

# SISTEMA PARA LA REALIZACIÓN DEL PUNTO TRIPLE DE MERCURIO PARA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE RESISTENCIA DE PLATINO TIPO INDUSTRIAL

David Licea Panduro y Edgar Médez Lango  
Centro Nacional de Metrología / División de Termometría  
km 4,5 carretera a Los Cués, El Marques, Querétaro.  
Tel. (442) 211 0500, e-mail: dlicea@cenam.mx

**Resumen:** La mayoría de los servicios de calibración de termómetros de resistencia de platino (TRP) por puntos fijos realizados en el CENAM corresponden a termómetros tipo industrial. Las celdas usadas para calibrar ambos tipos de TRP patrón e industrial, pertenecen al patrón nacional de temperatura. En orden de reducir su uso, se está construyendo un conjunto de celdas de punto fijo, hornos y baños para calibrar TRP tipo industrial. Entre ello está un sistema para reproducir el punto fijo de mercurio.

El sistema consta de aparato con tubo de calor que opera desde temperatura ambiente hasta  $-45\text{ }^{\circ}\text{C}$  para realizar el punto triple de mercurio (PT-Hg). Con el uso del tubo de calor no es necesario tener un sistema de recirculación para reducir los gradientes de temperatura, así el sistema es más eficiente por la reducción de masa térmica a enfriar; de esta manera, es posible calibrar un TRP en el PT-Hg, usando celdas de menor tamaño que el convencional. El sistema fue probado con celdas de 400 g y 800 g de mercurio, obteniendo una reproducibilidad de cerca de 0,1 mK.

**Nota:** Esta es una traducción libre del artículo original (sin revisión) en inglés que fue enviado para su publicación en el 10th International Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science, Tempmeko 2007, en consecuencia no puede ser citado como tal, sino como comunicación personal o privada con uno de sus autores.

## 1. INTRODUCCION

En CENAM, la calibración de termómetros de resistencia de platino (TRP) es realizada usando celdas que son parte del patrón nacional de temperatura y la mayoría de estos TRP son de tipo industrial. El comportamiento, de la resistencia eléctrica como función de la temperatura de un TRP tipo industrial es muy cercano a lo descrito por la EIT-90 [1], pero la mayoría de ellos no tiene la reproducibilidad de un TRP patrón. Además, algunas veces las características del vástago no son adecuadas, que dificultan el contacto térmico con la celda de punto fijo. Para atender esta situación se está construyendo un sistema de puntos fijos (celdas, hornos y aparatos) con exactitud similar a él patrón nacional pero con dimensiones menores que lo convencional. En este trabajo se describe los experimentos y resultados que se obtuvieron para el caso del punto fijo de mercurio.

## 2. REALIZACION DEL PUNTO TRIPLE DE MERCURIO

El punto triple de mercurio (PT-Hg) es uno de los puntos fijos definitorios de la Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT-90)[2].

La calibración de un PRT por puntos fijos es la relativamente fácil, si se tienen los cuidados adecuados en la parte experimental. Cuando se usan puntos fijos se puede presentar algunos problemas, por ejemplo, el caso del mercurio, fugas térmicas y gradientes de temperatura pueden llevar a errores del orden de  $0,01\text{ }^{\circ}\text{C}$ , lo cual es demasiado grande, ya que la incertidumbre típica de este punto fijo es del orden de 0,2 mK.

Para preparar el PT-Hg existen varios métodos, teniendo como idea principal generar una fase sólida en parte del mercurio contenido en la celda. Normalmente, es usado un baño de temperatura con un intervalo de operación al menos hasta  $-45\text{ }^{\circ}\text{C}$ [3] o la toda la muestra es solidificada con ayuda de una mezcla de hielo seco ( $\text{CO}_2$ ) y alcohol, luego se introduce la celda en un contenedor y ocurre un proceso de fusión.

Una celda de mercurio convencional tiene un diseño como el que se muestra en la figura 1(a), con aproximadamente 2,4 Kg. Para esta celda es requerido un medio con un perfil térmico adecuado para mantener el equilibrio de fases. Este requisito es más exigente cuando las dimensiones de la celda se reducen. Por ejemplo realizar el PT-Hg bajo condiciones adiabáticas [5,6,7] puede ser hecho con

cantidades pequeñas de mercurio, pero este método tiene problemas prácticos.

En este artículo el trabajo realizado para reproducir el PT-Hg con dos tipos de celdas es descrito así como el aparato diseñado y construido para mantener la condición de punto triple.

### 3. LAS CELDAS

Tres celdas se construyeron con vidrio borosilicato, con 20 cm de largo; una de 25 mm de diámetro (Hg07-3; fig. 1b) y las otras dos celdas de 20 mm (Hg07-1 y Hg07-2; fig. 1c).

Las celdas fueron lavadas con acetona, con ácido nítrico y finalmente con agua destilada; posteriormente las celdas fueron calentadas con una pistola de calor, mientras se hacía vacío con una bomba para secarlas.

El llenado de las celdas se realizó al vacío [8]. Fue usada una manguera de teflón flexible para conectar la celda con el recipiente de mercurio. Entre la celda y la bomba se colocó una trampa fría. Una vez que se establece el vacío, el recipiente de mercurio se inclina lentamente para llenar la celda hasta el nivel deseado. Luego la celda fue sellada, mientras la línea fue mantenida al vacío.

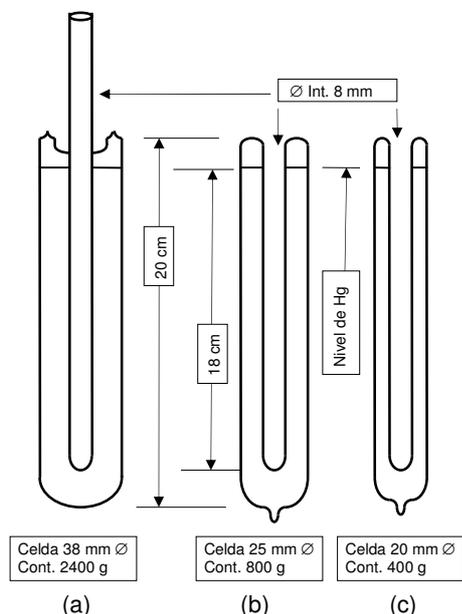


Fig. 1 Celdas de mercurio en vidrio borosilicato

La masa aproximada de mercurio en las celdas de 25 mm y 20 mm de diámetro es 800 g y 400 g, respectivamente.

El mercurio empleado para llenar la celda Hg07-1 fue tri-distilado comercial y para las celdas Hg07-2 y Hg07-3 fue de 99,9999 % de pureza.

### 4. EL APARATO

Fue diseñado y construido un aparato para preparar y mantener la condición de punto triple. Se usa un sistema de enfriamiento de ciclo cerrado (fig. 2), un tubo de calor y un control de temperatura.

El sistema de enfriamiento de ciclo cerrado, tiene un compresor de ¼ HP de potencia con carga de 70 g de refrigerante diclorodifluorometano (R12). El sistema puede operar hasta una temperatura de -45 °C.

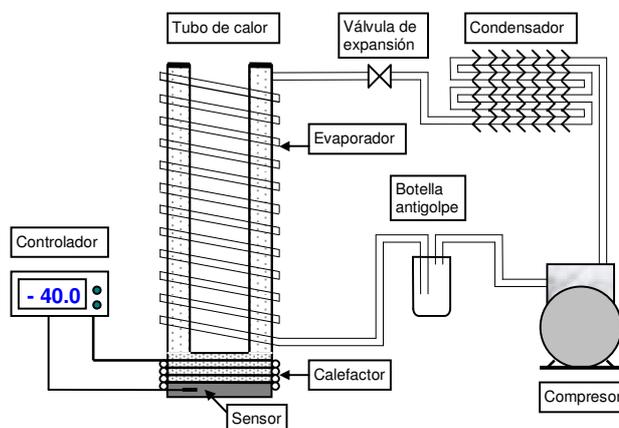


Fig. 2 Diagrama del aparato con tubo de calor para la realización del PT-Hg.

#### 4.1 Tubo de calor

El tubo de calor de 40 mm de diámetro externo y 26 mm de diámetro interno y 26 cm de profundidad fue construido con cobre. El gas de trabajo es pentano-fluoromonocloroetano (R502). Se seleccionó este gas, porque su punto de ebullición es -45 °C, y su presión de vapor a -39 °C de 480 hPa, la cual es adecuada para operar eficientemente y tiene una presión de vapor de 1,1 MPa a temperatura ambiente.

Para obtener un perfil uniforme de temperatura, el tubo de calor fue cargado inicialmente 26 g de R502, con un nivel líquido de 10 mm a -40 °C. Luego se hizo un ajuste fino en la cantidad del gas, vía prueba-error para alcanzar un perfil óptimo; la carga de gas final es aproximadamente de 30 g.

## 4.2 Control de temperatura

El control de temperatura del tubo de calor se hace con el serpentín (evaporador) del sistema de enfriamiento, como fuente fría y un calefactor eléctrico de 30 W, devanado en la base del tubo de calor (1 cm). La potencia disipada por el calefactor está controlada por un control Proporcional-Integral-Derivativo (PID) que tiene resolución de  $\pm 0,1^\circ\text{C}$ ; este control usa como sensor un TRP (Pt100) el cual está montado en la base del tubo de calor (fig. 2). Con estas condiciones se obtuvo una estabilidad de  $0,03^\circ\text{C}$ .

## 5. RESULTADOS

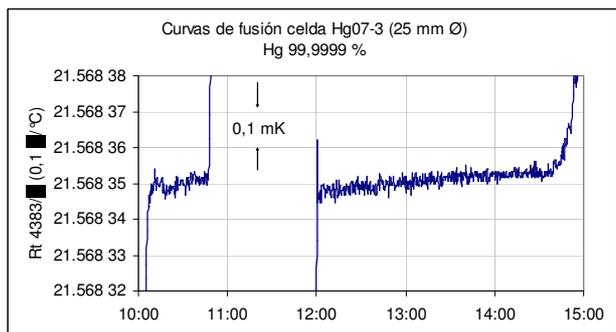
### 5.1 Preparación del punto triple de mercurio

Para preparar el PT-Hg, la celda se coloca en la cavidad del tubo de calor, con un contenedor de cobre que tiene devanado un calefactor auxiliar de 50 W. Después de poner la celda, se agrega alcohol hasta alcanzar un nivel de 1 a 2 cm por debajo del borde del tubo de calor. La celda es enfriada hasta solidificarla completamente. El punto de control de temperatura es puesto ligeramente por encima del punto de fusión ( $0,2^\circ\text{C}$ ); una vez que se alcanza la temperatura, el calefactor auxiliar se energiza durante 30 segundos y finalmente se inserta en el termo-pozo de la celda una varilla de cobre de 6,3 mm de diámetro durante 30 segundos para inducir una película de mercurio líquido.

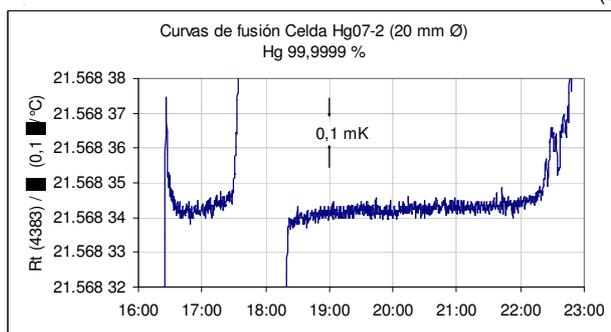
### 5.2 Prueba de razón de calentamiento

Para probar la influencia de la razón de calentamiento en el valor del punto triple, varias curvas de fusión fueron obtenidas con las celdas Hg07-2 y Hg07-3 (fig.3a y 3b). Se observó que el intervalo de fusión es prácticamente el mismo, del orden de  $0,05\text{ mK}$ , para los diferentes tiempos de fusión (20 minutos y 4 horas) para ambos tamaños de celdas (25 y 20 mm de diámetro). Esto es una indicación que no hay influencia por la razón de calentamiento sobre el valor de temperatura del PT-Hg.

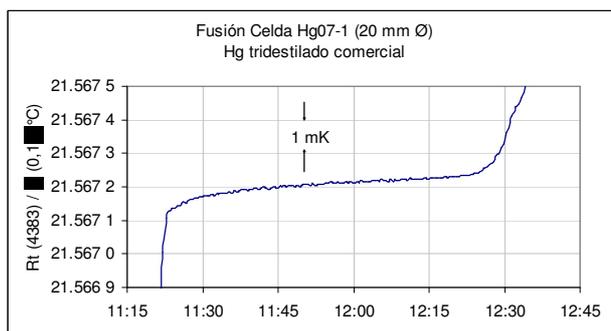
La curva de fusión de la celda Hg07-1, llenada con mercurio tri-distilado (fig.3c) presenta una desviación de  $11\text{ mK}$  respecto a las celdas Hg07-2 y Hg07-3; pero se tiene un intervalo de fusión de  $0,5\text{ mK}$ . Así, corrigiendo este valor esta celda puede ser usada para la calibración de TRP tipo industrial con la incertidumbre asociada correspondiente.



(a)



(b)



(c)

Fig. 3 Curvas de fusión de celdas de mercurio a diferentes tiempos de fusión.

### 5.3 Pruebas de Inmersión

La prueba de inmersión fue realizada en la celda Hg07-3. El perfil térmico del termo-pozo se midió con un TRP tipo patrón con funda de cuarzo (7 mm Ø) y un TRP tipo industrial con funda de acero inoxidable (6,3 mm Ø).

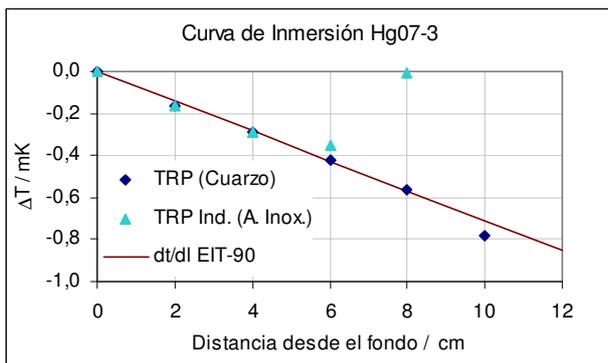


Fig. 4 Perfil térmico en el termo-pozo en celda Hg07-3

En la figura 4 se presentan los resultados obtenidos en esta prueba; estos son comparados con el valor dado en el texto de la EIT-90 [2]. El perfil térmico para el TRP de cuarzo es bueno hasta 10 cm desde el fondo y para el otro TRP hasta 6 cm; esto es debido a que tiene una fuga térmica más grande a través de su vástago. El perfil obtenido es excelente para calibración de TRP tipo industrial.

#### 5.4 Comparación contra celda de referencia

Se realizó la comparación de la temperatura del PT-Hg contra una celda de CENAM (Hg002) la cual pertenece al patrón nacional. Esta celda es de 38 mm de diámetro y fue preparada en un baño que también fue construido en CENAM [9].

La comparación se realizó con dos TRP tipo patrón (uno con funda de cuarzo y el otro con funda de inconel); ambos fueron medidos con un puente termométrico F18 con resolución de 0,01 p.p.m. (0,01mK). La diferencia medida fue  $0,13 \pm 0,05$  mK ( $k=1$ ).

#### 6. CONCLUSIONES

El sistema de celdas (20 mm de diámetro y 20 cm de largo), con el aparato, es altamente confiable para calibraciones de TRP en el PT-Hg.

El sistema puede ser usado por personal que tiene poca experiencia trabajando con puntos fijos.

La duración de la meseta es hasta 4 horas (con el punto de control a  $0,2$  °C por encima de punto de fusión), lo cual es suficiente tiempo para calibrar varios TRP en una sola corrida.

#### REFERENCIAS

- [1] M. Sadli, E. Renato, G. Bonnier, Workshop of CCT WG3 and EUROMET, Berlin 2001.S.
- [2] H. Preston-Thomas, *Metrologia* **27**, 3-10 (1990).
- [3] BIPM, Supplementary Information for the International Temperature Scale of 1990 (ITS-1990), 1990, Sevres.
- [4] J. Ancsin, E. Méndez-Lango, *Metrologia*, **36**, 117-139. (1999)
- [5] L. Lipinski, TEMPMEKO 2001, 441-446.
- [6] E. Méndez-Lango, and J. Ancsin, *Thermochimica Acta* **287** 183-190 (1996).
- [7] G. T. Furukawa, , *Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry*, edited by J.F. Schooley, American Institute of Physics, 1992, 6, pp 281- 285.
- [8] K. D. Hill, *Metrologia* 31, 1994, 39-43.
- [9] S. Martinez, *Seminario Eléctrica, CENAM*, 2001.