

Sistema para Realización de los Puntos de Solidificación del Indio y Zinc para Calibración de Termómetros de Resistencia de Platino de Tipo Industrial

David Licea Panduro, Edgar Méndez Lango

Centro Nacional de Metrología
km 4,5 Carretera a Los Cués, 76246, Querétaro, México.
dlicea@cenam.mx

RESUMEN

La calibración por puntos fijos de Termómetros de Resistencia de Platino tipo Industrial (TRPI), en el CENAM, ha aumentado con el tiempo. En su calibración, regularmente se usan celdas de tamaño convencional. Para facilitar la calibración de los TRPI, se ha desarrollado un sistema para la realización de los puntos de solidificación del indio y zinc, con celdas de dimensiones menores a las regulares, en conjunto con el horno de mantenimiento. La incertidumbre de este sistema es mayor que la que se obtiene con un sistema convencional, pero aceptable para la calibración de este tipo de termómetros. Se presenta el sistema y su caracterización.

1. INTRODUCCIÓN

En el CENAM, la calibración por puntos fijos de termómetros de resistencia de platino (TRP) tipo patrón e industrial se realiza en celdas de punto fijo de tamaño convencional.

En el caso de los TRP tipo industrial (TRPI) la demanda de este servicio ha ido en aumento. Los TRPI conviene calibrarlos en puntos fijos porque la incertidumbre de calibración es menor que la que se alcanza por el método de comparación.

Sin embargo hay dos inconvenientes: uno es que la longitud del tallo de muchos TRPI es muy corto y no pueden ser calibrados en celdas de puntos fijos de tamaño convencional y, por otro lado, el costo de la calibración es alto debido a que el sistema de calibración (celdas y hornos) es costoso.

Para los TRPI la calibración por puntos fijos es posible porque el comportamiento de la resistencia eléctrica como función de la temperatura es cercano a lo descrito por la EIT-90 [1, 2], en consecuencia es mejor asociarle, a los resultados de calibración de TRPI, el modelo de la EIT-90 que la ecuación de Callendar - Van Dusen [3].

Para facilitar la calibración de TRPI por puntos fijos se ha desarrollado un sistema para realización de puntos de solidificación del indio (156,598 5 °C) y del zinc (419,527 °C), con celdas de dimensiones menores a lo convencional, en conjunto con un horno de dos zonas con dimensiones apropiadas al tamaño de las celdas.

En este trabajo se describe la construcción y llenado de las celdas, las características del horno y se presentan los resultados correspondientes a los puntos de solidificación del indio y del zinc.

2. LAS CELDAS

El documento de la EIT-90 [4] no define las dimensiones que debe tener la celda, ni la cantidad de sustancia para cada punto fijo; solamente se indica la pureza de la sustancia. Sin embargo se indican algunas recomendaciones para la realización de los puntos.

La EIT-90 en el intervalo de 156 °C a 420 °C contempla los puntos de solidificación del indio, estaño y zinc; y como punto secundario el cadmio [4]. Para este intervalo de temperatura el diseño del horno para el mantenimiento de las celdas, es el mismo para cada uno de estos puntos fijos.

Un punto de solidificación consiste en hacer coexistir las fases sólida y líquida de una sustancia. Para realizar este proceso la sustancia se puede mantener en una celda que, a su vez, está dentro de un horno de temperatura controlada.

El procedimiento para realizar un punto de solidificación varía de acuerdo con la cantidad de sustancia: a medida que se reduce la cantidad de sustancia el procedimiento debe ser más específico y las características del perfil térmico, del horno de mantenimiento, tienen mayor influencia [5].

El diseño de las celdas para los puntos de solidificación de indio y zinc; propuesto en este trabajo se muestra en la Fig. 1.

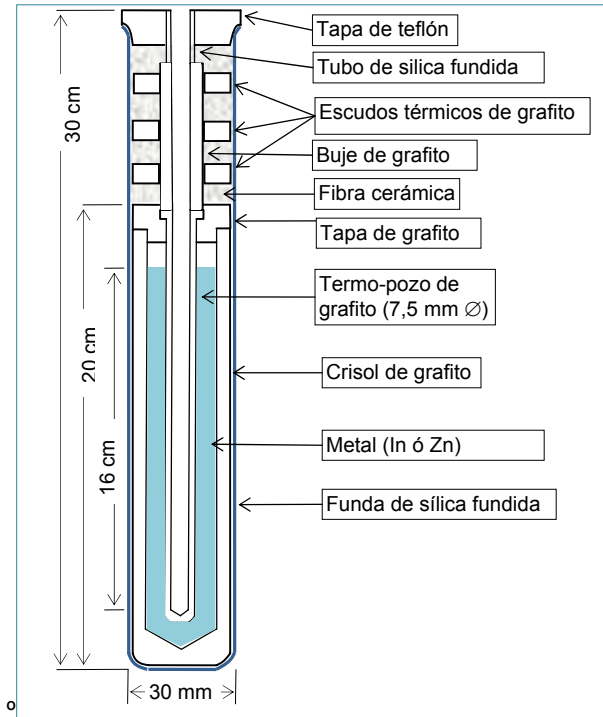


Fig. 1. Dimensiones de celdas para puntos fijos de Indio y Zinc.

2.1. Dimensiones

Se escogieron dimensiones de la celda, en cuanto a la profundidad y diámetro del pozo para el termómetro, para alojar a la mayoría de los TRPI, con vástago de hasta 6,3 mm de diámetro y 30 cm de longitud mínima.

El volumen de llenado de las celdas es aproximadamente 32 cm³, que corresponde una cantidad de masa para cada uno de los puntos fijos como muestra en Tabla 1.

2.2. Limpieza

Los componentes de la celda: crisol, piezas de grafito y la funda de silicio fundido; fueron lavadas con acetona y con agua destilada.

Para secar las piezas de grafito, se colocaron dentro de la funda de cuarzo y en un horno a 120 °C durante una hora. Después, en una atmósfera de argón, se elevó la temperatura del horno a 450 °C y se dejó durante 3 horas.

Tabla 1. Cantidad de metal para las celdas de puntos fijos de: In y Zn

Metal	$\rho / \text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	m / g
Indio	7,31	234
Zinc	7,14	229

2.3. Llenado de la Celda

La pureza de las muestras para las celdas de indio y zinc, es de 99,999 9 %. El proceso de llenado se realiza en dos etapas.

1. Primero, se coloca la mayor cantidad sustancia (In, ó Zn) del total previamente determinado (3/4 partes aproximadamente), como se muestra en la Fig. 2a. La funda de sílica fundida con su contenido se lleva a 5 °C por arriba de la temperatura de fusión de la sustancia, durante el tiempo necesario para que toda muestra se funda. Posteriormente se retira la funda con su contenido del horno.

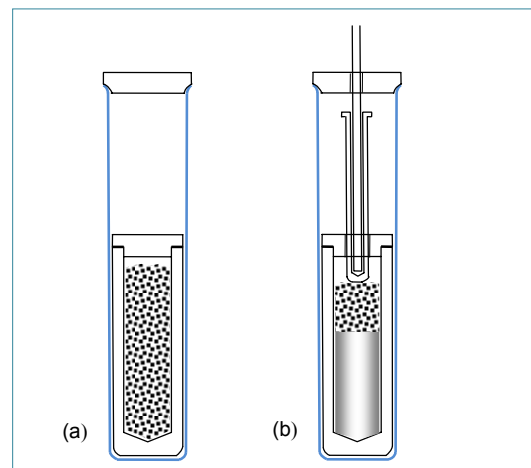


Fig. 2. Proceso de llenado de las celdas para los puntos solidificación de In y Zn; a) primera parte de llenado; b) llenado final

2. Se deja enfriar y una vez que el crisol está a temperatura ambiente se coloca el resto de la sustancia y se coloca el pozo (Fig. 2b). Se regresa la funda al horno para fundir el resto de la muestra. Una vez que está fundida la muestra, el pozo de grafito se empuja hasta el fondo con un tubo de cuarzo.

Finalmente, la funda con el crisol es retirada del horno y se deja enfriar para colocar los escudos térmicos, el buje de grafito y la fibra cerámica, como se muestra en la Fig. 1.

3. EL HORNO DE MANTENIMIENTO

Para la preparación y mantenimiento de los puntos de solidificación de In y Zn, se diseñó un horno de dos zonas con un pozo de aluminio con las dimensiones que se muestran en la Fig. 3.

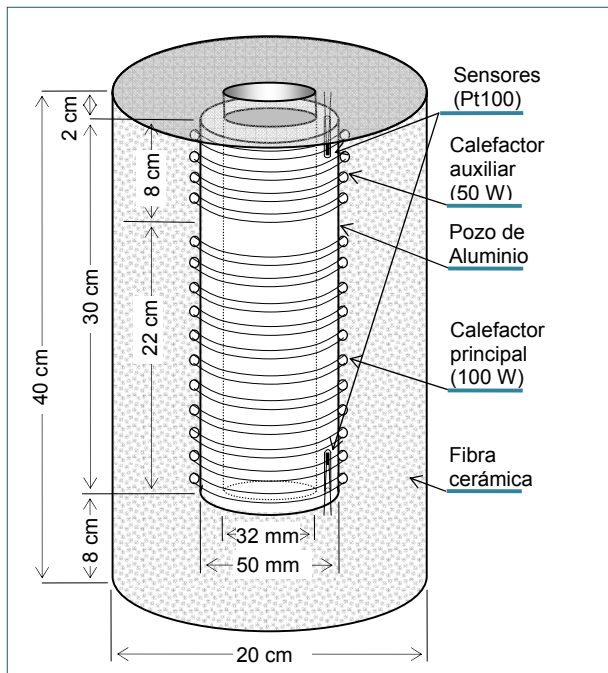


Fig. 3. Horno para mantenimiento de puntos fijos de In y Zn.

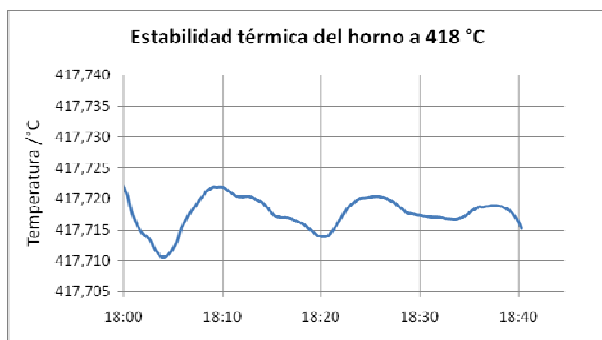


Fig. 4. Estabilidad térmica del horno de mantenimiento

El horno cuenta con dos zonas calentamiento, el calefactor principal está sobre en la parte media e inferior del pozo del horno. Para compensar la fuga de calor y para reducir los gradientes verticales se tiene el calefactor auxiliar sobre la parte superior del pozo.

Para el control de temperatura se utiliza un control de temperatura de doble lazo, donde el calefactor principal es manejado por el control maestro (lazo 1) con el Pt100 ubicado en la parte inferior y el control esclavo (lazo 2) maneja al calefactor auxiliar con el Pt100 superior.

El horno tiene un intervalo de operación de 150 °C a 450 °C, con una estabilidad mejor que 0,01 °C, como se muestra en Fig. 4.

4. EXPERIMENTAL

4.1. Procedimiento del Punto de Solidificación

Para reproducir el punto de solidificación del In y Zn con este sistema, se realiza el siguiente procedimiento:

- 1) La celda se coloca el horno de mantenimiento a una temperatura 1 °C arriba del punto de fusión de la muestra.
- 2) Una vez que toda la muestra está fundida, se desciende la temperatura del horno a 0,05 °C por debajo del punto de solidificación.
- 3) Se extrae la celda del horno, exponiéndola a temperatura ambiente durante 5 segundos para el caso del zinc y 10 segundos para caso del indio.
- 4) Se regresa la celda al horno y se inserta una varilla de acero inoxidable de 6,3 mm de diámetro a temperatura ambiente en el pozo de la celda.

Se presenta el resultado para el punto de solidificación del zinc, el mantenimiento de este punto es más difícil que el punto de solidificación del indio. Con este sistema la duración de este punto fijo puede extenderse a más de 12 h, como se muestra en la Fig. 5.

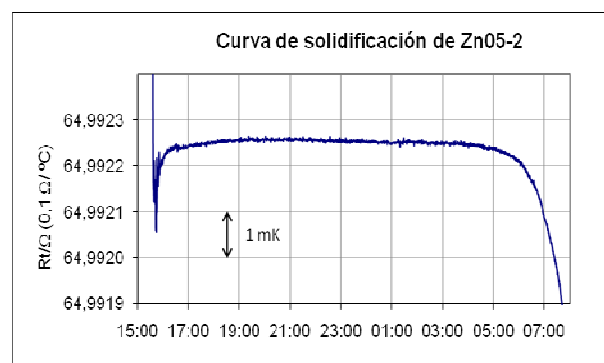


Fig. 5. Curva de solidificación de la celda de zinc

4.2. Pruebas de Intervalos de Fusión

Esta prueba nos permite determinar el intervalo de fusión, el cual se define como el cambio de temperatura en el intervalo de 0,2 a 0,8 de la fracción fundida

En la Fig. 6 se muestra la curva fusión para la celda de indio (In06-1) y se encuentra que el intervalo de fusión es de 0,4 mK.

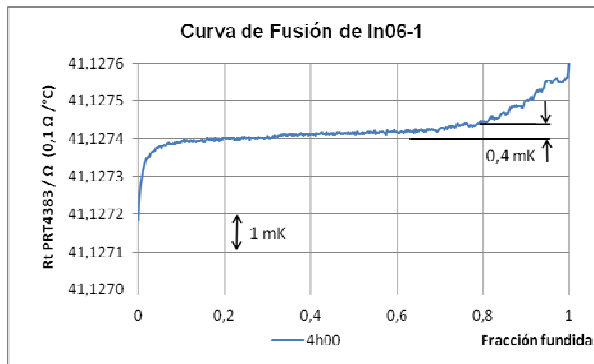


Fig. 6. Curva de fusión de la celda de indio

En la Fig. 7 se muestra la curva de fusión de la celda de zinc (Zn05-2), en este caso el intervalo resultó ser de 0,9 mK.

Conviene repetir esta prueba porque un aumento en el intervalo de fusión indicaría una posible contaminación en la celda.

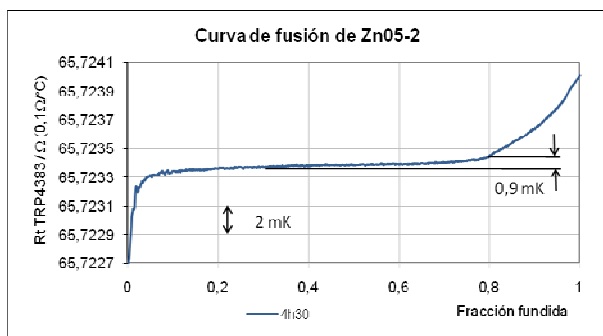


Fig. 7. Curva de fusión de la celda de zinc

4.3. Prueba de Inmersión

Para evaluar la influencia de la temperatura de control del horno sobre el valor de la temperatura del punto de fusión, se realiza una prueba de inmersión.

Esta prueba consiste en medir el perfil térmico dentro del pozo de la celda hasta 8 cm, medida desde el fondo.

En la Fig. 8 se presentan los resultados de esta prueba y se comparan con la variación correspondiente de acuerdo al coeficiente de sensibilidad de temperatura respecto a la presión hidrostática según se indica en el texto del EIT-90 [2].

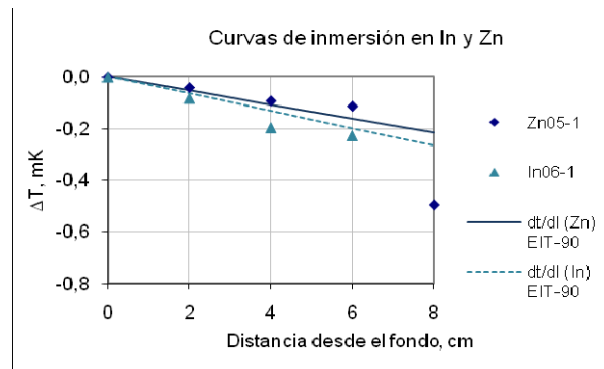


Fig. 8. Perfil térmico en celdas In06-1 y Zn05-2

Los resultados nos indican que al menos en los últimos 6 cm al fondo del pozo de las celdas la temperatura medida es la correspondiente al punto fijo. Suficiente porque la mayoría de los TRPI el elemento sensor es de 2 a 4 cm de longitud.

4.4. Incertidumbre

Para la estimación de la incertidumbre asociada a la temperatura que reproducen estas celdas de punto fijo, se toman en cuenta las fuentes de incertidumbre indicadas en la Tabla 2.

Tabla 2. Valores de incertidumbre para las celdas de In y Zn.

Incertidumbre /mK	PS In	PS Zn	
Intervalo de fusión	U_{f-fus}	0,12	0,26
Corrección por presión Hidrostática	U_{hidro}	0,01	0,01
Corrección por presión atmosférica	U_{atm}	0,01	0,01
Fuga térmica	U_{f-ter}	0,10	0,10
$U_{exp} (k=2)$		0,31	0,56

Los valores de cada fuente de incertidumbre se obtuvieron como sigue:

u_{i-fus} A partir del intervalo de fusión y considera una distribución uniforme,

u_{hidro} y u_{atm} De acuerdo al coeficiente de sensibilidad de temperatura respecto a presión publicado en [2],

u_{f-ter} De la prueba de inmersión, la máxima desviación respecto al valor que predice el coeficiente de sensibilidad, observada en los puntos: 2 cm, 4 cm y 6 cm desde el fondo.

6. CONCLUSIONES

El sistema permite realizar calibraciones de TRPI con tallo de al menos 30 cm de longitud, con una contribución en la incertidumbre de calibración cercana a la que se obtiene con celdas de tamaño convencional.

El método para preparar cada punto fijo es simple y altamente reproducible.

REFERENCIAS

- [1] M. Sandli, E. Renato, G Bonnier, Workshop of CCT WG3 and EUROMET, Berlin 2001.S.
- [2] H. Preston-Thomas, The International Temperature Scale of 1990 (ITS-1990), Metrologia 27, 1990, 3-10.
- [3] E. Mendez-Lango, R. Ramirez-Bazan, Calibration of industrial grade platinum resistance thermometers by ITS-90 fixed points, TEMPMEKO 2001, 647-651.
- [4] BIPM, Supplementary Information for the International Temperature Scale of 1990 (ITS-1990), 1990, Sevres.
- [5] Ancsin J., Mendez-Lango E., The reproducibility of some thermometric fixed points and the accuracy of temperature measurements using platinum resistance thermometers, Metrologia, 1999, 36, 117-139.