

ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜN'DE (UME) YAPILAN SUYUN ÜÇLÜ NOKTASI HÜCRELERİNİN İNGİLTERE (NPL), ve AMERİKA'DAKİ (NIST) ULUSAL METROLOJİ KURULUŞLARIYLA KARŞILAŞTIRILMASI ve YENİ ULUSAL SABİT NOKTALARIN YAPIMI

Ahmet T. İnce,

TÜBİTAK, Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME), PK.21, 41470 Gebze-Kocaeli

Özet

Ulusal sıcaklık sabit noktaların yapımı amacıyla Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME), İlk olarak termodinamik suyun üçlü noktası (SÜN) hücrelerinin yapımına 1987 yılında başlamış olup, ve değişik tasarımlarda SÜN hücreleri yapılmıştır. UME yapımı SÜN hücreleri hazırlanışlarında soğuk daldırıcı çubuğu ve kuru buz (katı CO₂) yöntemleri kullanılmaktadır. Bu hücreler, birinci düzeyde metroloji kuruluşları olan NPL (İngiltere), NIST (Amerika) ve INM (Fransa)'deki standart SÜN hücreleri ile karşılaştırılmışlardır. Karşılaştırma sonucunda UME yapımı SÜN hücrelerinin standart suyun üçlü noktası hücrelerinden en fazla -0.12mK farklı olduğu bulunmuştur. Aynı zamanda diğer metal sabit noktalarından kalay ve çinkonu yapımlarına başlanmıştır ve böylece ileride bütün sıcaklık ölçümlerinin izlenebilir olduğu ITS-90 ölçeğindeki sabit noktaların, ulusal sabit noktalar olarak UME'de yapımı gerçekleştirilecektir.

1. Giriş

Termodinamik sıcaklık ölçümlerinin pratik olarak yapılması ve elde edilen sıcaklık değerlerinin doğruluğunun uluslararası alanda homojen olarak sağlanması amacı ile, ilk pratik sıcaklık ölçeği 1927 de belirlenmiş, bunu 1948, 1968 (1968 sıkalasında bazı değişiklikler 1978 yayınlanmıştır) ve son olarakda 1990 sıcaklık ölçeği izlenmiştir [1-5]. Şu ana kadar uluslararası alanda sıcaklık ölçümlerinin kontrolü mevcut pratik termodinamik ölçeği ile gerçekleştirilmektedir. Her bir sıcaklık ölçeği ile elde edilen termodinamik sıcaklık ölçümlerinin doğruluğu ve birbirleri ile ilişki içinde olabilmesi için zaman içerisinde değişikliğe uğramıştır. Uluslararası Sıcaklık Ölçeği 1990, (ITS-90), 1989 yılında Uluslararası Ağırlık Ölçü Komitesi (CIPM) tarafından kabul edilip, 1990 yılında resmi olarak tamamen uygulanmaya başlamıştır [5]. ITS-90 sıcaklık ölçeği ile ilk değişiklik termodinamik suyun üçlü noktasının (273.16K), suyun donma noktası (0°C) ile değiştirilmesi olmuştur.

Aynı zamanda yeni sıcaklık ölçeği ile daha önce belirlenen bazı sabit noktalar [4] sıcaklık ölçeğinden çıkartılarak yeni sabit noktalar ilave edilmiştir. ITS-90 ölçeğinin pratik uygulamasında belli özelliklere sahip platin direnç termometresi, (PRT), (5) interpolasyon aleti olarak kullanılır. Argonun üçlü noktasından Gümüşün donma noktasına kadar, değişik sabit sıcaklıklarda, PRT'nin ölçülen direnç değerleri, suyun üçlü noktasında ölçülen direnç değerine bölünerek istenilen sıcaklık veya PRT'lerin ITS-90 ölçeğine göre kalibrasyonları gerçekleştirilir.

$$W(T_{90}) = R(T_{90}) / R(T_{273.16}) \quad (1)$$

$R(T_{90})$; Platin direnç termometrenin belli bir sabit noktadaki direnç değeri (ohm),

$R(T_{273.16})$; Platin direnç termometrenin suyun üçlü noktasındaki (273.16K) direnç değeri (ohm).

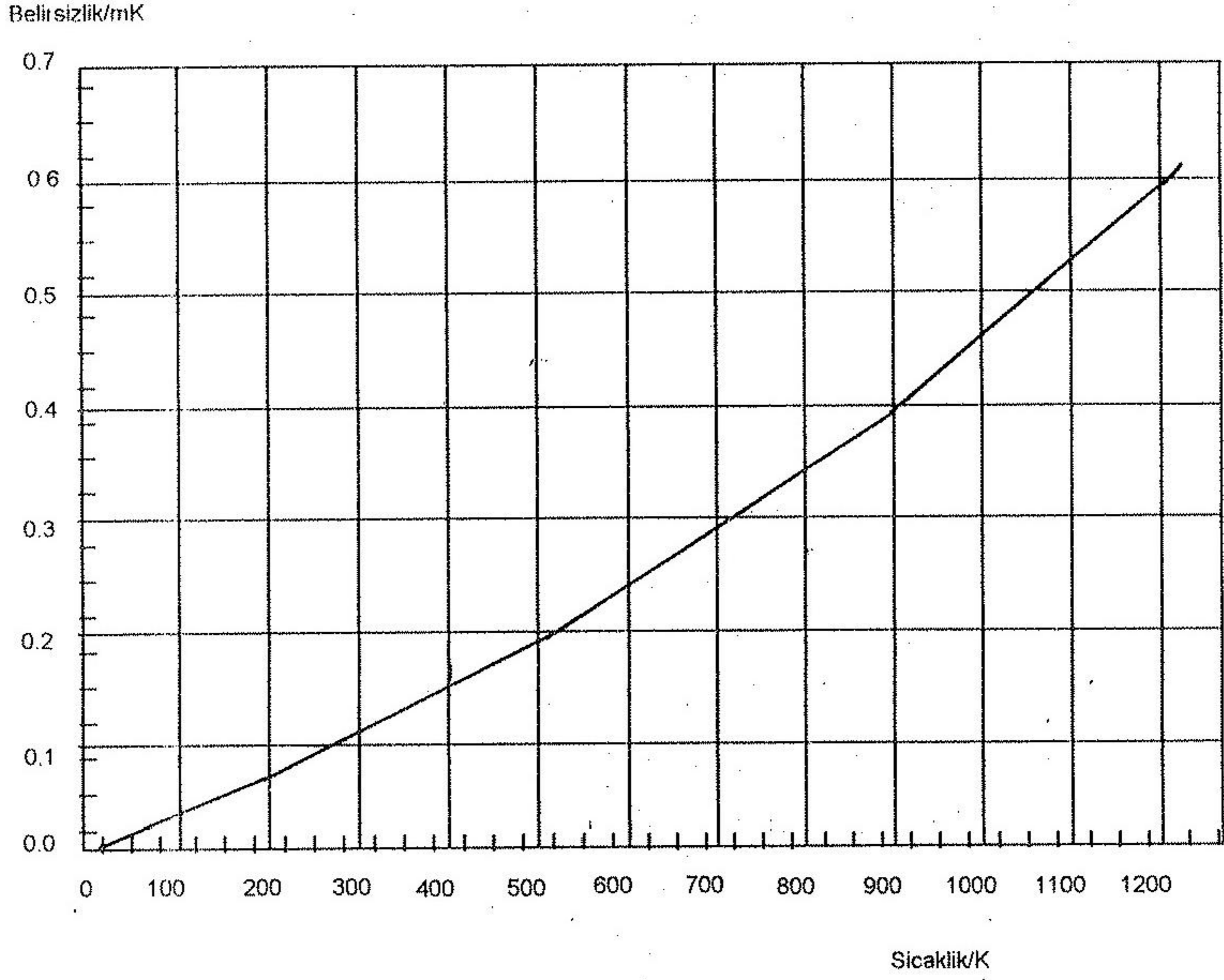
Temel fiziksel birimlerinden termodinamik sıcaklık birimi (sembol T) K, suyun üçlü noktasının termodinamik sıcaklığının 273.16'da biri (1/273.16) olarak tanımlanmaktadır. Daha önce tanımlanan uluslararası sıcaklık ölçeği buz noktasına göre tanımlandığı için, pratikte kullanımı kolaylığı açısından, sıcaklık ölçümü genel olarak ölçülen sıcaklığın buz noktasına (273.15K) göre farkı olarak verilir.

$$t/^{\circ}C = T/K - 273.15 \quad (2)$$

$t/^{\circ}C$ sıcaklık birimi, derece santigrat olup, bu sıcaklığın büyüklüğü aynı zamanda Kelvine eşittir. Sıcaklık değişimi kelvin veya derece santigrat olarak ifade edilebilir.

Sıcaklık ölçümlerinde kullanılan SÜN ölçümü, ITS-90 sıcaklık ölçeğinin ile daha da önem kazanmış olup, bu noktanın hazırlanmasında kullanılan metodların doğruluğu, ITS-90 sıcaklık ölçeğinin doğruluğunu tamamen etkiler. Bu nedenle, diğer sabit noktaların ölçümün doğruluğundan önce suyun üçlü noktası ölçümünün iyi ve güvenilir metodla yapılması sıcaklık ölçümlerinde son derece önemlidir. Bunun önemi Şekil 1'de verilen grafikde görülmektedir. Eğer SÜN ölçümlerindeki hatanın ± 0.1 mK olduğunu varsaydıığımızda bunun ITS-90 ölçeğine ne ölçüde bir belirsizlik ile yansıdığını açık olarak görebiliriz.

13 8033K ile 1234.93K arasında ITS-90 Belirsizlik dagilimi



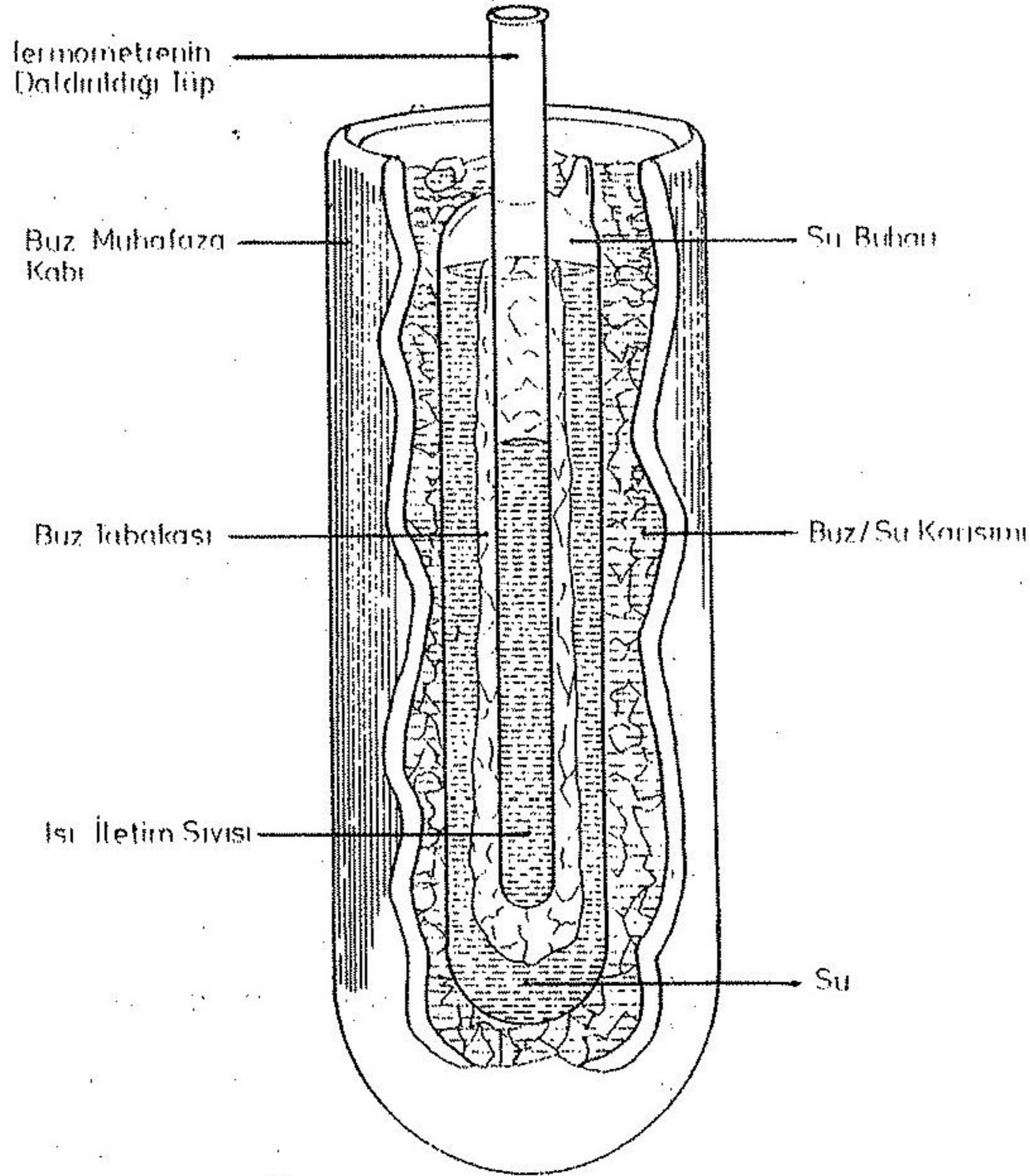
Sekil 1. Suyun üçlü noktasında ± 0.1 mK ölçüm belirsizliğinin ITS-90 ölçeğine etkisi

Bu yayında, esas olarak UME, suyun üçlü noktaları hazırlanışları için şu anda kullanılmakta olan yöntemlerin kısaca açıklanması ve UME'de 1987'den beri yapılmakta olan SÜN hücrelerinin diğer Ulusal Metroloji kuruluşları ile karşılaştırma sonuçları verilecektir.

2. Sün'ün Oluşturulması ve Uluslararası Karşılaştırmaları

(i) SÜN'ün Oluşturulması

Suyun üçlü noktası hücresi [6], değişik yapılarda havası alınmış cam borsilika cam tüpten yapılmıştır. İçinde 500-750 cm³ saf su içeren kapalı bir sistemdir. Şekil 2'de SÜN hücresi görülmektedir.



Şekil 2. Buz Banyosu İçindeki
Suyun Üçlü Noktası Hücresi

Termodinamik SÜN ölçümünün gerçekleştirilebilmesi için suyun katı, sıvı ve gaz fazlarının termal dengede olması gerekir. Bunun sağlanabilmesi için hücre içinde bulunan saf suyun önce dondurulur ve sonra bir miktar eritilerek, katı, sıvı ve gaz fazlarının bir arada olması sağlanır. SÜN hücresi içindeki saf suyun dondurulması için, uzun yıllar uygulanan yöntemlerden biri; uygun uzunlukta ve çapta metal çubuk, sıvı azota daldırma yöntemi [7] ile soğutulur. Bu sıvı azot ile soğutulmuş çubuk suyun üçlü noktası hücresindeki termometrenin girdiği tüpün içine (tüp içine genellikle ısı transfer sıvısı olarak alkol konur) istenilen kalınlıkta buz elde edilene kadar daldırılır (yaklaşık 10-20 dakika).

Diğer suyun üçlü noktasını hazırlama metodu ise katı CO₂ kullanılmasıdır. Bu metot ile ufaltılmış katı CO₂ parçacıkları termometrenin girdiği tüpün içine doldurulur ve istenilen kalınlıkta buz tabakası elde edilinceye kadar doldurma işlemi devam eder. Her iki metot ile hazırlanan suyun üçlü noktası hücreleri ile karşılaşılan problemler sıvı azot kullanımındaki problemlerin daha az olduğu gözlenmiş olmasına rağmen hazırlanışı ve uygulanması hücreyi hazırlayan kişinin deneyimine bağlıdır.

Yukarıda anlatılan her iki metot Ulusal Metroloji Enstitüsü tarafından uygulanmakta olup, istenilen belirsizlikte suyun üçlü nokta hücreleri başarı ile hazırlanıp kullanılmaktadır. Şimdiye kadar anlatılan iki metoda alternatif olarak soğuk daldırıcı çubuğu kullanılmaktadır. Soğuk daldırıcı çubuğunun kullanımı diğer metodlara göre daha verimli ve kullanıcı açısından kolaylık sağlamakta olup, son zamanlarda diğer metodlara göre yaygın olarak kullanıldığı gözlenmektedir [7-8].

UME'de yapılan suyun üçlü noktası hücreleri kullanarak önce Fransa daha sonra İngiltere ve Amerika'daki Ulusal Metroloji kuruluşları ile yapılan uluslararası karşılaştırmalarda yukarıda verilen suyun üçlü noktası hazırlama metodları kullanılmıştır.

(ii) SÜN Hücrelerinin Standart Hücreler ile Karşılaştırılması

SÜN hücrelerinin standart hücreler ile karşılaştırılmasına başlamadan önce, standart hücrelerin (en az iki tane) yukarıdaki suyun üçlü noktası hazırlanış metodlarından biri kullanılması ile hazırlanır. Bu işlem bittikten sonra hücreler ya buz banyosuna ya da suyun üçlü noktası muhafaza banyosuna konarak muhafaza edilir. Standart hücreler hazırlandıktan 24 saat sonra test hücrelerin hazırlanmasına başlanır. Test hücreler de standart hücreler için uygulanan hazırlanma metodu kullanılarak hazırlanır. Ölçümlere test hücreler hazırlandıktan 24 saat sonra başlanır. Standart ve test hücreler en az üç gün olmak üzere ortalama 10 gün karşılaştırılır.

Standart ve test hücrelerin karşılaştırılması esnasında 25.5 ohm referans platin direnç termometresi kullanılır. Termometreye uygulanan akım 1mA ve $\sqrt{2}$ mA dir. Böylece termometrenin 0mA akımdaki direnç değeri test ve standart hücreler için ölçülür. Standart dirençlerin bulunduğu yağ banyosu sıcaklığı kontrolü $\pm 0.01^{\circ}\text{C}$ dir.

Uluslararası karşılaştırmaya katılan suyun üçlü noktası hücrelerinin teknik özellikleri ve karşılaştırma için gerekli diğer unsurlar Tablo 1'de detaylı olarak verilmektedir.

Tablo 1

Karşılaştırmaya katılan suyun üçlü noktası hücrelerinin karakteristik ve teknik özellikleri

SÜN seri no;	611	TP2	A-13-1289	UME4	UME2
Hücreyi yapan yer;	*NPL	UME	+NIST	UME	UME
Kullanış amacı;	standart	test	standart	test	test
Daldırma derinliği/cm;	21.6	25.0	26.5	22.6	21.6
Buz tabakası kalınlığı/cm;	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
Buz yapımı yöntemi;	%kb	kb	&sç	sç	sç
Karşılaştırma süresi/saat;	72	72	240	240	240
Kullanılan akım/mA;	1 ve $\sqrt{2}$	1 ve $\sqrt{2}$	1 ve $\sqrt{2}$	1 ve $\sqrt{2}$	1 ve $\sqrt{2}$
Ölçümler süresi/dakika;	10	10	20	20	20
Alınan ölçüm sayısı;	5	5	36	36	36

*Ulusal Fizik laboratuvarı, İngiltere

+Ulusal standartlar ve Teknoloji Enstitüsü, ABD

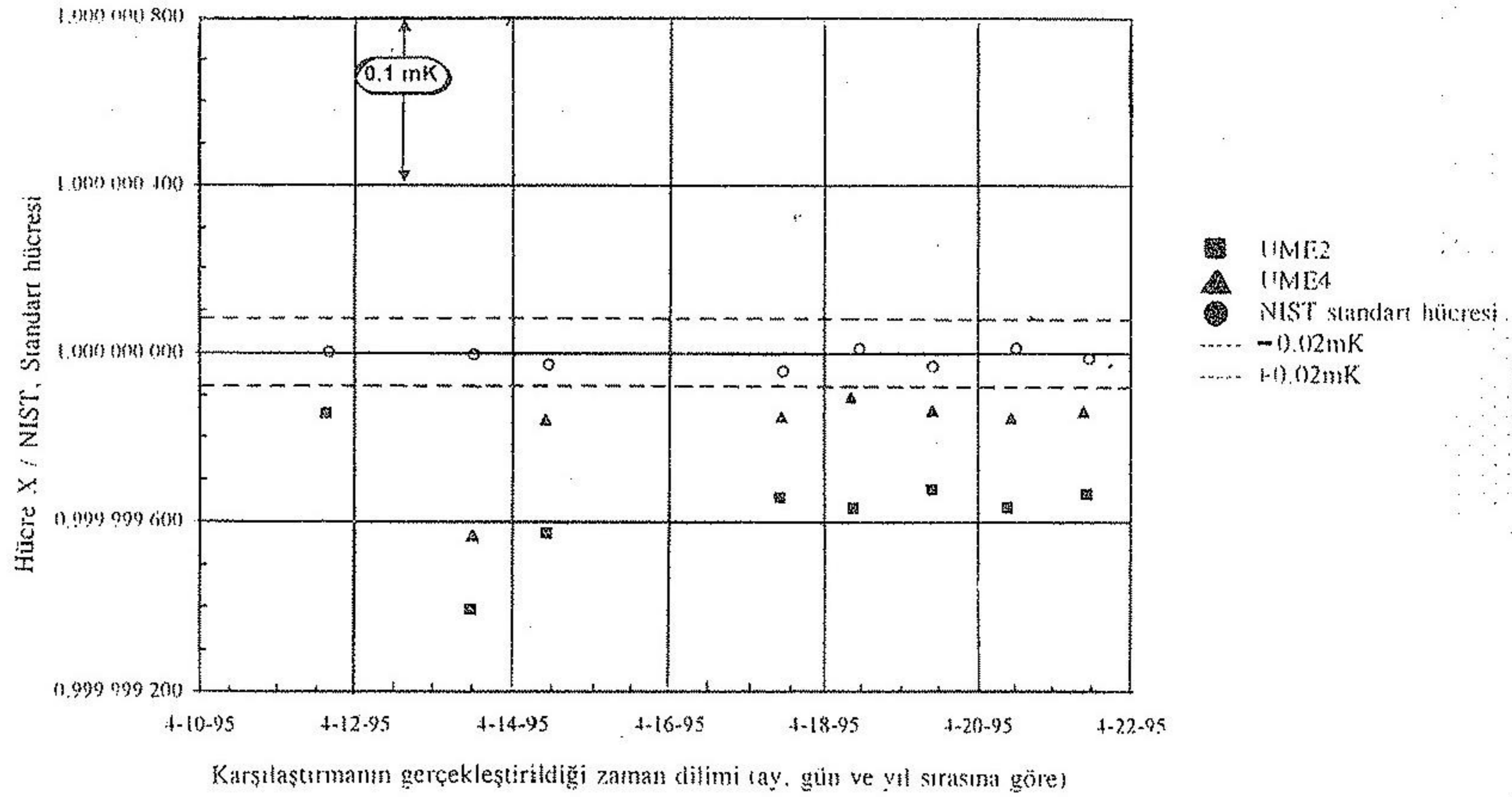
&Soğuk çubuk

%Kuru buz

3. Sonuç ve Tartışma

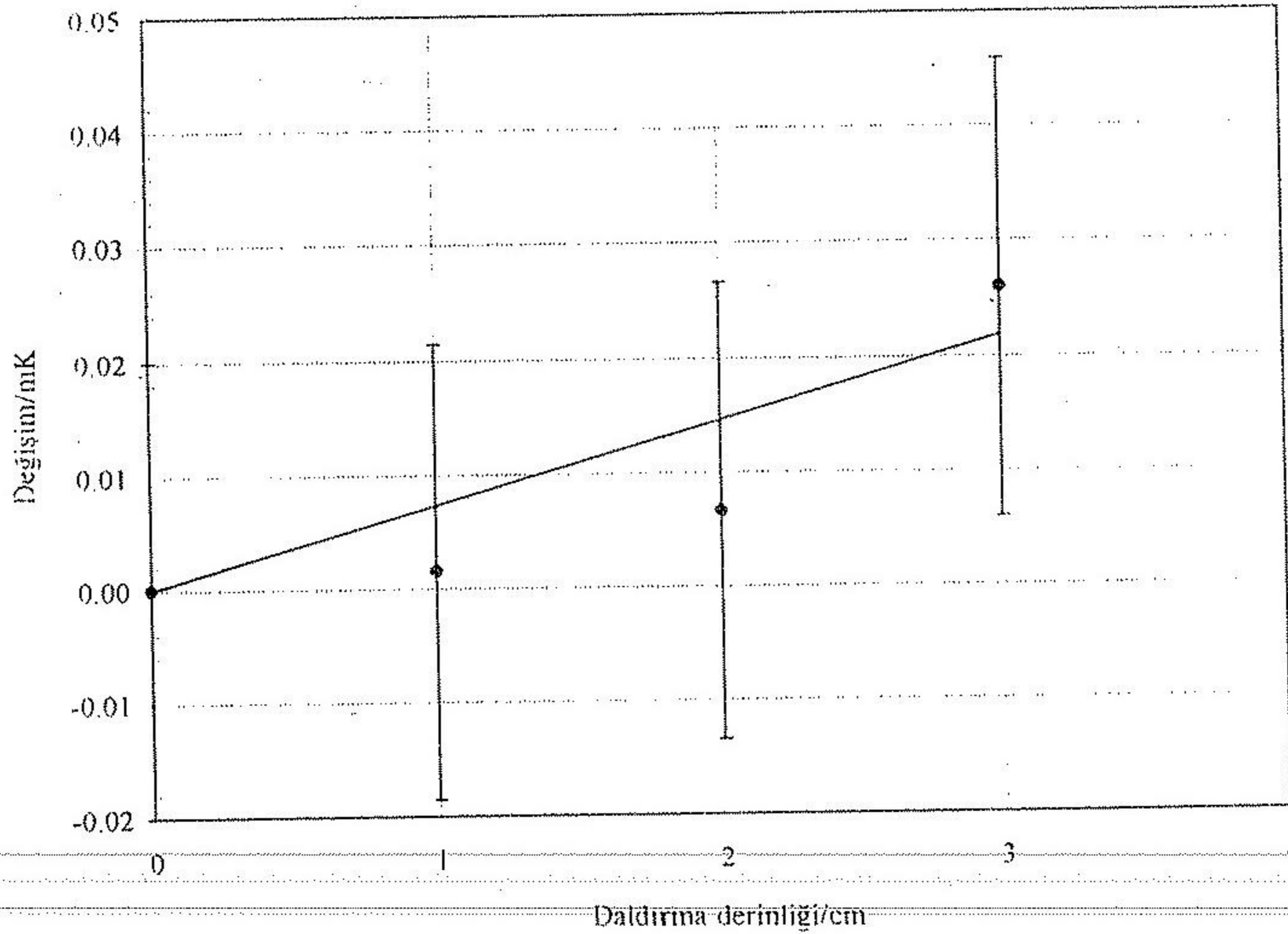
Daha önce belirtildiği gibi UME'de ilk suyun üçlü noktası hücrelerinin yapımına 1987 yılında başlanmıştır. İlk yapılan SÜN hücrelerinden TP3 Fransa'daki Ulusal Metroloji Enstitüsüne 1991 yılında götürülerek standart hücreler ile karşılaştırıldığında TP3 SÜN hücresi ile Fransız standartının -0.12 mK farklı olduğu bulunmuştur. Daha sonra ilk yapılan hücrelerden TP2 1994 tarihinde İngiltere'deki Ulusal Metroloji Enstitüsü ile yapılan 3 günlük karşılaştırma sonucunda ± 0.1 mK belirsizlik ile sertifikalandırılmıştır. Bu ilk yapılan hücrelerin devamı olarak 1995 yılın başlarında diğer hücrelerin yapılış yönteminden daha değişik bir yöntemle 10 adet SÜN hücresi UME'de yapılmıştır. Bu yeni yapılan hücrelerden seçilen iki SÜN hücresi (UME4 ve UME2) Amerika'daki Ulusal Standartlar ve Teknoloji Enstitüsündeki (NIST) standart hücreleri ile toplam 11 gün karşılaştırılmışlardır. Karşılaştırma sonuçlarını gösteren sonuçlar Şekil 3'de verilmiştir. Buradan da görüldüğü gibi

UME'de yeni SÜN yapım yöntemi ile yapılan hücrelerin NIST standart SÜN hücrelerinden farkı ± 0.1 mK nin altında olduğu bulunmuştur. Özellikle UME4, SÜN hücresinin, NIST, SÜN hücresinden yalnızca -0.037 mK farklı olduğu bulunmuştur. 25.5 ohm direnç termometresinin 1 mA kullanıldığında Johnson gürültüsü (dirençten kaynaklanan) yaklaşık 1 mikro ohm dur (1 mikro ohm = 0.01 mK). Ölçüm sisteminde ki bu gürültü göz önüne alındığında UME4 SÜN hücresi için elde edilen farkın çok küçük olduğunu görmekteyiz.



Şekil 3. UME Yapımı. UME2 ve UME4 suyun üçü noktası hücrelerinin NIST standart, A-13-1289 numaralı suyun üçü noktası hücresi ile karşılaştırılması. Sonuçlar 0mA akım hesaplanarak değerlendirilmiştir.

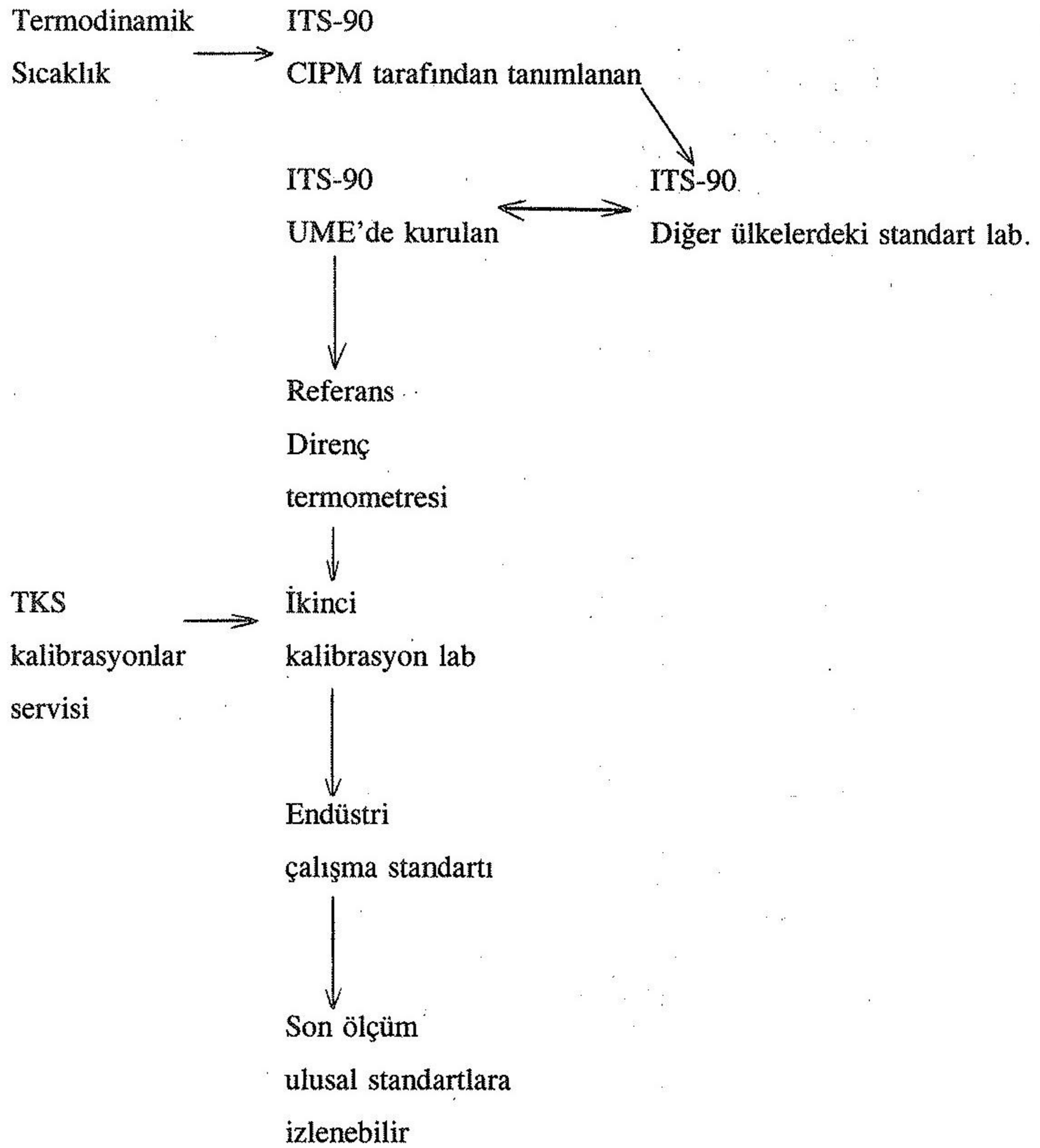
Karşılaştırma esnasında kullanılan SÜN hücrelerinin daldırma derinliklerinin farklı olmasından dolayı (Tablo 1'e bak) test hücreler ve standart hücreler için termometre daldırma derinliğine göre basınç düzelmesi yapılmıştır. Bu düzeltmenin dışında her bir SÜN hücresinin uzunlukları farklı olduğundan termometrenin ölçüm esnasında yeterli derecede daldırıldığına kontrolünün yapılması gerekmektedir. Bunun için termometre SÜN'na tamamen daldırıldıktan sonra her 1cm de kaldırılarak toplam 4 cm daldırma derinliği testi yapılarak teorik olarak beklenen değer ile aynı olup olmadığı kontrol edilmesi gerekir, aksi takdirde alınan sonuçların sıcaklık ölçümleri açısından yanlış yorumlar yapılmasına neden olabilir. Şekil 4'de UME, SÜN hücrelerinde UME4 için daldırma derinliğinin teorik olarak bulunması gereken değerle karşılaştırılması verilmektedir. Görüldüğü gibi UME SÜN hücresindeki sıcaklık ölçümlerinde kullanılan termometrenin tamamen daldırıldığı göstermektedir.



Şekil 4. UME4 Suyun üçlü noktasi hücresi için uygulanan 3 cm daldırma derinliği testi. Teorik olarak hesaplanan değer kalın çizgiyle, deneysel olarak ölçülen değerler noktalar ile gösterilmiştir.

UME'de yakın gelecekte metal sabit noktaların yapımları başlatılacaktır. Bu metal sabit noktalarıda SÜN'da olduğu gibi diğer birinci seviyedeki laboratuvarlar ile karşılaştırmalar sukularak Türkiye'de tanımlanan ITS-90 ölçeğinin güvenilir ve tekrarlanabilirliği gerçekleştirilecektir.

Yapılan bu sabit noktalar sonuçda ITS-90'a izlenebilirliği yapılan uluslararası karşılaştırmalar ile sağlanacaktır. Sıcaklık ölçümlerinde izlenmesi gerekli izlenebilirlik zinciri Tablo 2 de verilmektedir.



Tablo 2. Sıcaklık ölçümlerinde izlenmesi gereken izlenebilirlik zinciri

4. Sonuç

SÜN ölçümü ITS-90 ölçeği ile önem kazanmış olup, bu ölçekdeki bütün sıcaklık ölçümlerinden sonra SÜN ölçümlerinin sürekli tekrarlanmasından dolayı, suyun üçlü noktasındaki ölçümlerin doğruluk seviyesi ITS-90 ölçeğini önemli derecede etkilemektedir. Böyle bir hassas bir sabit noktanın UME'de yapılması gerçekleştirilmiştir. UME'de yapılan SÜN hücrelerinin diğer uluslararası birinci seviyedeki metroloji kuruluşları ile karşılaştırıldığında önemli bir farklılığın olmadığı bulunmuştur. Böylece UME sıcaklık ölçümlerinde hem endüstri ve hem de kalibrasyon laboratuvarları tarafından en çok kullanılan SÜN hücrelerinin, kendine has yöntemle yapımı ve ölçümünü başarı ile gerçekleştirerek uluslararası katıldığı karşılaştırmalar ile kanıtlamıştır. Bundan sonra ITS-90 daki diğer sabit noktaların yapımının UME'de gerçekleştirecek ve böylece ITS-90 ölçeğinin UME'de yapılan sabit noktalar ile sürekliliği sağlanacaktır.

Kaynaklar

1. CGPM, Comptes Rendus des Seances de la Septieme General des Poids et Mesures 94-99, 1927.
2. CGBP, Comptes Rendus des Seances de la Neuvieme Conference Generale des Poids et Mesures, 89-100, 1948.
3. CGBP, Comptes Rendus des Seances de la Treizieme Conference Generale des Poids et Mesures, A1-A24, 1967-1948.
4. CGBP, Comptes Rendus des Seances de la Quizieme Conference Generale des Poids et Mesures, A1-A21, 1975.
5. H.Preston-Thomas, Metrologia 27, 3-10, (1990), errata in Metrologia 27, 107, 1990.
6. George T. Furukawa and William R. Bigge, American Institute of Physics, Its Measurement and Control in Science and Industry, 5, p 291, 1982.
7. Gregory F. Strouse., George F. Furukawa, and Billy W. Mangum, BIPM Com. Cons. Thermometrie 18, CCT/93-24, 1993.
8. J.P. Evans and D.M. Sweger, The review of Scientific Instruments, Vol.40, No.2, 376-377, 1969.