

Optimización del procedimiento para la calibración de termómetros de resistencia de platino en el punto triple de argón

B. Tenaglia Giunta ⁽¹⁾, R. Napán Maldonado ⁽¹⁾

btенaglia@inti.gov.ar

⁽¹⁾ Depto. de Termodinámica-DT Metrología Física-SOMCel-GOMyC-INTI.

Palabras Clave: Temperatura, ITS-90, Argón, Calibración, SPRT, Puntos criogénicos.

INTRODUCCIÓN

La necesidad de contar con trazabilidad en el rango de las bajas temperaturas está siendo evidenciada por la demanda actual que hay en servicios de calibración por laboratorios supervisados y sectores industriales. Uno de los disparadores estaría relacionado con la expansión de la industria biotecnológica y biofarmacéutica durante los últimos años.

La realización del punto triple de argón (PT-Ar) es uno de los puntos fijos de la Escala Internacional de Temperatura de 1990 (ITS-90) [1] que se utiliza en la calibración de los termómetros de resistencia de platino patrón (En inglés: SPRTs). El valor de este punto fijo es 83,8058 K (-189.3442 °C) y se alcanza cuando las tres fases del Ar se encuentran el equilibrio. Para realizar el PT-Ar se cuenta con un sistema que se localiza en el Laboratorio de Puntos Fijos del Departamento de Termodinámica en el centro Metrología Física. Allí mismo se encuentran los patrones nacionales de temperatura.

OBJETIVOS

Con la finalidad de poder satisfacer las demandas de los usuarios en tiempo y forma, el objetivo de este trabajo consistió en desarrollar un nuevo procedimiento para la realización del PT-Ar y para la calibración de SPRT preferentemente de vaina metálica.

DESARROLLO

Para la realización del PT-Ar, INTI cuenta con el sistema modelo K38 desarrollado por Pond Engineering, Inc. [2]. En el 2021, fue restituido al laboratorio luego de que el fabricante le realizara reparaciones y actualizaciones. Brevemente, el procedimiento para alcanzar el PT-Ar consiste en el agregado manual de nitrógeno líquido como medio refrigerante que permitirá el enfriamiento del sistema. El intercambio de calor producido entre el dewar (Figura 1b) y la celda (Figura 1d) a través del bloque de cobre (Figura 1c), permitirá la solidificación del argón gaseoso que se encuentra en el reservorio (Figura 1e). Luego de

verificar que el argón está completamente solidificado, comienza la etapa de "Realización del Plateau"; la cual consiste en la coexistencia de las tres fases para que el sistema pueda llegar a la temperatura del PT. Para ello, la adición de un pulso eléctrico en la cara externa de la celda provocará la formación de una capa externa de argón fundido. A continuación, una varilla de cuarzo a temperatura ambiente se coloca en el pozo termométrico (Figura 1a) y eso generará una capa interna de argón líquido. Finalmente, por encima de las fases líquido y sólido se encuentra argón gaseoso. Una vez que el sistema se estabiliza, la verificación del ingreso al plateau se realiza colocando en el pozo termométrico la SPRT monitora de argón. Realizada la verificación, se puede proceder con la calibración de SPRTs.

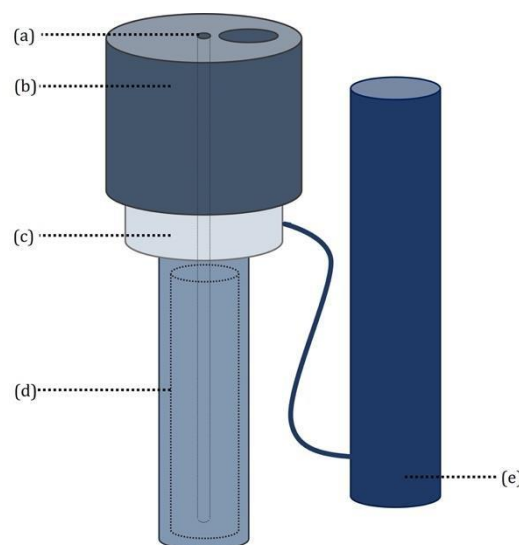


Figura 1: Esquema del sistema K38 (a) Pozo termométrico (b) Dewar para nitrógeno líquido (c) Bloque de cobre y controlador de temperatura (d) Celda (e) Reservorio de argón gaseoso.

Una de las actualizaciones consistió en el agregado de una pantalla led táctil con una interfaz que permitió la normalización del procedimiento para realizar el PT-Ar (Figura 2). En la versión anterior del K38 (2006), todas las etapas del procedimiento quedaban a criterio del metrólogo. Con la versión 2021 esto último no es

posible y fue uno de los principales motivos por el un nuevo procedimiento tuvo que ser desarrollado.

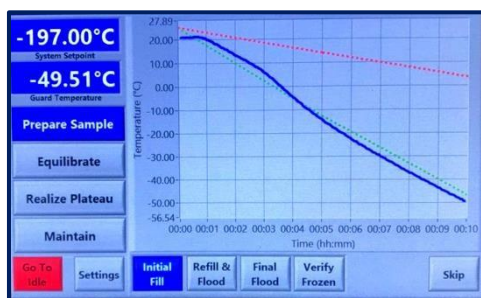


Figura 2: Captura de pantalla de K38 en la etapa de solidificación de argón. Líneas de tendencia: rojo y verde. En azul: temperatura del sensor interno.

Diferentes resultados de ensayos ejecutados a prueba y error permitieron elaborar un procedimiento muy detallado. El siguiente paso fue evaluar la reproducibilidad de los plateaus y comparar los valores de resistencias que se obtenían de la versión 2006 [3].

RESULTADOS

Los primeros 15 intentos de la realización del PT-Ar fueron fallidos. La observación del congelamiento de la superficie externa del dewar y la presencia de humedad en los componentes electrónicos permitió concluir que el nivel de presurización del sistema estaba debilitado. Inmediatamente después de que el nivel de vacío fue reestablecido, mediante una bomba turbomolecular, se pudo lograr el plateau de Ar.

En la Figura 3 se observan los resultados obtenidos luego de realizar 7 ciclos de solidificación-fusión de argón. Puede apreciarse, que el valor de reproducibilidad obtenido es del orden de 0,5 mK. El corrimiento observado en el ingreso del plateau, entre las gráficas, se corresponde con el tiempo de estabilización que le ha tomado a la SPRT monitorea estabilizarse en los diferentes días.

DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

El deterioro del nivel de vacío se ha vinculado con los traslados del K38 desde Estados Unidos a Argentina. Esto también fue reportado por De Lucas y Benyon [4] lo que confirma la hipótesis planteada.

Un valor de reproducibilidad del orden de 0,5 mK nos permite concluir que se ha logrado desarrollar un procedimiento para la realización del PT-Ar que permite un nivel de reproducibilidad con valores por debajo de 1 mK. Además, estos valores concuerdan con los reportados por [3] y [4] cuyos resultados fueron

obtenidos empleando una versión anterior del sistema.

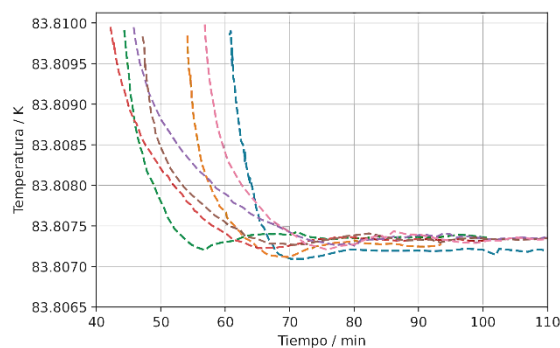


Figura 3: Plateaus de PT-Ar. (a) Azul: 2022-01-12 (b) Naranja: 2022-01-14 (c) Verde: 2022-01-17 (d) Rojo: 2022-01-18 (e) Violeta: 2022-01-19 (f) Marrón: 2022-01-20 (g) Rosa: 2022-01-21.

A partir de estos resultados alcanzados, el desafío por delante es la optimización del procedimiento de calibración de SPRT de vaina metálica. Éstas últimas son las elegidas por los usuarios debido a su robustez, fácil manipulación y bajo costo. Actualmente, los tiempos de calibración de SPRTs con vainas de Inconel 600 o acero inoxidable son 4 veces más largos en relación al tiempo que demandan las SPRTs de cuarzo. Por lo que disminuir el tiempo de trabajo y mejorar las incertidumbres reportadas es el principal objetivo.

Finalmente, el desconocimiento acerca de la importancia de contar con trazabilidad en bajas temperaturas ha quedado en evidencia durante el transcurso de la pandemia causada por el SARS-CoV-2. Es por ello que la transferencia de conocimientos a laboratorios supervisados y sectores industriales también se ha convertido en un desafío por cumplir.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo forma parte del proyecto de tesis doctoral INTI-UNSAM.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Preston-Thomas, H. "The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)". *Metrologia*, 27, 1990, 3-10.
- [2] Pond, S. L. "Argon triple point apparatus for SPRT calibration". *Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry*. Volume 7, Ed. D. C. Ripple, American Institute of Physics, 2003, 203-208.
- [3] Tischler, M.; Layño, P.; Giorgio, P. "Bajas temperaturas: extensión de la realización de la Escala Internacional de Temperatura (ITS-90) hasta -189,3442 °C". 6º Jornada de Desarrollo e Innovación Tecnológica-INTI. San Martín, 2017.
- [4] De Lucas, J; Benyon R. "Evaluation of a portable Apparatus for the Realization of the Triple Point of Argon". *Int. J Thermophysics*, 35, 2014, 1019-1031.