

SP2-R24-P

CONSTRUCCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE TERMOPARES Pt-40%Rh versus Pt-6%Rh EN EL CEM PARA LA DETERMINACIÓN DE SU FUNCIÓN DE REFERENCIA

Sonia Hernández, María José Martín, Marina Parrondo, Carmen García Izquierdo
Centro Español de Metrología, calle Alfara, 2. 28760 Tres Cantos, (Madrid)

Resumen: El estado actual de la técnica para las mediciones de termometría de contacto entre 1000 °C y 1600 °C incluye los conocidos termopares aleados de platino / rodio, Tipo R (Pt-13% Rh frente a Pt), Tipo S (Pt-10% Rh frente a Pt) y Tipo B (Pt-30% Rh frente a Pt-6% Rh). Su ventaja es que se pueden usar a temperaturas muy altas hasta aproximadamente 1750 °C (Tipos R y S) y hasta aproximadamente 1820 °C (Tipo B). Pero, a temperaturas superiores a 1200 °C, se suelen producir derivas adicionales principalmente debido a una degradación de la homogeneidad termoeléctrica de sus hilos. Esta deriva implica la necesidad de calibrar los termopares regularmente, especialmente cuando se requieren medidas muy precisas. En diversos estudios se estima que esta deriva se puede reducir con una elección óptima de la concentración de rodio el cada uno de los hilos de platino que conforman los termopares de metales nobles. En dichos estudios se ha identificado el termopar Pt-40% Rh / Pt-6% Rh como el candidato a presentar una deriva inferior a la de los termopares convencionales R, S y B. Para permitir el uso generalizado de este nuevo tipo de termopar Pt-40% Rh / Pt-6% Rh se debe establecer su función de referencia de temperatura fem y dicha función de referencia debe basarse en medidas realizadas con estos termopares a distintas temperaturas en el rango (0, 1550) °C. Este trabajo describe la construcción, caracterización y medidas realizadas en el Centro Español de Metrología que ha dado lugar al establecimiento de la función de referencia de los termopares Pt-40% Rh / Pt-6% Rh. Esta actividad se ha llevado a cabo dentro del proyecto europeo EMPIR 17IND04 EMPRESS 2, financiado conjuntamente por los países participantes en el programa EMPIR y la Unión Europea.

INTRODUCCIÓN: El estado actual de la técnica para las mediciones de termometría de contacto entre aproximadamente 1000 °C y 1600 °C incluye los conocidos termopares de aleación de platino/rodio, Tipo R (Pt-13%Rh vs. Pt), Tipo S (Pt-10%Rh vs. Pt), y Tipo B (Pt-30%Rh vs. Pt-6%Rh). Su ventaja es que se pueden utilizar a temperaturas muy altas, hasta aproximadamente 1750 °C (Tipos R y S) y hasta aproximadamente 1820 °C (Tipo B), pero a temperaturas superiores a aproximadamente 1200 °C se producen desviaciones adicionales debido principalmente al aumento de las heterogeneidades termoeléctricas. Esta degradación requiere su calibración periódica, especialmente cuando se exigen mediciones muy precisas. Además, el platino puro tiende a acelerar el crecimiento del grano a altas temperaturas, lo que afecta la estabilidad mecánica de los termoelementos. Según el conocimiento de los autores, la selección de aleaciones de Pt-Rh de uso común (es decir, Tipo R, S, B y Land-Jewell) aún no ha sido objeto de optimización. Investigaciones recientes mostraron que la mejora de la estabilidad termoeléctrica a alta temperatura de los hilos de aleación de Pt-Rh con la fracción de masa de Rh. Si no se tiene en cuenta la contaminación significativa de los cables, el factor más importante que rige la estabilidad termoeléctrica y la homogeneidad de los cables de Pt-Rh probablemente sean los procesos de transporte de vapor de óxido. En el marco del proyecto EMPIR EMPRESS, se identificó una combinación óptima de baja deriva de dos elementos térmicos: el termopar Pt-40 % Rh/Pt-6 % Rh, que se espera que supere el rendimiento de los termopares convencionales. Para permitir el uso generalizado de este nuevo tipo de termopar Pt-40%Rh/Pt-6%Rh, diferentes Institutos Nacionales de Metrología (INM) han establecido su función de referencia (temperatura vs f.e.m.). Este artículo describe la preparación de los termopares realizada en el CEM y el procedimiento experimental de las medidas realizadas en el CEM para la determinación de la función de referencia de dichos termopares.

DESARROLLO

Los termoelementos Pt-40%Rh y Pt-6%Rh utilizados para construir los termopares fueron proporcionados por Johnson Matthey (Reino Unido).

En el CEM se construyeron dos termopares siguiendo el siguiente procedimiento:

- Limpieza de los termoelementos (etanol puro y agua destilada)
- Tratamiento eléctrico de cada termoelemento a 1300 °C durante 4 horas al aire
- Montaje de los hilos en una vaina de doble orificio (diámetro \geq 4 mm, longitud: \geq 600 mm)
- Tratamiento térmico en horno del termopar a 1350 °C durante al menos 200 horas al aire para mejorar la estabilidad termoeléctrica
- Mediciones repetidas de la fem del termopar durante el tratamiento térmico en horno en el punto de solidificación del cobre para verificar su estabilidad termoeléctrica. Las medidas en el punto de solidificación del cobre se realizan aproximadamente tras 10 y 50 horas de tratamiento y luego en pasos de aproximadamente 50 horas.
- Los termopares se consideran estables cuando la diferencia de fem entre las dos últimas mediciones en el punto de solidificación del cobre es inferior a 0,5 μ V (\approx 50 mK).
- Comprobación de la homogeneidad termoeléctrica en baño líquido a 400 °C o en horno adecuado a una temperatura no superior a 550 °C tras el recocido en horno a 1350 °C y tras alcanzar la estabilidad termoeléctrica solicitada.

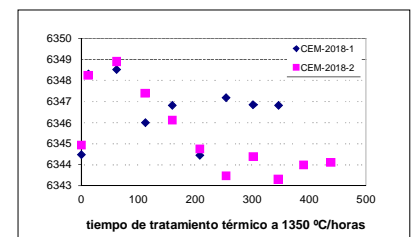


Figura 1. estabilidad termoeléctrica inicial de los termopares en el punto de solidificación del cobre, 1084,62 °C

RESULTADOS y CONCLUSIONES

Todas las mediciones para determinar la función de referencia de temperatura-fem de los termopares Pt-40 % Rh / Pt-6 % Rh son trazables a la Escala Internacional de Temperatura de 1990 (ITS-90). Se siguió el siguiente protocolo:

- 0 °C – 400 °C (Puntos fijos: Agua, Ga, In, Sn, Zn. 2 ciclos de medidas por comparación en baño de agua + baño de aceite + horno en intervalos de 25 °C bloque seco.
- 400 °C – 1000/1100 °C (Puntos fijos: Al, Ag, Cu. 2 ciclos de medidas por comparación en hornos a intervalos de 25 °C.
- 1000 °C – 1350 °C (Puntos fijos: Cu, Fe-C, Co-C) + 2 ciclos de medidas por comparación en hornos a intervalos de 25 °C
- Temperaturas superiores a 1350 °C medidas por comparación en horno a intervalos de 25 °C.

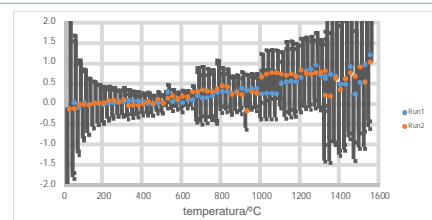


Figura 2

Varios INMs europeos construyeron los termopares. Los termopares del CEM fueron los seleccionados para establecer la función de referencia debido a su gran estabilidad y buena homogeneidad.

Publicación: Edler, F., Bojkovski, J., García Izquierdo, C. et al. Pt-40%Rh Versus Pt-6%Rh Thermocouples: An emf-Temperature Reference Function for the Temperature Range 0 °C to 1769 °C. *Int J Thermophys* **42**, 150 (2021).

<https://doi.org/10.1007/s10765-021-02895-w>