

Laboratori Nazionali di Frascati

LNF-59/25 (1959)

G. Careri, G. Moneti e J. Reuss: IL REPARTO CRIOGENICO DEI
LABORATORI DELL'I. N. F. N. DI FRASCATI

Estratto dalla: Ricerca Scientifica, 29, 1953 (1959)

Il reparto criogenico dei laboratori dell'Istituto Nazionale di Fisica Nucleare di Frascati

GIORGIO CARERI *, GIANCARLO MONETI E JÖRG REUSS **

Riassunto: Viene brevemente descritta la struttura e l'attrezzatura del laboratorio criogenico sorto presso l'elettrosincrotrone dell'I.N.F.N. nonché le sue attività di esperimenti di fisica delle bassissime temperature, di rifornimento di elio liquido ad altri laboratori criogenici, di preparazione di bersagli a idrogeno, deuterio ed elio liquidi per gli esperimenti con l'elettrosincrotrone.

INTRODUZIONE.

Circa tre anni fa si è iniziata la produzione di elio liquido a Frascati con un liquefattore tipo Collins. In questo periodo di tempo si è costituito un reparto criogenico che, per la sua struttura, ci sembra la tipica unità che molti altri laboratori nei quali necessita lavorare con elio od idrogeno liquidi, dovranno pure costituire. Il reparto è nato col duplice scopo di fornire elio liquido ai gruppi di ricerca operanti, sia in Frascati che in altre città, nel campo delle bassissime temperature, e per mettere a disposizione dei gruppi che sperimenteranno con l'elettrosincrotrone di Frascati una attrezzatura criogenica base per le loro necessità (bersagli di idrogeno ed elio liquidi, camere a bolle a idrogeno o elio, ecc.).

Nell'intento di mettere a disposizione di altri la nostra esperienza, tracciamo nel seguito le caratteristiche più importanti del servizio di liquefazione e delle altre attività di questo reparto.

L'EDIFICIO.

L'edificio, ad un sol piano, è stato progettato appositamente ⁽¹⁾ ed in modo particolare in vista dell'uso di idrogeno liquido nel laboratorio.

Esso consta di tre sale, un piccolo studio, due verande, ed i servizi igienici. Nella sala macchine si trovano il liquefattore d'elio (e di idrogeno)

(*) Ora all'Istituto di Fisica dell'Università di Padova.

(**) Ora al Kamerlingh-Onnes Laboratorium, Leida.

(¹) L'edilizia del progetto è stata curata dall'Ing. G. Scaccia-Scarafoni dell'Istituto Superiore di Sanità.

con gli apparati ausiliari per la liquefazione dell'elio, e la purificazione dell'elio di recupero ed il liquefattore d'aria; nel laboratorio elio si trova l'attrezzatura base per esperimenti con elio liquido; nella veranda maggiore si trovano i servizi ausiliari per la liquefazione dell'idrogeno ed i recipienti per il recupero dell'elio di evaporazione, ivi inoltre viene effettuato lo spil-

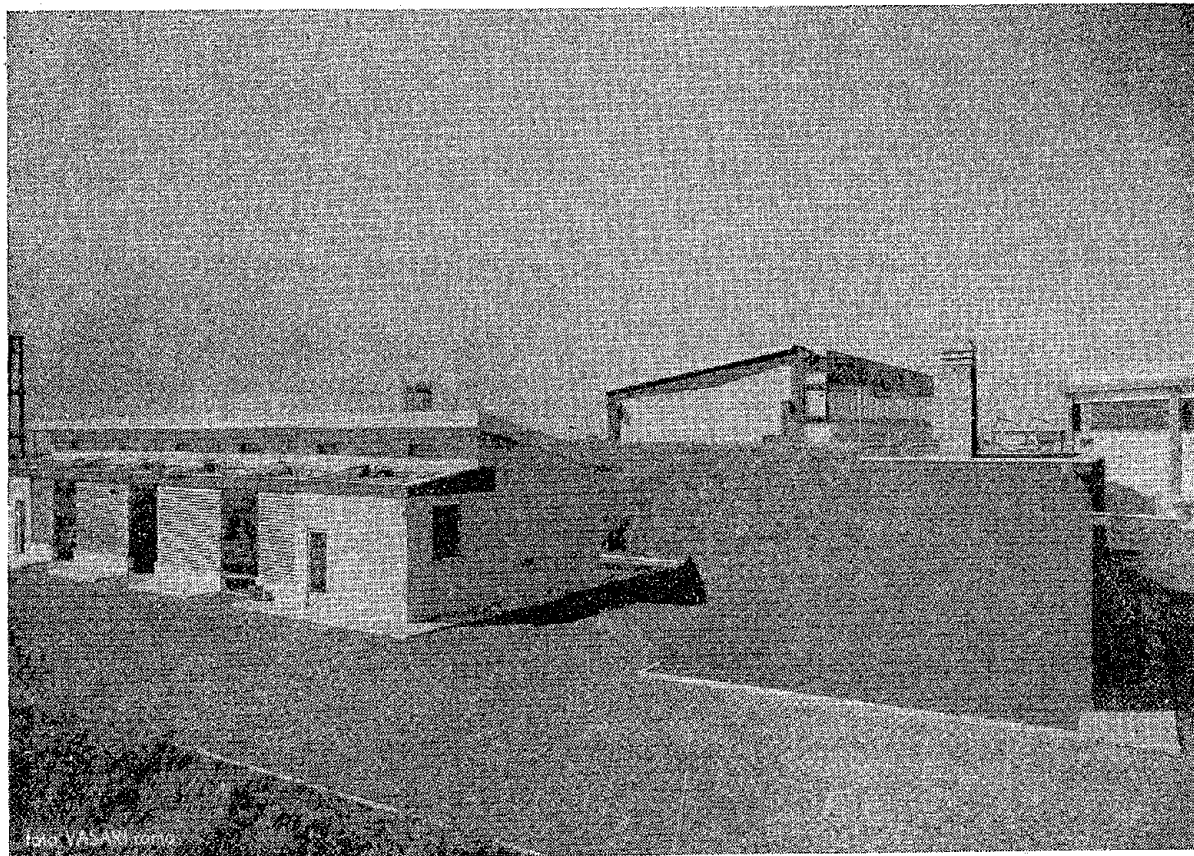


FIG. 1. L'edificio del laboratorio criogenico. A destra la cabina col quadro d'alimentazione elettrica e la centralina termica. Nello sfondo l'edificio dell'elettrosincrotrone.

lamento dell'elio o idrogeno liquidi dal liquefattore ai recipienti sperimentali o da trasporto; il laboratorio idrogeno e la veranda minore ad esso prospiciente sono riservati per l'uso dell'idrogeno liquido.

Al centro delle tre sale si trova una canaletta nella quale corrono i cavi per l'alimentazione elettrica, le tubazioni dell'acqua ed il tubo per il recupero dell'elio.

In vista dei pericoli connessi con l'uso dell'idrogeno sia liquido che gassoso l'edificio è stato dotato delle seguenti caratteristiche costruttive e servizi. L'intero edificio è circondato da un terrapieno in modo da proteggere l'area circostante da eventuali esplosioni; la cabina con il quadro per l'alimentazione elettrica e la piccola centrale termica si trovano immediatamente al di là di tale terrapieno. Il tetto è costituito da un tavolato coperto da lamiera di alluminio; tale tavolato è appoggiato su travi stirate e

murate. In caso di esplosione, il tetto salterebbe per primo evitando danneggiamenti alla struttura dell'edificio.

Le verande sono state previste affinché molte delle operazioni con idrogeno ed il deposito dei relativi recipienti possano avvenire in condizioni di massima ventilazione e quindi con minima probabilità di formazione di

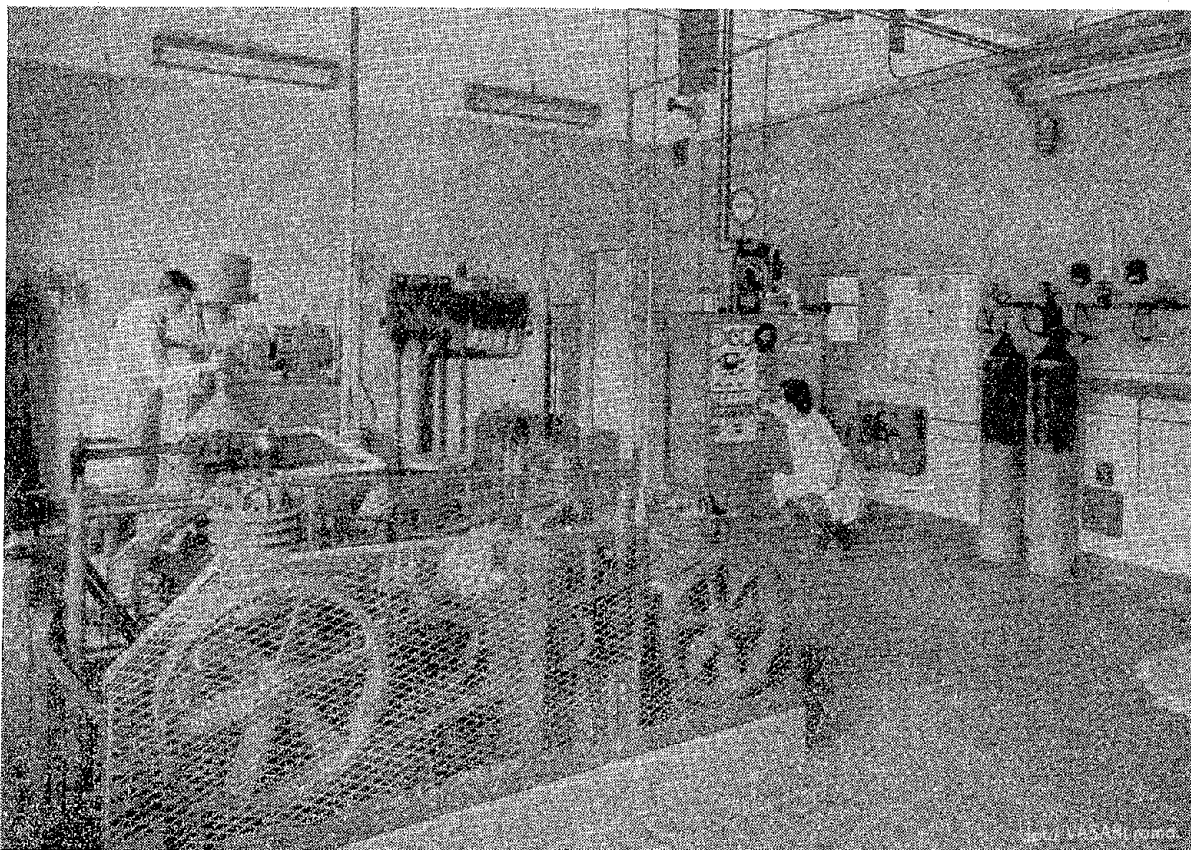


FIG. 2. La sala macchine. In fondo: a sinistra il liquefattore d'aria, a destra il liquefattore d'elio; in primo piano i compressori per la liquefazione dell'elio.

miscela esplosiva idrogeno-aria. Al medesimo scopo le tre sale sono fornite ciascuna di un aspiratore che effettua 10 ricambi all'ora.

Le prese di corrente e l'illuminazione elettrica del laboratorio idrogeno e delle due verande sono in costruzione antideflagrante. La sala macchine non ha comunicazione nè con la veranda maggiore nè col laboratorio idrogeno; due finestre a tenuta, in perspex, permettono però la visibilità tra tali ambienti. Un rivelatore di concentrazione pericolosa di idrogeno (che si trova nella sala macchine) analizza continuamente campioni di atmosfera prelevati dalla sala macchine, dal laboratorio idrogeno e dalla veranda minore. La continuità dell'alimentazione elettrica è parzialmente garantita dal gruppo generatore che alimenta i servizi essenziali dei Laboratori di Frascati in caso di interruzioni dell'alimentazione di rete; tale gruppo inizia l'erogazione della corrente entro circa 30 s dall'interruzione della rete.

In tale breve intervallo di tempo l'illuminazione è assicurata da un circuito a batterie a 24 volt.

La potenza installata è attualmente di circa 50 kW; si dispone di una portata d'acqua di 1 l/sec. alla pressione di circa 2,7 kg/cm².

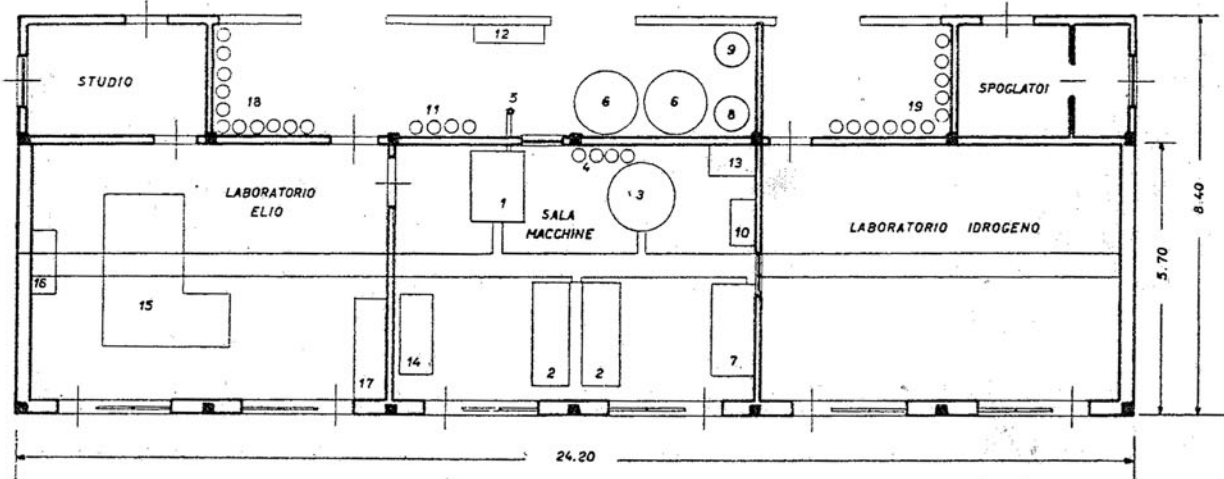


FIG. 3. Pianta dell'edificio, 1) Criostato A. D. Little; 2) Compressori per elio e 4 stadi; 3) Gasometro del liquefattore d'elio; 4) Attacco multiplo per bombole d'elio; 5) Tubo di spillamento dell'elio ed idrogeno liquidi; 6) Gasometri il recupero dell'elio; 7) Compressore per la purificazione e l'immagazzinamento dell'elio di recupero; 8) Recipiente a pressione per l'elio di recupero da purificare; 9) Recipiente a pressione per elio di recupero purificato; 10) Apparecchiatura per la purificazione dell'elio; 11) Attacco multiplo per bombole di idrogeno; 12) Apparato di purificazione dell'idrogeno; 13) Dispositivo d'allarme per la presenza di idrogeno; 14) Liquefattore d'aria Philips; 15) Banco per esperimenti con elio liquido; 16) Pompa rotativa da 450 litri/min per la baroregolazione dei bagni d'elio liquido; 17) Banco per lavoro d'aggiustaggio, 18) Deposito bombole d'elio; 19) Deposito bombole d'idrogeno.

PERSONALE.

Attualmente il personale è composto di due fisici, due tecnici, un operaio specializzato e due aiuti tecnici.

APPARECCHI IN DOTAZIONE.

1) L'apparecchio base del laboratorio criogenico è il liquefattore di elio (ed idrogeno) tipo Collins costruito dalla Ditta A. D. Little di Cambridge (Mass. U.S.A.). Esso è dotato di due compressori che, operando in parallelo, permettono di raggiungere una velocità di liquefazione (effettiva) di 3,5 litri di elio liquido all'ora, ovvero di 7 litri/ora se si raffredda con azoto (o aria) liquido lo schermo del criostato.

Il liquefattore propriamente detto è completato da un gazometro di servizio, da due gazometri per il recupero dell'elio di evaporazione, di un piccolo compressore per l'immagazzinamento dell'elio di recupero nei due recipienti a pressione (20 Atm. di pressione massima, circa 1 m³ di volume), e dal complesso di trappole per la purificazione di tale elio.

2) Abbiamo poi un liquefattore d'aria Philips che fornisce circa 5 l/h d'aria liquida per 23 ore su 24.

3) Sarà tra breve in funzione un compressore Corblin a membrana metallica per la compressione in bombole di gas purissimi (elio, deuterio, idrogeno).

4) Un analizzatore d'elio Cambridge con doppia scala 90-100 % e 96-100 % di elio, contaminazione aria.

5) Il rivelatore di idrogeno in aria della Mine Safety Appliance Co. di Pittsburg (Pennsylvania) cui si è già accennato.

6) Una piccola unità per la completa purificazione dell'idrogeno gas da liquefare.

7) Un banco di esperimenti in elio liquido con due posti di lavoro con possibilità di regolare la pressione del bagno.

8) Tre Dewar da 25 litri e due da 5 litri per l'immagazzinamento o il trasporto di elio o idrogeno liquidi, forniti dalla Supairco di Newark (N. J. U.S.A.).

9) Due Dewar da 100 litri per l'immagazzinamento dell'aria liquida e 9 dewar da 25 litri per il trasporto di azoto liquido che viene attualmente fornito dagli stabilimenti di Papigno della Soc. Terni.

10) Alcune pompe rotative da vuoto per servizi vari.

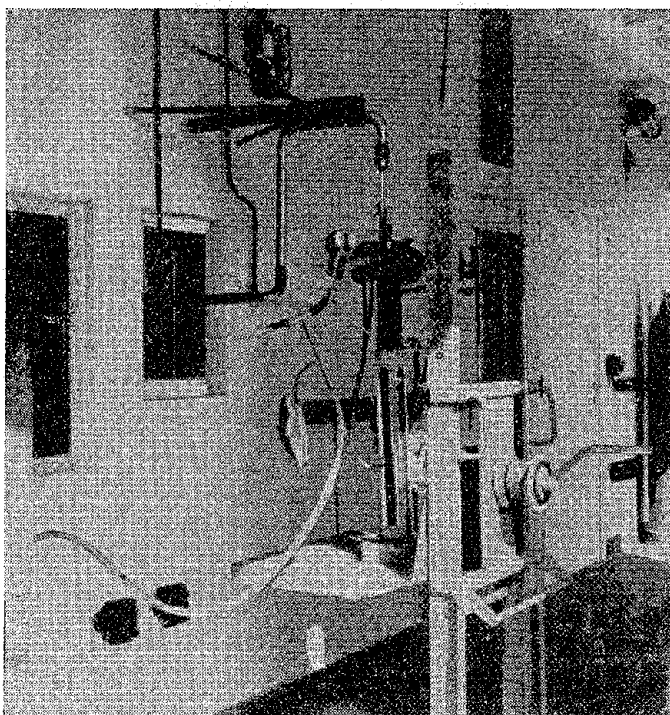


FIG. 4. Trasferimento dell'elio liquido dal liquefattore al criostato sperimentale.

LA PURIFICAZIONE DELL'ELIO DI RECUPERO.

Il primo problema che si pone ad un laboratorio europeo che voglia usare elio liquido è quello del recupero e della riutilizzazione dell'elio di evaporazione; questa è necessaria per l'elevato costo e le difficoltà di approvvigionamento dell'elio gassoso « fresco » ⁽²⁾.

Le esigenze da soddisfare sono le seguenti:

1) Deve essere possibile raccogliere rapidamente discrete quantità

⁽²⁾ L'elio gassoso viene importato dagli U.S.A. ed è soggetto a licenza di esportazione da parte di quel governo.

di gas (con velocità fino a circa $1 \text{ m}^3/\text{min}$) che provengono dalla rapida evaporazione del liquido soprattutto durante i trasferimenti di questo da un recipiente ad un altro.

2) Il collegamento tra contenitore del liquido (dewar) e raccogliitore di gas (gasometro a pressione atmosferica) deve avere impedenza sufficien-

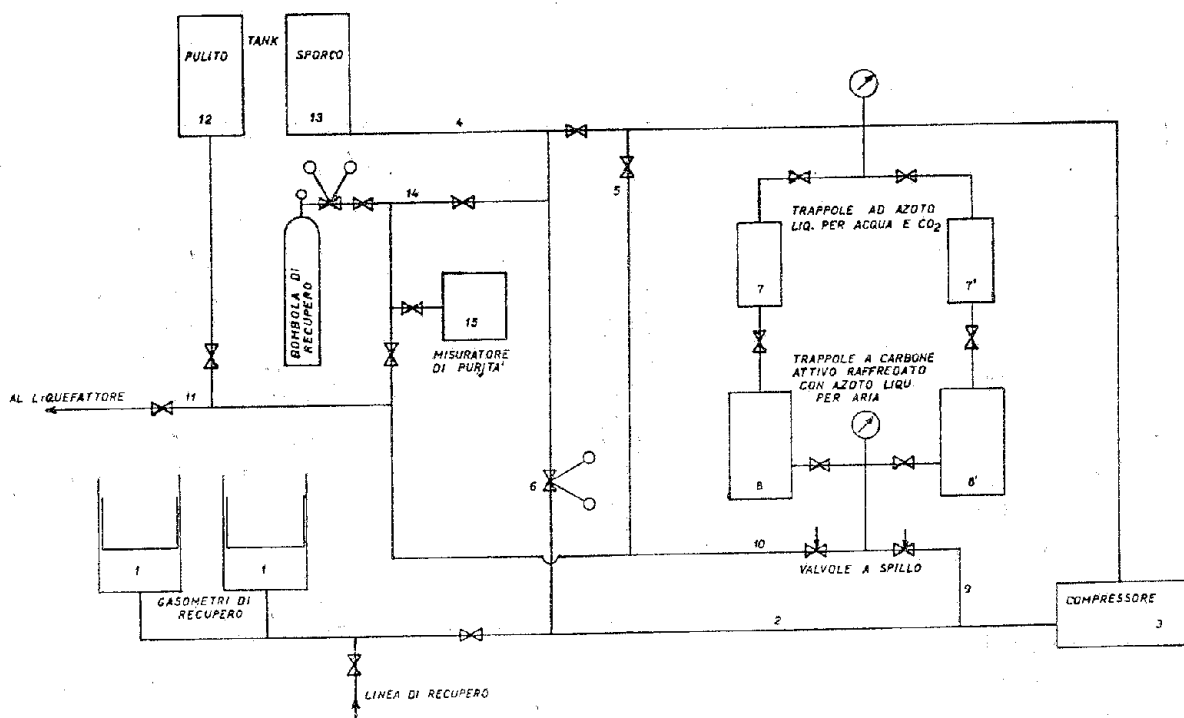


FIG. 5. Schema dell'impianto di recupero e purificazione.

temente bassa in modo che non si verifichino innalzamenti sensibili di pressione nel dewar.

3) I raccordi con i dewar devono essere tali che la contaminazione si mantenga bassa (inferiore al 4 o 5 % di aria in elio).

4) Il sistema di purificazione deve permettere di raggiungere purezze sensibilmente superiori al 99 % sia che la contaminazione sia di aria, sia che consista in idrogeno (caso più raro).

Il sistema da noi adottato è schematizzato in fig. 5.

Il gas proveniente dalle linee di recupero viene raccolto nei gasometri 1; da questi viene prelevato dal compressore 3 per essere o (i) compresso nel recipiente 13 del gas contaminato, attraverso la linea 4; o (ii) compresso direttamente attraverso la linea 5 nel recipiente 12 dell'elio purificato (qualora si sappia che l'elio è sufficientemente puro); o infine (iii) inviato nelle trappole di purificazione 7 ed 8.

Il gas da purificare viene in ogni caso prelevato dai gasometri 1 i quali vengono riforniti attraverso il riduttore 6 o dal recipiente 13 o dalle bombole attaccate alla presa 14.

I due gasometri hanno un volume utile di circa 1 m³ ciascuno, la tenuta è realizzata da una speciale membrana di gomma. Anche i due recipienti 12 e 13 hanno un volume di circa 1 m³ e sono previsti per una pressione di esercizio di 20 atm pari alla pressione massima che può fornire il compressore.

Per la purificazione il gas viene inviato, alla pressione di circa 15 atm, nella trappola 7 consistente in una serpentina immersa in aria liquida, in questa trappola vengono trattenuti l'acqua il CO₂ e gli altri gas condensabili ad alta temperatura. Il gas attraversa poi la trappola 8 costituita da circa 1 litro di carbone attivo raffreddato in bagno di azoto liquido, il carbone attivo assorbe selettivamente l'ossigeno e l'azoto di modo che il gas esce dalla trappola generalmente sufficientemente puro per essere immesso nel recipiente 12; qualora invece fosse ancora presente aria in concentrazione eccessiva, il gas viene immesso nuovamente a valle del compressore attraverso la linea 9.

Qualora infine si tema la presenza di idrogeno nel gas da purificare, il gas dopo esser passato nelle trappole 7-8, viene inviato in uno speciale scambiatore di calore che si trova nel criostato del liquefattore d'elio ed è fornito dalla casa costruttrice di questo. Con il liquefattore in funzione e circa 1 litro di elio liquido raccolto nel fondo del criostato, la parte terminale del detto scambiatore di calore viene a trovarsi alla temperatura di circa 15° K e pertanto ogni sostanza diversa dall'elio rimane condensata in esso.

Un misuratore di concentrazione di aria in elio permette di misurare la purità del gas contenuto nei vari recipienti.

LA PRODUZIONE DI ELIO LIQUIDO.

La prima liquefazione di elio per collaudo del liquefattore avvenne nell'aprile 1956 quando l'edificio non era ancora completato. L'effettiva attività ebbe inizio nel successivo mese di settembre; l'elio liquido veniva trasferito dal liquefattore direttamente nel dewar nel quale l'esperimento veniva subito dopo effettuato nel laboratorio stesso. Con questo metodo il lavoro proseguiva fino alla fine del 1957; in tale periodo venivano effettuate 98 operazioni di liquefazione o purificazione per un totale di 135 litri di elio liquido utilizzati per esperimenti.

Dall'inizio del 1958, epoca dell'installazione del liquefattore d'aria Philips, è stato possibile sfruttare costantemente il liquefattore d'elio fino alla massima velocità di liquefazione di circa 7 litri/ora e quindi procedere al riempimento dei recipienti da trasporto da 25 litri. Da allora a tutt'oggi sono state effettuate altre 50 operazioni di liquefazione o purificazione per un totale di 330 litri d'elio liquido utilizzati e 13 spedizioni di 25 litri d'elio al Laboratorio Basse Temperature Dell'Istituto di Fisica di Padova.

Il trasporto da Roma a Padova viene effettuato col vagone bagagli di un treno viaggiatori, su speciale autorizzazione delle Ferrovie dello Stato. La bontà dei recipienti è tale che durante il trasporto non si perde più di mezzo litro di liquido.

Il riempimento di un recipiente da 25 litri richiede, con l'attrezzatura attuale, circa 12 ore di lavoro con la presenza pressoché continua di un tecnico e l'aiuto periodico di un altro tecnico essenzialmente durante il trasferimento del liquido. Per il riempimento dello schermo del recipiente da trasporto e per il raffreddamento dello schermo del liquefattore vengono consumati circa 150 litri di aria liquida.

Il costo della liquefazione, eccettuato il costo del gas da liquefare e l'ammortamento del costo dell'impianto ma tenendo conto delle spese di manutenzione e di tutte le altre spese vive, è stato stimato in 2080 lire/litro; in appendice riportiamo l'analisi di tale stima. Il costo del gas, includendo il trasporto in bombole di nostra proprietà, si aggira intorno alle 3.300 lire/m³ ⁽³⁾.

Quando la liquefazione viene effettuata per un laboratorio esterno, si richiede da questo il rifornimento dell'elio gas; viene accettato anche elio di recupero purché di purezza superiore al 90 %; esso viene valutato in ragione dell'82 % del puro, se puro meglio che al 95 %; del 64 % del puro, se la sua purezza va dal 90 al 95 %. Ciò per tener conto delle perdite e del costo della purificazione

A titolo di esempio notiamo che le bombole di elio di recupero ricevute dal laboratorio di Padova hanno generalmente una purezza del 98,6 %.

LA PRODUZIONE DI IDROGENO LIQUIDO.

Il liquefattore d'elio tipo Colilns permette anche la liquefazione di idrogeno senza la necessità di operare con idrogeno compresso. Viene difatti usato il liquefattore facendo circolare l'elio in circuito chiuso con esclusione dell'ultimo stadio di espansione (isoentalpica). In tal modo, a regime, la parte inferiore del criostato viene a trovarsi ad una temperatura inferiore al punto d'ebollizione dell'idrogeno (20,4° K). L'idrogeno viene pertanto raffreddato e liquefatto per semplice contatto sulla parete esterna dello scambiatore di calore nel quale circola l'elio, e viene mantenuto sempre ad una pressione appena superiore all'atmosferica.

Prima di essere immesso nel liquefattore, il gas idrogeno viene depurato dalla residua presenza di ossigeno ed azoto per mezzo di un sistema di purificazione che ci è stato fornito insieme al liquefattore. Esso comprende

⁽³⁾ 1 m³ di gas equivale a circa 1,4 litri di liquido.

un catalizzatore Deoxo, un essiccatore, un flussometro ed una trappola a carbone attivo raffreddata con azoto liquido. Questa unità di purificazione non è sufficiente a purificare il comune idrogeno elettrolitico commerciale; è necessario disporre di idrogeno elettrolitico con purezza superiore al 99,6 %.

Nel nostro laboratorio usiamo attualmente idrogeno elettrolitico di purezza superiore al 99,8 % fornitoci dalle Industrie Rivoira; con tale gas la purificazione non presenta problemi e si sono raggiunte velocità di liquefazione superiori agli 8 litri/h. Sono state compiute 11 operazioni di liquefazione d'idrogeno per un totale di circa 105 litri di idrogeno liquido utilizzati.

ATTIVITÀ DEL LABORATORIO.

Abbiamo già detto della liquefazione di elio per conto di altri laboratori, e delle ricerche di fisica delle bassissime temperature effettuate nel laboratorio fino al 1957. Dette esperienze furono effettuate su miscele liquide ^3He - ^4He allo scopo di determinarne il coefficiente di diffusione [1] e su He liq. superfluido per misurare la mobilità ionica [2].

L'attività principale è attualmente la costruzione di bersagli a idrogeno liquido per gli esperimenti da compiersi con l'elettrosincrotrone.

È stato costruito un primo, semplicissimo, tipo di bersaglio [3] nel quale l'isolamento termico è realizzato da un coibente di materiale plastico espanso e che sfrutta un dewar da trasporto commerciale come riserva di idrogeno liquido. Le velocità di evaporazione sono risultate eccessive principalmente a causa della non perfetta impermeabilità del coibente usato (Frigolit).

È ora quasi pronto un secondo tipo che differisce dal primo solo per il fatto che l'isolamento termico è ottenuto con un vuoto statico e con due schermi di radiazione che sono raffreddati dai vapori stessi dell'idrogeno liquido [4].

È infine in stato di avanzata costruzione un terzo tipo di bersaglio nel quale vengono usati i vapori di elio liquido contenuto in un dewar da trasporto per far condensare e mantenere liquida la piccola quantità di idrogeno necessaria per gli esperimenti [5]. Quest'ultimo tipo, notevolmente più complesso dei primi due, ha il vantaggio notevole di limitare al minimo la quantità di idrogeno in circolazione, rendendone l'uso estremamente più sicuro dei precedenti. Esso inoltre è costruito in maniera da rendere estremamente facile ogni modifica necessaria allo sperimentatore.

Attività secondaria del laboratorio è l'approntamento di tutte le piccole apparecchiature necessarie nell'uso di elio, e di idrogeno liquidi, come tubi di trasferimento, misuratori di livello, termometri a carbone, ecc.

AMPLIAMENTO FUTURO.

È attualmente in costruzione un nuovo edificio nelle immediate vicinanze del laboratorio criogenico, in parte destinato all'ampliamento di questo.

In esso vi sarà una grande sala che verrà in un primo tempo usata per le prove criogeniche di una camera a bolle ad elio liquido attualmente in costruzione presso l'Istituto di Fisica dell'Università di Roma.

In vista di futuro sviluppo dell'attività del laboratorio in tale edificio verranno trasferite le apparecchiature di ricerca con elio liquido e gli studi, mentre l'attuale laboratorio dell'elio verrà usato per ampliare la sala macchine e per la piccola officina.

Nella prossima primavera sarà inoltre installato un liquefattore di azoto Philips della capacità di 600 litri per settimana. Nella medesima epoca sarà anche cambiata una parte del liquefattore d'elio con il vantaggio di poter immagazzinare fino a 15 litri di liquido dentro il liquefattore prima di dover procedere al trasferimento (la capacità attuale è di 5 litri) e di avere una migliorata efficienza di trasferimento.

Frascati (Roma), 25 febbraio 1959.

BIBLIOGRAFIA

- [1] G. CARERI, J. REUSS, J. J. M. BEENAACKER, da publicarsi sul «Nuovo Cimento».
 [2] G. CARERI, J. REUSS, F. SCARAMUZZI, S. O. THOMSON, *Proceeding Int. Low Tem. Conf. Madison Wisc.* (1958) pag. 82.
 [3] R. M. LITTAUER, «*Rev. Sci. Instr.*», 29, 178 (1958).
 [4] R. R. WILSON, «*Rev. Sci. Instr.*», 29, 732 (1958).
 [5] JANES et al., «*Rev. Sci. Instr.*», 27, 527 (1956).

APPENDICE

STIMA DELLA SPESA PER IL RIEMPIMENTO E LA SPEDIZIONE DI UN RECIPIENTE DA 25 LITRI DI ELIO LIQUIDO.

1) Mano d'opera per la liquefazione	L. 20.000
2) Mano d'opera e materiali per la manutenzione del liquefattore Collins	» 10.800
3) Energia elettrica	» 3.630
4) Gas elio perso durante la liquefazione e successivo lavaggio del Collins	» 5.160
5) 150 litri di aria liquida	» 5.300
6) Trasporto Frascati-Roma Termini	» 4.000
7) Piccole spese di materiali, accessori, telefono e posta, ecc., necessarie per il servizio	» 3.110

L. 52.000

che corrisponde a L. 2.800 per litro di liquido.

RÉSUMÉ

Le laboratoire cryogénique de l'Institut National de Physique Nucléaire de Frascati.

Les auteurs nous donnent une brève description de la structure et de l'équipement du laboratoire cryogénique institué chez l'Electrosynchrotron de l'I.N.F.N. ainsi que de ses activités dans les domaines des tests de physique aux températures très basses, et de la livraison, à d'autres laboratoires cryogéniques, d'hélium, ainsi que la préparation de cibles à l'hydrogène, deutérium et hélium pour les expériences sur l'électrosynchrotron.

SUMMARY

The cryogenic laboratory of the National Institute of Nuclear Physics.

We briefly describe the structure and plants of the cryogenic laboratory connected with the 1 Bev Electron Synchrotron of the I.N.F.N.

The activity in the field of low temperature physics, the supply of liquid helium to other research laboratories, the manufacture of liquid hydrogen, deuterium and helium targets for experiments with the synchrotron are illustrated.

ZUSAMMENFASSUNG

Das Kältelaboratorium des Italienischen Instituts für Kernphysik von Frascati.

Verfasser geben eine kurze Beschreibung der Struktur und Ausrüstung des Kältelaboratoriums des I.N.F.N. sowie seine Tätigkeit im Gebiet der physikalischen Versuche in den niedrigsten Temperaturen, in der Lieferung von Helium an andere Kältelaboratorien, in der Herstellung von Treffplatten flüssigen Wasserstoffs, Deuteriums und Heliums für die Versuche mit dem Elektrosynchrotron.