

Internal Report ITESRE 318/2001

**CALIBRAZIONE DI TERMOMETRI AL GERMANIO:  
SETUP SPERIMENTALE, ACQUISIZIONE ED  
ANALISI DEI DATI**

L.Terenzi, G.P.Cazzola, A.Brighenti, G.Morgante, G.Morigi,  
L.Valenziano, G.Ventura

*Istituto TESRE, CNR, Bologna, Italy*

Giugno 2001

## CALIBRAZIONE DI TERMOMETRI AL GERMANIO: SETUP SPERIMENTALE, ACQUISIZIONE ED ANALISI DEI DATI

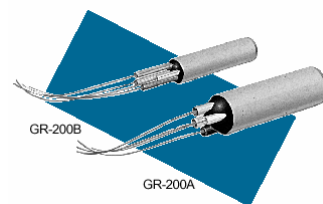
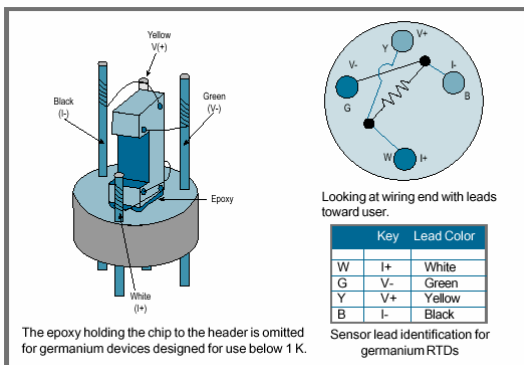
L.Terenzi, G.P.Cazzola, A.Brighenti, G.Morgante, G.Morigi, L.Valenziano, G.Ventura

Istituto TESRE, CNR, Bologna

*Nell'ambito dello sviluppo del riferimento a 4 K per lo strumento LFI, è stato pianificato uno studio accurato dell'Eccosorb, materiale costituente fondamentale di tale parte del progetto. In particolare, la determinazione delle proprietà termo-fisiche del materiale pone l'esigenza di avere un efficace controllo di temperatura durante i test. Per tale motivo, è stata eseguita una serie di misure per calibrare tre termometri al Germanio, che saranno usati per i test sui campioni di Eccosorb. In questo rapporto descriviamo la configurazione sperimentale adottata, il software usato per l'acquisizione dei dati, i risultati delle misure e le curve di calibrazione ottenute per i diversi sensori.*

### Introduzione

I termometri al Germanio del tipo GR200A, forniti dalla ditta LakeShore Cryotronics<sup>[3]</sup>, sono sensori adatti a misure di temperatura ad alta precisione nel range compreso tra 50 mK e 100 K.



Essi offrono alta stabilità di prestazioni ed un'accuratezza di 5 mK al di sotto dei 10 K. Dalla bontà della calibrazione si può ottenere una alta sensibilità (dell'ordine dei mK intorno ai 4.2 K) intorno alle temperature che ci interessano.

Il termometro, che abbiamo usato come riferimento aveva una curva di calibrazione operativa a partire da 40 K fino a 300 mK, per cui abbiamo utilizzato un criostato a tre stadi, l'ultimo dei quali ad <sup>3</sup>He, riuscendo a scendere fino a 512 mK.

Nel Paragrafo 1 sarà descritto in dettaglio l'apparato strumentale utilizzato, costituito fondamentalmente dal criostato, i termometri e l'elettronica per il monitoraggio e l'acquisizione dei dati.

Nel Paragrafo 2, vengono invece illustrati il ciclo di raffreddamento.

Il sistema ed il software di acquisizione ed i dati ottenuti sono riportati nel Paragrafo 3..

Infine, nell'ultima parte riportiamo i risultati dell'analisi delle misure, le procedure di calcolo e le curve di calibrazione ottenute, nel range ottimale tra 1.8 e 40 K.

## 1 Apparato sperimentale

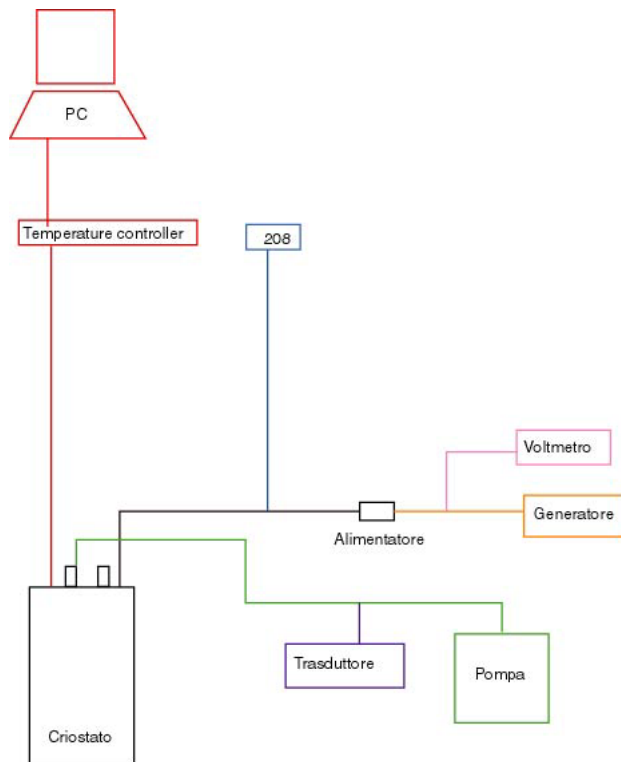


Fig. 1.1 Disegno schematico delle varie componenti dell'apparato strumentale con le relative connessioni

I termometri sono stati montati nell'ultimo stadio di un criostato ad  $^3\text{He}$ .

E' stato montato un supporto per le connessioni elettriche sulla flangia ad  $^4\text{He}$ .

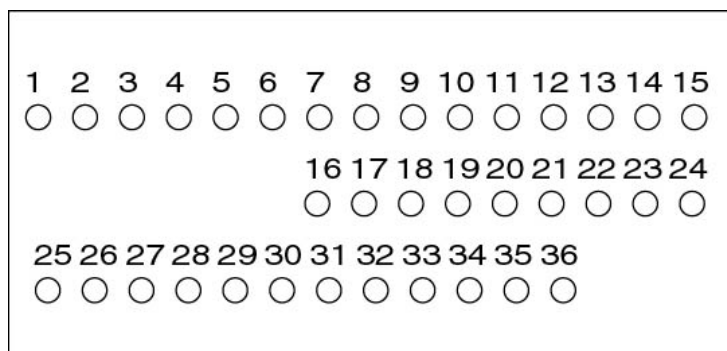
La lettura dei termometri è effettuata a quattro fili, due servono come ingresso per un generatore di corrente mentre dagli altri due si legge la tensione che varia, per la variazione di temperatura. Abbiamo quindi un totale di 16 cavi, in bronzo fosforoso, che passa dalla flangia ad  $^4\text{He}$  a quella ad  $^3\text{He}$ , fornendo un ingresso termico aggiuntivo. La conducibilità termica del materiale<sup>[3]</sup>, intorno a 4 K è pari a  $1.6 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ , il diametro dei cavi è  $0.203 \text{ mm}$ , da cui possiamo calcolare un ingresso sullo stadio  $^3\text{He}$  di circa  $16.5 \mu\text{W}$ .

Sul bagno d'elio è stato sistemato anche un sensore di temperatura del tipo LakeShore DT470 (diodo al silicio) per avere un monitoraggio continuo del ciclo di raffreddamento nelle sue varie fasi intermedie. Le restanti connessioni sono adibite al controllo del diodo che misura la temperatura della criopompa ed all'alimentazione della resistenza, che serve a scaldare la criopompa stessa prima dell'ultima fase del raffreddamento<sup>[1]</sup>.

I disegni AutoCad nella pagina di seguito riportano l'interno del criostato, mentre lo schema delle connessioni è mostrata in figura 1.2.

Il refrigeratore ad  $^3\text{He}$  è isolato tramite dei tubi sottili di acciaio dal bagno di  $^4\text{He}$ .

I termometri sono stati sistemati in fori appositi nell'ordine descritto nel disegno AutoCad di seguito



1	I <sub>+</sub> (T0)	13	I <sub>+</sub> (T3)	25	
2	I <sub>-</sub> (T0)	14	I <sub>-</sub> (T3)	26	
3	V <sub>+</sub> (T0)	15	V <sub>+</sub> (T3)	27	
4	V <sub>-</sub> (T0)	16	V <sub>-</sub> (T3)	28	DI
5	I <sub>+</sub> (T1)	17	I <sub>+</sub> (D0)	29	
6	I <sub>-</sub> (T1)	18	I <sub>-</sub> (D0)	30	
7	V <sub>+</sub> (T1)	19	V <sub>+</sub> (D0)	31	RH
8	V <sub>-</sub> (T1)	20	V <sub>-</sub> (D0)	32	
9	I <sub>+</sub> (T2)	21		33	
10	I <sub>-</sub> (T2)	22		34	
11	V <sub>+</sub> (T2)	23		35	RH
12	V <sub>-</sub> (T2)	24		36	

Fig. 1.2 Schema del connettore sulla flangia  $^4\text{He}$ , vista dalla parte dei termometri (cfr. disegno AutoCad)

Come riportato anche nel disegno, T0 indica il termometro calibrato, T1,T2,T3 i nostri termometri da caratterizzare. D0 è il diodo sulla flangia  $^4\text{He}$ , DI quello sulla criopompa ed RH la resistenza heater sulla criopompa stessa. L'altro capo del diodo sulla criopompa, come evidente nei disegni delle pagine precedenti, è messo a terra direttamente sulla flangia.

Il contatto termico con il piattello di rame dorato è stato assicurato da uno strato di grasso di Apiezon, con cui i termometri sono stati fissati nelle cavità.

Tutto il cablaggio interno, in manganina, viene collegato all'esterno tramite due connettori, da cui poi i vari cavi raggiungono gli strumenti.

I quattro termometri al Germanio vengono letti da un Temperature Controller LSCI 340, il quale comunica con un PC, tramite una scheda GPIB.

Il diodo sul bagno ad  $^4\text{He}$  viene letto da un lettore LakeShore 208.

Il diodo sulla criopompa e la resistenza heater passano in una scatola contenente l'alimentazione del diodo. Di qui si dipartono l'uscita del diodo letto da un voltmetro digitale ed i due capi della resistenza sulla criopompa, che sono connessi con un generatore di tensione.

## 2 Ciclo di raffreddamento

Il ciclo di raffreddamento consiste fondamentalmente di tre fasi: il pre-raffreddamento, il trasferimento ed il pompaggio sul bagno di  $^4\text{He}$ , il ciclo del refrigeratore dell'  $^3\text{He}$ .

Nella prima fase si riempiono, dopo aver fatto il vuoto all'interno del criostato, le due tank con azoto in modo di far termalizzare le parti fredde a 77 K.

Dopo aver raggiunto l'equilibrio a questa temperatura, si può trasferire l'elio nella tank centrale, dopo averla opportunamente svuotata dell'azoto. A questo punto si passa a ridurre la pressione sul

bagno di  $^4\text{He}$ , in modo da abbassare il punto di evaporazione fino ad una temperatura di circa 1.6 K.

Raggiunta questa temperatura, si comincia a preparare anche il sistema criopompa-refrigeratore per la fase finale del raffreddamento: è infatti necessario scaldare la criopompa in modo che essa rilasci le molecole di  $^3\text{He}$ , adsorbite nei suoi grani. L'aumento di pressione costringe il gas a passare a contatto con lo stadio che si trova ad una temperatura di 1.6 K; raffreddandosi, liquefa e viene raccolto nell'evaporatore.

La temperatura della criopompa viene variata fornendo tensione alla resistenza montata in essa e viene monitorata tramite il diodo.

Nell'ultima fase si raffredda di nuovo la criopompa. Riducendo la pressione sull' $^3\text{He}$  liquefatto ne porta la temperatura, in condizioni ideali, fino a circa 300 mK<sup>[2]</sup>.

Si riportano in tabella i dati riguardanti il raffreddamento per avere un'idea dei tempi di durata di un ciclo tipico.

Ora	$P_{4\text{He}}$ (mbar)	$T_{4\text{He}}$ (K)	$T_{\text{eva}}$ (K)	$V_{\text{crio}}$ (V)	Note
0:00	1028	4.12	4.20	4.00	Inizio pompaggio
0:20	866	3.96	4.91	5.596	
0:25	650	3.65	4.79	5.63	
0:29	550	3.50	4.81	5.836	
0:34	446	3.33	4.78	6.034	
0:43	250	2.81	4.69	6.492	
0:55	60	2.01	4.22	7.036	
1:10	11	1.55	3.09	7.397	Alimentata resistenza su criopompa con 21.5 V
1:15	13	2.76	3.93	1.105	
1:20	18	2.90	3.53	1.085	
1:23	20	2.84	3.40	1.078	Ridotto il voltaggio a 12.9 V
1:25	21	2.66	3.15	1.081	
1:30	20	2.45	2.85	1.084	
1:33	19	2.31	2.68	1.087	Spento generatore
1:40	16	1.48	2.25	1.110	
1:45	12	1.73	1.78	1.263	
1:52	7	1.51	1.16	1.563	
1:55	18	1.52	0.915	1.685	Rientro $^4\text{He}$ gas ad 1 atm
2:00	1031	2.88	0.78	1.837	
2:10	1031	4.21	1.85	1.653	Refilling di $^4\text{He}$

### 3 Acquisizione dati

La lettura dei dati è resa possibile dall'utilizzo del Controller interfacciato tramite scheda GPIB ad un PC. Il software utilizzato è stato NI LabView, con i driver relativi allo strumento in questione.

Lo schema di acquisizione è molto semplice. Si leggono ed immagazzinano, in sequenza, la temperatura del termometro calibrato e le resistenze dei diversi termometri in modo di avere una continua scansione tra unità di misura del sensore e temperature corrispondenti.

Il tempo di durata della singola scansione e l'intervallo tra le scansioni è configurabile via software. Noi abbiamo realizzato misure più lente e più veloci, tenendo però sempre presente che le

prestazioni del controller in lettura ai nostri sensori sono ottimizzate per tempi maggiori di un secondo. Il file di dati avrà quindi un formato del tipo:

```
T0 R0
T0 R1
T0 R2
T0 R3
```

Dove T0 è la temperatura, in K, termometro calibrato misurata ogni volta dal, mentre le Ri sono i valori di resistenza misurati del sensore calibrato e di quelli da calibrare.

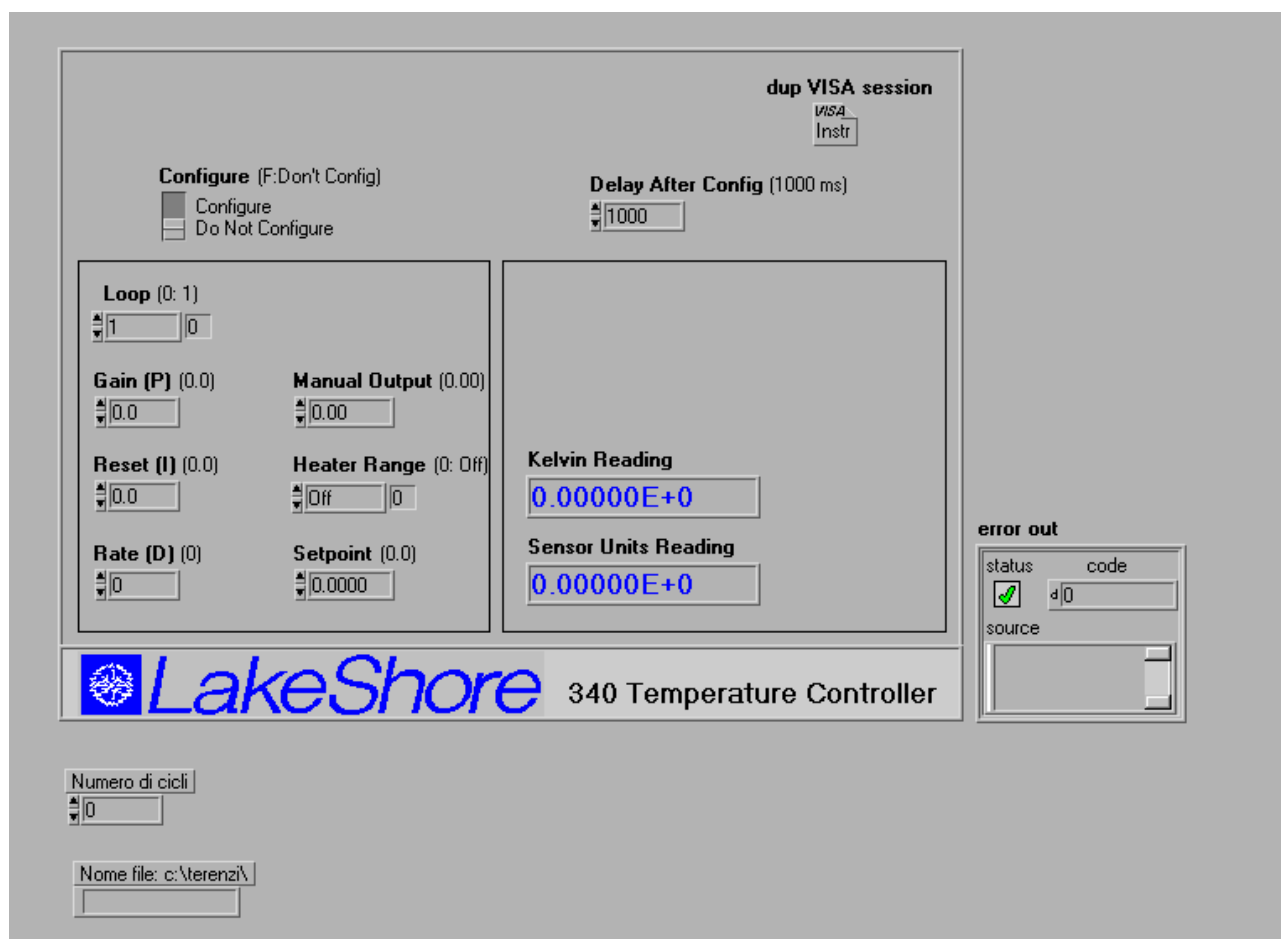
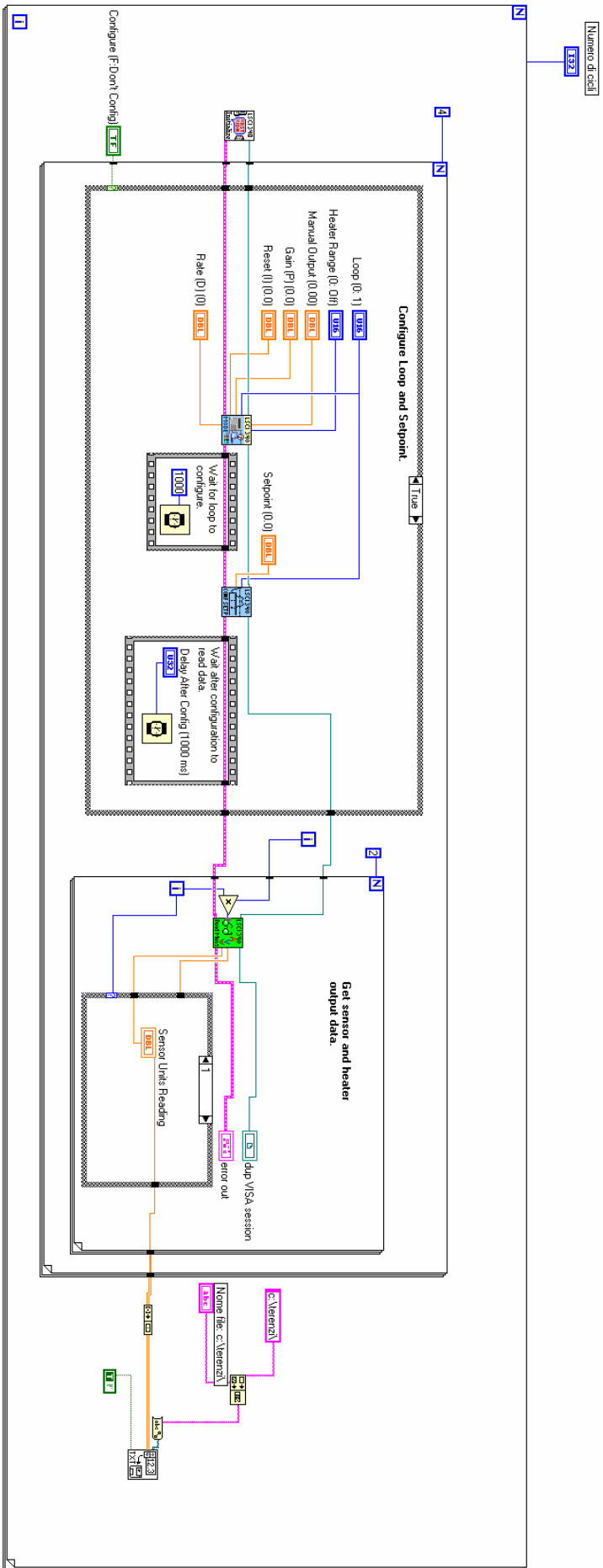


Fig. 3.1 Pannello di controllo del programma in LabView per l'acquisizione del segnale dai termometri. Come risulta evidente è possibile settare, tramite delle apposite caselle di testo e pulsanti, vari parametri di acquisizione. In particolare noi abbiamo utilizzato un delay (che fornisce praticamente l'intervallo di acquisizione) di 2 ed 8 sec; il gain deve essere settato ad 1. Nelle ultime due finestre di dialogo si deve definire il numero di scansioni sui termometri, che quindi fornisce il tempo totale di durata dell'acquisizione, e il nome del file dove saranno immagazzinati i dati.

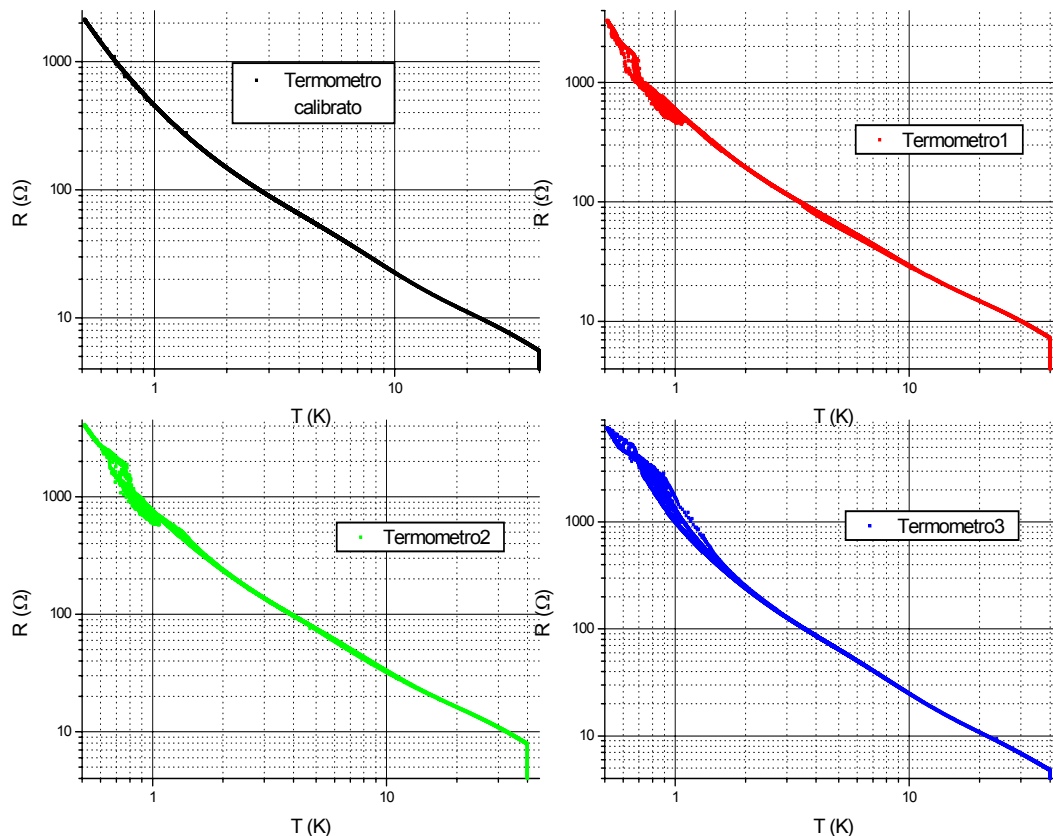
Abbiamo riportato il pannello dei comandi in LabView, mentre nella prossima pagina riportiamo il diagramma del programma. Sono stati usati i driver di inizializzazione, configurazione ed acquisizione del pacchetto Lsci340 messo a disposizione dalla National Instruments.



Come riportato nei dati, siamo in possesso di due cicli di raffreddamento, in cui la temperatura ha spaziato tra 40 K, che è l'inizio della calibrazione del termometro tarato e quindi del nostro riferimento, ed una temperatura minima di 512 mK.

Per l'analisi e le calibrazioni definitive abbiamo usato la parte più stabile delle curve di temperatura ottenute.

Nei grafici di seguito è riportato l'andamento delle curve (T,R) di ogni termometro, prendendo in considerazione tutte le misure a nostra disposizione.



#### 4 Analisi dati e curve di calibrazione

Per costruire le curve di calibrazione ci siamo basati sulle metodologie riportate nella documentazione relativa al termometro calibrato in nostro possesso.

Si fanno, fondamentalmente, i seguenti passi:

- prendiamo i dati delle curve (T,R) viste nel paragrafo precedente e si dividono in tre parti relative agli intervalli di temperatura: 0.5 – 1.8 K, 1.8 – 13.0 K, 13.0 – 40.0 K.
- Per ognuno di questi intervalli si procede ad un fit con una funzione consigliata dalla ditta.
- Da questo fit si ricostruisce, con la confidenza relativa, la curva di calibrazione.

Per ogni termometro abbiamo eseguito questa procedura.

Abbiamo concentrato la nostra attenzione sugli ultimi due intervalli, essendo le misure più accurate, tenendo presente che, comunque ricoprono il range di temperatura di nostro interesse intorno ai 4.2 K.



Opportunamente confronteremo anche i nostri dati con quelli del termometro calibrato. I parametri da trovare per ciascuna curva sono i coefficienti di Chebychev,  $A_i$ ; la curva di calibrazione è espressa nel seguente modo:

$$T = \sum_{i=0}^n A_i \cos(i \cdot \text{ArcCos}(X)) \quad (4.1)$$

dove  $T$  è la temperatura in K,  $n$  dipende dall'intervallo di temperature che si studia, mentre  $X$  è definito come:

$$X = \frac{(Z - Z_L) - (Z_U - Z)}{Z_U - Z_L} \quad (4.2)$$

con  $Z = \text{Log}(R)$

e  $Z_L$  e  $Z_U$  sono rispettivamente il valore minimo e massimo di  $Z$  nei nostri valori.

Per quanto riguarda l'intervallo tra 1.8 e 13 K il fit è realizzato al sesto ordine, mentre per le temperature più alte si arriva al decimo ordine.

Abbiamo quindi preso i nostri dati di  $R$  e  $T$ , ci siamo costruiti  $Z$  ed  $X$  ed abbiamo poi effettuato il fit sull'equazione (4.1).

Riportiamo in grafico la distribuzione degli scarti tra valori calcolati sul fit e quelli delle temperature misurate binnati a gruppi di un mK.

Di seguito mostriamo i risultati del nostro procedimento, consistenti in un *worst case*, con tutti i dati, ed un caso migliore in cui sono stati scartati dati che si discostavano più di un certo valore da quello aspettato ( le code nei grafici ad istogramma ), confrontandoli con quelli della ditta sulla calibrazione del termometro tarato.

In ogni caso il campionamento risulta molto fitto.

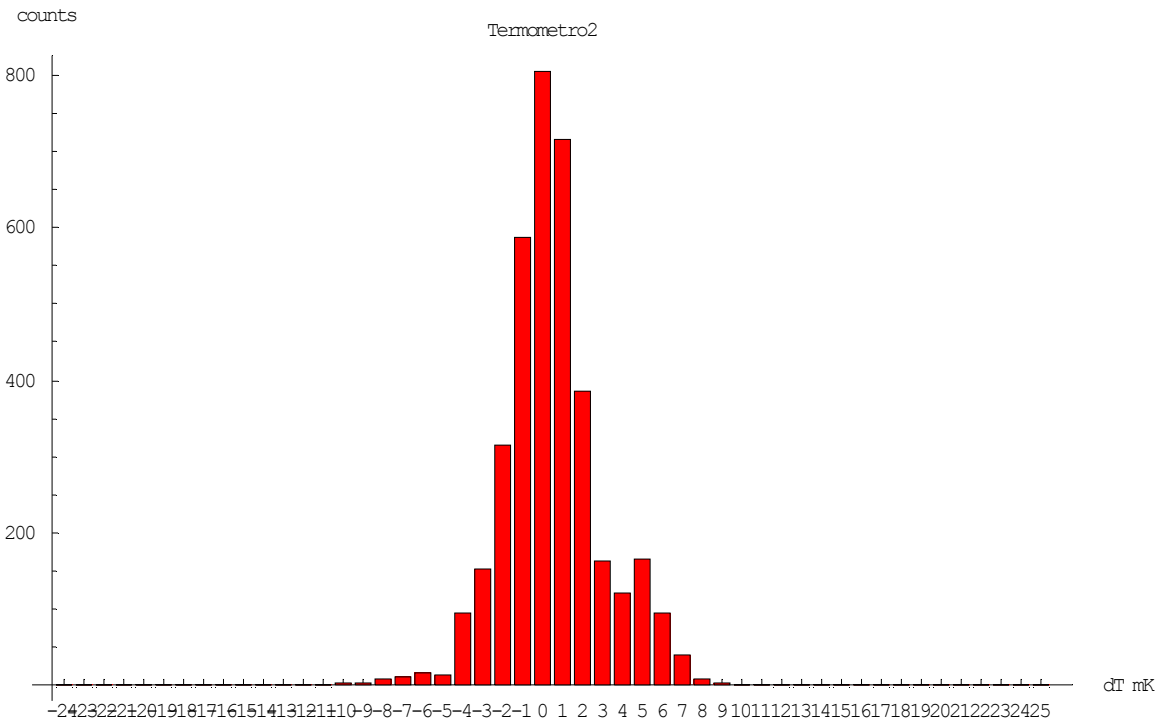
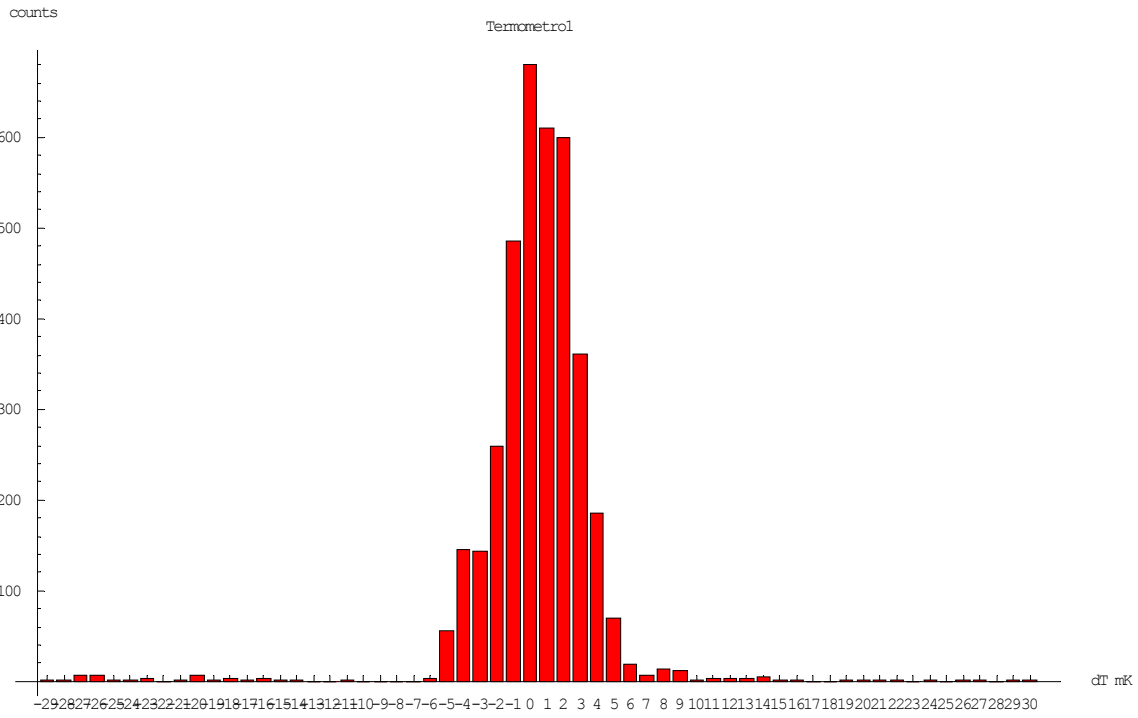
Riportiamo nelle tabelle di seguito, per entrambi gli intervalli di temperatura, il numero di dati utilizzato per il fit, i valori  $Z_{\max}$  e  $Z_{\min}$ , i coefficienti di Chebychev con i relativi errori, il massimo discostamento e lo scarto quadratico medio tra temperatura misurata e stimata.

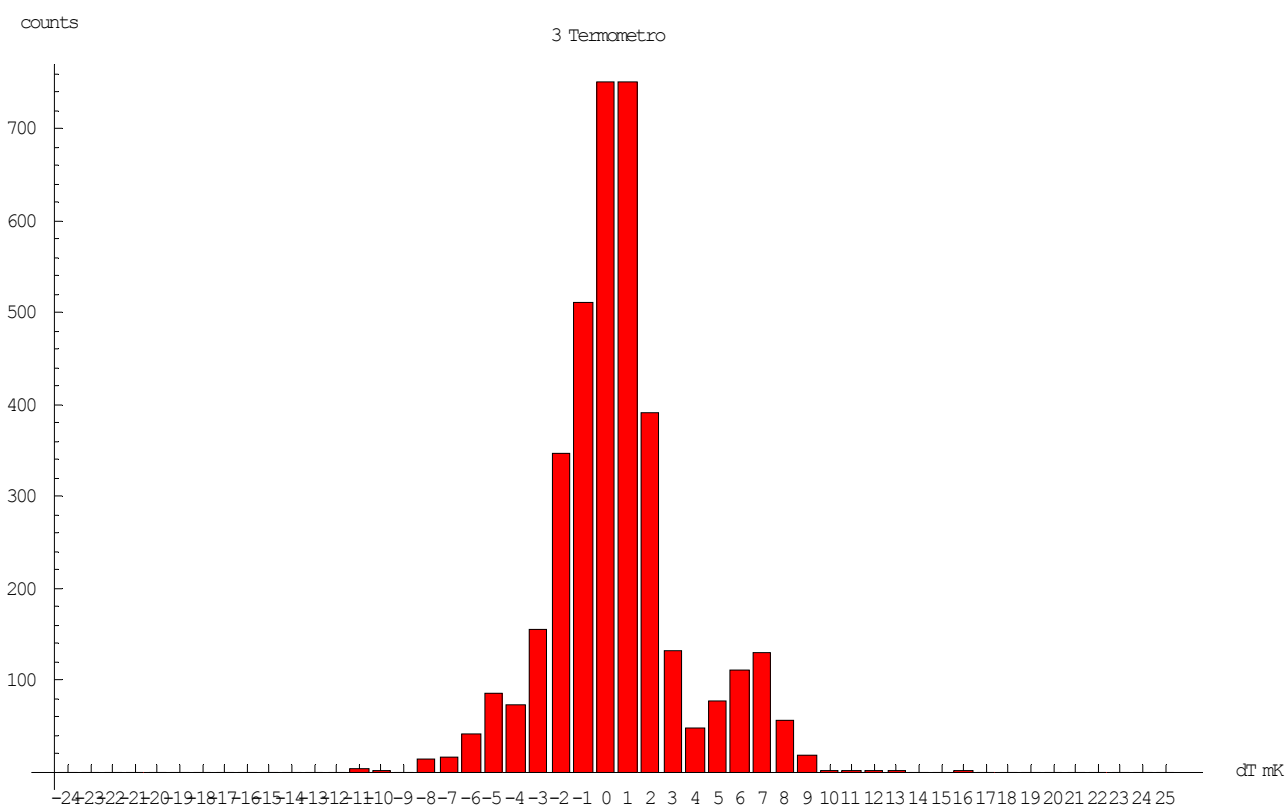
Infine riportiamo i grafici relativi alle curve finali di calibrazione, nel formato ( $T$ ,  $\text{Log}(R)$ ), come verranno poi installate nello strumento di controllo.

## 5 Conclusioni

Abbiamo effettuato delle calibrazioni per poter utilizzare dei termometri al Germanio ad alta sensibilità, in vista di test criogenici sui materiali utilizzati nella costruzione di alcune parti del satellite Planck. I risultati ottenuti sono in ottimo accordo con quelli previsti dalla ditta fornitrice.

Ci aspettiamo quindi di poter effettuare misure a sensibilità corrispondenti a quelle richieste per questo tipo di test.





	Calibrato	Term. 1 (worst case)	Term. 1 finale	Term. 2 (worst case)	Term. 2 finale	Term. 3 (worst case)	Term. 3 finale
N dati	24	3739	2375	3715	2495	3725	2408
Zmax	2.235	2.354	2.354	2.441	2.441	2.460	2.460
Zmin	1.222	1.347	1.347	1.390	1.390	1.245	1.245
A <sub>0</sub>	6.04589	5.94629	5.93887	5.96466	5.96449	5.97570	5.97556
A <sub>1</sub>	-5.42685	-5.32955	-5.31557	-5.36871	-5.36837	-5.38471	-5.38473
A <sub>2</sub>	1.34911	1.37596	1.36384	1.39512	1.39478	1.39305	1.39292
A <sub>3</sub>	-0.20444	-0.23303	-0.22343	-0.22694	-0.22667	-0.21479	-0.21485
A <sub>4</sub>	0.05875	0.068114	0.06138	0.05592	0.05631	0.053380	0.05395
A <sub>5</sub>	-0.03312	-0.03778	-0.03451	-0.03118	-0.03127	-0.03360	-0.03401
A <sub>6</sub>	0.00719	0.01316	0.01108	0.00900	0.00874	0.010216	0.00999
dA <sub>0</sub>	1.83E-04	2.44E-04	4.51E-04	1.19E-04	1.06E-04	1.38E-04	1.05E-04
dA <sub>1</sub>	2.94E-04	4.48E-04	8.34E-04	2.18E-04	1.97E-04	2.55E-04	1.94E-04
dA <sub>2</sub>	2.60E-04	4.11E-04	7.22E-04	1.995E-04	1.73E-04	2.32E-04	1.74E-04
dA <sub>3</sub>	2.46E-04	3.41E-04	5.18E-04	1.65E-04	1.35E-04	1.92E-04	1.34E-04
dA <sub>4</sub>	2.33E-04	3.13E-04	3.57E-04	1.50E-04	1.12E-04	1.75E-04	1.16E-04
dA <sub>5</sub>	2.24E-04	2.07E-04	1.72E-04	0.99E-04	0.71E-04	1.15E-04	0.71E-04
dA <sub>6</sub>	2.23E-04	1.92E-04	0.96E-04	0.91E-04	0.54E-04	1.06E-04	0.56E-04
Max Err	1.44mK	74.38mK	8.81mK	22.53mK	2.56mK	15.45mK	2.57mK
RMS Err	0.65mK	5.30mK	0.96mK	2.51mK	0.87mK	2.91mK	0.82mK

Tab. 1 Dati relativi all'analisi dei dati nell'intervallo di temperature tra 1.8 e 13 K

	Calibrato	Term. 1 (worst case)	Term. 1 finale	Term. 2 (worst case)	Term. 2 finale	Term. 3 (worst case)	Term. 3 finale
N dati	24	324	99	324	177	324	169
Zmax	0.6816	0.857	0.857	0.891	0.891	0.676	0.676
Zmin	1.4022	1.514	1.514	1.568	1.568	1.453	1.453
A <sub>0</sub>	23.79129	22.0614	22.0614	21.9611	21.9614	21.7879	21.7906
A <sub>1</sub>	-18.0046	-15.64060	-15.6402	-15.6076	-15.6072	-15.4736	-15.4778
A <sub>2</sub>	3.39337	2.69186	2.69108	2.81191	2.81223	2.94931	2.95467
A <sub>3</sub>	0.03739	0.09466	0.09415	0.06419	0.06382	-0.08192	-0.086696
A <sub>4</sub>	-0.11362	-0.13552	-0.13726	-0.15381	-0.15353	-0.10314	-0.097669
A <sub>5</sub>	-0.06712	-0.02290	-0.02288	-0.02870	-0.02861	-0.02103	-0.025409
A <sub>6</sub>	0.03026	0.01734	0.01701	0.01540	0.01576	0.00990	0.013226
A <sub>7</sub>	0.01264	0.00788	0.00816	0.01867	0.01782	0.01468	0.010352
A <sub>8</sub>	-0.00618	-0.02800	-0.02742	-0.01483	-0.01558	-0.01435	-0.010945
A <sub>9</sub>	-0.00495	-0.00081	-0.00269	0.00829	0.00773	0.00681	0.003897
A <sub>10</sub>	0.00198	-0.00462	-0.00488	-0.00674	-0.00585	-0.00547	-0.003354
dA <sub>0</sub>	6.39E-4	1.31E-03	3.96E-04	0.98E-03	3.01E-04	1.04E-03	5.81E-04
dA <sub>1</sub>	1.020E-3	1.99E-03	6.63E-04	1.49E-03	4.72E-04	1.56E-03	1.09E-03
dA <sub>2</sub>	9.75E-4	2.06E-03	6.34E-04	1.54E-03	4.85E-04	1.63E-03	1.11E-03
dA <sub>3</sub>	7.71E-4	2.01E-03	7.03E-04	1.51E-03	4.92E-04	1.59E-03	1.08E-03
dA <sub>4</sub>	7.18E-4	1.95E-03	6.99E-04	1.47E-03	4.28E-04	1.55E-03	1.04E-03
dA <sub>5</sub>	6.11E-4	1.91E-03	6.60E-04	1.43E-03	4.35E-04	1.51E-03	9.21E-04
dA <sub>6</sub>	6.27E-4	1.89E-03	7.99E-04	1.42E-03	4.21E-04	1.50E-03	8.91E-04
dA <sub>7</sub>	7.25E-4	1.82E-03	8.66E-04	1.37E-03	3.78E-04	1.45E-03	7.54E-04
dA <sub>8</sub>	8.34E-4	1.80E-03	6.24E-04	1.35E-03	3.77E-04	1.43E-03	6.83E-04
dA <sub>9</sub>	7.57E-4	1.78E-03	5.56E-04	1.33E-03	3.63E-04	1.41E-03	5.53E-04
dA <sub>10</sub>	8.11E-4	1.76E-03	5.93E-04	1.33E-03	3.46E-04	1.41E-03	4.41E-04
Max Err	3.77mK	165.23mK	6.08mK	159.18mK	6.06mK	180.14mK	6.25mK
RMS Err	1.49mK	20.84mK	2.56mK	15.65mK	2.48mK	16.64mK	2.22mK

Tab. 2 Dati relativi all'analisi dei dati nell'intervallo di temperature tra 13 e 40 K

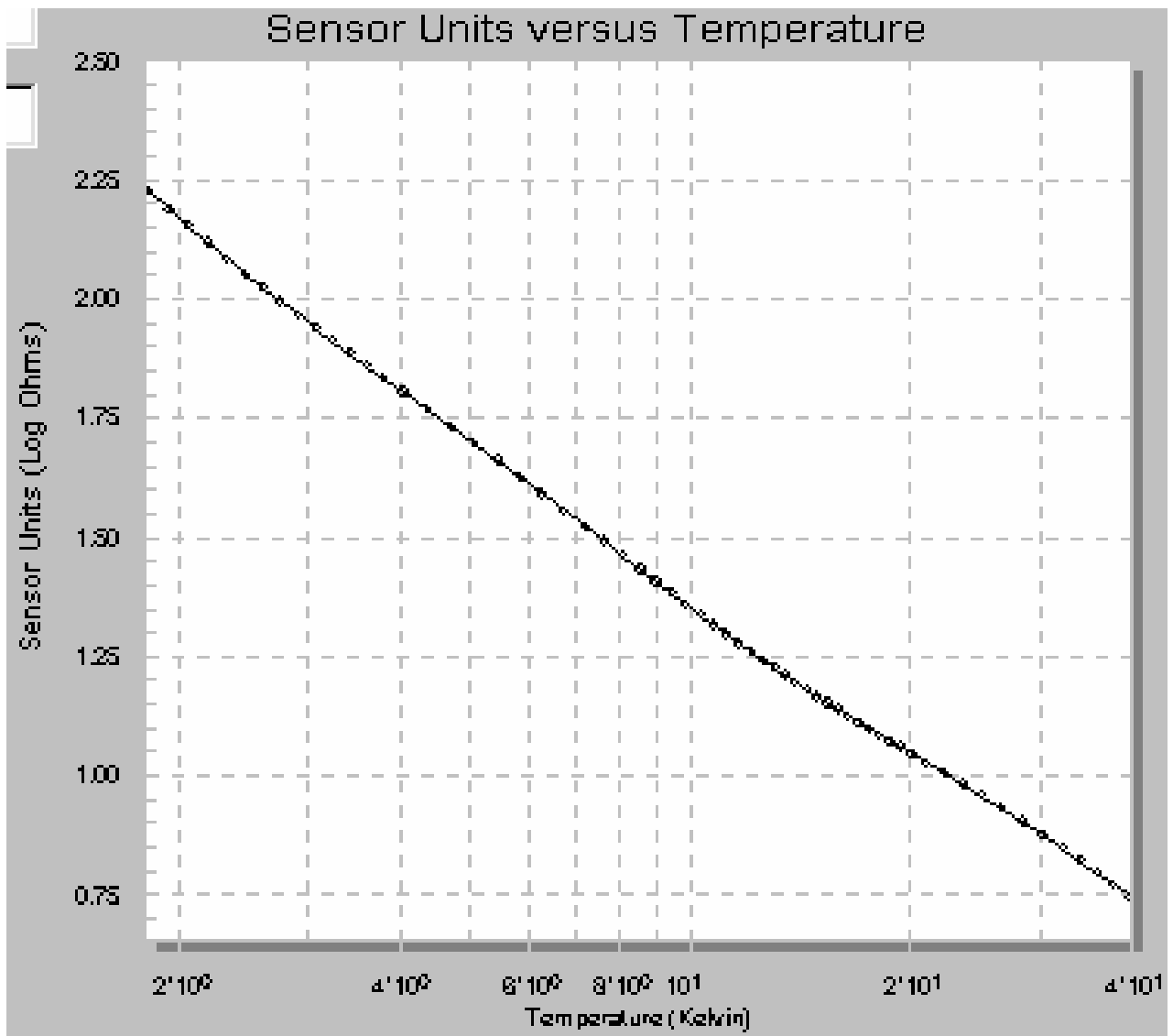


Fig. Curva di calibrazione fornita dalla ditta per il termometro tarato

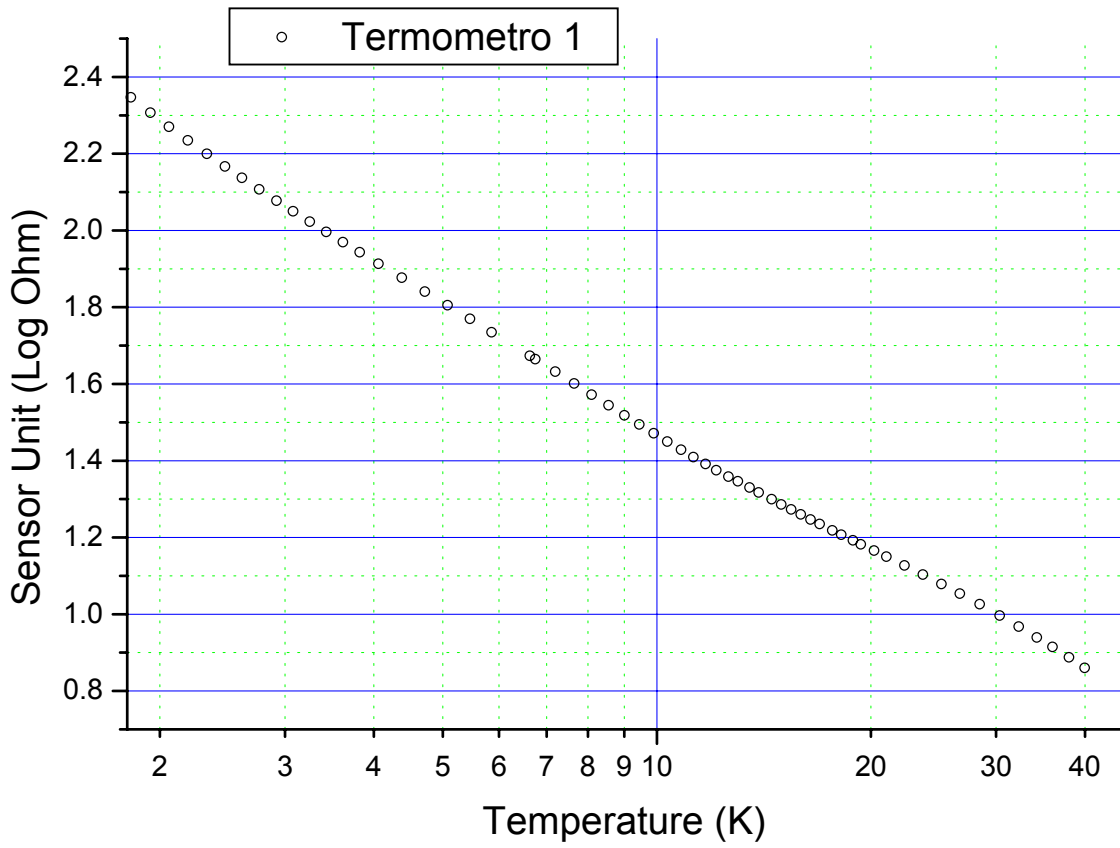


Fig. Curva di calibrazione per il nostro termometro 1

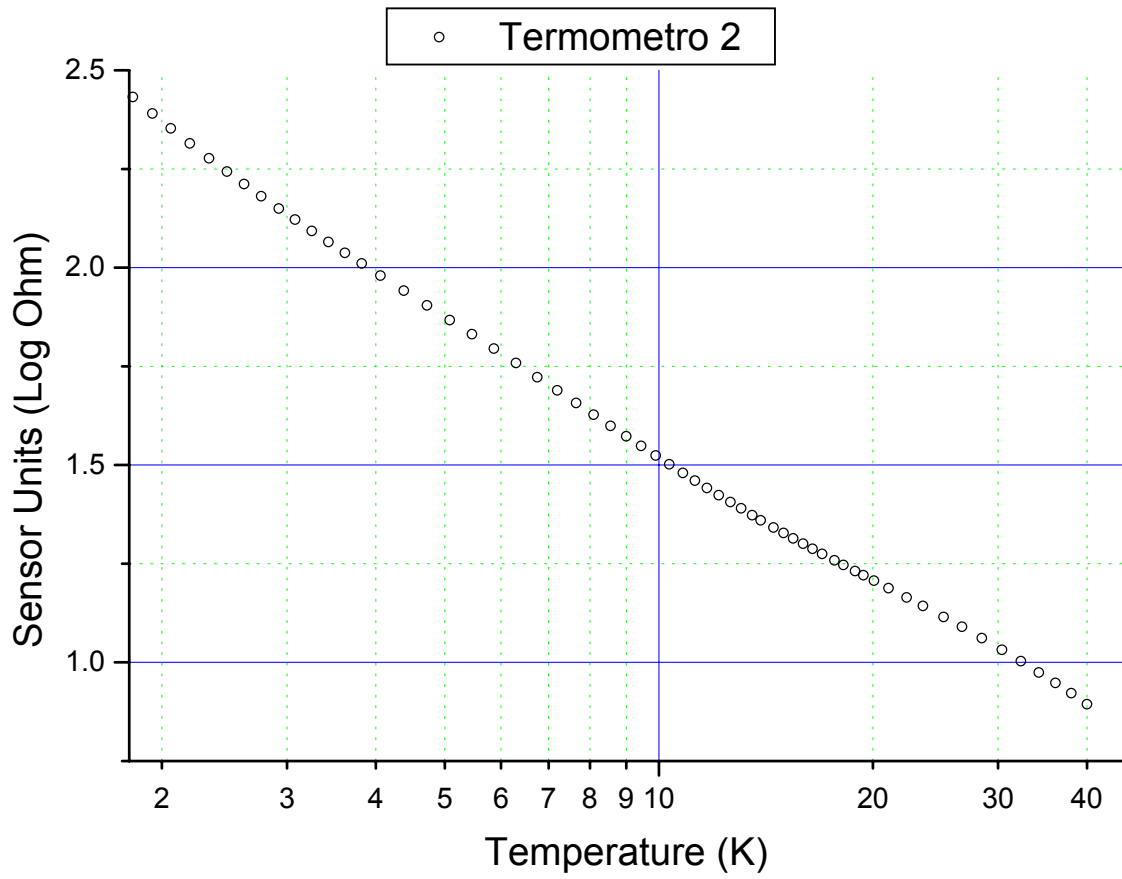


Fig. Curva di calibrazione per il termometro 2



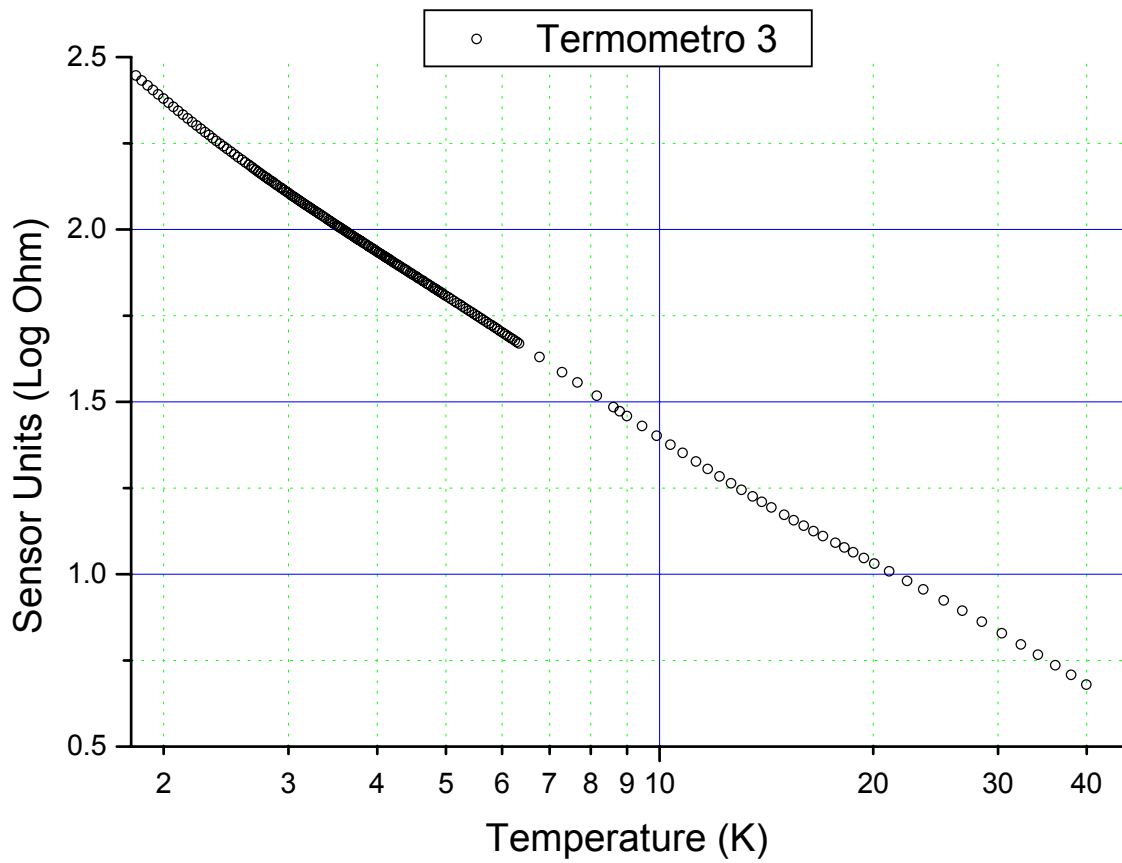


Fig. Curva di calibrazione per il termometro 3

## **Bibliografia**

- [1] **G.Dall'Oglio et al.**, "An Improved  $^3\text{He}$  refrigerator, 1997, Cryogenics, 37, 1
- [2] **L. Valenziano**, "TOM, Manuale di utilizzazione del Fotometro Criogenico", 1998, TESRE Rep. 215/98
- [3] **LakeShore**, "Temperature Measurement and Control, 1996