

TMMOB Makine Mühendisleri Odası Eskişehir Şubesi
III.Ulusal Ölçümbilim Kongresi 7-8 Ekim 1999 Eskişehir-Türkiye

UME İLE PTB ARASINDA YAPILAN KALAY VE ÇİNKO SABİT NOKTALARININ KARŞILAŞTIRMALARI

Aliye Kartal Doğan, Sevilay Uğur, Agah Bağçe ve Dieter Heyer¹

TUBİTAK – Ulusal Metroloji Enstitüsü PK. 21 41470 Gebze Kocaeli TÜRKİYE
Tel:262 6466355 E-Mail:aliye@ume.tubitak.gov.tr
¹PTB(Physikalisch-Technische Bundesanstalt)-ALMANYA
E-Mail:dieter.heyer@ptb.de

ÖZET

UME’de Uluslararası Sıcaklık Ölçeği 1990(ITS-90) Argon üçlü noktası (83.8058 K) ile Gümüşün donma noktası olan 961.78°C arasında gerçekleştirilmektedir. Bu aralığı oluşturan tüm sabit noktalar UME’de mevcuttur. Sabit noktaların karakterizasyonu için UME, standart platin direnç termometreleri, F-18 köprüsü ve standart direnç kullanılmaktadır. Ayrıca karakterizasyon esnasında UME yapımı suyun üçlü noktası hücreleri kullanılmaktadır. Çünkü bu aralıkta sıcaklık değerleri, platin termometrenin (R_{T90}) suyun üçlü noktasına oranı ile tespit edilir. Bu oran

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

Ülkelerin birbirlerinin yaptığı ölçümleri tanıması açısından uluslararası laboratuvar karşılaştırmaları çok önemlidir. Bu karşılaştırmalarda her ülkenin birbirine göre durumu ortaya çıkar ve uluslar arası ölçüm birliği sağlanmış olur. Doğal olarak UME Sıcaklık Laboratuvarı da zaman zaman bu karşılaştırmalara katılmaktadır

Bu bildiri Şubat 1999 yılında PTB(Almanya) ile yapılan Çinko (Zn) ve Kalay (Sn) sabit noktaların karşılaştırmasının nasıl gerçekleştiği anlatılacak, karşılaştırmanın sonuçları tartışılacaktır.

Anahtar sözcükler: ITS-90, karşılaştırma, sabit nokta

1.GİRİŞ

Uluslararası sıcaklık ölçeği (ITS-90)’ın standart interpolasyonu sağlamak için 83.8058 K ile 961.78°C arasında platin direnç termometreler kullanılmaktadır ITS-90 kriterlerini sağlayan platin direnç termometreler standart platin direnç termometreler (SPRT) olarak bilinmektedir[1].

UME ve PTB arasında kalay ve çinko donma noktalarının karşılaştırmaları iki hafta boyunca yapılmıştır. Karşılaştırmaya UME’nin ve PTB’nin çinko ve kalay sabit noktaları katılmıştır. UME Sn 7/95 ve Zn 7/95 seri nolu sabit noktaları ticari olarak National Physical Laboratory

(NPL, İngiltere), ve PTB'nin Sn-70 ve Zn-71 seri nolu sabit noktaları ise Pyro Controle (Fransa) firmasında alınmıştır.

2.KALAY VE ÇİNKO DONMA NOKTALARININ HAZIRLANIŞI[2]

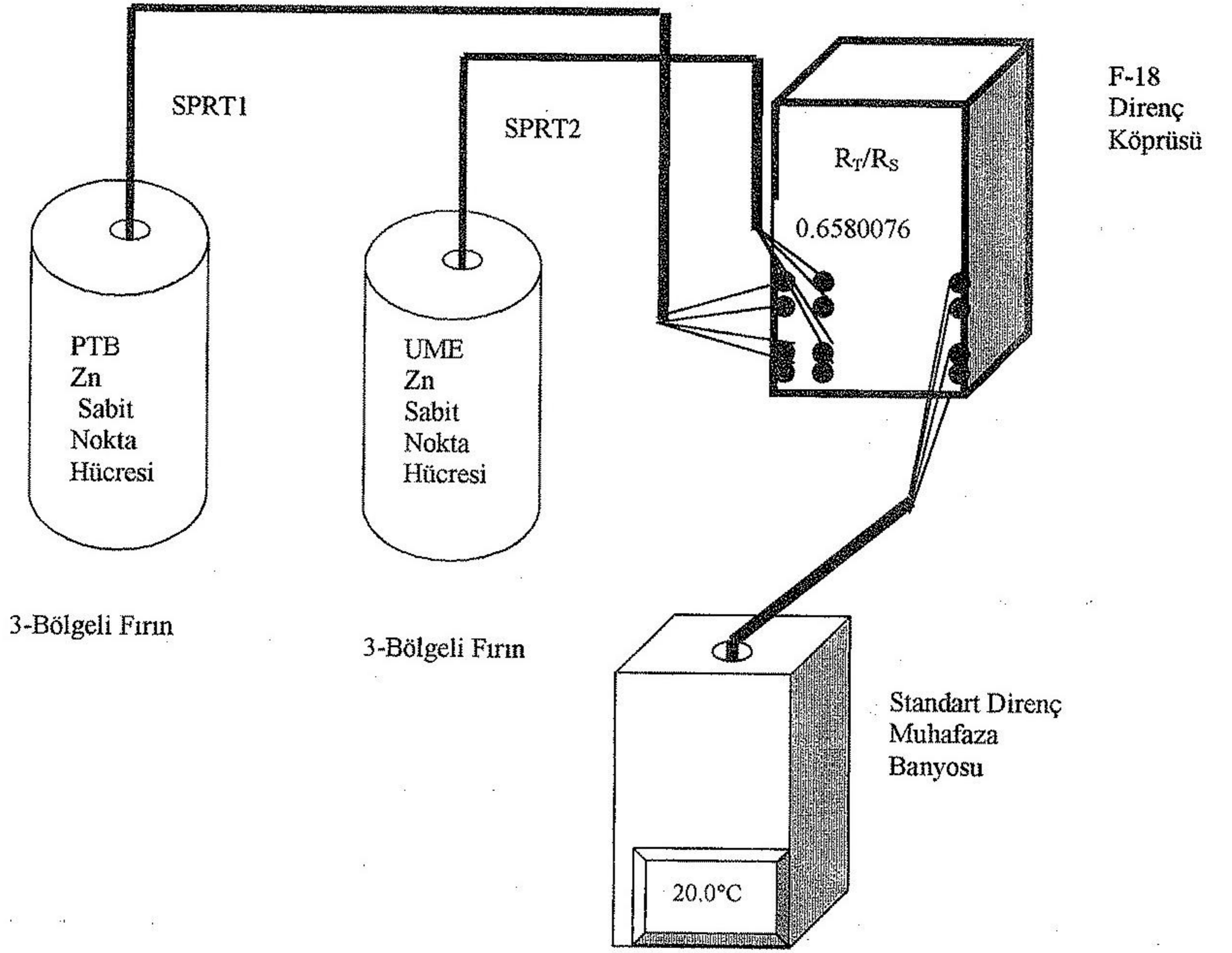
Kalay ve çinko sabit noktalarının donma sıcaklıkları sırasıyla 231.928°C ve 419.527°C'dir. Kalay ve çinko hücreleri alkol ile temizlendikten sonra üç bölgeden ısıtılmalı olan fırınlara yerleştirilirler. Kalay ve çinko sabit noktalarının bulunduğu fırınların sıcaklıkları sırasıyla 234°C ve 422°C'ye set edilir. Hücrelerin içindeki metallerin tamamen eridiğini gözlemlemek için bütün gece boyunca hücrenin içine kontrol termometresi yerleştirilir. Hücrenin içindeki metallerin tamamen eridiği gözlenir. Eğer erime tamamen gerçekleşmediyse tamamen erime olana kadar beklenir. Daha sonra fırınların sıcaklığı kalay için 228.5°C'ye ve çinko için 413°C'ye düşürülür. Donma işleminin hücrenin içinden dışına doğru düzgün bir şekilde olması için hücrenin içine metal çubuk iki dakika süresince daldırılır.

Daha sonra da belirtileceği gibi çinko donma noktası platosunun elde edilmesinde bazı sorunlar yaşandı. Karşılaştırma boyunca çinko sabit nokta hücresindeki metalin tamamen eridiğinden emin olmak için fırını hazırlarken, hazırlama prosedüründe ufak değişiklikler yapıldı. Fırının sıcaklığı önce 425°C'ye sonra 413°C'ye set edildi. Fırınların sıcaklık profilinin aynı olup olmadığını tespit edebilmek için sabit nokta hücrelerinin yerleri değiştirildi.

3.ÖLÇÜMLER

UME'nin Sn 7/95 ve Zn 7/95 seri nolu kalay ve çinko donma noktaları, PTB'nin Sn-70 ve Zn-71 seri nolu hücreleri ile doğrudan karşılaştırıldılar. Karşılaştırma düzeneği "şekil 1"deki gibidir. Ölçüm sisteminde F-18 direnç köprüsü, standart direnç ve SPRT'ler bulunmaktadır. Ölçümlerde kullanılan fırınların ikisi de üç bölgeden ısıtılmalı ve aynı özelliklere sahip fırınlardır. Fırınlara hücreler yerleştirildikten sonra ikinci bölümde anlatılan biçimde hücreler ölçümlere hazırlanmıştır.

SPRT1 ve SPRT2 nolu termometreler sırasıyla PTB ve UME sabit nokta hücrelerine yerleştirildi. Ölçümler önce SPRT1 nolu termometre ile PTB hücresinde alındı. Daha sonra SPRT2 nolu termometre ile UME hücresinin ölçümü alındı. İlk tur ölçümler tamamlandıktan sonra termometrelerin yerleri değiştirildi ve PTB hücresinde SPRT2 termometre ile ölçüm alındıktan sonra SPRT1 termometre ile UME hücresinde ölçüm alındı. En son olarak termometrelerin yerleri tekrar değiştirildi ve ölçümler tekrarlandı. Ertesi gün ölçümlere başlarken ilk olarak SPRT1 termometre UME hücresine SPRT2 termometre PTB hücresine daldırıldı. Ölçümler aynen tekrarlandı Ölçümler önce 1 mA sonra ise $\sqrt{2}$ mA akımla alındı. Ölçümler tamamlandıktan sonra, sabit noktalarda daldırma derinliği testi yapıldı.



Şekil 1. UME ve PTB hücrelerinin karşılaştırma düzeneği

Tablo 1’de karşılaştırma ölçümlerinde kullanılan SPRT’ler bulunmaktadır.

TABLO 1. Karşılaştırmada kullanılan SPRT’ler

Termometre No	İmalatçı	Model	Tüp Materyali
263621	H&Tinsley Co.Ltd	5187SA	kuartz
263623	H&Tinsley Co.Ltd	5187SA	kuartz

Çinko donma noktasındaki karşılaştırma bittikten sonra hücreler dışarı çıkarıldı ve fırınlara kalay sabit noktaları yerleştirildi. Kalay sabit noktası yukarıdaki gibi ölçümlere hazırlandı ve karşılaştırma yapıldı.

4.SONUÇLAR

UME ve PTB arasında yapılan kalay ve çinko sabit noktalarının karşılaştırma sonucu iki adet SPRT termometreleri ortalaması ve standart sapması alınarak tablo 2 ve tablo3’de verilmektedir.

TABLO 2. Kalay sabit noktası karşılaştırma sonuçları.

Tarih	(PTB - UME) mK
15.02.1999	-0.69
16.02.1999	-0.80
17.02.1999	-0.74
Ortalama	-0.74
Standart sapma	0.07

TABLO 3. Çinko sabit noktası karşılaştırma sonuçları.

Tarih	(PTB - UME) mK
02.03.1999	1.51
03.03.1999	0.43
04.03.1999	1.11
Ortalama	1.02
Standart sapma	0.55

Dr D. Heyer'den edindiğimiz bilgiye göre PTB'den karşılaştırma için gelen Sn ve Zn hücreleri PTB nin ölçeğini muhafaza etmek için kullanılmamaktadır. Bu hücreler sadece karşılaştırmalarda kullanılan transfer sabit nokta hücreleridir ve donma noktaları ikisinin de PTB'in referans hücrelerinden 0.7 mK daha düşüktür.

Kalay donma noktası için; $PTB_{transfer} - PTB_{referans} = -0.7 \text{ mK}$
 $PTB_{referans} - UME_{referans} = -0.04 \text{ mK}$

Çinko donma noktası için; $PTB_{transfer} - PTB_{referans} = -0.7 \text{ mK}$
 $PTB_{referans} - UME_{referans} = -1.72 \text{ mK}$

olarak bulunmuştur.

Tablo 4'de kalay ve çinko için belirsizlik hesabı verilmiştir.

TABLO 4. Belirsizlik Hesabı

Belirsizlik Faktörleri	Sn mK	Zn mK
1. A tipi belirsizlik	0.04	0.32
2. Platonun kararlılığı	0.12	0.12
3. F-18 Köprüsü	0.02	0.02
4. Standart direnç değişiminden gelen belirsizlik	0.55	0.55
5. Hidrostatik basınç düzeltmesi	0.07	0.08
6. Sıfır akım düzeltmesinin gelen belirsizlik	0.07	0.35
Toplam belirsizlik k=2	1.0	1.50

Bu şekilde PTB referans ve UME referans hücrelerindeki fark kalay sabit noktası için 0.04 mK ve çinko sabit noktası için ise -1.72 mK'dir.

UME referans kalay hücresini ile PTB transfer hücresi karşılaştırmasının toplam belirsizliği %95 güvenilirlikle $\pm 0.001^{\circ}\text{C}$ 'dir. Aynı şekilde çinko donma noktasında toplam belirsizlik %95 güvenilirlikle $\pm 0.0015^{\circ}\text{C}$ olarak bulunmuştur.

Bu bilgiler ışığında, UME ve PTB'nin referans kalay sabit nokta hücreleri aynı değerdeler. Fakat çinko hücresinin karşılaştırmaya hazırlanması esnasında bir takım problemler yaşanmasından dolayı donma noktası değerleri arasında bir fark gözlenmiştir. Karşılaştırma süresinin kısıtlı olmasından dolayı çinko sabit nokta hücresinde daha fazla ölçüm alınamamıştır. Eğer karşılaştırmayı uzun bir dönem içinde yapmamız olsaydık çinko sabit noktasında bulunan büyük farkın nedenini bulmamız mümkün olamazdı. Yukarıda belirttiğimiz gibi PTB çinko hücresin de ergime ve donmanın tam olarak gerçekleşemediğini düşünüyoruz. Bu sorunun cevabını bulabilmek için PTB veya başka bir ulusal enstitüde (INM-Fransa) e çinko sabit noktasında tekrar karşılaştırma yapılacaktır.

5. KAYNAKLAR

- [1]H.Preston-Thomas " The International Temperature Scale of 1990", Metrologia, 1990, 227, s.3-10
- [2]S.Uğur, A. Doğan, A. Bağçe,"Realization of Tin and Zinc Points at National Metrology Institute(UME) in Turkey", Proceeding of Tempmeko, 1999