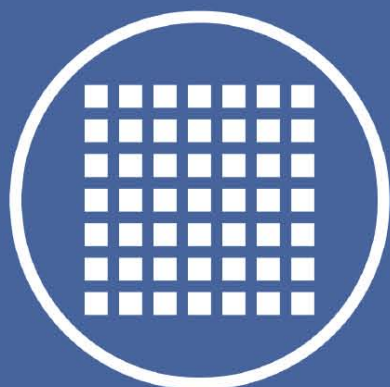


Instituto Nacional
de Tecnología Industrial

Centro de Desarrollo e Investigación
en Física y Metrología



INTI

Procedimiento específico: PEC01

REALIZACIÓN DEL BAÑO DEL "PUNTO DEL HIELO"

Revisión: Abril 2015

PEC01 Lista de enmiendas: Abril 2015

[illegible]

PEC01 Índice: Abril 2015


NOMBRE DEL CAPÍTULO	REVISIÓN
Página titular	Abril 2015
Lista de enmiendas	Abril 2015
Índice	Abril 2015
REALIZACIÓN DEL BAÑO DEL "PUNTO DEL HIELO"	Abril 2015
Apéndice 1	Abril 2015
Apéndice 2	Abril 2015

PREPARADO POR

FIRMA Y SELLO

Lic. Marcelo Jiménez Rebagliati
Unidad Técnica Calor
INTI - Física y Metrología

REVISADO POR

FIRMA Y SELLO


REVISADO POR

FIRMA Y SELLO

Lic. JAVIER GARCIA SKABAR
COORD. U.T. CALOR
FISICA Y METROLOGIA
INTI

REVISADO POR

FIRMA Y SELLO

ING. PATRICIA VARELA
COORD. CALIDAD Y ADMINISTRACION
INTI - FISICA Y METROLOGIA

APROBADO POR

FIRMA Y SELLO

Ing. JUAN A. FORASTIERI
DIRECTOR TECNICO
INTI - FISICA Y METROLOGIA

PEC01: Abril 2015

1. Objetivo

Preparación, mantenimiento y uso de un baño de punto de hielo.

2. Alcance

Disponer de una temperatura de referencia de $(0 \pm 0,002) ^\circ \text{C}$, según ASTM E563 - 08, para utilizar en las calibraciones de instrumentos que así lo requieran. En nuestro Laboratorio se determinó un valor de $0 ^\circ \text{C} \pm 0,005 \text{ mK}$ con $k=2$

3. Definiciones y abreviaturas

Agua deionizada:	Agua con bajo contenido de contaminantes iónicos e inorgánicos. Su resistividad eléctrica, debe ser no mayor que $0,2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ o lo una conductividad eléctrica no mayor que $5,0 \mu\text{S}/\text{cm}$.
Frasco de Dewar:	Frasco con aislación térmica de vacío de dimensiones adecuadas al tamaño de los termómetros a calibrar.
Escamas:	Forma del hielo laminado en pequeños trozos, suministrado por una máquina, a partir de agua deionizada.
Aguanieve:	Mezcla formada por hielo en escamas en equilibrio térmico con agua saturada en aire.

4. Referencias

Norma ASTM E563 - 08 "Standard Practice for Preparation and Use of an Ice-Point Bath as a Reference Temperature"
Norma ASTM D1193 - 06, "Standard Specification for Reagent Water"
"Traceable Temperatures", segunda edición, "the ice point", 3.2.4, página 102, John Wiley & Sons, Chichester, Inglaterra.

5. Responsabilidades

5.1. Del Coordinador de la Unidad Técnica Calor

Supervisar la realización del punto de hielo, verificar que se cumpla el procedimiento y revisar los registros de la calidad correspondientes.

5.2. Del personal del laboratorio

Realizar el punto de hielo aplicando el presente procedimiento y completar los registros de la calidad correspondientes.

6. Instrucciones

6.1. Instrumentación y materiales utilizados

- Máquina productora de hielo en escamas marca ICE-O-MATIC, modelo CF 405A38P, N° de serie V426-00341-W.
- Frascos de Dewar de dimensiones adecuadas para los diferentes tamaños de termómetros y juntas frías de termocuplas a calibrar.
- Agua deionizada.

6.2. Condiciones ambientales

Temperatura ambiente entre $18 ^\circ \text{C}$ y $28 ^\circ \text{C}$.

PEC01: Abril 2015

6.3. Acciones preliminares

Cada partida de agua deionizada recibida se almacena en una cantidad de bidones suficiente como para contener el volumen de agua de dicha partida. Estos bidones están adecuadamente limpios para evitar cualquier posibilidad de contaminación. El proveedor proveerá documentación que indique: la fecha de entrega, el volumen de agua entregada y el valor de resistividad eléctrica, que deberá ser mayor que $0,2 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$. Esta información quedará trazable a cada bidón. Se establece que la fecha de vencimiento corresponderá a los 90 días posteriores a la fecha de entrega o lo que indique el proveedor.

6.4. Realización del baño de punto de hielo

Con el agua deionizada y con el valor de conductividad eléctrica menor a $5 \text{ }\mu\text{S/cm}$ máximo, se preparará el hielo en escamas en la máquina productora de hielo. Se procurará que las partículas sean pequeñas, de no más de 2 ó 3 mm de diámetro. Para ese fin y en caso de que sea necesario se utilizará un tubo para triturar. Se debe tener en cuenta que el hielo en escamas sobre enfriado aparece blanco debido al escarchado de su superficie. Para que esté a 0°C , el hielo deberá tener un aspecto transparente. Se ensambla un dispositivo de punto de hielo consistente en un frasco de Dewar y un tubo sifón (ver Apéndice 1 de este procedimiento), que permite la extracción del agua excedente. Para evitar la contaminación del hielo y del agua, todo equipo o instrumental que entre en contacto con el baño debe estar adecuadamente limpio y su manejo debe hacerse con guantes plásticos limpios.

El frasco de Dewar se limpia inicialmente con agua corriente y luego con agua deionizada.

Primero se llena un tercio del frasco Dewar con agua deionizada de temperatura próxima a 0°C y se agita para airear dicha agua. Luego se agrega el hielo en escamas hasta llenar el frasco Dewar. Se comprime esta mezcla para formar una pasta bien compacta (aguanieve) y se le sigue agregando alternativamente hielo y agua. Debe compactarse en el frasco tanto hielo como sea posible, de modo que los pequeños espacios entre escamas contengan principalmente agua deionizada y que aquel no flote en el agua. Por otro lado, se debe lograr que los espacios entre las partículas de hielo sea lo más pequeño posible, extrayéndose por sifón el agua excedente. Luego se cierra el baño con una tapa aislante térmica para reducir al mínimo la transferencia de calor hacia el exterior, y se deja transcurrir un intervalo mayor que 15 minutos para que el sistema logre el equilibrio térmico.

6.5. Utilización del baño de punto de hielo

Para utilizar el baño de punto de hielo, es conveniente hacer un agujero con una varilla de aluminio o de acero inoxidable del diámetro del termómetro a medir y con la profundidad de inmersión deseada. De esta manera se protegerá el termómetro cuando se lo sumerja en el baño. Para termómetros de resistencias y termómetros de líquido en vidrio, la profundidad de inmersión deberá ser de al menos 10 veces el diámetro del objeto. Para termocuplas la profundidad de inmersión deberá ser de al menos 20 cm.

Es conveniente enfriar el instrumento a medir antes de sumergirlo, así el nuevo sistema llegará más rápidamente al equilibrio y se preservará el baño por más tiempo.

Luego de la inserción del termómetro, el hielo deberá presionarse ajustadamente a su alrededor. Posteriormente se cerrará el frasco Dewar alrededor del termómetro con una tapa de aislación térmica y se dejarán transcurrir 15 minutos, para permitir que la mezcla alcance una temperatura uniforme en todo el volumen. Es necesario evitar que el nivel de agua decantada llegue al termómetro, extrayéndola por sifón cuando sea necesario. Además deberá observarse mantener el sensor del termómetro varios centímetros por encima del fondo del frasco Dewar. Durante la medición, se presionará el hielo con regularidad con el fin de detectar agua acumulada en exceso, que deberá extraerse por sifón.

7. Registros de la calidad

Según lo establecido en el capítulo 11 del MC, se archivarán los informes emitidos por el proveedor de agua deionizada con los datos correspondientes a cada partida utilizada (identificación de partida, fecha, volumen y resistividad eléctrica o conductividad eléctrica a 25°C), en el laboratorio de Termómetros Industriales.

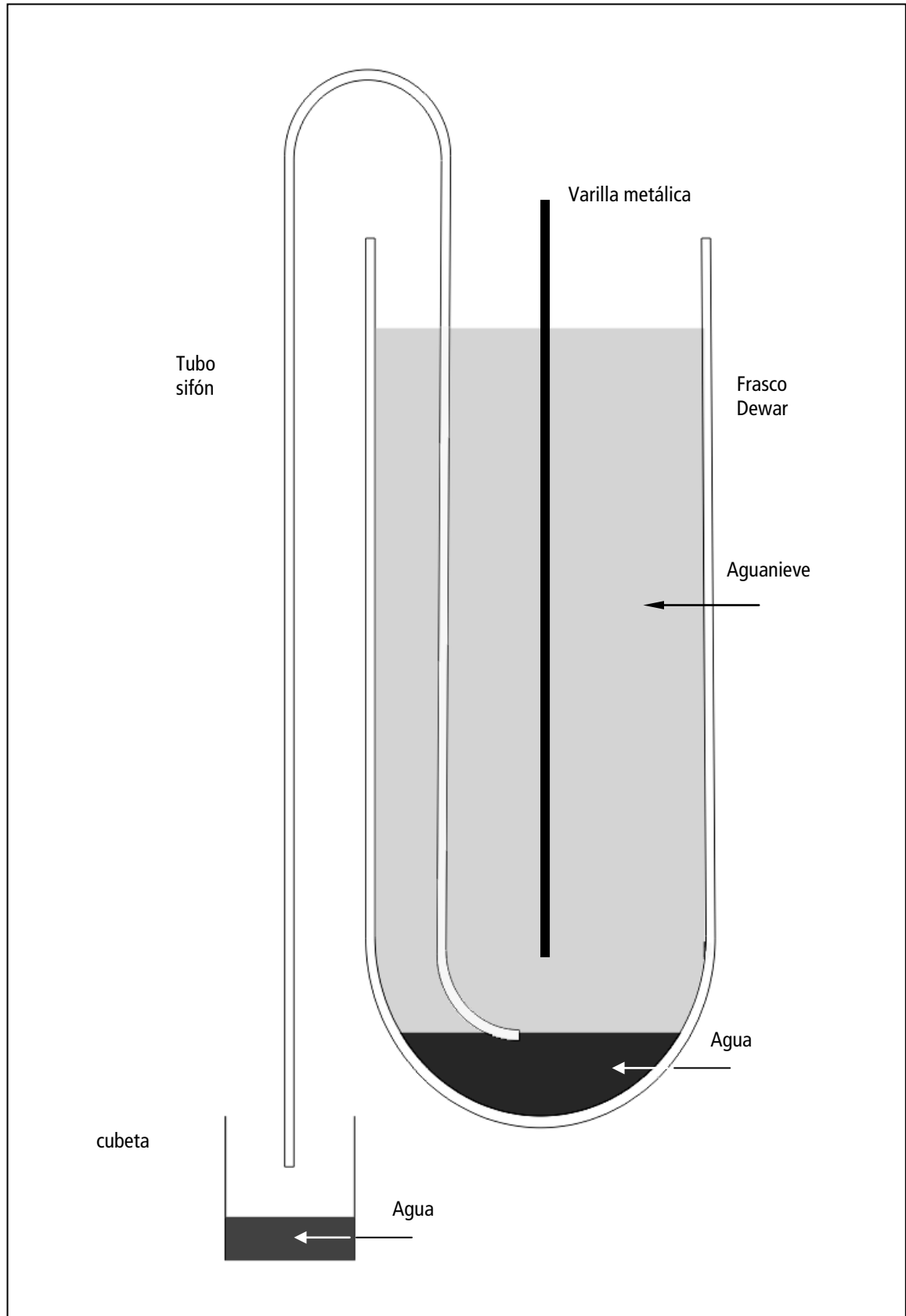
PEC01: Abril 2015

8. Apéndices y anexos

APÉNDICE N°	TÍTULO
1	Diagrama esquemático
2	Verificación de conductividad eléctrica del agua deionizada

PEC01 Apéndice 1: Abril 2015

DIAGRAMA ESQUEMÁTICO



PEC01 Apéndice 2: Abril 2015

VERIFICACIÓN DE CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA DEL AGUA DEIONIZADA

[illegible]