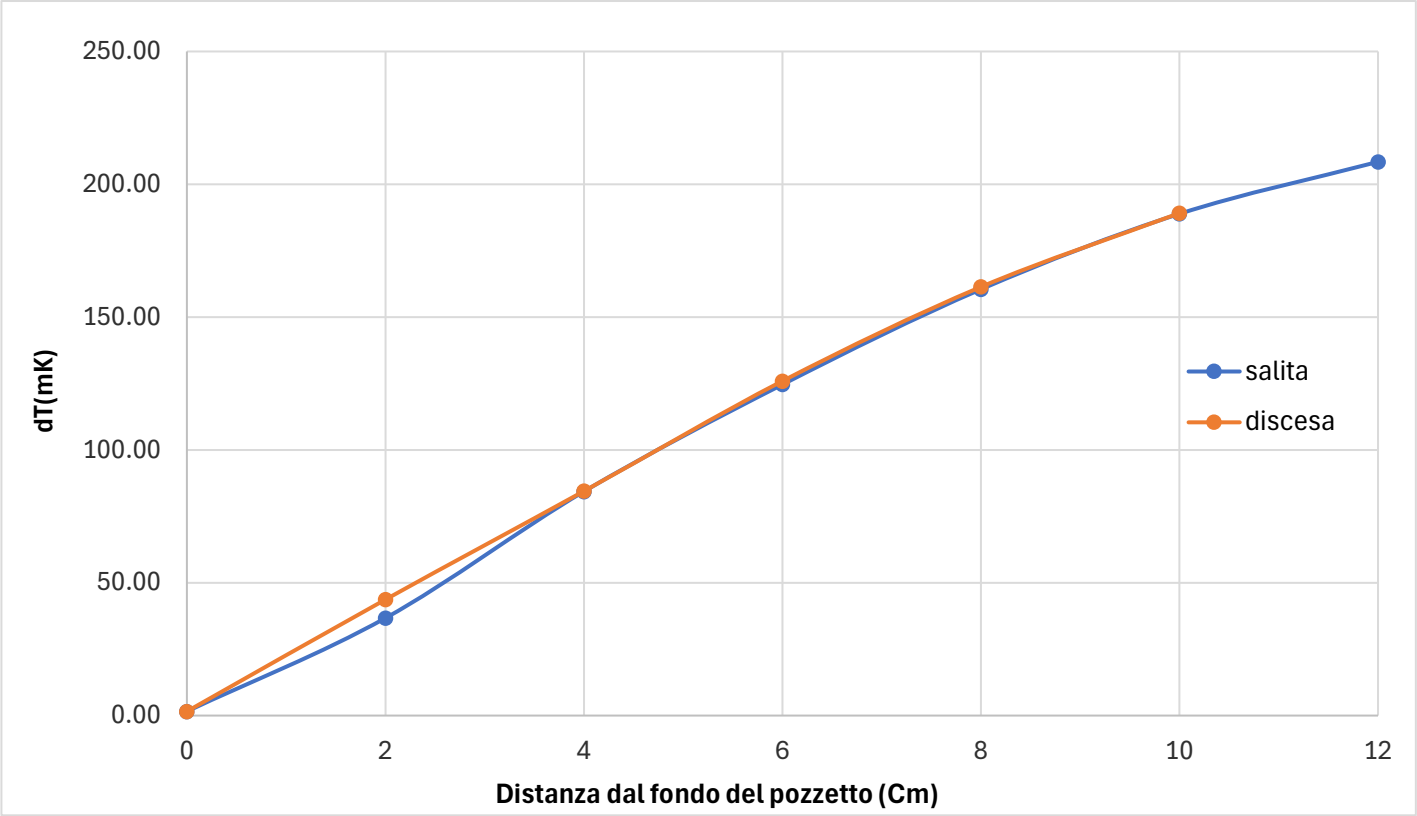
-Tabella 2: profilo in estrazione ed immersione

La *tabella 2* riporta i risultati del profilo realizzato. La prima colonna indica i centimetri di distanza dal fondo del pozzetto, la seconda riporta invece la differenza media in temperatura (mK) rispetto ad un valore di resistenza misurato al fondo del pozzetto. In blu sono riportate le misure in salita, in arancione quelle in discesa.



-Figura 3: Profilo di temperatura misurato in estrazione ed immersione

La figura 3 mostra lo sviluppo del profilo. L' asse delle ascisse rappresenta l'andamento nel tempo, quello delle ordinate invece riporta la differenza in temperatura rispetto al valore misurato al fondo del pozzetto.



-Figura 4: profilo in estrazione ed immersione con la differenza in temperatura rispetto allo 0

La figura 4 è la rappresentazione grafica della *tabella 2*. Sull' asse delle ascisse è riportata la distanza dal fondo del pozzetto termometrico, su quello delle ordinate invece, la differenza in temperatura rispetto al fondo del pozzetto.

Dal profilo realizzato, si evince che le variazioni tra estrazione ed immersione sono all'interno dei limiti di accettabilità. Infatti, la differenza massima rispetto alla temperatura del fondo del pozzetto è di circa 200 mk, raggiunta a 12 centimetri di altezza. Questo gradiente di temperatura è sufficientemente basso da garantire la corretta ricottura dei termometri e conferma i valori forniti dal costruttore del forno, riportati sul manuale [2], secondo il quale il forno ha un gradiente verticale inferiore a 1°C nell'area attorno all'elemento sensibile del termometro.

CONCLUSIONI

Per tutta la durata del collaudo e dei test effettuati, il forno non ha mostrato anomalie, derive o malfunzionamenti. Le specifiche fornite dal costruttore sono state rispettate e il sistema di controllo ha correttamente eseguito i comandi impostati.

L'analisi dell'uniformità tra i pozzetti ha mostrato che le differenze di temperatura tra i cinque alloggiamenti all'interno del provettone sono inferiori a 10 mK, un valore ben al di sotto del limite di ±0,5 °C dichiarato dal costruttore.

L'uniformità verticale della temperatura all'interno del pozzetto è stata verificata grazie al profilo in immersione ed estrazione. I risultati del profilo hanno evidenziato una buona uniformità e confermato le specifiche fornite dal costruttore che prevedono un gradiente di temperatura minore di 1 °C nell'area dell'elemento sensibile del TRP.

Per quanto riguarda la stabilità termica del forno, le fluttuazioni osservate sono risultate inferiori ai limiti specificati dal costruttore (±0,5 °C) e compatibili con le esigenze di laboratorio.

Questi risultati confermano che il forno Fluke 9117 soddisfa i requisiti di uniformità richiesti per la ricottura degli SPRT, in linea con le raccomandazioni della guida alla realizzazione della ITS-90 [3]. La distribuzione termica omogenea e stabile garantisce che ogni termometro venga trattato nelle stesse condizioni, in un ambiente termico controllato e riproducibile.

Da questi risultati si può affermare che il forno risulta correttamente funzionante e pronto per essere. messo in servizio.

Poiché la ricottura è un processo preparatorio alla taratura del SPRT, le eventuali disuniformità di temperatura non rientrano nel computo dell'incertezza. L'unica cosa importante è che la temperatura sia stabile ed uniforme per l'intera durata del processo.

Bibliografia

1. H. Preston-Thomas, Metrologia1990, 27,3: https://iopscience.iop.org/article/10.1088/0026-1394/27/1/002/pdf
2. Fluke Corporation, Hart Scientific Division - 9117 Users guide: https://dam-assets.fluke.com/s3fs-public/9117___ugeng0000.pdf?VersionId=ZsgI_qikHuIRc5V5FmpgBUPM2NFpvjtt
3. Guide to the Realization of the ITS-90: Platinum Resistance Thermometry (2018): https://www.bipm.org/documents/20126/41773843/Guide_ITS-90_5_SPRT_2021.pdf/c4bbbe56-4118-eef7-47cb-3ea234db40b8