



GOBIERNO
DE ESPAÑA

MINISTERIO
DE INDUSTRIA, COMERCIO
Y TURISMO

Fabricación y caracterización de puntos fijos de Fe-C y Pd-C dentro del proyecto EMPIR “Real-K”

J. M. Mantilla, M. J. Martín, C. García Izquierdo y D. del Campo
Centro Español de Metrología

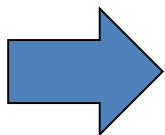


Motivación del trabajo:

Según la EIT-90, para una expresión del tipo: $Q = \frac{e^{c_2/\lambda_{ef}T} - 1}{e^{c_2/\lambda_{ef}T_{ref}} - 1}$

la incertidumbre se propaga como: $u(T) = \frac{T^2}{T_{ref}^2} u(T_{ref})$

Esto significa que, si se parte de una incertidumbre habitual de $0,1 \text{ }^\circ\text{C}$ ($k = 2$) en el PF del Cu, a $3000 \text{ }^\circ\text{C}$ tendríamos $> 2 \text{ }^\circ\text{C}$ de incertidumbre



la EIT-90 no es eficaz a alta t

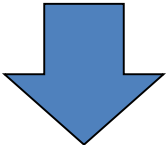


Motivación del trabajo:

La MeP del K (SI 9th ed., 2019) va más allá de la EIT-90 y ofrece nuevas vías para la medida de altas temperaturas (por encima del PF Cu):

Uso de termometría relativa primaria con el uso de PFs de mezclas eutécticas de alta temperatura (por extrapolación o por interpolación con varios PFs):

Table 1. Point of inflection (poi) and equilibrium liquidus (elq) thermodynamic temperatures for Co-C, Pd-C, Pt-C and Re-C



HTEP	Thermodynamic temperature (poi) / K	Uncertainty (poi) ($k = 2$) / K	Thermodynamic temperature (elq) / K	Uncertainty (elq) ($k = 2$) / K
Co-C	1597.39	0.13	1597.48	0.14
Pt-C	2011.43	0.18	2011.50	0.22
Re-C	2747.84	0.35	2747.91	0.44
Pd-C	1764.85	0.7	-	-

The Pd-C point of inflection temperature value is taken from a critical evaluation of published values taken from [Sadli *et al.* 2005].

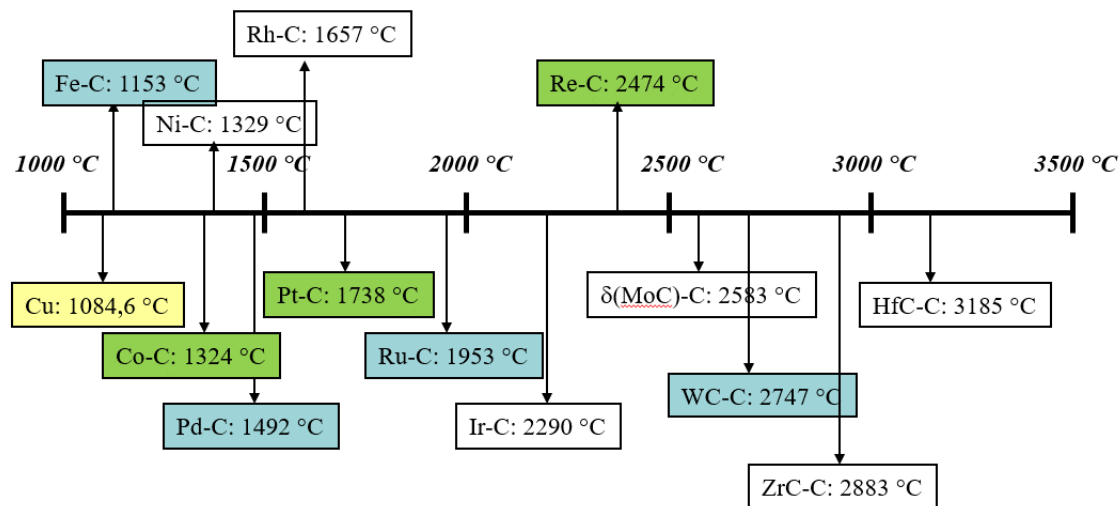
Esto puede llegar a reducir la incertidumbre hasta un 50%. En el caso del CEM, de 2 °C usando EIT-90 a 0,8 °C a 2800 °C por interpolación



Proyecto Real-K (*Realising the new kelvin*):

En proyectos previos, se midieron las temperaturas termodinámicas de PFs de mezclas eutécticas (puntos fijos ya publicados en la MeP del K, datos 2017)

Ahora se aborda otro conjunto de puntos fijos de interés: **Fe-C** (por su interés industrial), **Pd-C** (muy útil como límite superior para calibración de tps), **Ru-C** (cubre margen entre Pt-C y Re-C) y **WC-C** (para ampliar rango hasta 2700 °C)

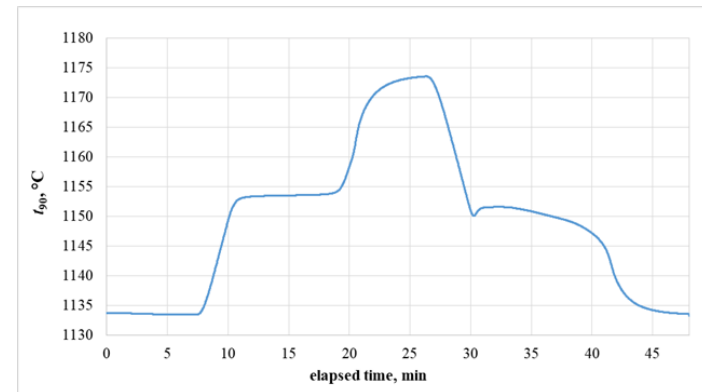
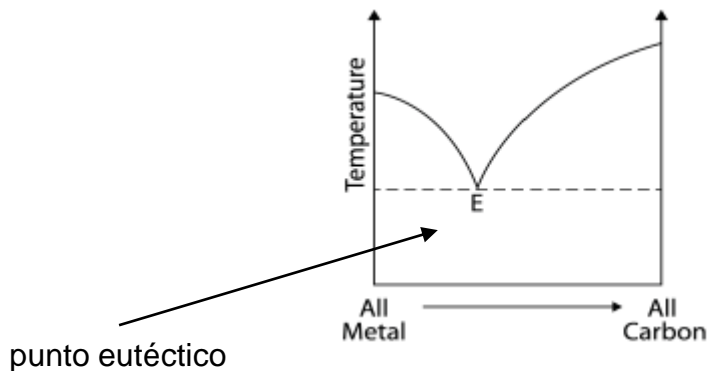




¿Qué es un PF de mezcla eutéctica?

Mezcla de sustancias solubles una en otra en el estado líquido pero indisolubles en estado sólido, con un punto de fusión mínimo para una concentración determinada:

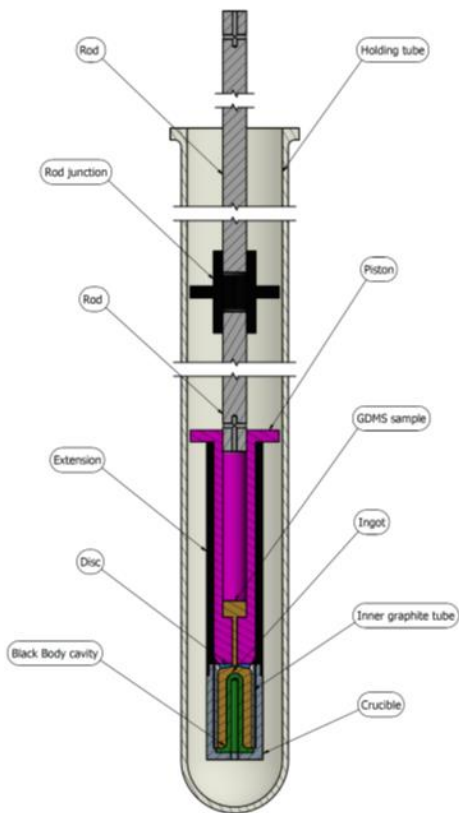
para termometría se utilizan las mezclas metal-C, ya que esto permite contener los lingotes de mezcla en crisoles de grafito, que aportarán más C pero no contaminan la mezcla (como sería el caso si fueran PFs de metales puros)





Llenado de las células:

Se utiliza el método del pistón (introducido por el INM francés)



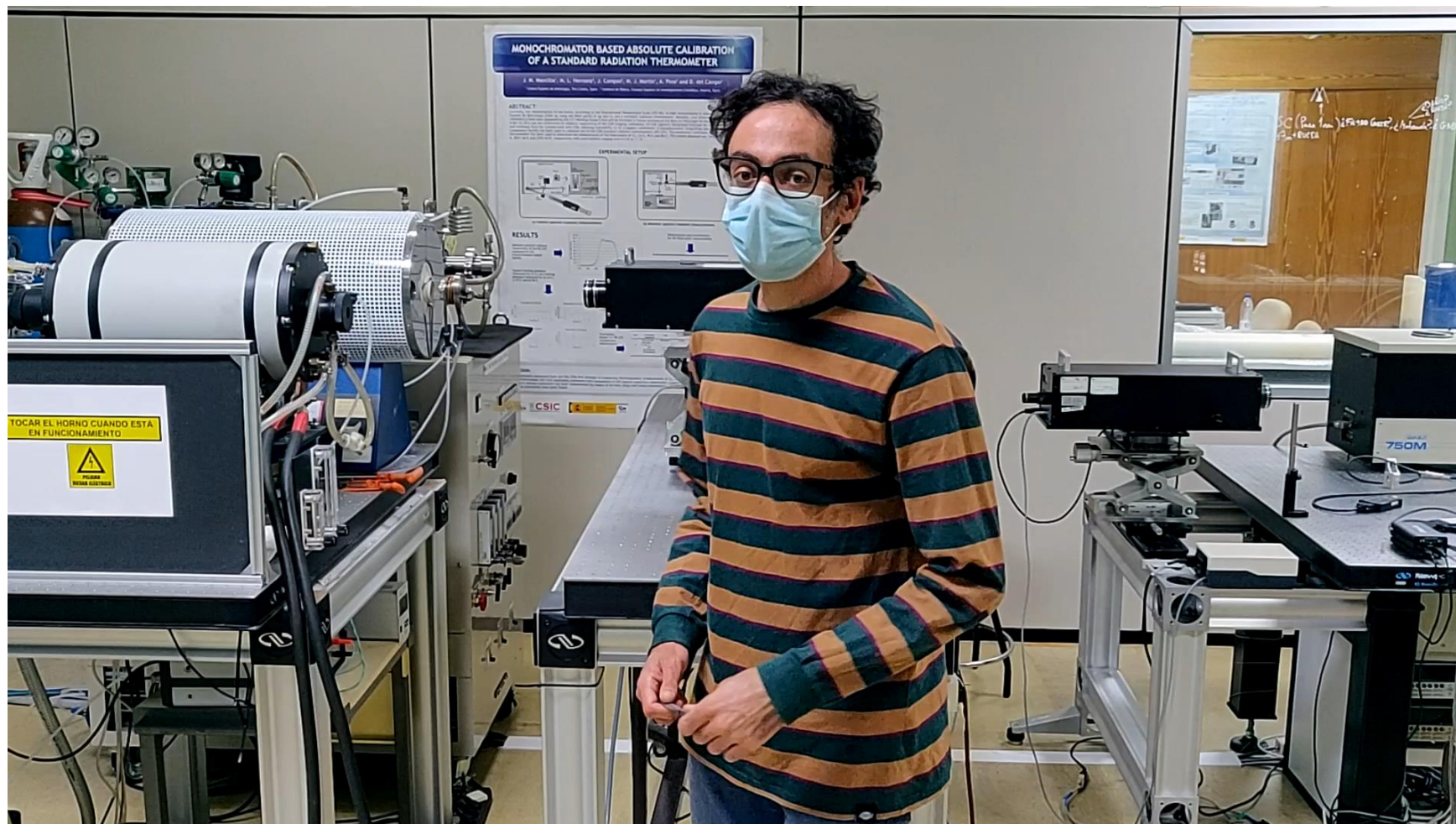
Dimensiones: 45 mm x 24 mm \varnothing



GOBIERNO
DE ESPAÑA

MINISTERIO
DE INDUSTRIA, COMERCIO
Y TURISMO

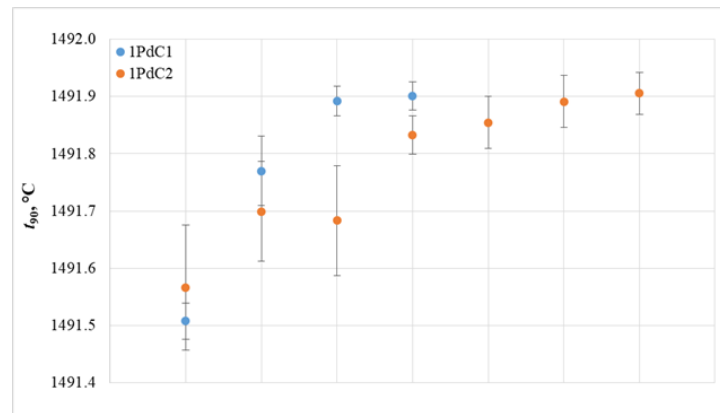
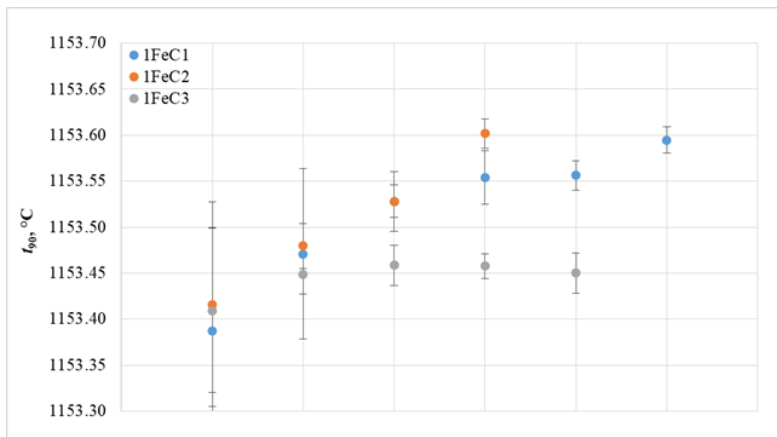
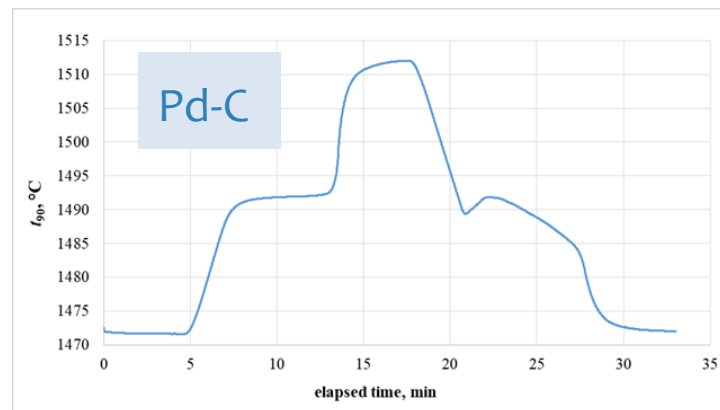
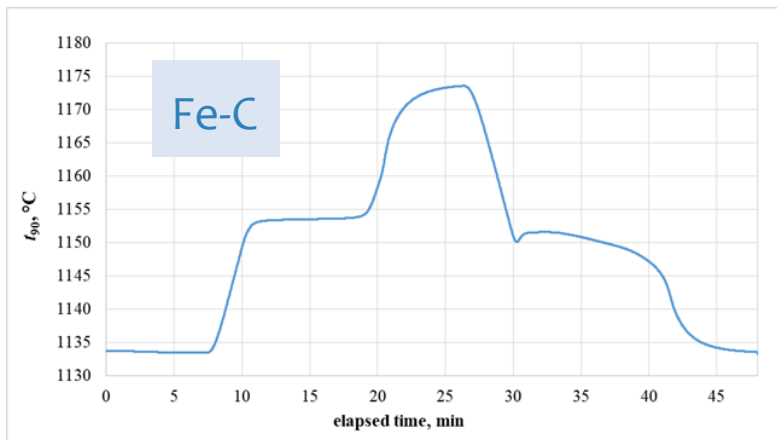
Fabricación y caracterización de puntos fijos de Fe-C y Pd-C dentro del proyecto EMPIR "Real-K"





Caracterización y resultados:

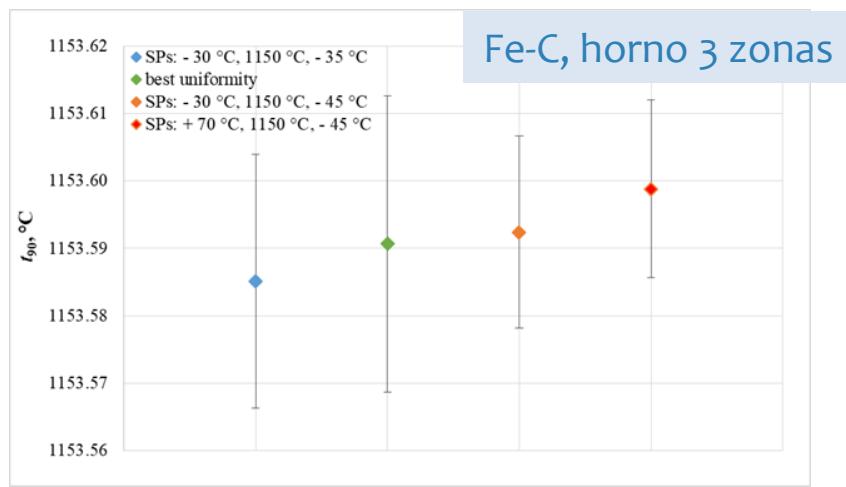
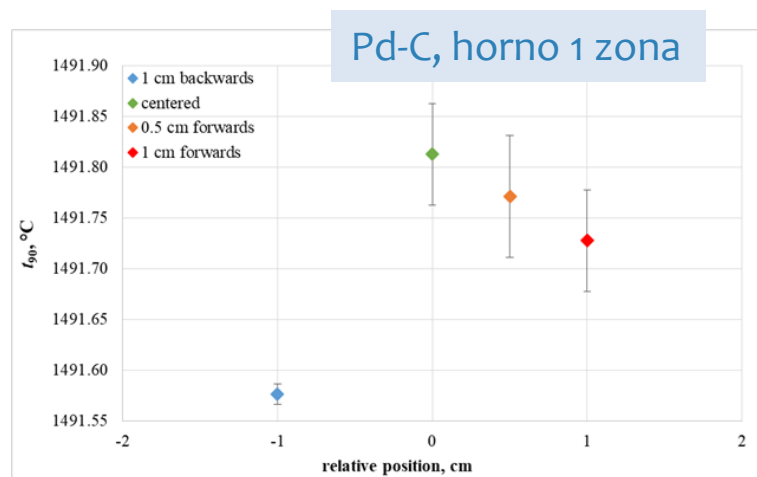
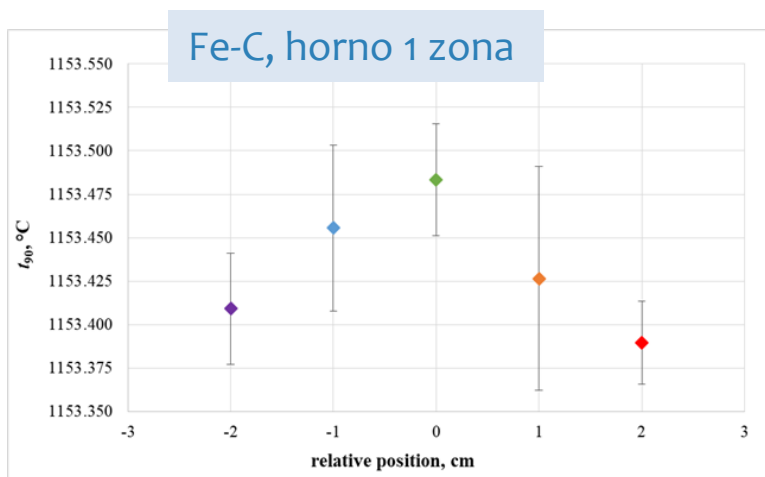
Buenas mesetas. Es necesaria una estabilización de las células repitiendo ciclos





Efecto del horno:

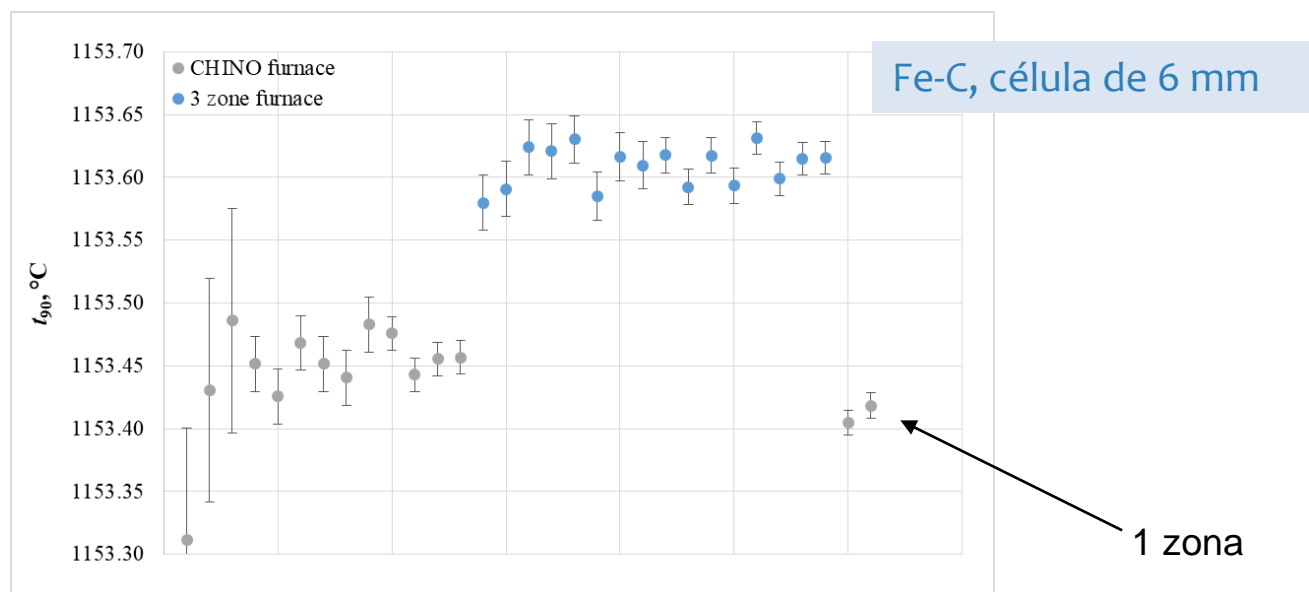
Medidas en horno de 1 zona en distintas posiciones y en horno de 3 zonas con distintos perfiles





Efecto del horno:

Se han detectado diferencias entre las temperaturas medidas en los dos tipos de horno en el punto óptimo para células con apertura de 6 mm de diámetro (no para las de 3 mm)

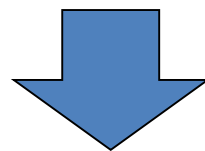




Temperaturas finales medidas:

Temperatura medida en el punto de inflexión de la meseta de fusión de las células de 3 mm de apertura:

<u>célula</u>	$t_{90}, ^\circ\text{C}$	$U(t_{90}), ^\circ\text{C}$
1FeC1	1153,58	0,18
1FeC2	1153,56	0,18
1FeC3	1153,64	0,19
1PdC1	1491,93	0,41
1PdC2	1491,93	0,41



Célula 1FeC2 seleccionada para la comparación de asignación de temperatura termodinámica en el proyecto Real-K



Conclusiones:

- Por primera vez se han construido varias células de Fe-C y Pd-C en el CEM. El análisis de las mismas demuestra que son válidas para su uso como puntos fijos de definición: Tras una primera fase de estabilización, las temperaturas de fusión se muestran estables y no se han identificado daños en los crisoles después de un número considerable de ciclos de medida → una en la comparación internacional
- Se ha asignado la t_{90} a las células utilizando el termómetro de radiación patrón del CEM, siendo estos valores compatibles con otros resultados publicados de otros INMs
- Se han realizado medidas para evaluar efecto del horno en diferentes hornos disponibles en el CEM (una zona, tres zonas). En el caso de las células de 3 mm de apertura, este efecto es menor o del orden de la incertidumbre de medida y sólo es significativo en el caso de la células de Fe-C de 6 mm (las diferencias entre las temperaturas medidas según el horno son de $\cong 0,2$ °C, por lo que la incertidumbre final asignada a esta celda debe incrementarse)



GOBIERNO
DE ESPAÑA

MINISTERIO
DE INDUSTRIA, COMERCIO
Y TURISMO

Fabricación y caracterización de puntos fijos de Fe-C y Pd-C dentro del proyecto EMPIR "Real-K"

Gracias por su atención