METRICA
METRology Institutional CAtalog

ISTITUTO NAZIONALE DI RICERCA METROLOGICA
Repository Istituzionale

# Cella del punto fisso del Gallio: analisi del funzionamento del sistema di regolazione della temperatura per l'esecuzione del punto fisso

*Original*
Cella del punto fisso del Gallio: analisi del funzionamento del sistema di regolazione della temperatura per l'esecuzione del punto fisso / Florio, M., Santoro, F.. - (2024).

*Availability:*
This version is available at: 11696/88203 since: 2026-02-25T10:28:35Z

*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)

15 November 2026

*M. Florio, F. Santoro*

# Cella del punto fisso del Gallio: analisi del funzionamento del sistema di regolazione della temperatura per l'esecuzione del punto fisso

R.T. n. 12/2024 Marzo 2024

RAPPORTO TECNICO I.N.RI.M.

## ABSTRACT

The melting point of gallium (29.7646 °C) is one of the fixed points used to realize the International Temperature Scale (ITS-90).
It is carried out at the INRiM primary contact thermometry laboratory, using a device consisting of a sealed cell containing pure metal and by using a dedicated temperature regulation system.
During an intervention to verify the electronic regulation circuit (a project dating back to the early eighties of the last century!), the opportunity was taken to carry out an accurate analysis of the functioning of the latter from both an electronic and physical point of view, so that it can be replicated if necessary using more modern electronic components.


## INTRODUZIONE

Il punto di fusione del Gallio (29,7646 °C) è uno dei punti fissi utilizzati per la realizzazione della Scala Internazionale di Temperatura del 1990 (STI-90).
Viene realizzato presso il laboratorio di termometria primaria per contatto dell'INRiM, mediante un dispositivo costituito da una cella sigillata contente il metallo puro e dal relativo sistema di regolazione della temperatura.
Durante un intervento di verifica del circuito elettronico di regolazione (progetto risalente all'inizio degli anni ottanta del secolo scorso!) si è colta l'occasione per svolgere un'accurata analisi sul funzionamento di quest'ultimo sia dal punto di vista elettronico sia fisico, in modo da poter all'occorrenza replicarlo utilizzando componenti più moderni.

## DESCRIZIONE DEL SISTEMA DI REGOLAZIONE DELLA TEMPERATURA

Il sistema è composto dalle seguenti parti:

### AMPLIFICATORE PER TERMOCOPPIE

E' la parte che si occupa di effettuare il vero e proprio controllo di temperatura tramite un circuito elettronico analogico integrato. Per il suo funzionamento necessita di un collegamento alla tensione di rete e ad una tensione continua di 5 volt ottenuta mediante un alimentatore esterno.
Ai capi dei due morsetti plastici, rispettivamente di colore blu (+) e verde (-) troviamo il segnale di uscita, utilizzato per il pilotaggio dell'alimentatore da banco HP6263B, mentre ai capi dei due morsetti metallici viene collegata una termocoppia differenziale di tipo T.

Figura 1: amplificatore per termocoppie

Esternamente (figura 1) sono presenti:

- un interruttore generale che permette di interrompere l'alimentazione di rete a 220 volt
- un interruttore che permette di interrompere l'alimentazione della tensione continua a 5 volt
- un commutare a 2 posizioni per l'impostazione del guadagno di amplificazione e della relativa costante di tempo
- un potenziometro multigiro provvisto di apposita manopola "contagiri" per l'impostazione del *set-point*
- due morsetti plastici per il comando dell'alimentatore programmabile
- due morsetti metallici ai quali va collegata la termocoppia differenziale tipo T

Figura 2: interno dell'amplificatore per termocoppie

Internamente (figura 2) troviamo:

- un modulo di alimentazione duale in continua ± 15 V
- il circuito elettronico di controllo montato su basetta millefori
- un porta batteria utilizzato in passato come riferimento di tensione (attualmente non più presente!)
- l'alimentazione in corrente continua a 5 V da alimentatore esterno, eventualmente escludibile tramite l'interruttore che originariamente serviva a commutare il riferimento di tensione sulla batteria interna.

**ALIMETATORE PROGRAMMABILE HP6263B**

Figura 3: alimentatore HP6263B pannello anteriore e posteriore

Si tratta di un alimentatore programmabile, configurato in modo da poter alimentare in corrente il carico collegato alla sua uscita tramite una tensione esterna di pilotaggio.

La corrente in uscita è proporzionale alla tensione di comando con una sensibilità pari a 50 mV/A (partendo da una tensione minima di comando di circa 12 mV).

Con l'ingresso di comando "aperto" è possibile regolare la tensione massima in uscita tramite l'apposito potenziometro presente sul suo pannello frontale. Quest'ultimo è inoltre dotato di una scala graduata attraverso la quale è possibile impostare i valori con una buona ripetibilità (vedere tabella n. 1).

La massima tensione di pilotaggio è di 500 mV, tensioni più alte (in valore assoluto) provocano la rottura dello stadio d'ingresso, mentre tensioni negative azzerano l'uscita.

Nella figura 4 sono riportati i collegamenti da effettuare sulla morsettiera posteriore per ottenere la modalità di funzionamento descritta.

Secondo quanto raccomandato dal costruttore, in serie al segnale di comando, è opportuno porre una resistenza di protezione da 1000 ohm.
Notare la presenza (Figura 3) di alcuni "cavallotti" metallici utili a collegare tra loro i morsetti adiacenti.

| POSIZIONE GHIERA POTENZIOMETRO | TENSIONE MASSIMA IN USCITA [V] |
|---|---|
| 2,0 | 5 |
| 2,8 | 7 |
| 3,2 | 8 |

Tabella :1 regolazione tensione massima di uscita alimentatore HP6263B

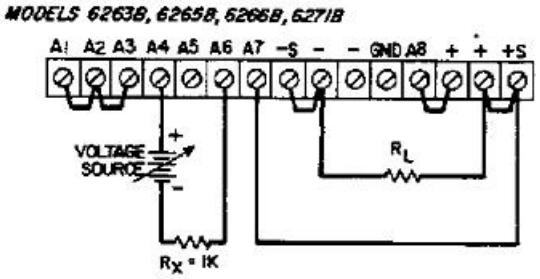


Figura 4: collegamenti su morsettiera posteriore per il controllo remoto in tensione della corrente in uscita

**TERMOCOPPIA DIFFERENZIALE TIPO T**

Si tratta di una termocoppia tipo T (rame – costantana) idonea ad essere utilizzata nel campo di temperatura entro il quale si manifesta la transizione di fase del Gallio.
Viene utilizzata in modalità differenziale, ovvero con le due giunzioni poste in contatto termico rispettivamente con il pozzetto centrale della cella (cavetto di colore ROSSO) e con il riscaldatore esterno posto intorno ad essa (cavetto di colore NERO), con lo scopo di ottenere una forza elettromotrice proporzionale alla differenza di temperatura fra queste due zone.
La sequenza di collegamento delle giunzioni è la seguente: RAME - COSTANTANA - RAME, con i cavetti rosso e nero collegati ai due fili di rame.
Se la temperatura del GALLIO è MAGGIORE di quella del riscaldatore esterno, avremo un segnale positivo sul cavetto ROSSO, mentre se la temperatura del RISCALDATORE esterno è MAGGIORE di quella del Gallio, avremo un segnale positivo sul cavetto NERO.
La sensibilità della termocoppia in questa configurazione è proporzionale alla differenza di temperatura tra le due giunzioni ed assume il valore di circa 40 µV/°C.

**CIRCUITO ELETTRONICO DI REGOLAZIONE**

Figura 5: circuito lato componenti e lato saldature

Nella figura 5 è possibile osservare il lato componenti e quello delle saldature del circuito elettronico montato su piastra millefori. Le piste di connessione a pettine nel punto in cui la scheda si alloggia nel proprio connettore sono state numerate da 1 a 22 (i numeri sono riportati in rosso sullo schema elettrico).
In mancanza di documentazione tecnica è stato necessario ricavare dal circuito lo schema elettrico visibile in figura 6.

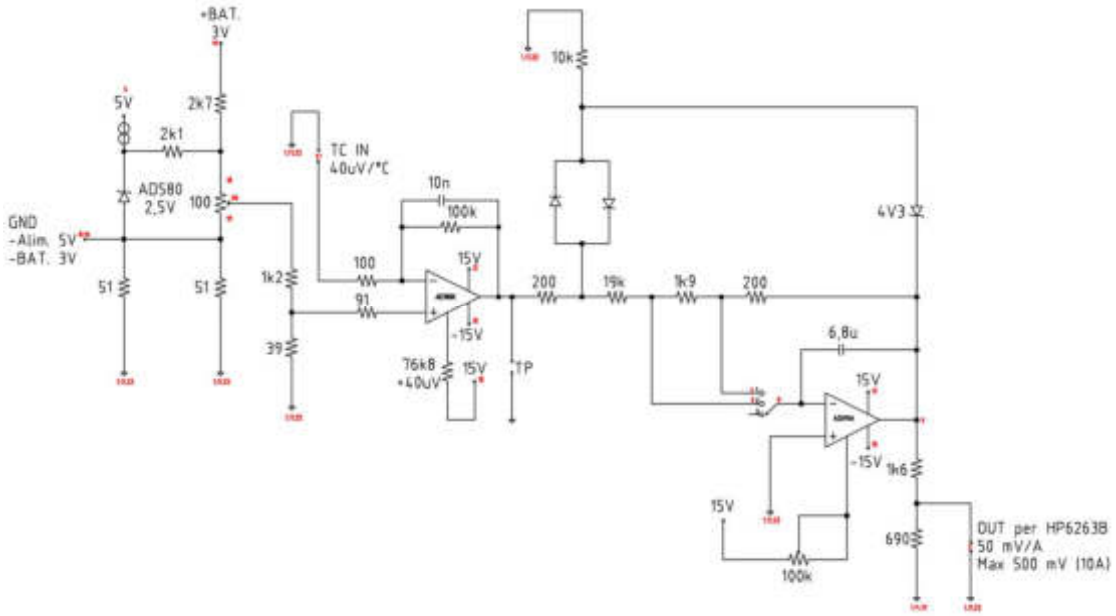


Figura 6: schema elettrico ricavato dal circuito

Per analizzare meglio il circuito è necessario dividerlo in quattro blocchi:

TENSIONE DI RIFERIMENTO

La tensione di riferimento è generata attraverso un riferimento di tensione AD580 da 2,5 V.
Essa viene ridotta attraverso due partitori resistivi, di cui il primo dotato di potenziometro multigiro.
L'escursione di tensione che si ottiene sull'ingresso non invertente dell'amplificatore AD180K è compreso tra 45 µV e 810 µV circa.
La manopola che comanda il potenziometro è graduata e ad ogni giro corrisponde un incremento del *set-point* di circa 76,5 µV.

AMPLIFICATORE DIFFERENZIALE INVERTENTE

L'amplificatore AD180K è configurato come amplificatore differenziale a retroazione negativa con un fattore di guadagno di circa 1000 ed una costante di tempo di circa 1 ms.
Sull'ingresso non invertente è presente una tensione proporzionale alla differenza di temperatura che si intende ottenere tra la cella del Gallio ed il riscaldatore esterno che chiameremo segnale di *set-point*. Quest'ultimo è costituito dalla somma tra la tensione di riferimento e quella di *offset* che vale circa 40 µV. L'*offset* viene generato grazie al resistore da 76,8 kΩ collegato tra l'alimentazione a 15 V e l'apposito ingresso dell'amplificatore ed è utile a prevenire eventuali auto oscillazioni del sistema.
Sull'ingresso invertente è presente il segnale proveniente dalla termocoppia differenziale.
In pratica questo primo stadio di amplificazione fornisce in uscita un segnale con polarità negativa solamente nel caso in cui il segnale proveniente dalla termocoppia differenziale abbia polarità positiva e valore superiore rispetto al segnale di *set-point*.

INTEGRATORE-AMPLIFICATORE-PARTITORE

Il secondo amplificatore, AD119A, effettua un'operazione di integrazione e amplificazione diverse a seconda della posizione del commutatore posto sul suo ingresso invertente.
Per analizzare meglio il funzionamento del blocco è utile ridisegnare lo schema elettrico nelle due posizioni del commutatore.

COMMUTATORE IN POSIZIONE 1

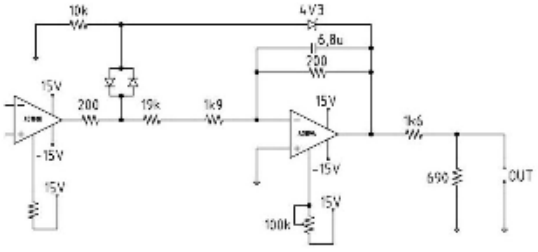


Figura 7: circuito equivalente con il commutatore in posizione 1

In questa configurazione si ottiene un guadagno unitario con una costante di tempo di 1,4 ms.

COMMUTATORE IN POSIZIONE 2

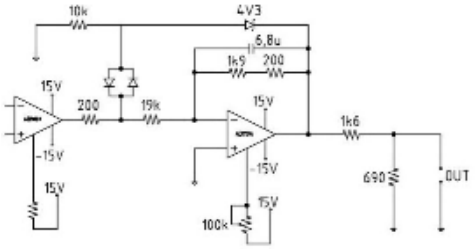


Figura 8: circuito equivalente con il commutatore in posizione 2

In questa seconda configurazione si ha un guadagno di 10,5 e una costante di tempo di 14 ms.
E' interessante notare che la rete di controreazione è posta in parallelo al sistema di limitazione della tensione in uscita, di conseguenza l'anello non si chiude sull'ingresso invertente dell'amplificatore, ma sul nodo compreso tra i due diodi in antiparallelo e il resistore da 200 Ω.
Come verificato anche sperimentalmente il guadagno dello stadio deve essere calcolato rispetto al resistore da 200 Ω posto a sinistra dei diodi in antiparallelo.
La configurazione dell'amplificatore è di tipo invertente, quindi si otterrà in uscita un segnale con polarità inversa rispetto al precedente stadio.
Infine, il partitore in uscita attenua di circa 3,3188 volte il segnale in modo da renderlo idoneo a pilotare l'ingresso dell'alimentatore programmabile.

CIRCUITO DI PROTEZIONE

La rete composta dai due diodi in antiparallelo e dal diodo zener da 4,3 V serve a limitare la tensione di uscita all'amplificatore AD119A.
La limitazione ha valore diverso a seconda della polarità del segnale in uscita.
In caso di segnale negativo il diodo zener tende a polarizzarsi direttamente, ritrovandosi in serie con un ulteriore diodo polarizzato anch'esso direttamente. Quando la differenza di potenziale tra ingresso e uscita dell'amplificatore è maggiore di 1,5 V (caduta di tensione uguale a 0,75 V su ciascuno dei diodi), il ramo di circuito inizia a condurre, limitando la tensione di uscita a tale valore.
Se invece il segnale è positivo il diodo zener tende a polarizzarsi inversamente, ponendosi in serie ad un ulteriore diodo polarizzato direttamente.
Quando la differenza di potenziale tra ingresso e uscita dell'amplificatore supera i 5 V (4,3V dello zener + 0,75 V del diodo) il ramo di circuito inizia a condurre, limitando la tensione a tale valore.
Riassumendo quanto detto fino ad ora e tenendo conto del partitore di tensione posto a valle dell'amplificatore, avremo in uscita al circuito i seguenti valori massimi di tensione:

- 1,5 V quando il segnale in uscita dal circuito ha polarità POSITIVA.
- - 452 mV quando il segnale in uscita dal circuito ho polarità NEGATIVA.

## PARAMETRI DI REGOLAZIONE

Il circuito elettronico descritto, in abbinamento con l'alimentatore HP6263B, costituiscono un sistema di regolazione della temperatura di tipo proporzionale.
Nell'ottica di un futuro ammodernamento è necessario determinare i parametri di regolazione utilizzati in quanto sono stati, senza dubbio, accuratamente definiti durante la fase di progettazione e collaudo del sistema.
I parametri in questione sono tre:

- SET-POINT
- BANDA MORTA
- BANDA PROPORZIONALE

**SET-POINT**

Come già scritto in precedenza il segnale di *set-point* è costituito dalla somma del segnale di riferimento e della tensione di *offset*.

Per determinare sperimentalmente tale parametro occorre fornire ai morsetti di collegamento della termocoppia una tensione variabile attraverso l'utilizzo di un generatore di tensione. Quando la tensione presente sui morsetti di uscita del dispositivo assumerà valore nullo, saremo nella condizione in cui il segnale di *set-point* e quello fornito dal generatore di tensione hanno lo stesso valore.

Per tale scopo si utilizza il generatore di tensione DATEL 8500, in grado di fornire una tensione compresa tra 1 mV e 20 V, seguito da un partitore di tensione con rapporto 1/1000.

La resistenza elettrica della termocoppia è pari a circa 20 ohm, quindi per il partitore sono stati utilizzati un resistore da 20000 ohm ed uno da 20 ohm, in modo che l'ingresso del sistema di regolazione "veda" in entrambi i casi lo stesso valore di resistenza.

| POSIZIONE POTENZIOMETRO | SEGNALE DI SET-POINT [uV] | TEMPERATURA DI SET-POINT [°C] |
|---|---|---|
| **0** | **81** | **2,1** |
| **1** | **161** | **4,2** |
| **2** | **236** | **6,1** |
| **3** | **312** | **8,0** |
| **4** | **387** | **9,9** |
| **5** | **462** | **11,8** |
| **6** | **537** | **13,7** |
| **7** | **613** | **15,6** |
| **8** | **689** | **17,5** |
| **9** | **767** | **19,5** |
| **10** | **843** | **21,3** |

Tabella 2: segnali e temperature di *set-point*

**BANDA MORTA**

SI tratta di un intervallo di temperatura nell'intorno del *set-point* entro il quale l'uscita del sistema assume valore nullo. Lo scopo di tale parametro è quello di impedire continui passaggi per lo zero del segnale di uscita del regolatore che darebbero luogo ad oscillazioni e di conseguenza ad una regolazione di cattiva qualità.

Il parametro è definito dalla caratteristica dell'alimentatore HP6263B di non fornire potenza in uscita fintanto che la tensione di comando (tensione di uscita del circuito di regolazione) rimane sotto i 12 mV. L'ampiezza di tale banda dipende anche dal guadagno del secondo stadio del circuito e di conseguenza dalla posizione del commutatore.

La determinazione di questo parametro è avvenuta in modo sperimentale con le stesse modalità utilizzate per la determinazione del segnale di *set-point*. In questo caso si è però ricercata la tensione in ingresso che porta l'uscita ad assumere il valore di -12 mV e +12 mV rispettivamente.

La differenza tra i due valori di tensione trovati, convertita in temperatura, costituisce l'intervallo di banda morta entro il quale lavora il sistema di regolazione.

| POSIZIONE POTENZIOMETRO | SEGNALE TC PER USCITA A -12 mV [uV] | SEGNALE TC PER USCITA A 12 mV [uV] | BANDA MORTA [uV] | BANDA MORTA [°C] |
|---|---|---|---|---|
| 0 | 31,5 | 114,5 | 83,0 | ± 1,05 |
| 1 | 108,8 | 191,1 | 82,3 | ± 1,05 |
| 2 | 186,4 | 269,2 | 82,8 | ± 1,05 |
| 3 | 262,3 | 345,1 | 82,8 | ± 1,05 |
| 4 | 337,0 | 420,7 | 83,7 | ± 1,05 |
| 5 | 414,1 | 496,8 | 82,7 | ± 1,05 |

Tabella 3: BANDA MORTA con COMMUTATORE in POSIZIONE 1

| POSIZIONE POTENZIOMETRO | SEGNALE TC PER USCITA A 12 mV [uV] | SEGNALE TC PER USCITA A -12 mV [uV] | BANDA MORTA [uV] | BANDA MORTA [°C] |
|---|---|---|---|---|
| 0 | 75,8 | 85,0 | 9,2 | ± 0,1 |
| 1 | 154,3 | 162,5 | 8,2 | ± 0,1 |
| 2 | 230,7 | 239,1 | 8,4 | ± 0,1 |
| 3 | 305,0 | 315,0 | 10,0 | ± 0,1 |
| 4 | 382,0 | 390,5 | 8,5 | ± 0,1 |
| 5 | 457,4 | 465,7 | 8,3 | ± 0,1 |

Tabella 4: BANDA MORTA con COMMUTATORE in POSIZIONE 2

**BANDA PROPORZIONALE**

E' definita come un intervallo di temperatura nell'intorno del set-point entro il quale il sistema fornisce in uscita un segnale di valore proporzionale alla differenza tra la variabile di processo ed il *set-point stesso.*
Viene determinata dal guadagno del secondo stadio di amplificazione del circuito e in minima parte anche dalla massima tensione (a vuoto) di alimentazione impostata sull'alimentatore HP6263B.
La resistenza del riscaldatore esterno rimane sostanzialmente invariata nel campo di temperatura in cui esso opera e si attesta intorno al valore di 21 ohm. La corrente dipende dal valore della tensione di alimentazione secondo la legge di ohm (I = V/R). La massima tensione in uscita al circuito, per la quale il sistema funziona in modo lineare, sarà data dalla corrente sul riscaldatore moltiplicata per la sensibilità dell'alimentatore e ulteriormente sommata ai 12 mV della tensione minima di comando di quest'ultimo.
Conoscendo i valori di amplificazione / attenuazione del circuito è possibile, mediante le seguenti formule, calcolare la banda proporzionale espressa come intervallo di temperatura:

Per il commutatore in POSIZIONE 1:
$BP = V_{out} * 3.3188 / 1 / 1000 / 0.04$

Per il commutatore in POSIZIONE 2:
$BP = V_{out} * 3.3188 / 10 / 1000 / 0.04$
Dove:

- 3,3188 è il fattore di attenuazione del partitore posto in uscita all'amplificatore AD119A
- 1 è il fattore di amplificazione dell'AD119A con COMMUTATORE in POSIZIONE 1
- 10 è il fattore di amplificazione dell'AD119A con COMMUTATORE in POSIZIONE 2
- 1000 è il fattore di amplificazione dell'AD180K
- 0,04 mV/°C è la sensibilità della termocoppia tipo T

| TENSIONE MASSIMA ALIMENTATORE [V] | CORRENTE SUL RISCALDATORE [mA] | USCITA CIRCUITO $V_{out}$ [mV] | BANDA PROPORZIONALE BP [°C] |
|---|---|---|---|
| 5 | 328 | 28,4 | ± 2,36 |
| 7 | 333 | 28,7 | ± 2,38 |
| 8 | 381 | 31,1 | ± 2,58 |

Tabella 5 BANDA PROPORZIONALE con COMMUTATORE in POSIZIONE 1

| TENSIONE MASSIMA ALIMENTATORE [V] | CORRENTE MASSIMA SUL RISCALDATORE [mA] | USCITA CIRCUITO $V_{out}$ [mV] | BANDA PROPORZIONALE BP [°C] |
|---|---|---|---|
| 5 | 328 | 28,4 | ± 0,23 |
| 7 | 333 | 28,7 | ± 0,24 |
| 8 | 381 | 31,1 | ± 0,26 |

Tabella 6 BANDA PROPORZIONALE con COMMUTATORE in POSIZIONE 2

**REGOLAZIONE DI TEMPERATURA**

Per effetto dei parametri precedentemente descritti, il sistema non effettuerà la regolazione alla temperatura di *set-point* impostata tramite il potenziometro multigiro (vedere tabella 2), ma ad un valore ad esso vicino compreso tra l'inizio della banda proporzionale e l'inizio della banda morta.

In questa zona il sistema modula la potenza in uscita in modo da mantenere la variabile di processo in un punto di equilibrio, senza il verificarsi di passaggi per lo zero.

Si ottiene così una regolazione di tipo proporzionale, con il solo inconveniente che la temperatura a cui avviene è indefinita e può spostarsi all'interno della banda proporzionale al variare delle condizioni di contorno.

Riducendo la banda morta e la banda proporzionale il punto di regolazione sì avvicinerà al valore di *set-point* impostato, ma la qualità della regolazione peggiorerà progressivamente, in quanto tenderà a diventare di tipo ON-OFF.

## REALIZZAZIONE DEL PUNTO FISSO DEL GALLIO

Se vengono rispettate le polarità della termocoppia e del segnale di uscita indicate nello schema elettrico, il sistema di regolazione della temperatura realizza il punto di SOLIDIFICAZIONE del Gallio, in quanto il riscaldatore esterno viene mantenuto in regolazione ad una temperatura inferiore rispetto a quella della transizione di fase.

Quando il sistema venne realizzato era ancora in vigore la Scala Internazionale Pratica di Temperatura del 1968 (SIPT-68) ed essa non prevedeva la realizzazione di questo punto fisso.

Quando più tardi entrò in vigore la STI-90, il punto fisso del Gallio venne inserito, ma per via di alcune sue particolarità fisiche (marcato effetto di soprafusione) si scelse di utilizzare come punto di riferimento la sua temperatura di transizione di fase solido-liquido, ovvero di FUSIONE.

Per adattare il sistema di regolazione alla nuova definizione fu sufficiente invertire sia la polarità della termocoppia sia quella del segnale di uscita del dispositivo.

**FUNZIONAMENTO IN CONFIGUARZIONE ORIGINALE (PUNTO DI SOLIDIFICAZIONE DEL GALLIO)**

- giunto della termocoppia differenziale posto in contatto termico con il POZZETTO CENTRALE della cella del Gallio (cavetto di colore ROSSO) collegato al morsetto metallico "+" dell'amplificatore per termocoppie.
- morsetto di uscita "+" (colore BLU) dell'amplificatore per termocoppie collegato all'ingresso A4 dell'alimentatore HP6263B.

Il sistema effettua una regolazione sul differenziale di temperatura presente tra pozzetto centrale e riscaldatore esterno, portandolo al valore di *set-point* impostato tramite il potenziometro multigiro.
Per via della configurazione circuitale e della polarità dei collegamenti, la temperatura del riscaldatore esterno è mantenuta ad un valore inferiore rispetto a quella del pozzetto.

**FUNZIONAMENTO IN CONFIGUARZIONE INVERSA (PUNTO DI FUSIONE DEL GALLIO)**

- Giunto della termocoppia differenziale posto in contatto termico con il RISCALDATORE ESTERNO della cella del Gallio (cavetto di colore NERO) collegato al morsetto metallico "+" dell'amplificatore per termocoppie.
- Morsetto di uscita "+" (colore BLU) dell'amplificatore per termocoppie collegato all'ingresso A6 dell'alimentatore HP6263B.

Il sistema effettua una regolazione sul differenziale di temperatura presente tra pozzetto centrale e riscaldatore esterno, portandolo al valore di *set-point* impostato tramite il potenziometro multigiro.
Per via della configurazione circuitale e della polarità dei collegamenti, la temperatura del riscaldatore esterno è mantenuta ad un valore maggiore rispetto a quella del pozzetto.

**INNESCO DELLA TRANSIZIONE DI FASE MEDIANTE RISCALDATORE A STELO E REALIZZAZIONE DEL PLATEAU**

In entrambe le configurazioni di funzionamento è necessario innescare manualmente la transizione di fase mediante l'utilizzo di un riscaldatore a stelo opportunamente dimensionato che viene inserito all'interno del pozzetto centrale della cella per un determinato periodo di tempo.
Il differenziale di temperatura che viene a crearsi tra l'interno e l'esterno della cella, fa sì che in entrambi i casi il sistema alimenti contemporaneamente anche il riscaldatore esterno.
Una parte del metallo viene fusa sia nell'intorno del pozzetto centrale sia a ridosso delle pareti esterne della cella, ottenendo così la migliore condizione possibile per la realizzazione del *plateau.*
La durata di quest'ultimo è condizionata dalla quantità di metallo che deve ancora compiere la transizione di fase e dalla quantità di calore che il riscaldatore esterno fornisce al metallo grazie al differenziale di temperatura che viene a crearsi attraverso il sistema di regolazione.
La stabilità è invece determinata dalla qualità della regolazione di temperatura che deve in particolar modo essere immune alle fluttuazioni della temperatura ambiente.

## CONSIDERAZIONI DAL PUNTO DI VISTA FISICO

PROPRIETA' FISICHE DEL GALLIO

| | |
|---|---|
| Temperatura di fusione ($t_{melt}$): | 29,7646 °C |
| Calore specifico del Ga ($C_s$): | 0,370 kJ/(kg*K) |
| Calore latente di fusione ($\lambda$): | 80,172 kJ/kg |
| Massa di metallo (m): | 0,5 kg |

PROPRIETA' FISICHE DELLA CELLA

Materiale: PTFE (Teflon)
Massa della cella: 1 kg
Calore specifico del PTFE ($C_s$): 1,046 kJ/(kg*K)

RISCALDATORE A STELO

| | |
|---|---|
| Tempo di permanenza nel pozzetto: | 30 min |
| Valore resistivo: | 21,4 Ω |
| Tensione di alimentazione: | 12 V |
| Potenza: | $V^2 / R = 12^2 / 21.4 \approx 7$ W |

RISCALDATORE ESTERNO

| | |
|---|---|
| Valore resistivo: | 20,9 Ω |
| Tensione massima di alimentazione: | 7 V |
| Potenza massima: | $V^2 / R = 7^2 / 20.9 \approx 2$ W |

Durante la fase di riscaldamento i due riscaldatori forniscono alla cella una potenza totale di circa 9 watt per un periodo di 30 minuti. L'energia totale fornita risulta quindi essere:
P = 9 W = 9 J/s = 0.009 kJ/s
t = 30 min = 1800 s
$E_f$ = 9 J/s * 1800 s = 16,2 kJ

L'energia necessaria a portare il Gallio alla temperatura di fusione, partendo dalla temperatura ambiente di 23 °C, è la seguente:
$E_{n1} = (t_{melt} – t_{amb}) * C_s * m = (29.7646 – 23) * 0,37 * 0,5 = 1,25$ kJ

L'energia necessaria a portare l'involucro della cella (in Teflon) alla temperatura di fusione del Gallio, partendo dalla temperatura ambiente di 23 °C, è la seguente:
$E_{n2} = (t_{melt} – t_{amb}) * C_s * m = (29.7646 – 23) * 1,046 * 1 = 7,07$ kJ

L'energia spesa per portare l'intera cella (Teflon più metallo) alla temperatura di fusione de Gallio sarà:
$E_s = E_{n1} + E_{n2} = 1,25 + 7,07 = 8,32$ kJ

Il tempo necessario ad innescare il *plateau* di fusione sarà:
$t_1 = E_s / P = 8,32 / 0.009 = 924$ s = 15 min

L'energia rimanente ancora disponibile per fondere il metallo (nei successivi 15 minuti) sarà:
$E_r = E_f – (E_{n1} + E_{n2}) = 16,2 – (1,25 + 7,07) = 7,88$ kJ

E' quindi possibile calcolare approssimativamente la massa di matallo che verrà fusa:

$m_f = E_r / \lambda = 7{,}88 / 80{,}172 \approx 0{,}1$ kg
Senza considerare le perdite dovute al non perfetto isolamento termico della cella, ed il calore necessario a portare l'involucro in Teflon alla temperatura del riscaldatore esterno, dovrebbe venire fuso in 30 minuti circa il 20 % del metallo presente all'interno della cella.
Dopo l'estrazione del riscaldatore a stelo il restante 80 % di metallo verrà fuso con il solo calore ceduto dal riscaldatore esterno.

Per la realizzazione del punto di solidificazione è invece necessario che il metallo venga quasi totalmente fuso. Il tempo di permanenza del riscaldatore a stelo all'interno del pozzetto dovrà essere:
$t_2 = t + ((\lambda * (m - m_f)) / P = 1800 + ((80{,}172 * (0{,}5 - 0{,}1)) / 0.009)) = 5363{,}2$ s ≈ 90 min

## PROCEDURA PER LA REALIZZAZIONE DEI PLATEAU

- Riempire il pozzetto termometrico della cella con alcol ed inserire all'interno di essa il riscaldatore a stelo.
- Collegare l'amplificatore per termocoppie el'alimentatore a 5 V alla tensione di rete ed accendere i due relativi interruttori posti sul pannello frontale del dispositivo.
- Impostare la tensione massima di lavoro dell'alimentatore HP6263B tramite la manopola graduata (vedere tabella1).
- Impostare il potenziometro multigiro al *set-point* desiderato.
- Impostare il commutatore del circuito integratore sulla posizione 1 o 2.
- Accendere entrambi gli alimentatori e regolare la tensione di quello che comanda il riscaldatore a stelo a 12 V.
- Dopo un periodo di tempo (30 minuti per la realizzazione di un *plateau* di fusione), spegnere l'alimentatore del riscaldatore a stelo ed estrarre quest'ultimo dal pozzetto.
- Inserire il termometro (SPRT) in taratura ed attendere che il sistema vada in regolazione. Nota: il manifestarsi della regolazione si può osservare sul voltmetro dell'alimentatore che compie delle piccole oscillazioni, oppure collegando un multimetro all'uscita dell'alimentatore HP6263B.
- Al termine delle misure spegnere l'alimentatore del riscaldatore esterno per evitare il surriscaldamento della cella del Gallio.

## MISURE EFFETTUATE

Nel grafico seguente è visualizzato l'andamento della forza elettromotrice della termocoppia differenziale durante le operazioni precedentemente descritte.
TEMPO = 2 minuti → Accensione dei due alimentatori
TEMPO = 15 minuti → Si manifesta la transizione di fase del Gallio (fusione)
TEMPO = 32 minuti → Estrazione del riscaldatore a stelo e inserimento del termometro (SPRT)
TEMPO = 40 minuti → Prime manifestazioni (più evidenti) della regolazione di temperatura
TEMPO = 50 minuti → Regolazione di temperatura a regime
La giunzione della termocoppia differenziale a contatto con il riscaldatore esterno (cavetto di colore NERO) è collegata con l'ingresso "+" del multimetro.
Per effettuare la misura il multimetro è stato collegato in parallelo alla termocoppia e all'ingresso del circuito, entrambi ad alta impedenza. Di conseguenza, per evitare problemi di sovraccarico, occorre utilizzare uno strumento che abbia un'impedenza di ingresso elevata. In questo caso è stato utilizzato il multimetro *Hewlett-Packard* 3458A.

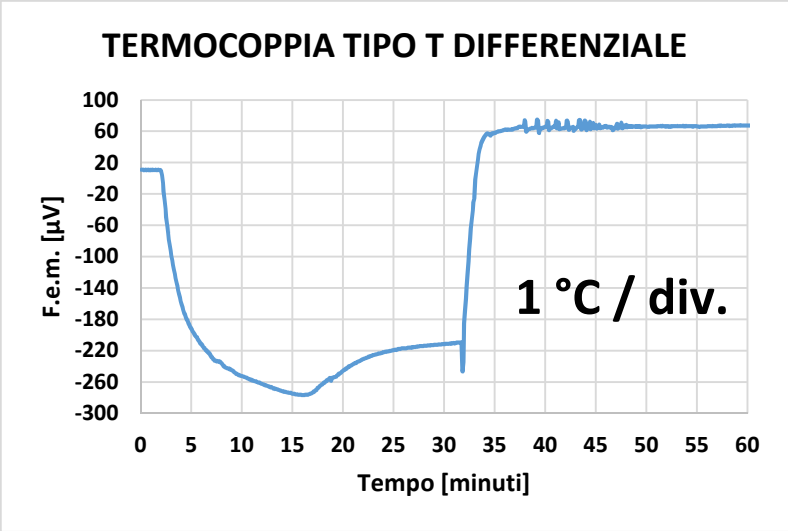


Figura 9: F.e.m. termocoppia differenziale

**NOTA PER LA SICUREZZA DELL'ALIMENTATORE HP6263B**

Come si può notare dal grafico (figura 9), durante il riscaldamento della cella mediante il riscaldatore a stelo, la termocoppia differenziale genera una forza elettromotrice di circa - 300 µV.

La polarità negativa di tale segnale fa sì che anche l'uscita del circuito assuma la stessa polarità e di conseguenza, come spiegato nel capitolo riguardante il circuito di protezione, la tensione in uscita non supererà mai il valore assoluto di circa 450 mV.

Realizzando un *plateau* di solidificazione la polarità dei segnali si inverte e l'uscita del circuito (in questo caso avente polarità positiva) supererebbe potenzialmente il valore limite oltre il quale l'alimentatore HP6263B potrebbe danneggiarsi.

Tale eventualità si manifesta solamente con il commutatore in POSIZIONE 2 ed il potenziometro multigiro impostato su valori inferiori a 1.

Nelle seguenti figure (dalla 10 alla 17) sono riportati in forma grafica i risultati di misura riguardanti la realizzazione di alcuni *plateau* di fusione in diverse condizioni di regolazione.

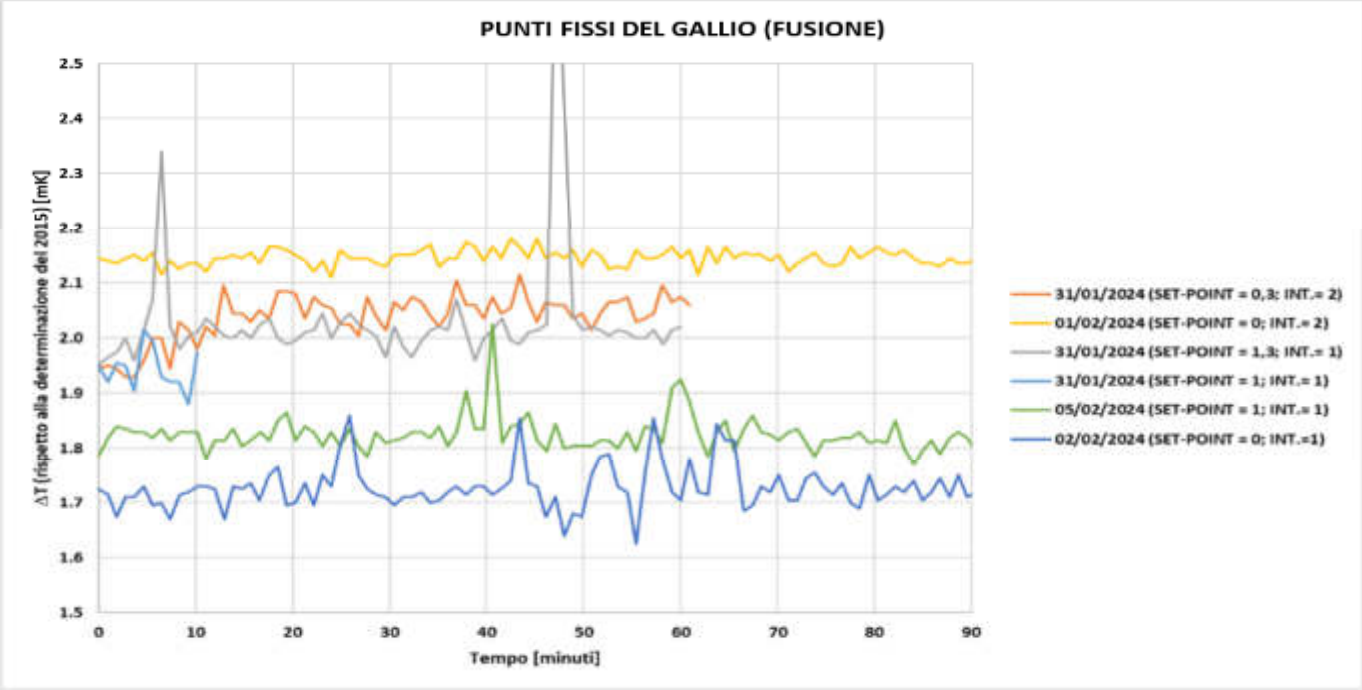


Figura 10: Grafico punti fissi del Gallio

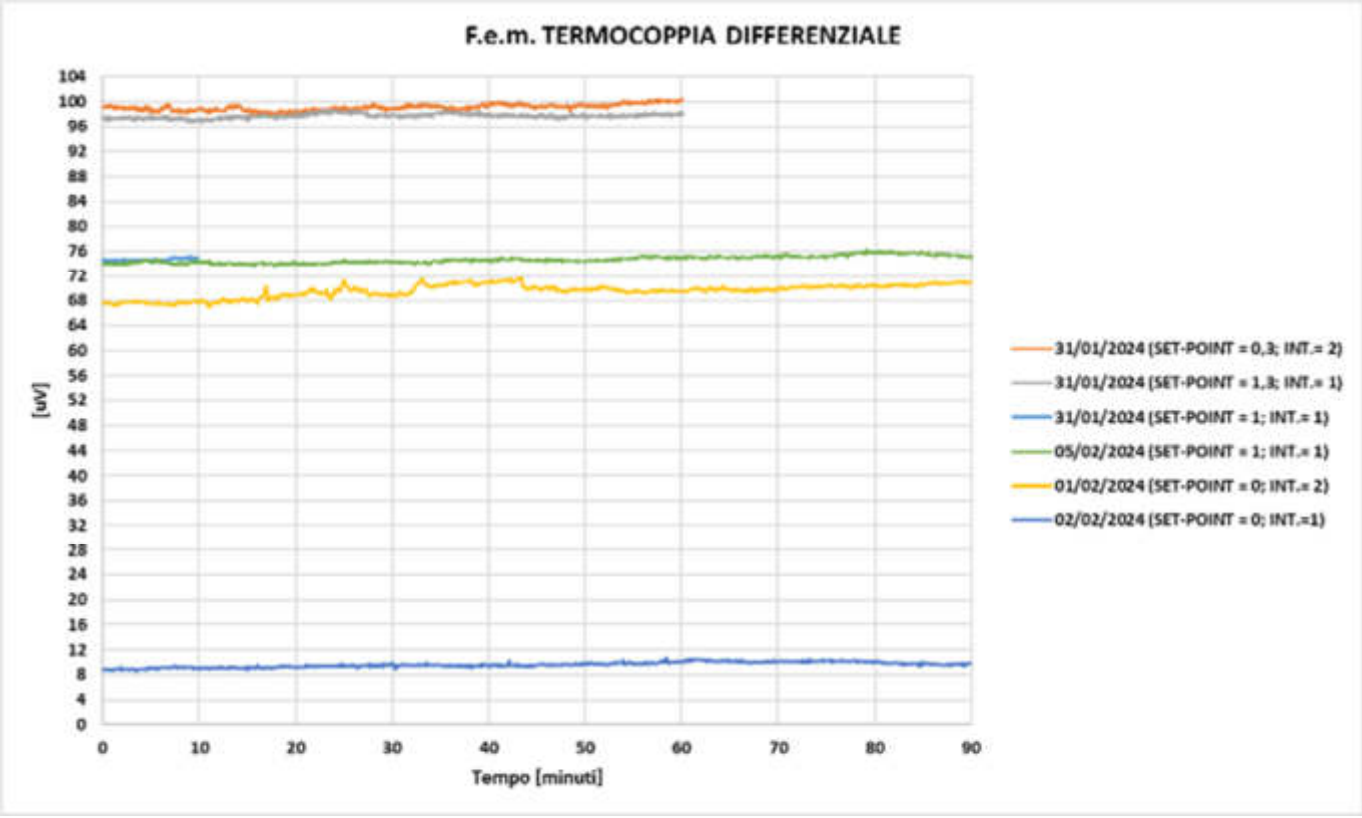


Figura 11: Grafico andamento f.e.m. termocoppia differenziale

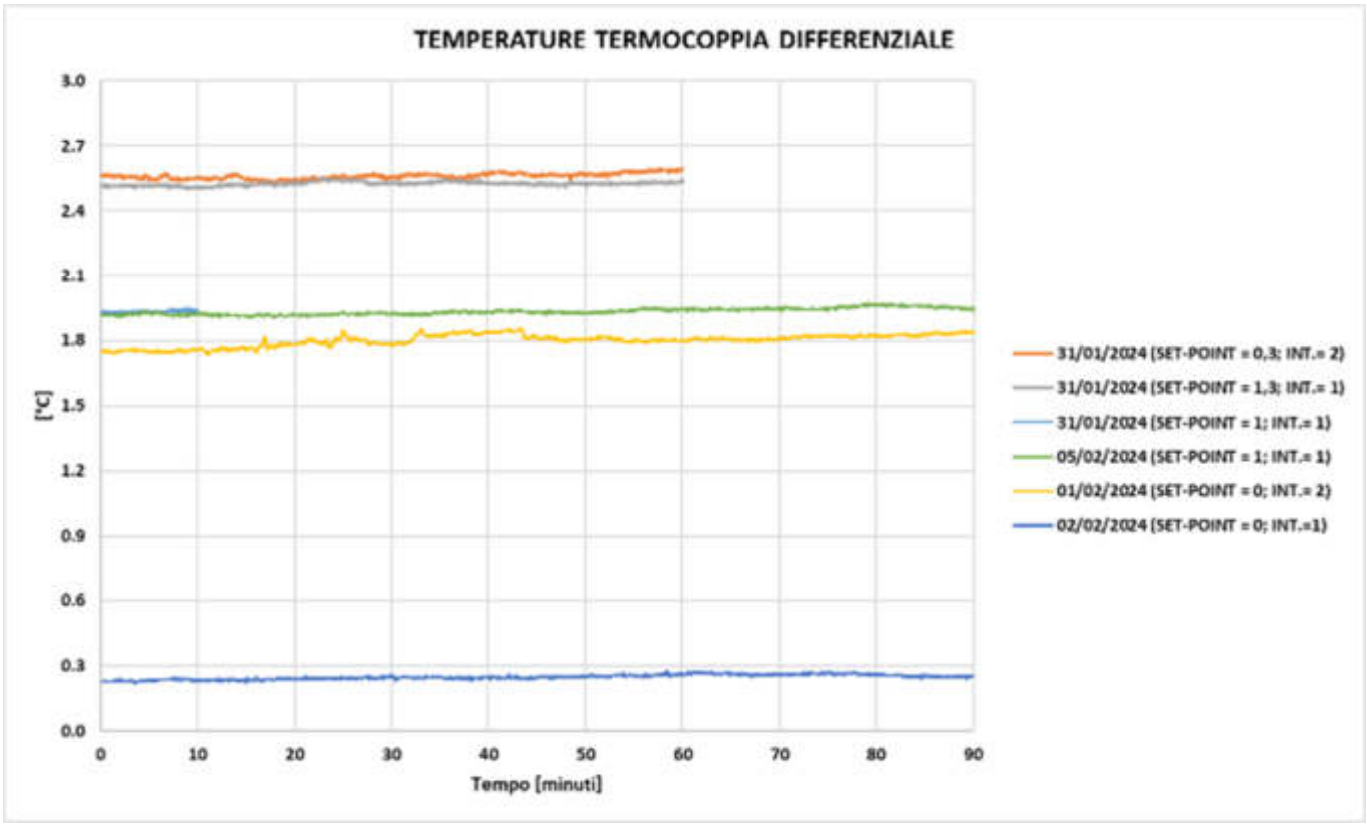


Figura 12: Grafico andamento temperatura termocoppia differenziale

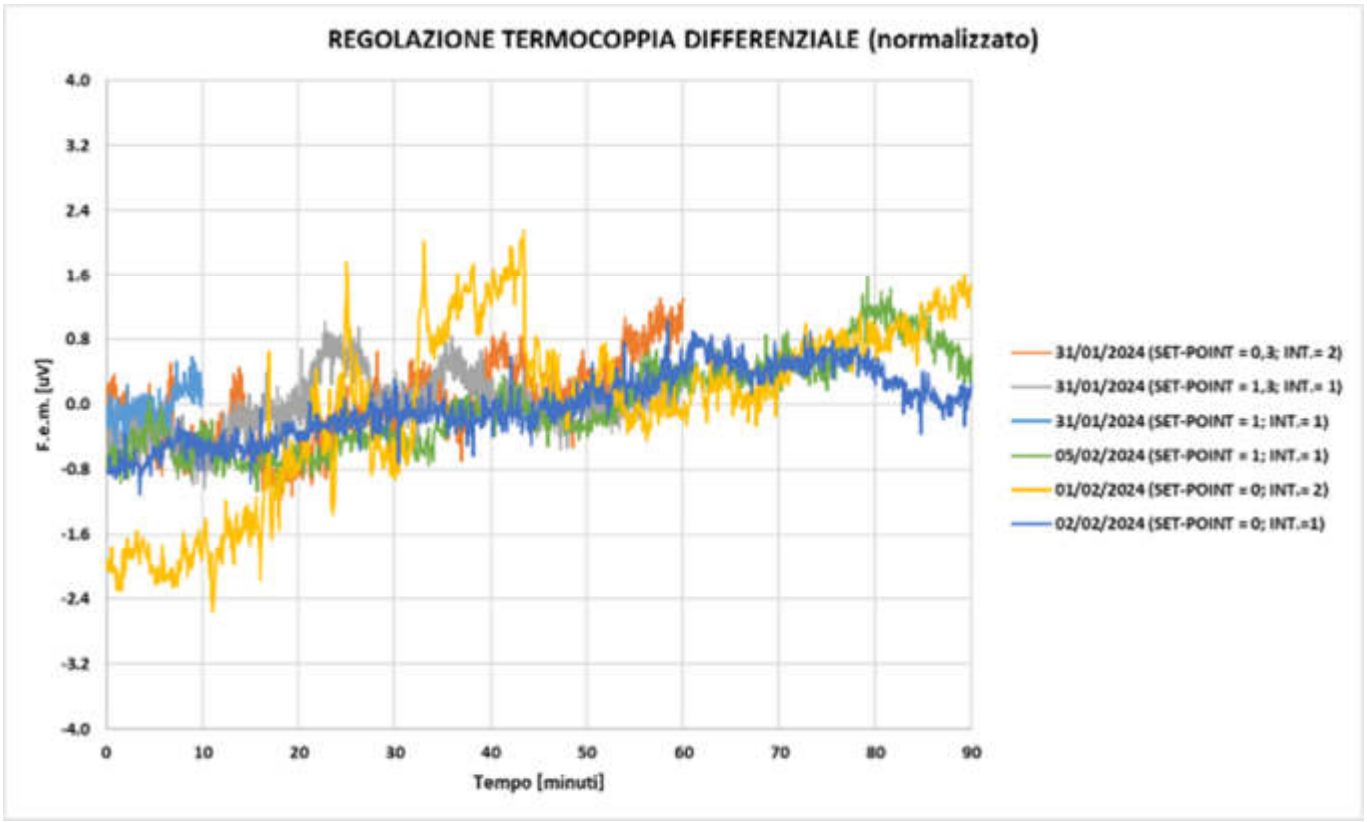


Figura 13: Grafico andamento f.e.m. (normalizzata) termocoppia differenziale

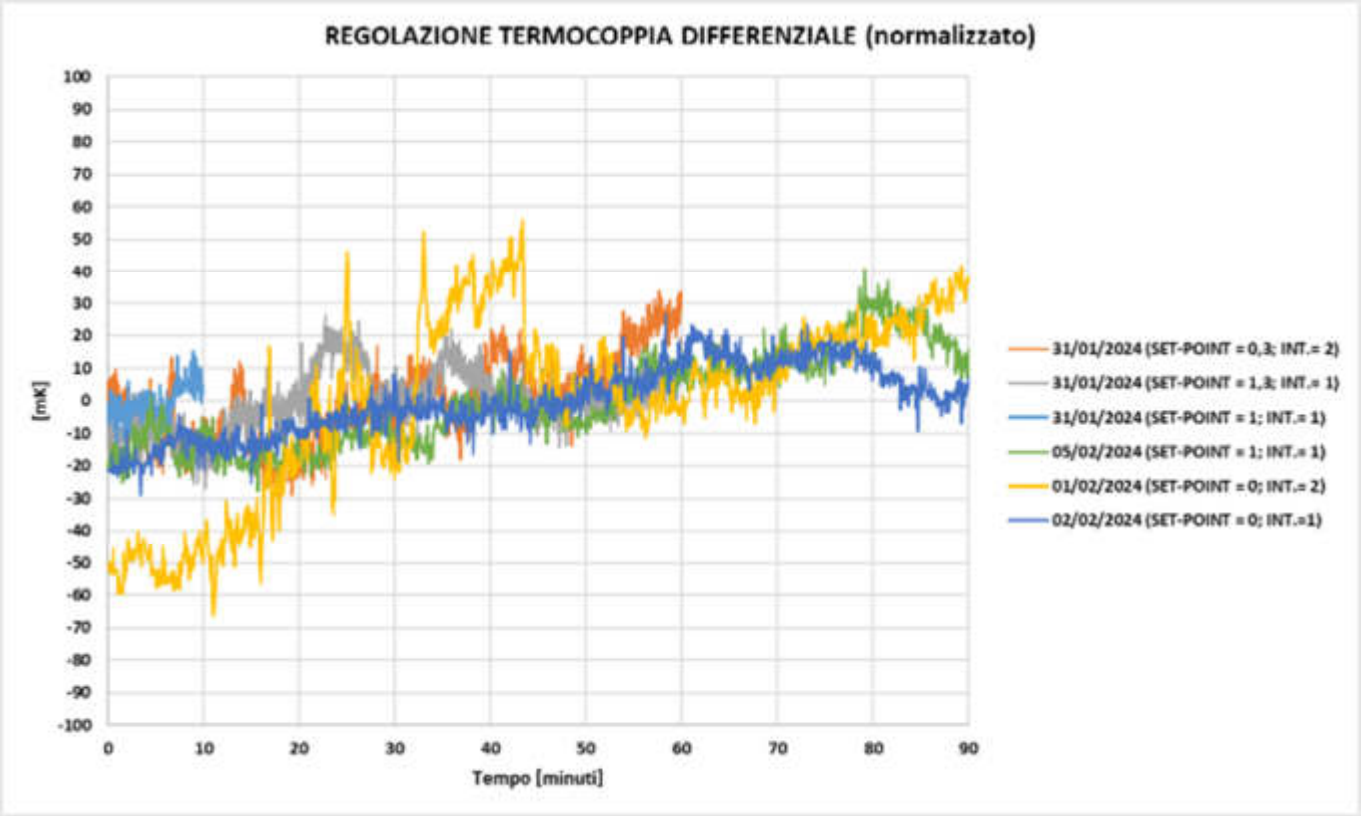


Figura 14: Grafico andamento temperatura (normalizzata) termocoppia differenziale

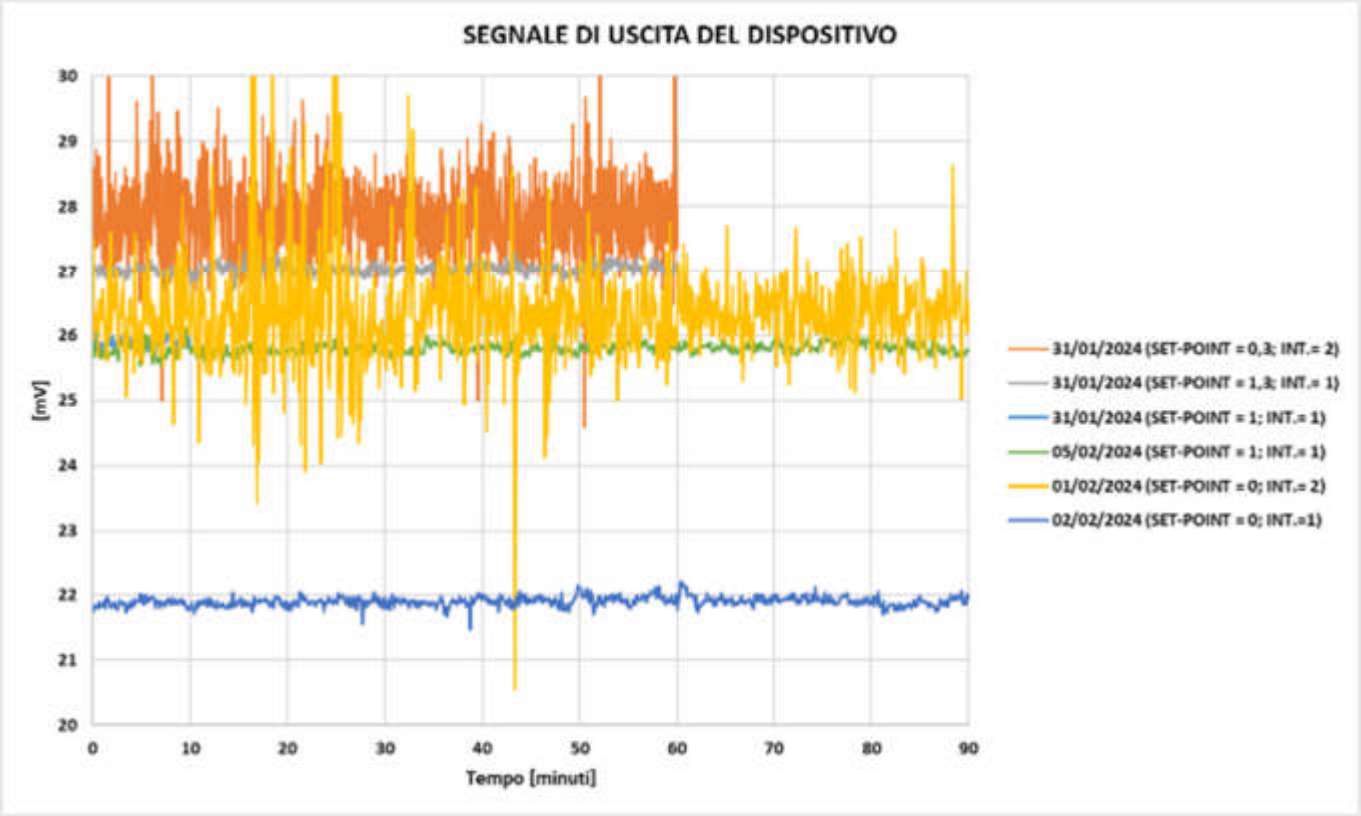


Figura 15: Segnale uscita dispositivo

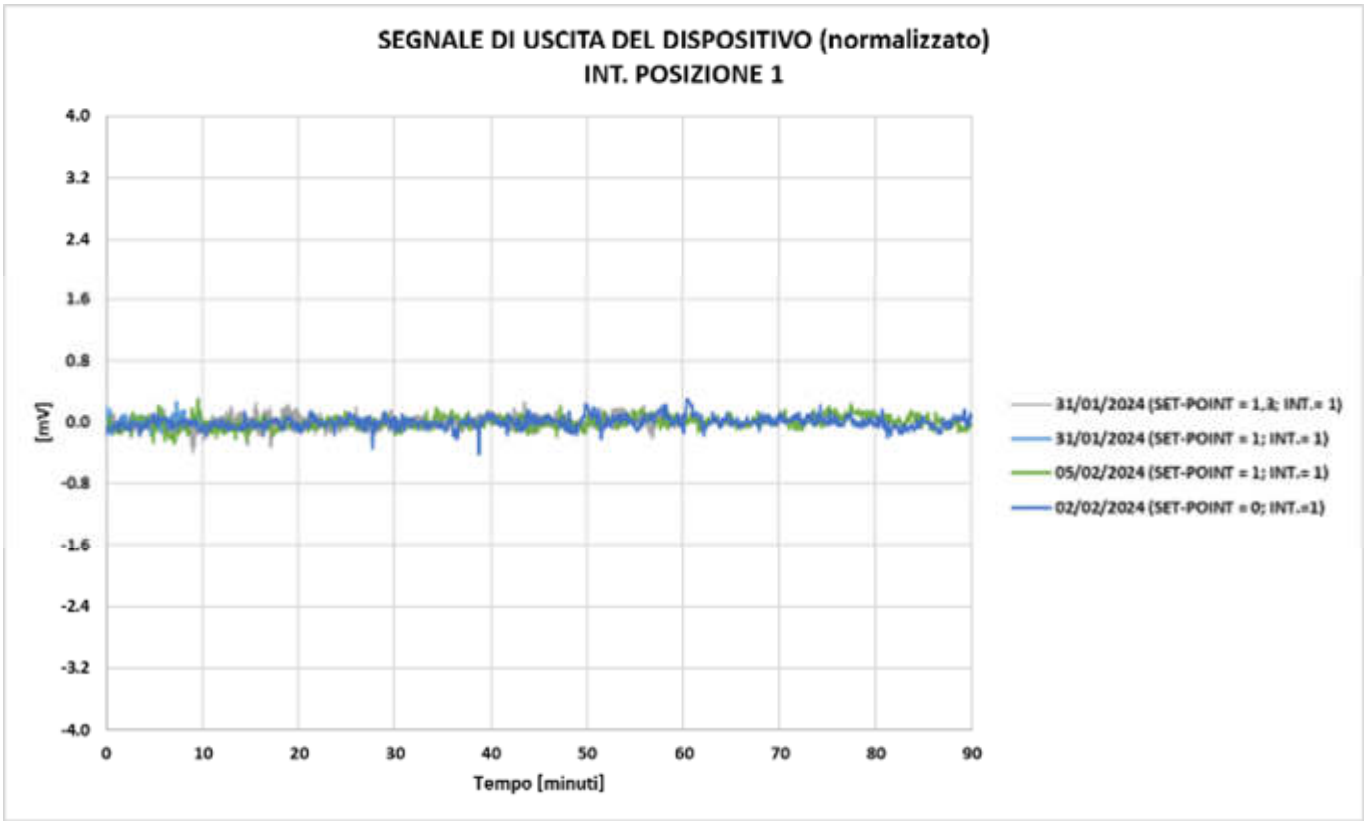


Figura 16: Particolare con commutatore circuito integratore in posizione 1

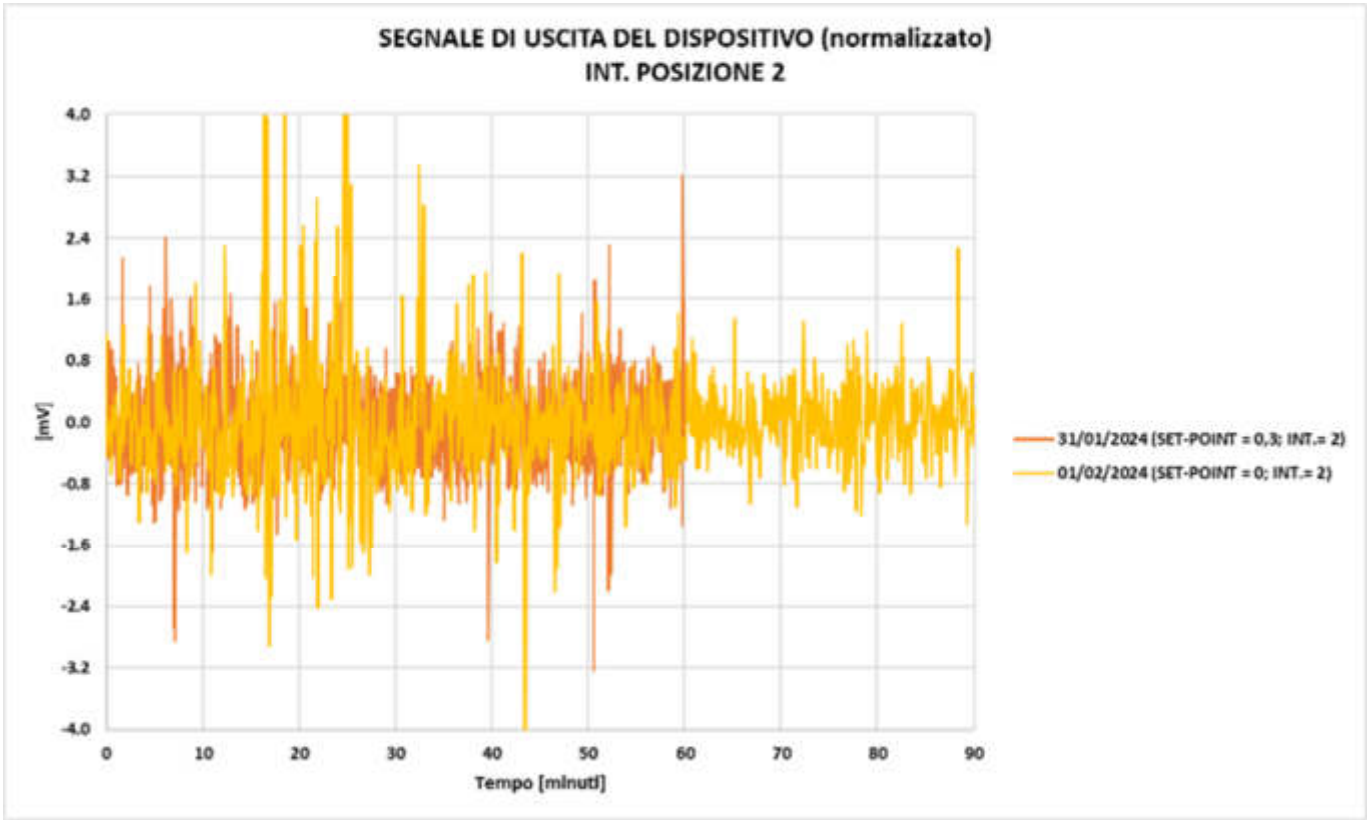


Figura 17: Particolare con commutatore circuito integratore in posizione 2

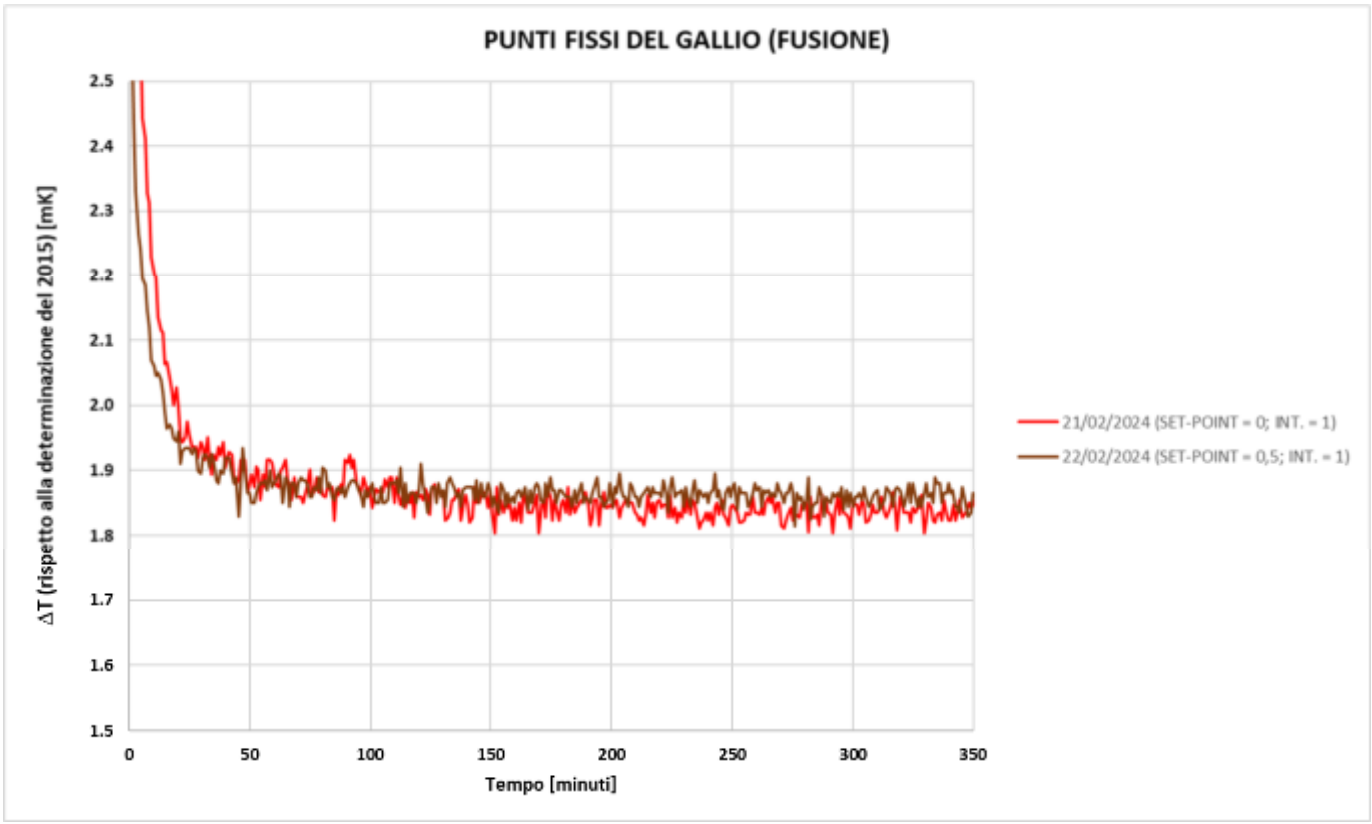


Figura 18: Plateau eseguiti senza effettuare misurazioni sulla termocoppia differenziale

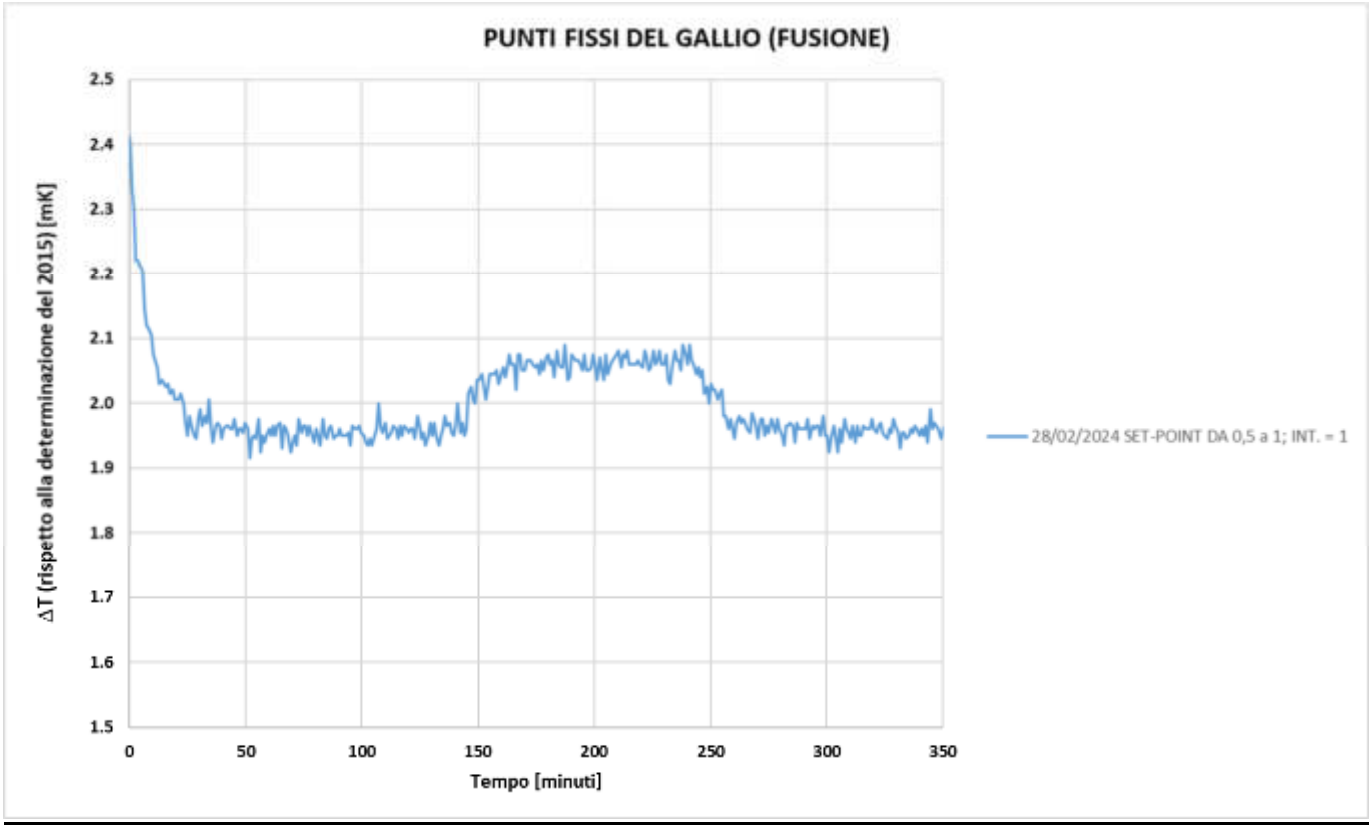


Figura 19: Aumento del differenziale di temperatura di 1 °C

## CONCLUSIONI

Osservando i grafici si possono trarre le seguenti considerazioni:

- Le regolazioni di temperatura sono affette da disturbi visibili anche sui segnali del *plateau*. Essi sono dovuti ai cavi di misura non schermati utilizzati per misurare la forza elettromotrice della termocoppia differenziale ed il segnale di uscita del circuito. I *plateau* eseguiti i giorni 21, 22 e 28 febbraio (figura 18) non presentano disturbi, in quanto eseguiti senza effettuare tali misurazioni.
- La temperatura del riscaldatore in regolazione varia sul lungo termine, probabilmente a causa delle variazioni della temperatura ambiente all'interno del laboratorio. Ciò è probabilmente dovuto all'elevato coefficiente termico del riferimento di tensione presente all'interno del circuito.
- L'utilizzo del sistema con il commutatore in POSIZIONE 2 dà luogo ad una regolazione di qualità peggiore dovuta al restringimento della banda proporzionale che non sembra però influenzare la qualità del *plateau.*
- La temperatura alla quale si porta il riscaldatore influenza la temperatura del punto fisso. Dalle misure effettuate si nota una variazione del plateau di circa 0,35 mK per una variazione della temperatura del riscaldatore di più di 2 °C. Si nota inoltre che l'effetto sembra diventare più evidente quando la differenza di temperatura tra riscaldatore e cella supera i 2 °C.
- Il punto fisso eseguito il 1° febbraio ha stranamente raggiunto un valore più alto di quanto ci si aspettava. Il suo valore sarebbe dovuto essere compreso tra quelli eseguiti il 2 ed il 5 febbraio. Non se ne conosce il motivo di tale spostamento.
- Sul grafico di figura 19 è possibile osservare l'effetto sul *plateau* dovuto dell'aumento di circa 1 °C della temperatura differenziale tra il pozzetto e il riscaldatore esterno della cella. Tale effetto risulta essere di circa 0,1 mK/°C.

Dai risultati delle misure effettuate è stato possibile eseguire un'interpolazione, mediante un'equazione di secondo grado, tra i valori dei *set-point* impostati sul potenziometro multigiro e i differenziali di temperatura ottenuti con il commutatore in POSIZIONE 1.

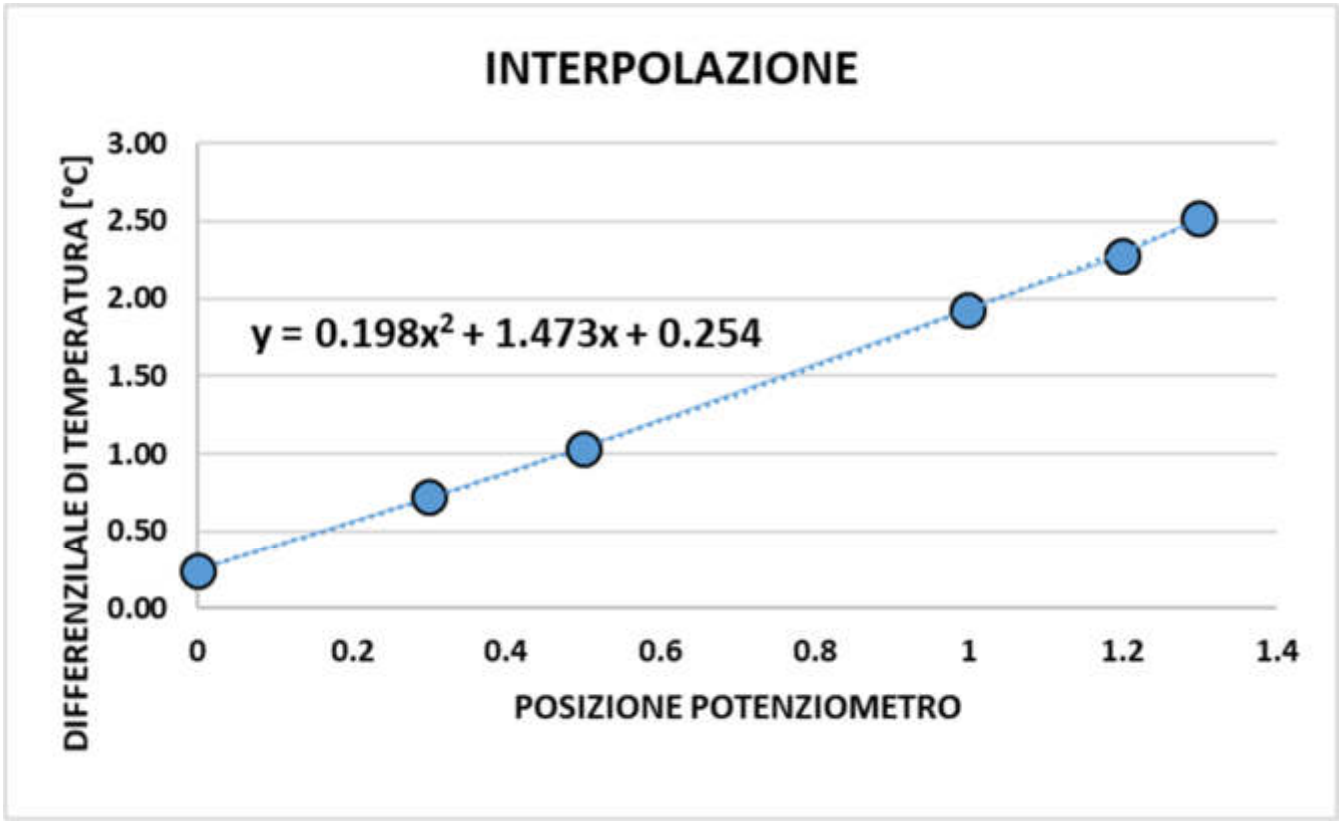

Figura 20: Interpolazione tra la posizione del potenziometro multigiro e il differenziale di temperatura ottenuto

**FUTURI SVILUPPI**

Il lavoro presentato in questa rapporto tecnico ha permesso di recuperare i parametri di progetto e di funzionamento dell'intero sistema di regolazione di temperatura impiegato per la realizzazione del punto fisso del gallio. I risultati ottenuti sono utili nel caso in cui si rendesse necessario implementare un nuovo sistema di regolazione.

Le possibili strade da seguire sono essenzialmente due:

- 1) Realizzare un nuovo circuito analogico di regolazione che, grazie alle caratteristiche degli attuali componenti elettronici, in particolare amplificatori e riferimenti di tensione, dovrebbe migliorare di almeno un ordine di grandezza le prestazioni del sistema.
- 2) Utilizzare un regolatore di temperatura di tipo commerciale che con opportuni accorgimenti di impostazione/utilizzo dovrebbe, senza grosse problematiche, poter replicare le prestazioni del sistema attuale.

**RIFERIMENTI**

P. P. M. Steur, R. Dematteis, "Some Curious Results with a Gallium Fixed-Point Cell", Int J Thermophys (2011) **32**: pp. 285–292, DOI 10.1007/s10765-011-0910-5.

Guide to the Realization of the ITS-90, Metal Fixed Points for Contact Thermometry, Bureau International des Poids et Mesures, 2021, pp. 9–11.

Gallium Melting Point Standard, NBS Special Publication 481, June 1977