

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERIA FÍSICA**



**INFORME DE COMPETENCIA PROFESIONAL
PARA OPTAR EL TÍTULO DE:
INGENIERO FÍSICO**

TITULADO:

**“DESARROLLO DE UN PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN PARA
TERMÓMETROS DIGITALES USADOS COMO PATRONES DE
REFERENCIA, ESTIMACIÓN DE SU INCERTIDUMBRE Y VALIDACIÓN”**

Presentado por:

GERARDO ANTONIO GOICOICHEA DE LA CRUZ

Asesor:

Mg. GERMAN COMINA BELLIDO

LIMA-PERU

2014

RESUMEN

El tema del informe de competencia profesional es la elaboración y validación de un procedimiento de calibración de termómetros digitales de resolución 0,01 °C y 0,001 °C en el rango de -20 °C a 200 °C en el cual el modo de medición se basa en la conversión de la medida de resistencia de los patrones, a través de las funciones de la Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT-90), a valores de temperatura y se diferencia del propuesto por los procedimientos del Centro Español de Metrología (CEM) y del Servicio Nacional de Metrología del Instituto Nacional de Defensa de la Competencia y de la Protección de la Propiedad Intelectual (SNM – INDECOPI) respectivamente, ya que estos utilizan como patrones de referencia termómetros de indicación directa de temperatura.

Se presenta el desarrollo del modelo de medición completo, así como el detalle de la estimación de su respectiva incertidumbre considerando todas las posibles fuentes que afectan en forma relevante a la medición.

Además, se presentan los resultados de la validación a través de comparaciones interlaboratorios, en la cual se demuestra que el método de calibración desarrollado es capaz de medir la corrección de la indicación de un termómetro digital con una incertidumbre menor a la declarada por otros laboratorios del país.

El procedimiento elaborado hace referencia a las calibraciones por separado del lector de resistencias o miliohmímetro y las termorresistencias de platino. Se utilizan conceptos en lo que se refiere a la conversión de la resistencia del sensor a temperatura usando los coeficientes de las ecuaciones de la EIT-90 y encontrados en la calibración de las termorresistencias. Estas termorresistencias son verificadas periódicamente en el punto triple del agua (PTA).

AGRADECIMIENTOS

Al creador de todas las cosas, el que me ha dado fortaleza para continuar cuando a punto de caer he estado; por ello, con toda la humildad que de mi corazón puede emanar, dedico primeramente mi trabajo a Dios.

A mi esposa Martha y mi hijo Rodrigo por su apoyo incondicional y comprensión por el tiempo que tuve que alejarme para desarrollar este trabajo;

De igual forma, dedico este trabajo a mi padre Francisco que ha sabido formarme con buenos sentimientos, hábitos y valores, lo cual me ha ayudado a salir adelante en los momentos más difíciles.

A mi madre Elena, que a pesar de haberlo perdido, ha estado siempre cuidándome y guiándome desde el cielo.

A la Sra. Graciela Dávila Alva, Gerente General de RELES SRL por brindar y apoyar el desarrollo del trabajo a través de su representada;

A mi profesor asesor Msc. German Comina por ser mi guía para lograr el desarrollo de este informe de competencia; y

A mis hermanas Evelyn y Any que siempre han estado junto a mí y brindándome su apoyo, muchas veces poniéndose en el papel de madre.

ÍNDICE

1	Introducción	1
1.1	Motivación	1
1.2	Antecedentes Generales	2
1.3	Antecedentes de trabajos previos a la calibración de termómetros	3
1.4	Objetivos	5
1.4.1	Objetivos Generales	5
1.4.2	Objetivos Específicos	5
2	Fundamento Teórico	6
2.1	Introducción a la termometría	6
2.1.1	La Temperatura	6
2.1.2	La Temperatura y las Estadísticas de Maxwell-Boltzmann y de Fermi-Dirac y Bose-Einstein	6
2.1.3	El cero absoluto	7
2.1.4	Los termómetros primarios	8
2.1.5	El principio de equipartición de la energía	9
2.1.6	Definición del Kelvin	9
2.1.7	La temperatura Celsius	10
2.1.8	La Escala Internacional de Temperatura (EIT-90)	11
2.1.9	Los puntos fijos y la EIT-90	13
2.2	Descripción General de un termómetro digital	15
2.3	Principio de Operación de un termómetro digital	16
2.3.1	Indicadores de temperatura	16
2.3.2	Sensor de Resistencia de Platino	19
2.4	Validación de métodos	37
2.4.1	Discusión sobre Técnicas de Validación	37

3	Procedimiento Experimental	40
3.1	Definición del mensurando	40
3.2	Modelo de medición	40
3.3	Método de calibración	41
3.4	Equipos necesarios	42
3.5	Equipos disponibles	43
3.6	Procedimiento de medición	44
3.7	Estimación incertidumbre de la medición	52
3.7.1	Descripción	52
3.7.2	Identificación de la condiciones de calibración	53
3.7.3	Identificación del incertidumbres	53
3.7.4	Ejemplo de calculo de incertidumbres	56
4	Resultados Experimentales	73
4.1	Datos iniciales	73
4.2	Resultados Obtenidos	74
4.3	Resultados Finales	76
5	Discusión	80
6	Conclusiones y Recomendaciones	81
6.1	Conclusiones	81
6.2	Recomendaciones	82

Bibliografía

Apéndices

A. Especificaciones técnicas equipos utilizados

B. Fórmulas y definiciones

C. Informes y certificados

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

1.1 Motivación

Las transacciones comerciales así como diversos aspectos de la vida cotidiana, se basan en los resultados obtenidos a través de instrumentos de medición utilizados ya sea para facturar servicios (medidores de energía eléctrica; medidores de agua; relojes o cronómetros para medir el tiempo), para la compra de alimentos y productos por peso (balanzas), o por longitud (metros, cintas métricas) o por volúmenes (grifos surtidores de combustible, dispensadores de líquidos, de gas, etc.).

Por lo tanto la confiabilidad de sus resultados es muy importante para la confiabilidad de todas estas actividades humanas. Igualmente es necesaria tal confiabilidad para las mediciones que se realizan en el campo de la salud (por ejemplo mediciones de presiones sanguíneas, temperaturas corporales, etc.) así como aquellas que se realizan en los procesos industriales para llevar a cabo los procesos de fabricación o de investigación, o para realizar pruebas y ensayos incluyendo las que se hacen en laboratorios científicos e industriales.

No se puede tener tal confiabilidad si los instrumentos de medición usados no están debidamente calibrados.

Las calibraciones técnicamente correctas sostienen la uniformidad y la confiabilidad de las mediciones en un país. Para esto se requiere que estén correctamente relacionados con los

respectivos patrones nacionales, asociados a la magnitud de medida, que a su vez tengan una relación metrológicamente válida con patrones de reconocimiento internacional.

Conjuntamente con el crecimiento económico del país y la globalización de los mercados se hace necesario en la industria nacional producir y exportar productos que cumplan los más estrictos controles de calidad. Por tal motivo, se hace necesario realizar mediciones exactas y confiables de tal manera que los laboratorios de ensayo y de aseguramiento de calidad de las más reconocidas y crecientes empresas exigen a los laboratorios de calibración tanto primarios, tal es el caso del SNM – INDECOPI como los secundarios como por ejemplo el Laboratorio de Calibración de Reparaciones Electrónicas Especializadas S.R.L. (RELES SRL).

1.2 Antecedentes Generales

Los termómetros son muy utilizados en varios campos de aplicación en los cuales la medición de temperatura juega un rol importante. Sin embargo, desde ya hace mucho antes existía el interés de construir un termómetro, tal como lo muestra la Tabla 1.1 . Hoy en día existen distintas clases de termómetros, la mayoría de los cuales pertenecen a uno de los 4 grandes grupos de termometría: termometría de líquido en vidrio, termometría de resistencia, termometría de termopares y termometría de radiación.

Época	Quien	Procedimiento / instrumento
Antigua	Hipócrates	Comprobaba el calor de la piel del enfermo aplicando la mano sobre él, según la sensación que percibía, hacia la diferencia entre "el calor dulce" y la "fiebre ardiente". El TACTO era la única herramienta para valorar la temperatura.
Siglo I (A.C.)	Philo de Bizancio y Hero de Alejandría	inventaron el TERMOSCOPIO instrumento de vidrio provisto de una columna de agua que se movía de acuerdo con el calor que se le aplicara
1594	Galileo Galilei	Diseño básicamente en un TUBO DE VIDRIO VERTICAL, cerrado por ambos extremos, que contiene agua en la que se encuentran sumergidas varias esferas de vidrio cerradas; cada una de las esferas contiene, a su vez, una cierta cantidad de líquido coloreado. Este instrumento permitía registrar variaciones groseras de temperatura.
1612	Santorre Santorio (Sanctorius de Padua)	Introdujo una GRADUACIÓN NUMÉRICA al invento de Galileo Galilei. Este tubo presentaba en la superficie exterior un sistema de graduación que permitía apreciar el grado de dilatación estableciendo mediciones comparativas. Era poco exacto.
1641	Fernando II de Medici, Duque de Toscana	Construyó el TERMÓMETRO DE BULBO DE ALCOHOL con capilar sellado, como los que se usa actualmente. El avance de la tecnología en las actividades vinculadas con el vidrio fue fundamental para la construcción de este tipo de termómetro.
1709	Daniel Gabriel Fahrenheit	Construye el TERMÓMETRO DE ALCOHOL con graduación, como los que se usan en la actualidad
1714	Daniel Gabriel Fahrenheit	Construye el primer TERMÓMETRO A BASE DE MERCURIO perfeccionando así el "Termómetro de Galileo"
1866	Thomas Clifford Allbutt	Diseño un TERMÓMETRO PORTÁTIL para uso clínico, de 12 cm, que alcanza su punto de equilibrio más rápidamente, siendo capaz de medir la temperatura en solo 5 minutos.
1885	Calendar Van Dusen	Inventa el SENSOR DE TEMPERATURA con resistencia de platino (Se puede considerar el primer termómetro digital)
Actualidad	Los recientes avances de la tecnología en varias ramas	Se han generado la fabricación de variados tipos de termómetros (incluso infrarrojos) cuyas exactitudes de medición son cada vez más avanzadas.

Tabla 1.1 Breve reseña histórica de los termómetros

1.3 Antecedentes de trabajos previos a la calibración de termómetros

Los primeros termómetros en aparecer en la vida moderna fueron los llamados termómetros de líquido en vidrio de los cuales eran muy comunes en el uso los de líquido de mercurio. El mercurio poseía características cercanas al líquido termométrico ideal (coeficiente de dilatación lineal baja,

como también permanecía en estado líquido en un rango amplio de temperatura que incluía la temperatura ambiente). Por tal motivo, fueron creándose termómetros de mercurio cada vez más exactos y por ende correspondía saber que tan "exactos" eran. Así, la manera mas sencilla de comprobar el valor de exactitud eran "comparándolos" con otros termómetros. Poco a poco la actividad de comparación se modernizó con el correr de los años existiendo documentos tales como los emitidos por el Instituto Nacional de Normas y Tecnología (NIST, *National Institute of Standards and Technology*), llamada entre 1901 y 1988 Oficina Nacional de Normas (NBS, *National Bureau of Standards*) donde se detallan los pasos a seguir en las actividades de comparación.

Fue así que surge el concepto de calibración ligado inherentemente a la actividad de comparación.

Con el avance de los años y de la tecnología los termómetros de líquido en vidrio pasaron a tener dificultades en el uso de otras aplicaciones por lo que era necesario diseñar otros tipos de termómetros de tal manera que, a fines del siglo XIX se crea el primer sensor de resistencia y posteriormente a mediados del siglo XX los termopares. Sin embargo, aún los termómetros de vidrio siguen siendo usados como patrones de referencia en algunos países tales como Cuba que debido al embargo económico de los EE.UU. no pudo cambiar por mucho tiempo sus viejos patrones por otros modernos.

Con la adición de nuevos instrumentos en la medición cotidiana de temperatura también se redactaron guías para su respectiva calibración tales como los publicados por la Organización Internacional de Metrología Legal (OIML, *Organisation Internationale de Métrologie Légale*) y la Asociación Europea de Institutos Nacionales de Metrología (EURAMET, *European Association of National Metrology Institutes*).

Así, al Perú va llegando los nuevos procedimientos traducidos en su momento por el Instituto de Investigación Tecnológica Industrial y de Normas Técnicas (ITINTEC) para luego pasar a ser traducidos por SNM – INDECOPI. Actualmente el procedimiento de referencia desde el año 2000

es el procedimiento TH-001 del CEM de España y recientemente el PC-017 del SNM – INDECOPi cuya última edición fue lanzada en el año 2012.

1.4 Objetivos

1.4.1 Objetivos Generales

El objetivo general de este informe es la elaboración, desarrollo y validación de un procedimiento de calibración de termómetros digitales con resolución mínima de 1 mK de tal manera que se mejore la incertidumbre de la medición asociada a la corrección.

1.4.2 Objetivos Específicos

- a. Utilizar nociones de termometría de resistencia de platino en la determinación del valor de la temperatura convencionalmente verdadera.
- b. Reportar con el instrumental adecuado la menor incertidumbre posible asociada a la corrección del termómetro bajo calibración.
- c. Validar el procedimiento elaborado en comparaciones interlaboratorios de termómetros digitales organizadas por el SNM – INDECOPi.

Capítulo 2

FUNDAMENTO TEÓRICO

2.1 Introducción a la termometría [1]

2.1.1 La Temperatura

La temperatura T es una magnitud física fundamental, estrecha y directamente relacionada con la energía de un sistema físico. Veremos más adelante que dicha relación se establece a través de una constante universal llamada la constante de Boltzmann k .

La temperatura es una variable de estado que está esencialmente relacionada con la forma en que las diversas partículas de un sistema (que comprende a una gran cantidad de ellas en equilibrio estadístico) se distribuyen entre los estados permitidos de energía E_i

2.1.2 La Temperatura y las Estadísticas de Maxwell-Boltzmann, de Fermi-Dirac y Bose-Einstein

En la estadística de Maxwell-Boltzmann, si g_i es la probabilidad de encontrar una partícula en el estado de energía E_i entonces en el equilibrio estadístico, la cantidad de partículas n_i en el estado de energía E_i es:

$$n_i = \frac{N}{Z} g_i e^{-\frac{E_i}{kT}} \dots \text{Ec. (2.1.)}$$

donde N es el número total de partículas del sistema y

$$Z = \sum_i g_i e^{-\frac{E_i}{kT}} \dots \text{Ec. (2.2.)}$$

es la llamada función de partición del sistema

En las estadísticas cuánticas de Fermi-Dirac y Bose-Einstein la temperatura aparece de manera análoga siempre en el factor $e^{-\frac{E_i}{kT}}$

Este concepto de temperatura no está restringido a algún sistema particular más allá de las especificaciones arriba señaladas, de modo que las escalas de temperatura se pueden definir independientemente del sistema específico.

2.1.3 El cero absoluto

Un sistema en el cual todas las partículas ocupan los estados más bajos posibles de energía estaría en la mínima temperatura físicamente alcanzable. A este estado se le llama el Cero Absoluto.

2.1.4 Los termómetros primarios

La distribución de las partículas de un sistema en equilibrio estadístico entre los estados permisibles de energía E_i no son observables directamente. Sólo los fenómenos producidos subsecuentemente, tales como los cambios de volumen de los sólidos o los cambios de presión en los gases, pueden medirse experimentalmente.

Para establecer una ecuación que relacione dichos fenómenos subsecuentes con la temperatura se requiere de un notable conocimiento de la relación entre la

magnitud a medir y la distribución de energía, es decir se requiere de una buena teoría física que la sustente.

Esto se da en pocos casos como por ejemplo en el caso del "gas ideal", es decir de N moléculas de gas que no interactúan entre sí. Según esta teoría si p es la presión del sistema y su volumen es V entonces:

$$pV = NkT \dots \text{Ec. (2.3.)}$$

Los gases reales extremadamente rarificados se comportan como gases ideales. En el límite, cuando la presión tiende a cero la fórmula (2.3) es válida independientemente del tipo de gas.

Otro ejemplo es la radiación (por ejemplo la luz visible o la radiación termica) emitida por un cuerpo negro. Para la relación entre la temperatura T y la radiancia espectral $M_{\lambda S}$, es decir la energía radiada por unidad de superficie en la dirección por unidad de tiempo y por unidad de ángulo sólido, se tiene:

$$M_{\lambda S} = \frac{c_1}{\lambda^5} \frac{1}{e^{\frac{c_2}{\lambda T}} - 1} \dots \text{Ec. (2.4.)}$$

Donde:

$c_1 = 2\pi^5 h^6 c_0^5 / 15$ es la primera constante de radiación

$c_2 = hc_0 / k$ es la segunda constante de radiación

h es la constante de Planck

c_0 es la velocidad de la luz en el vacío

Un tercer ejemplo se tiene en el ruido de Nyquist o ruido de Johnson que se manifiesta en las fluctuaciones estadísticas de tensión eléctrica V alrededor de cero y que aparece cuando se tiene una resistencia eléctrica R que está a la temperatura T. La media cuadrática de V en la banda de frecuencia $\Delta \nu$ alrededor

de la frecuencia ν es:

$$\bar{V}^2 = \frac{4Rh\nu d\nu}{(e^{kT} - 1)} \dots \text{Ec. (2.5.)}$$

Donde h es la constante de Planck

2.1.5 El principio de equipartición de la energía

A temperaturas suficientemente altas como para que kT sea grande respecto al espaciamiento de los niveles de energía asociados con un cierto grado de libertad de las moléculas, la energía molecular media por grado de libertad es $kT/2$.

Por ejemplo el movimiento de traslación de una molécula que puede desplazarse en los tres ejes espaciales X, Y, Z tiene tres grados de libertad por lo que la energía cinética media de las moléculas de gas ideal por ejemplo es:

$$E = 3 \times \frac{1}{2} kT = \frac{3}{2} kT \dots \text{Ec. (2.6.)}$$

La rotación de una molécula diatómica tiene dos grados de libertad por lo que la energía cinética media de rotación de estas moléculas es

$$E = 2 \times \frac{1}{2} kT = kT \dots \text{Ec. (2.7.)}$$

2.1.6 Definición del Kelvin

Hasta aquí el único punto definido de la escala de temperatura es la temperatura del cero absoluto.

Otro sistema esencialmente invariante y que ha demostrado su practicidad por abundantes trabajos experimentales es el sistema físico en el cual coexisten en

equilibrio simultáneamente las tres fases del agua pura con la composición isotópica esencialmente igual a la del agua de mar. Se le llama el Punto Triple del Agua (PTA) y junto con el cero absoluto definen la unidad de temperatura llamada kelvin (con minúscula) y cuyo símbolo es K. Como hemos visto anteriormente, en el Sistema Internacional de Unidades (SI) se define así:

"El kelvin, unidad de temperatura termodinámica, es la fracción $1/273,16$ de la temperatura termodinámica del punto triple del agua "

La temperatura termodinámica T es aquella que está en concordancia con las leyes bien establecidas de la teoría termodinámica (Ley Cero ; Primera Ley; Segunda Ley, etc) y que por lo tanto son coherentes con las teorías físicas aceptadas por la comunidad científica internacional. Son coherentes por ejemplo con las teorías que sustentan las ecuaciones (2.3.) ; (2.4.) y (2.5.) anteriores y por lo tanto, la temperatura T que aparece en dichas ecuaciones es la temperatura termodinámica.

En la definición del kelvin está implícito:

- 1) El concepto del cero absoluto y
- 2) La asignación por definición de la temperatura termodinámica del punto triple del agua igual a 273,16 K exactamente.

2.1.7 La temperatura Celsius

Debido a la forma en que las primeras escala de temperatura fueron definidas, siguiendo la propuesta del astrónomo sueco Ander Celsius hacia 1742, es una práctica común expresar las temperaturas en términos de su diferencia respecto a la temperatura del llamado punto del hielo, es decir el sistema físico en el cual coexisten en equilibrio las fases sólida y líquida del agua pura a la presión atmosférica normal. En la escala termodinámica

la temperatura del punto del hielo es 273,15 K. Una temperatura termodinámica expresada en esta forma es conocida como temperatura Celsius, símbolo t , definida por:

$$t = T - 273,15K \dots \text{Ec. (2.8.)}$$

La unidad de temperatura Celsius es el grado Celsius, símbolo $^{\circ}\text{C}$, el cual es por definición igual en magnitud al kelvin. Una diferencia de temperatura puede expresarse en kelvins o en grados celsius.

2.1.8 La Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT-90)

Desafortunadamente ninguno de los termómetros primarios mencionados es compatible, considerando la incertidumbre de medición, con la aplicación y simplicidad de operación de los bien conocidos termómetro de líquido en vidrio, termómetros de resistencia o termopares. La única excepción serían los pirómetros ópticos en el alcance de altas temperaturas para el cual no hay otra opción.

Para termómetros secundarios sólo es posible escribir expresiones que describen su comportamiento de manera aproximada. La cantidad de fenómenos físicos que ocurren por ejemplo en un termómetro de resistencia hacen poco factible obtener una expresión termodinámica suficientemente exacta para la termometría.

Para la calibración de termómetros secundarios los termómetros primarios son aún demasiado complejos. Además su exactitud es generalmente menor que la reproducibilidad de los termómetros secundarios. Sin embargo con la excepción de algunos experimentos científicos, es más importante para el usuario ser capaz de

reproducir las temperaturas con mayor exactitud que conocer exactamente el valor termodinámico verdadero de la temperatura.

Ya a comienzos de los años 1900 la exactitud y facilidad con que se podían hacer mediciones directas de la temperatura termodinámica por medio de los termómetros primarios estaba bastante por detrás de la exactitud y facilidad con que se podían hacer mediciones por medio de los bien conocidos termómetros de líquido en vidrio y termómetros de resistencia. Se fue haciendo cada vez más urgente unificar las escalas que los ingenieros y científicos usaban en el mundo. Se requería una escala unificada que fuera altamente reproducible, razonablemente fácil de establecer y que diera valores suficientemente cercanos a las temperaturas termodinámicas. Tal escala fue eventualmente establecida por primera vez en 1927 en la séptima Conferencia General de Pesas y Medidas y se le llamó la Escala Internacional de Temperatura de 1927 (ITS-27). Con el paso del tiempo se ha ido mejorando sucesivamente dicha escala y la versión actualmente vigente es la Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT-90) [2].

La EIT-90 define la Temperatura Kelvin Internacional, símbolo T_{90} y la Temperatura Celsius Internacional símbolo t_{90} . La relación entre ambas es la misma como la que existe entre T y t , es decir:

$$t_{90} = T_{90} - 273,15K \dots \text{Ec. (2.9.)}$$

La unidad de la magnitud física T_{90} es el kelvin, símbolo K y la unidad de la magnitud física t_{90} es el grado celsius, símbolo °C como en el caso de las temperaturas T y t .

La EIT-90 se extiende desde 0,65 K hasta la temperatura más elevada que sea posible medir a partir de la ley de Planck para una radiación monocromática.

En cuanto a altas temperaturas, por ejemplo la temperatura en la superficie del sol se estima en 6×10^3 °C y en el centro del sol se estima en $1,5 \times 10^7$ °C.

2.1.9 Los puntos fijos y la EIT-90

La EIT-90 se construye sobre los llamados puntos fijos de definición, es decir sistemas conformados por sustancias de alta pureza coexistiendo simultáneamente en dos o aún en tres de sus fases (puntos dobles y puntos triples respectivamente) de la misma manera que se explicó para el punto triple del agua. Estrictamente un punto fijo se define especificando tantos parámetros como sea necesario para determinar un único estado termodinámico de una sustancia dependiente de la temperatura. Por ejemplo en algunos casos se especifica que la presión debe ser 101,325 kPa.

La EIT-90 especifica los puntos fijos indicando aún el sentido de la transición de fase, es decir si se tratan de puntos de fusión o de solidificación y les asigna valores específicos de temperatura (ver la Tabla 2.1.).

Por ejemplo el punto triple del neón se sitúa en $-248,5939$ °C; el punto triple del mercurio en $-38,8344$ °C ; el punto de fusión del estaño en $231,928$ °C; el punto de fusión del Zinc en $419,527$ °C y el punto de fusión del Oro en $1064,18$ °C.

Número	Temperatura		Substancia ^a	Estado ^b	W, (T90)
	T ₉₀ /K	t ₉₀ /°C			
1	3 a 5	-270,15 a 268,15	He	V	
2	13,8033	-259,3467	e-H ₂	T	0,001 190 07
3	≈17	-256,15	e-H ₂ o He	V(o G)	
4	≈20,3	-252,85	e-H ₂ o He	V(o G)	
5	24,5561	-248,5939	Ne	T	0,008 44974
6	54,3584	-218,7916	O ₂	T	0,091 718 04
7	83,8058	-189,3442	Ar	T	0,215 859 75
8	234,3156	-38,8344	Hg	T	0,844 142 11
9	273,16	0,01	H ₂ O	T	1,000 000 00
10	302,9146	29,7646	Ga	M	1,118 138 89
11	429,7485	156,5985	In	F	1,609 801 85
12	505,078	231,928	Sn	F	1,892 797 68
13	692,677	419,527	Zn	F	2,568 917 30
14	933,473	660,323	Al	F	3,376 00860
15	1234,93	961,78	Ag	F	4,286 420 53
16	1337,33	1064,18	Au	F	
17	1357,77	1084,62	Cu	F	

a Todas las sustancias, excepto el He son de composición isotópica natural. El e-He₂ es hidrógeno en la concentración de equilibrio de las formas moleculares orto y para.

b Para definiciones completas y recomendaciones sobre la realización de estos diversos estados véase la "Supplementary Information for the ITS-90". Los símbolos tienen los siguientes significados: V punto de presión de vapor; T: punto triple (temperatura a la cual las fases sólida, líquida y vapor están en equilibrio); G: punto del termómetro de gas; M, F: punto de fusión, punto de solidificación (temperatura a la cual las fases sólida y líquida están en equilibrio a la presión de 101325 Pa)

Tabla 2.1. Puntos Fijos de Definición de la EIT-90

Asimismo se especifican instrumentos interpoladores entre dichos puntos fijos.

Los instrumentos interpoladores son termómetros de resistencia de platino de características especificadas entre el punto triple del hidrógeno equilibrado en 13,8033 K (= -259,3467 °C) y el punto de fusión de la plata en 961,78 °C . Para temperaturas por debajo del rango del platino se usan termómetros de gas y por encima del rango del platino se usan pirómetros de radiación.

Entre 0,65 K y 5,0 K; T₉₀ se define por medio de las relaciones entre la presión

de vapor de saturación y la temperatura del ^3He y el ^4He . Entre 3,0 K y 24,556 K (punto triple del neón); T_{90} se define mediante el termómetro de gas de helio calibrado en tres puntos fijos y empleando fórmulas de interpolación especificadas.

La EIT-90 comprende rangos y subrangos de temperatura y en cada uno de ellos existe una definición de T_{90} . Varios de estos rangos o subrangos se traslapan, coexistiendo definiciones distintas. Estas definiciones son equivalentes y ninguna es dominante.

En las medidas de alta exactitud pueden aparecer diferencias numéricas perceptibles por este motivo. Similarmente con la misma definición a una temperatura distinta de la de un punto fijo de definición, dos instrumentos de interpolación aceptables pueden dar valores numéricos diferentes. Prácticamente en todos los casos estas diferencias son despreciables y representan el umbral compatible con una escala de razonable complejidad.

La EIT-90 es la más cercana aproximación a los valores numéricos de la temperatura termodinámica T de acuerdo con los mejores estimados en el momento en que fue adoptada. Por comparación con las mediciones directas de T , las mediciones de T_{90} son más fáciles de hacer, son más exactas y son altamente reproducibles.

2.2 Descripción general de un termómetro digital

Los termómetros digitales son dispositivos destinados a usarse en conjunto con determinados tipos de sensores de temperatura: PRTs (acrónimo en inglés de la frase *Platinum Resistance Thermometer*), termistores, termopares, etc. para hacer mediciones directas de temperatura.

Muestran digitalmente en pantalla la temperatura. Normalmente disponen de uno o varios sensores y el equipo de lectura.

Existen una gran variedad debido a la abundancia de fabricantes, quienes los ofrecen con diversas características.

En estos casos es importante seguir las instrucciones que los fabricantes incluyen en sus respectivos manuales. Asimismo allí se especifican sus características metrológicas siendo las más importantes su exactitud, sus alcances, sus resoluciones, sus dependencias con determinadas magnitudes de influencia, etc.

Hay que distinguir que muchas veces la exactitud especificada en el manual se refiere solo al equipo de lectura sin considerar al o a los sensores.

Naturalmente para los sensores de temperatura hay que seguir las recomendaciones que se han señalado antes dependiendo del tipo específico al que pertenezcan.

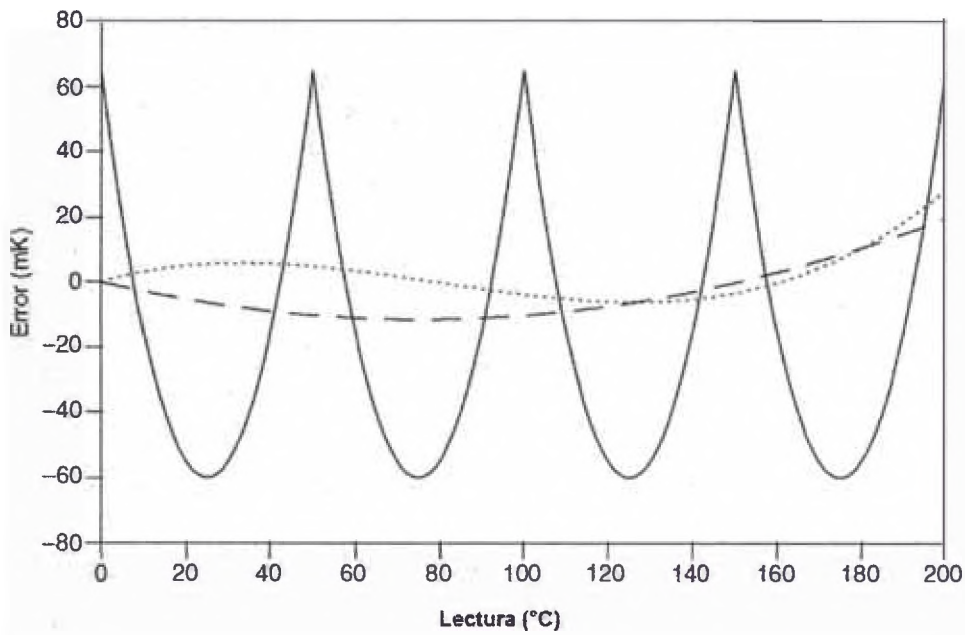
2.3 Principio de operación de un termómetro digital [3]

2.3.1 Indicadores de temperatura

Los indicadores de termómetros digitales de lectura directa tienen características comunes, ya que todos deben linealizar la respuesta del sensor. Por lo general, cada indicador se ajusta para adaptarse a un único sensor.

Hay tres categorías básicas de linealización.

- a) Linealización segmentada:** Los instrumentos de bajo costo a menudo se aproximan a la respuesta del sensor por unos pocas (típicamente de una a cuatro) líneas rectas. Esta fue una de las primeras técnicas y ya no es común en los instrumentos electrónicos. Los únicos casos comunes ahora se producen en todo el rango como por ejemplo en los termómetros de líquido en vidrio de precisión. El error residual de esta técnica tiene una forma bastante irregular que no se presta a la interpolación exacta entre los puntos de calibración (véase Fig 2.1)



Curva sólida: Linealización segmentada produce una curva de error no lisa para que la interpolación entre los puntos de calibración no puede ser válida; Curva a trazos: Linealización analógica coincide con la forma general de la curva a expensas de una curva de error compleja, pero suave; Curva de puntos: los errores residuales de Linealización por microprocesador cambian muy lentamente con la lectura

Figura 2.1. Estrategias de linealización para un termómetro de resistencia de platino.

b) Linealización analógica: La linealización se puede lograr usando una variedad de circuitos electrónicos no lineales, tales como generadores de función, circuitos de resistencia negativa, multiplicadores analógicos y amplificadores logarítmicos para hacer aproximaciones suaves para la respuesta del sensor. Por ejemplo, una aproximación común se basa en la ecuación

$$L(T) = k \frac{R(T) - a}{R(T) - b} \quad \dots \text{Ec. (2.10.)}$$

Donde $R(T)$ es la respuesta del sensor a la temperatura, $L(T)$ es la respuesta linealizada, a , b y k son constantes correspondientes a ajustes de compensación, de linealidad y rango. Esta ecuación se implementa fácilmente utilizando convertidores analógico-

digitales, los cuales se utilizan en el indicador digital. Esta es una opción de bajo costo, moderadamente precisa, y muy adecuada para los rangos de temperatura entre 100 °C a 200 °C. La característica más importante desde el punto de vista de calibración es que, aunque la linealización no es perfecta, la curva del error residual es suave. Esto asegura que la interpolación exacta es práctica entre los puntos de calibración

- c) Linealización por microprocesador:** La linealización por microprocesador es común entre los termómetros electrónicos de mejor calidad. Se utilizan tres enfoques: una tabla de consulta más la interpolación lineal, que es esencialmente el enfoque segmentado pero con varios segmentos; la interpolación a través de puntos de medición, que es a menudo la interpolación de Lagrange; y la aplicación directa de la ecuación de calibración no lineal. Generalmente, las no linealidades residuales son insignificantes. Los errores más grandes tienden a ser debido a las pequeñas salidas (es decir, dentro de la tolerancia) de los sensores por la definición en la correspondiente norma referencial. Para termómetros con una característica de error suave hay cuatro formas básicas de error en las lecturas. El primero, el error de desplazamiento, que es constante para todas las temperaturas, y es similar al cambio del punto de hielo en los termómetros de líquido en vidrio. El segundo error es proporcional a la temperatura y es esencialmente un error de rango o escala. Para estos dos efectos, se espera que el error tome la forma de:

$$\text{Error Lineal} = -A - B \times \text{Lectura}, \dots \text{Ec. (2.11.)}$$

donde A y B son constantes.

Los errores no lineales también se presentan en dos formas. Incluso un orden par de no linealidad provoca una forma de U en la curva de error del termómetro.

El error de orden impar produce una forma de S en la curva de error. En tanto que las no linealidades no son graves, están bien aproximadas por:

$$\text{Error No Lineal} = -C \times (\text{Lectura})^2 - D \times (\text{Lectura})^3 \dots \text{Ec. (2.12.)}$$

donde C y D son coeficientes para los errores de orden par e impar, respectivamente.

Esta ecuación es particularmente apropiada para instrumentos que utilizan técnicas de linealización analógica, los cuales están diseñados para eliminar el comportamiento de segundo orden (termino T^2) a expensas de un tercer orden más pequeño de no linealidad (término en T^3). La ecuación (2.12) describiría los errores residuales T^2 y los errores adicionales T^3 .

Cuando el instrumento se calibra, se espera que la corrección, que se añade a la lectura para compensar un error asumido, tenga la forma

$$\Delta t = A + B \times \text{Lectura} + C \times (\text{Lectura})^2 + D \times (\text{Lectura})^3, \dots \text{Ec. (2.13.)}$$

donde Δt es la corrección de la lectura. Las cuatro constantes se determinan mejor por un ajuste por mínimos cuadrados con los datos obtenidos de la comparación. Una ecuación de esta forma se llama función de desviación del termómetro. La forma de la función de desviación también se puede usar para determinar la salida en los termopares y termómetros de resistencia de las tablas estándares de voltaje o resistencia frente a la temperatura

2.3.2 Sensor de resistencia de platino

Históricamente se ha dado el crédito a Werner Von Siemens de haber fabricado el primer termómetro industrial. Propuso su construcción en su Cátedra Baberian de 1871, y sugirió un algoritmo para la interpolación que constaba de tres términos. Se volvió muy popular en muy poco tiempo, debido, primordialmente, a la fama de su inventor, e igualmente rápido cayó en desuso debido a problemas de estabilidad [4]. Este termómetro consistía de un 1 m de alambre de platino de 0,1 mm de diámetro devanado en un tubo de porcelana encerrado en una camisa de hierro. (Siemens utilizó para sus experimentos, también, elementos sensores

de cerámico impregnados con elementos del grupo del platino).

Un comité de la Asociación Británica para el Avance de la Ciencia determinó que la resistencia del termómetro de Siemens se incrementaba con cada medición, lo que hacía necesario calibrarlo cada vez. El cambio en la resistencia fue tan alto como un 15 % después de que se realizaron diversas mediciones a 900 °C, aduciéndose una alteración química del platino para explicarlo. Pueden ofrecerse otras dos explicaciones para ello: evaporación del alambre de platino que resulta en un decremento en la sección transversal del alambre, y el crecimiento de fronteras intergranulares, lo que afectaría los mecanismos de conducción en esos puntos.

Cerca de 20 años después Callendar y Griffiths propusieron nuevamente el uso de este termómetro en el intervalo de 0 °C a 550 °C, y sugirieron una ecuación cuadrática para el ajuste cuyos puntos fijos eran el punto del hielo, el de vapor y el de ebullición del azufre. Para poder obtener una buena reproducibilidad recomendaron sustituir el soporte de porcelana por una delgada tira de mica. Asimismo insistieron en la necesidad de que la soldadura de los alambres de platino fuese autógena, señalando, al mismo tiempo, la inconveniencia de utilizar materiales de aporte; en la inconveniencia de utilizar tornillos o de retorcer los alambres para hacer uniones; y evitar el uso de conductores de cobre en la zona sometida a calentamiento debido a la alta volatilidad de este metal.

La construcción del termómetro se hace con alambre de platino de alta pureza. El alambre se devana en configuración bifilar, con el propósito de reducir la inductancia. Esto es particularmente útil si se emplean técnicas de corriente alterna en la medida de la resistencia.

a) Construcción del sensor

La mayoría de los fabricantes utilizan, para la fabricación del sensor, alambre "grado de referencia" cuando el coeficiente α será de $3,85 \times 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ o mayor, y el mejor alambre disponible cuando el α deba ser $3,92 \times 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$. Los alambres de conexión pueden ser alambre de platino comercial. Es necesario evitar el uso de otros materiales debido a que pueden generarse juntas termoeléctricas indeseadas en la parte caliente del termómetro.

Típicamente, la resistencia a $0 \text{ }^\circ\text{C}$ de estos instrumentos es de 100, 200 o 500 Ω . El más usado es, con mucho, el de 100 Ω para fabricarlo se utiliza un alambre cuyo diámetro es de 0,025 mm, debido a que, con este alambre, el costo de fabricación (costo del alambre más costo de devanarlo) es mínimo. Puesto que para valores mayores de resistencia es necesario utilizar alambres más delgados, cuyo manejo es más delicado, no hay termómetros construidos con alambre menor de 0,015 mm de diámetro.

Los termómetros industriales están diseñados para proporcionar una gran exactitud en las mediciones en lugares en los que el termómetro estará sujeto a cierto tipo de vibraciones o estará expuesto a golpes mecánicos que impiden el uso de termómetros patrón. Así, al diseñar el soporte para el sensor debe tomarse en cuenta la solidez del instrumento, por un lado, y por el otro debe permitirse una relativa libertad al alambre para que se expanda y se contraiga sin que se induzcan tensiones o contactos entre las vueltas del devanado.



Figura 2.2. Diseño Curtis

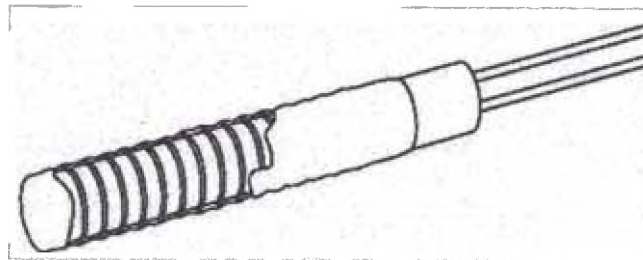


Figura 2.3. Diseño Sostmann

El diseño más común, concebido por Curtis [4], consiste de un soporte de un tubo aislante de cerámica provisto de cuatro barrenos longitudinales. En dos de esos barrenos se acomodarán dos bobinas de alambre muy delgado y en los otros dos se colocarán los alambres de conexión. Las bobinas se sueldan en uno de los extremos y por el otro se unen a los alambres de conexión. Manteniendo el tubo horizontal se introduce una cantidad suficiente de pegamento como para que la mitad inferior de cada una de las bobinas quede sumergida en el mismo. En algunas ocasiones los barrenos se llenan con polvo de alúmina más o menos compactado dependiendo del tipo de aplicación al que se destinará el termómetro.

Un diseño utilizado por Sostmann [5] requiere que el alambre de platino sea cubierto con una capa de barniz y, una vez seco este, devanado sobre una barra de alúmina. Posteriormente el sistema completo es cubierto con cerámica que será secada y homeada. Finalmente se hace un recocado del alambre para evaporar el barniz. De esta manera el alambre queda libre dentro de un túnel helicoidal cuyo diámetro es un poco mayor que el del alambre. Puesto que la expansión térmica del alambre es mayor que la de la cerámica, es necesario ajustar el alambre realizando varios ciclos de temperatura ambiente a temperatura de nitrógeno líquido, y encogerlo a una temperatura superior a la máxima de uso.

En el primero de estos diseños (el debido a Curtis), el fabricante tiene la posibilidad de, eligiendo que fracción de las espiras quedará sumergida en el pegamento, determinar si el termómetro tendrá una gran estabilidad térmica (una pequeña fracción de las espiras dentro

del pegamento), o una gran estabilidad mecánica (una gran fracción sumergida).

Aunque es común encontrar termómetros hechos en base a técnicas de películas gruesas y delgadas, la máxima temperatura que estos pueden soportar es menor (alrededor de 500 °C) que la que soportan los termómetros recién descritos.

La reproducibilidad de un termómetro de resistencia de platino industrial (TRPI), es decir, en este contexto, su estabilidad a corto plazo, depende, sobre todo, del intervalo de temperaturas sobre el cual se hace operar [4,6]. Para termómetros que cubran el intervalo más amplio posible y que sean usados a temperaturas superiores a 600 °C, pueden alcanzarse las tolerancias especificadas por la IEC. Para termómetros utilizados en un intervalo mucho más restringido, la reproducibilidad puede ser mucho mejor: si no se excede la temperatura de 250 °C, puede esperarse una reproducibilidad de cerca de 5 mK para ciertos termómetros (del tipo diseñado por Curtis). Si la máxima temperatura de operación está en el intervalo entre 25 °C y 150 °C, puede esperarse una reproducibilidad tan buena como 2 mK en ciertos termómetros del tipo antes mencionado. Generalmente es necesario un periodo de envejecimiento, a veces de hasta una semana, a 150 °C, para que puedan alcanzarse tales reproducibilidades

Prácticamente todos los diseños de termómetros industriales muestran histéresis en la resistencia ante ciclos térmicos. Hay dos razones para esta histéresis: la primera es la tensión mecánica que se genera por la diferencia en expansión térmica entre el alambre de platino y el substrato sobre el cual está más o menos sujeto; la segunda es la fuga eléctrica que se produce por la humedad en el aislamiento en aquellos termómetros que no están herméticamente cerrados.

La primera es posiblemente la causa más importante en termómetros calentados hasta 100 °C [7]. Por otro lado, para termómetros calentados a temperaturas superiores la segunda es la causa más probable [8].

Es común que durante la construcción y la operación de los termómetros de resistencia de platino (TRP) se generen esfuerzos mecánicos en el sensor, estos esfuerzos afectan la reproducibilidad del instrumento. Los esfuerzos mecánicos se relajan vía el tratamiento térmico de recocido.

Se emplean alambres de extensión para conectar el sensor y, para obtener la máxima exactitud en la medición, se hace uso de la técnica de cuatro hilos (aunque es posible encontrar termómetros con dos, y tres terminales). Los sellos platino-vidrio son usados para garantizar su hermeticidad. Externamente, en la cabeza de termómetro se sueldan alambres de extensión de cobre, los cuales se aseguran mecánicamente a la cabeza. En caso de medidas de corriente directa se deben usar cables blindados, en caso de corriente alterna basta con aislamiento de teflón o polietileno.

b) Calidad de los termómetros de resistencia de platino

Los TRP se fabrican en varios modelos, sus características de comportamiento varían de un fabricante a otro, dependen de su diseño, pureza del platino como sensor, tratamiento térmico, esfuerzos mecánicos, etcétera. Es así que se puede encontrar tolerancias de operación que van de 0,1 °C a 2,0 °C. Estas tolerancias no son útiles para la mayoría de los trabajos de metrología, pero para muchas aplicaciones industriales sí lo son. Existen también algunos diseños que alcanzan exactitudes nominales de 25 mK, en todo su intervalo de operación o de 10 mK, en intervalos restringidos.

Se puede argumentar a favor o en contra de la estabilidad y reproducibilidad de algunos diseños, pero en la mayoría de los casos es sólo la determinación experimental la que indicará el intervalo seguro de operación de cada sensor.

Quizá un diseño que con el tiempo va a tener mayor demanda es la tecnología de películas gruesas, en la cual pistas de tinta de platino son depositadas en sustratos de cerámica. Los tipos son variados y presentan mejor estabilidad ante golpes que los de sensor formado de

alambre de platino, sin embargo el problema principal son los esfuerzos generados por las diferencias de dilatación térmica entre el platino y los sustratos.

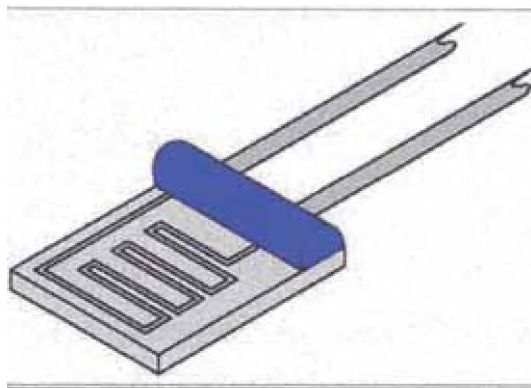


Figura 2.4. Sensor de película

Si el sensor de este tipo ha de ser usado como instrumento de referencia es importante que se pruebe su estabilidad tanto en el tiempo como en ciclos térmicos. Existen en la literatura resultados de experimentos de estabilidad en ciclos térmicos con temperaturas extremas dentro $-200\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $230\text{ }^{\circ}\text{C}$, en los que se encuentran diferencias entre 15 y 50 mK en el punto triple del agua. Un TRPI puede dar lecturas térmicas según la historia térmica que ha tenido, esto es, dependiendo si se aproxima a una temperatura dada por el lado de las temperaturas más altas o más bajas. Se han observado discrepancias de hasta 0,6 K en ciclos entre $-200\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ [9].

Ahora bien, los esfuerzos se generan en los sensores de los TRPI cuando se llevan a bajas temperaturas y estos son relajados para trabajarlos a alta temperatura, entonces una práctica recomendable es generar los esfuerzos mecánicos si el termómetro va a ser usado a temperaturas por debajo de $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ o, recocerlo si se va a emplear a temperaturas mayores a $0\text{ }^{\circ}\text{C}$. En ambos casos la temperatura de preparación debe de ser menor que la mínima de operación, en el primer caso y mayor que la máxima de operación en el segundo caso.

También se ha observado que el sello de los sensores de los TRPI no es de buena calidad y es frecuente que se admita humedad. La presencia de agua cerca del alambre de platino provoca resistencia de fugas variables, que sólo pueden ser detectadas y medidas si se tiene un buen sistema de aseguramiento de mediciones.

c) Especificaciones de fabricación

Los Termómetros de Resistencia de Platino Patrón (TRPP) son considerados como instrumentos individuales cuyas características son completa y adecuadamente descritos por constantes de calibración individuales y las tablas de interpolación correspondientes. Por otro lado, los TRPI no son considerados sensores individuales sino miembros de un grupo cuyo desempeño se acota por ciertos límites.

Debe recordarse que, por el tipo de trabajo al que se dedican, una de las características importantes de los TRPP debe ser su intercambiabilidad, de tal manera que el reemplazo de los sensores pueda realizarse en el campo sin necesidad de recalibrar los sistemas o los procesos.

Históricamente el uso de este tipo de sensores se generalizó en Europa a principios de este siglo. Puesto que la técnica para la purificación y la extrusión del platino era, en aquellos tiempos, bastante defectuosa, se estableció un valor para el coeficiente de temperatura (α) de $3,85 \times 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$. A mediados de la década de los 50, luego de una importante emigración de técnicos y científicos europeos hacia los Estados Unidos, la industria en este país comenzó a sustituir los termopares por TRPI en muchos de sus procesos. Estos TRPI fueron hechos a partir del mejor alambre que pudo obtenerse, el cual permitía obtener valores para α de $3,915 \times 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$, que se convirtió en la norma estadounidense. Posteriormente varias organizaciones internacionales han publicado especificaciones y tolerancias para los TRPI, así como tablas que relacionan la temperatura con la resistencia eléctrica. Algunos de estos criterios se dan en la tabla 2.2

Norma Int.	IEC-751(1992)	ASTM E1137-95	DIN 43760	JEMIMA
R(0 °C)/Ω	100	100	100	100
Clase A	± 0,06	± 0,05	± 0,06	± 0,03
Clase B	+ 0,12	± 0,10	± 0,12	± 0,5
α / °C⁻¹	0,00385	0,00385	0,00385	0,003916
Clase A	± 0,000 013	± 0,000 013	± 0,000 013	± 0,000 013
Clase B	± 0,000 030	± 0,000 030	± 0,000 030	± 0,000 030
Intervalo/°C				
Clase A	-200 a 650			
Clase B	-200 a 850	-200 a 650	-200 a 850	-200 a 600
Coeficientes				
A / °C ⁻¹	3,9083 x 10 ⁻³	3,9083 x 10 ⁻³	3,908 x 10 ⁻³	3,974 x 10 ⁻³
B / °C ⁻²	-5,775 x 10 ⁻⁷	-5,775 x 10 ⁻⁷	-5,801 x 10 ⁻⁷	-5,8775 x 10 ⁻⁷
C / °C ⁻⁴	-4,183 x 10 ⁻¹²	-4,183 x 10 ⁻¹²	-4,2735 x 10 ⁻¹²	-4,4813 x 10 ⁻¹²

Tabla 2.2. Clases y tolerancias de algunos TRPs

La existencia de tantas normas resulta en confusiones que pueden llegar a ser costosas tanto desde el punto de vista de la instrumentación como de la calidad de los productos. Existe, en la actualidad, mucho interés por homologar criterios que permitan un intercambio comercial más expedito. La Comunidad Europea, por ejemplo, está interesada en establecer una norma con carácter europeo que sustituiría a las múltiples (DIN, BS, etc.) que actualmente coexisten en ese continente.

Las Clase A y B se refieren a la exactitud de las tolerancias. A es más estricta que B.

Por ejemplo la norma ASTM E1137-87 asigna las siguientes tolerancias en temperatura para éstas dos clases:

$$\text{Clase A : } \pm(0,13 \text{ °C} + 0,0017 t)$$

$$\text{Clase B : } \pm(0,25 \text{ °C} + 0,0042 t)$$

donde t es la temperatura en °C sin signo.

Tipo I implica $\alpha = 3,85 \times 10^{-3} \text{ °C}^{-1}$ y

Tipo II $\alpha = 3,91 \times 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$

d) Ecuaciones de interpolación

La EIT-90, a través de la reproducción de puntos fijos, asegura que las mediciones de temperatura que se realicen en cualquier parte del mundo sean consistentes dentro de los límites propios de la misma escala. El problema práctico a resolver ahora es cómo transferir esta exactitud a las medidas cotidianas de temperatura.

La forma práctica que se ha hallado para resolver este problema es calcular las diferencias de un método o escala de uso común, como la ecuación de Callendar-Van Dusen, con la escala internacional, con discrepancias máximas de 15 mK, en el intervalo $-200 \text{ }^\circ\text{C}$ a $850 \text{ }^\circ\text{C}$; la ecuación básica para el cálculo es:

$$\frac{R_t}{R_0} = 1 + At + Bt^2 + C(t - 100)t^3 \dots \text{ Ec. (2.14.)}$$

donde:

R_t = Resistencia en Ω del termómetro a temperatura $t \text{ }^\circ\text{C}$.

R_0 = Resistencia en Ω del termómetro a $0 \text{ }^\circ\text{C}$.

Para la calidad de platino comúnmente usado para TRPI los valores de las constantes en esta ecuación son:

$$A = 3,9083 \times 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$$

$$B = -5,775 \times 10^{-7} \text{ }^\circ\text{C}^{-2}$$

$$C = -4,183 \times 10^{-12} \text{ } ^\circ\text{C}^{-4}$$

También se propone para estos tipos de termómetros un coeficiente de temperatura α , definido como:

$$\alpha = \frac{R_{100} - R_h}{R_h 100^\circ\text{C}} \dots \text{Ec. (2.15.)}$$

Es posible ajustar otros tipos de ecuaciones, por ejemplo ajustar un polinomio simple de segundo o cuarto grado es frecuentemente una buena aproximación dependiendo del intervalo y puntos de calibración. Es posible obtener exactitudes dentro de 20 mK con una ecuación cuadrática ajustada a 5 puntos en el intervalo de $-50 \text{ } ^\circ\text{C}$ a $200 \text{ } ^\circ\text{C}$, por ejemplo:

$$\frac{R_t}{R_h} = 1 + At + Bt^2 + Ct^3 \dots \text{Ec. (2.16.)}$$

ajustada a 87 TRPI de construcción convencional, calibrados en el intervalo de $0 \text{ } ^\circ\text{C}$ a $250 \text{ } ^\circ\text{C}$, se interpolaba con una exactitud de 10 mK; sin embargo para TRPI de película delgada, la incertidumbre fue de 35 mK.

Actualmente los fabricantes de termómetros de resistencia de platino están sacando al mercado termómetros de mejor calidad que los TRPI, llamándolos Termómetros de Resistencia de Platino Secundario (TRPS). Aunque estos termómetros no cumplen totalmente las características de un instrumento tal como lo define la EIT-90 se pueden usar las Ecuaciones de Referencia de la EIT-90, para obtener mejores resultados que si se usara la Ecuación de Callendar Van Dusen para la interpolación.

e) Interpretación de un certificado de calibración de una termorresistencia de platino [10]

1. Elementos de un certificado de calibración.

El certificado consta de una carátula con la información que relaciona unívocamente al instrumento con el certificado. En su interior se identifican la termorresistencia de platino (TRP) y el sistema de medición.

Así mismo, se declara la concordancia de las mediciones conforme a la Escala Internacional de Temperatura 1990 (EIT-90), los puntos de temperatura utilizados, sus temperaturas en °C. Se expresa el valor de resistencia aparente de la termorresistencia medido en el punto triple del agua (PTA) y las constantes de calibración (a, b, c y d) para la función de desviación en cada subintervalo de calibración.

2. Proceso de calibración

En la práctica existen dos casos para realizar la calibración de una TRP: a) El cliente envía la TRP y el lector de resistencia en conjunto para calibrarse. b) Sólo envía la TRP, en este caso el sistema de medición de resistencia pertenece al SNM- INDECOPI. La selección de los puntos fijos en donde se realizarán mediciones para calibrar la TRP los determina la EIT-90. Ver tabla 2.3.

Subintervalo (°C)	Puntos fijos de calibración	Función de desviación
-38,8344 a 29,7646	PT Hg a PF Ga	$\Delta W = a_n(W - 1) + b_n(W - 1)^2$
0 a 29,7646	PTA y PF Ga	$\Delta W = a_p(W - 1)$
0 a 156,5985	PTA y PS In	$\Delta W = a_p(W - 1)$
0 a 231,928	PTA, PS In y Sn	$\Delta W = a_p(W - 1) + b_p(W - 1)^2$
0 a 419,527	PTA, PS Sn y Zn	$\Delta W = a_p(W - 1) + b_p(W - 1)^2$
0 a 660,323	PTA, PS Sn, Zn, y Al	$\Delta W = a_p(W - 1) + b_p(W - 1)^2 + c_p(W - 1)^3$

PTA punto triple de agua; PT: punto triple (temperatura a la cual las fases sólida, líquida y vapor están en equilibrio); PS: punto de solidificación (temperatura a la cual las fases sólida y líquida están en equilibrio a la presión de 101,325 kPa)

Tabla 2.3. Subintervalos de la EIT-90

El desarrollo experimental se inicia al someter a la TRP a un ciclo térmico entre el PTA y el punto fijo superior del intervalo de calibración. Si la TRP es estable, entonces se procede a calibrar al medir la resistencia en orden descendente hasta completar los puntos de calibración. Se finaliza el desarrollo experimental al medir el valor del PTA. Una vez obtenidos

los valores experimentales de resistencia se determinan los valores de las constantes de la función de desviación y se estima la incertidumbre.

3. La función W

La función W representa el comportamiento normalizado de una TRP a lo largo de su intervalo de operación, respecto a la resistencia que tiene en el PTA. R_t es la resistencia que presenta en cualquier temperatura t y R_0 es la resistencia en el PTA.

Por definición:
$$W = \frac{R_t}{R_0} \dots \text{Ec. (2.17.)}$$

La función W tiene características importantes, entre ellas: a) Todas las funciones W de cualquier termómetro pasan por la unidad en el PTA; b) es adimensional; c) al normalizar el valor de la resistencia no importa qué valor R_0 tenga la TRP, 10,100 o 25 ohms, se mantiene la forma de la función que sigue; d) presupone que, dadas las características de la TRP de platino, las tensiones mecánicas y térmicas son factores multiplicativos a la resistencia y del mismo valor en todo el intervalo de operación de estos sensores. Estos factores se ven anulados al dividir el valor de R_t entre R_0 ; e) al trabajar en términos de W se da una mayor estabilidad a la calibración.

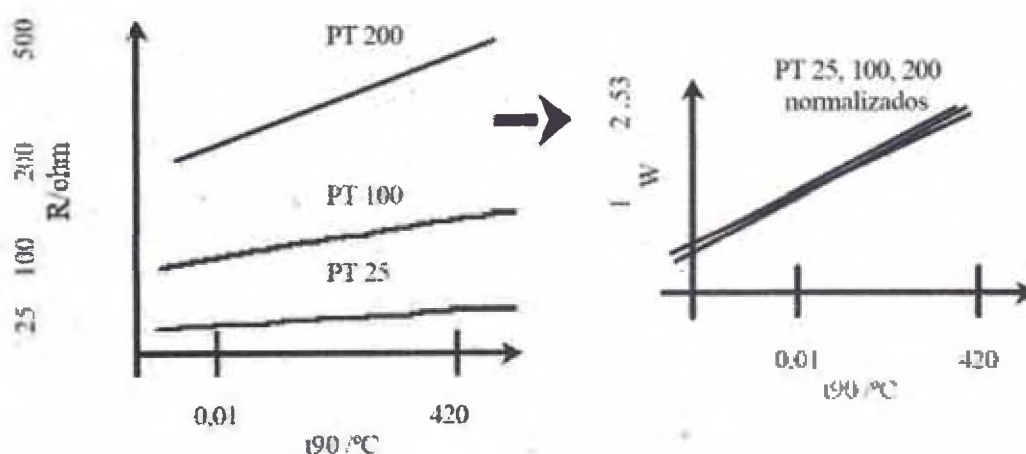


Figura 2.5. Normalización de un TRP

En la figura 2.5 se ilustran termorresistencias de platino con diferentes resistencias nominales a 0 °C y el efecto de normalizarlos por medio de W .

4. La función de referencia W_r

La función de referencia (W_r) representa el comportamiento de un conjunto de termorresistencias de platino consideradas como las "representativas" de lo que se puede obtener de este tipo de sensores. Fue establecida al ajustar al comportamiento (en términos de W) de las termorresistencias "representativas" con el polinomio de la ecuación 2.18 para temperaturas superiores a 0 °C y para las inferiores con el de la ecuación 2.19. En otras palabras, es la línea base sobre la cual se comparará cualquier otro TRP. Los valores de A_i y C_i aparecen en el texto de la EIT-90.

$$W_r(T_{90}) = C_0 + \sum_{i=1}^9 C_i \left[\frac{T_{90} / K - 745,15}{481} \right]^i \dots \text{Ec. (2.18.)}$$

$$\ln [W_r(T_{90})] = A_0 + \sum_{i=1}^{12} A_i \left[\frac{\ln(T_{90} / 273,16K) + 1,5}{1,5} \right]^i \dots \text{Ec. (2.19.)}$$

5. La función de desviación

La comparación del comportamiento de una TRP de platino "cualquiera" contra W_r da lugar a la función de desviación definida como:

$$\Delta W = W - W_r \dots \text{Ec. (2.20.)}$$

Es decir, nos indica qué tan alejado está la TRP "cualquiera" de los puntos que definen las TRP de platino "representativas". (figura 2.6).

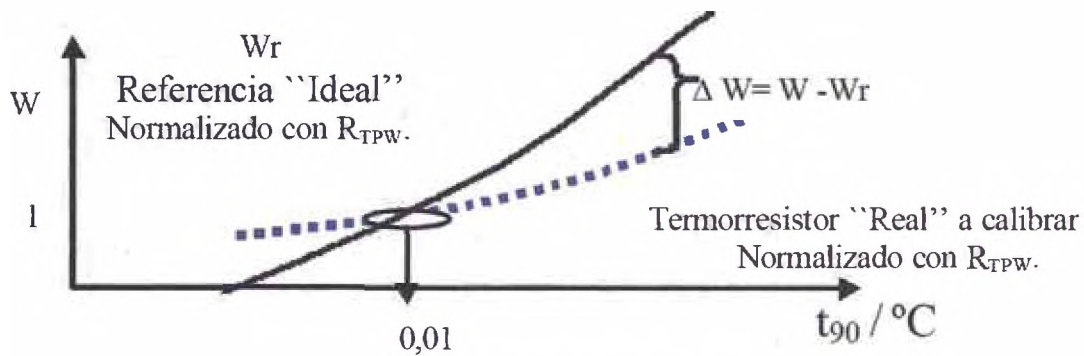


Figura 2.6. Función de desviación

Los valores experimentales del calibrando expresados en términos de W en un certificado (ver figura 2.7), permiten obtener las diferencias respecto al valor de la función de referencia W_r en los puntos de calibración. A estas diferencias les colocaremos un polinomio definido para cada subintervalo en que realicemos la calibración (Tabla 2.3.). El polinomio se usa para interpolar a cualquier valor de temperatura.

6. Uso de la información del certificado

Las constantes de la función de desviación

Al contar con los valores experimentales de R_0 y R_t se calcula W y con las constantes de la función de desviación del certificado se tiene varios caminos para calcular la temperatura t , tales como:

- Programar el lector de resistencia.
- Utilizar la tabla de W vs t del certificado.
- Calcular W_r ($W_r = W - \Delta W$) y usar la tabla de W_r vs t .
- Calcular W_r ($W_r = W - \Delta W$) y usar la función inversa propuesta en la EIT-90.

De los caminos anteriores se derivan las siguientes preguntas: ¿Cómo programar el instrumento lector? ¿Cómo convertir el valor de W a t vía la tabla de W ? ¿Cómo convertir el

valor de W a t vía la tabla de W_r ? ¿Cómo convertir el valor de W a t vía la función inversa de la EIT-90?

Para los usuarios de TRP con lector programable, en términos de la EIT-90, las constantes que se declaran en el certificado se programan en el instrumento. Sin embargo, tienen el inconveniente de funcionar como cajas negras. Se considera que la forma más conveniente de realizar mediciones de temperatura de la más alta calidad, en forma transparente y económica, con TRPs es la de trabajar con valores de resistencia y utilizar una hoja de cálculo con la función inversa o las tablas de W y W_r .

El lector de resistencia eléctrica debe realizar la medición a 4 hilos y al menos contar con una estabilidad y división mínima de $\pm 1 \text{ m}\Omega$ en el intervalo de $80 \text{ }^\circ\text{C}$ a $260 \text{ }^\circ\text{C}$ para que al usar un PT 100 (termorresistencia de platino de 100Ω nominales en el punto de hielo) exista la posibilidad de realizar mediciones de temperatura con una resolución mejor que $0,01 \text{ }^\circ\text{C}$ en el intervalo de $-38 \text{ }^\circ\text{C}$ a $420 \text{ }^\circ\text{C}$.

Resultados de Medición

Temperatura Valor Nominal ($^\circ\text{C}$)	Resistencia (Ohms)	Incertidumbre (mK)
-29,956	88,1081	15,3
-15,046	93,9997	24,3
0,010	99,9048	7,9
30,267	111,6862	13,1
60,195	130,8901	17,7
149,960	157,2273	35,7
200,031	175,7904	30,9
280,067	204,9341	46,1
0,010	99,9050	7,9

a	b	Intervalo de Temperatura
-1,78127E-02	-7,33544E-03	-30 $^\circ\text{C}$ a 30 $^\circ\text{C}$
-1,65184E-02	-3,52483E-04	0 $^\circ\text{C}$ a 260 $^\circ\text{C}$

El intervalo de temperatura cubierto es de $-30 \text{ }^\circ\text{C}$ a $260 \text{ }^\circ\text{C}$. La temperatura de referencia (t ($^\circ\text{C}$)) fue relacionada a la resistencia medida del objeto en calibración mediante la relación

$$W - W_r = a(W - 1) + b(W - 1)^2 \quad (1)$$

Donde:
 $W = R_t / R_{0,01}$




Figura 2.7. Fragmento de un certificado de calibración

A0	-2,135 347 29	B0	0,183 324 722
A1	3,183 247 20	B1	0,240 975 303
A2	-1,801 435 97	B2	0,209 108 771
A3	0,717 272 04	B3	0,190 439 972
A4	0,503 440 27	B4	0,142 648 498
A5	-0,618 993 95	B5	0,077 993 465
A6	-0,053 323 22	B6	0,012 475 611
A7	0,280 213 62	B7	-0,032 267 127
A8	0,107 152 24	B8	-0,075 291 522
A9	-0,293 028 65	B9	-0,056 470 670
A10	0,044 598 72	B10	0,076 201 285
A11	0,118 686 32	B11	0,123 893 204
A12	-0,052 481 34	B12	-0,029 201 193
		B13	-0,091 173 542
		B14	0,001 317 696
		B15	0,026 025 526
C0	2,781 572 54	D0	439,932 854
C1	1,646 509 16	D1	472,418 020
C2	-0,137 143 90	D2	37,684 494
C3	-0,006 497 67	D3	7,472 018
C4	-0,002 344 44	D4	2,920 828
C5	0,005 118 68	D5	0,005 184
C6	0,001 879 82	D6	-0,963 864
C7	-0,002 044 72	D7	-0,188 732
C8	-0,000 461 22	D8	0,191 203
C9	0,000 457 24	D9	0,049 025

Tabla 2.4. Valores de las constantes A0, Ai, B0, Bi, C0, Ci, D0, Di, de las funciones de referencia

¿Cómo usar las tablas del certificado y la función inversa?

Usar las constantes de la función de desviación y una hoja de cálculo (o una calculadora programable).

La función inversa $T(W_r)$ se aproxima para temperaturas por arriba de 0 °C por la ecuación 2.21 y para temperaturas por debajo de 0°C por la ecuación 2.22.

$$T_{90} / K - 273,15 = D_0 + \sum_{i=1}^9 D_i \left[\frac{W_r(T_{90}) - 2,64}{1,64} \right]^i \dots \text{Ec. (2.21)}$$

$$T_{90} / 273,15K = B_0 + \sum_{i=1}^{15} B_i \left[\frac{W_r (T_{90})^{\frac{1}{6}} - 0,65}{0,35} \right]^i \dots \text{Ec. (2.22)}$$

1. Con el valor de resistencia (R_0) a medir en una celda de PTA o con el valor corregido de la medición en un baño de hielo al recibir el certificado y R_t calcular W .

R_0 medido localmente = 99,904

R_t registrado en bitácora = 119,177

Según Ec. 2.17 $W=1,1929140$

2. Sustituir los valores de a_p y b_p y W en la ecuación de la función de desviación y encontrar el valor de W_r .

$$\Delta W = a_p(W - 1) + b_p(W - 1)^2 \text{ entonces } W_r=1,1964996$$

3. La Ec 2.21 (para $t > 0^\circ\text{C}$) puede escribirse como:

$$t_x = D_0 + ta \times D_1 + ta^2 \times D_2 + ta^3 \times D_3 + ta^4 \times D_4 + ta^5 \times D_5 + ta^6 \times D_6 + ta^7 \times D_7 + ta^8 \times D_8 + ta^{10} \times D_{10}$$

$$\text{Donde: } ta = \frac{W_r - 2,64}{1,64}$$

Los valores de cada una de las constantes D_0 hasta D_9 están definidos en el tabla 2.4.

Para el caso de temperaturas por debajo de 0°C podemos escribir la ec. 2.22 como:

$$t_x = \left[B_0 + B_1 \times tb + B_2 \times tb^2 + B_3 \times tb^3 + B_4 \times tb^4 + B_5 \times tb^5 + B_6 \times tb^6 + B_7 \times tb^7 + B_8 \times tb^8 + B_9 \times tb^9 + B_{10} \times tb^{10} + B_{11} \times tb^{11} + B_{12} \times tb^{12} + B_{13} \times tb^{13} + B_{14} \times tb^{14} + B_{15} \times tb^{15} \right] \times 273,16 - 273,15$$

$$\text{Dónde: } tb = \frac{W_r^{\frac{1}{6}} - 0,65}{0,35}$$

Los valores de cada una de las constantes B_0 hasta B_{15} están definidos en la tabla 2.4.

2.4 Validación de Métodos [11]

Conforme a la norma ISO/IEC 17025:2005 los métodos normalizados que son usados fuera de su alcance, o que hayan sido modificados, así como los métodos no-normalizados, diseñados o desarrollados por un laboratorio de calibración o ensayo deberán ser validados. Cuando el método usado sea normalizado y sea aplicado sin modificación alguna dentro de su alcance, el laboratorio deberá confirmar que puede operar el método. Para el caso de la validación de un método, se requiere considerar aspectos como el propósito y alcance del método, descripción general, evaluación y conclusiones, los cuales son tomados en cuenta en la propuesta presentada, donde el aspecto de evaluación del método será el centro del documento, el cual mostrará la manera en que técnicamente se demuestra que el método se ajusta al propósito perseguido.

2.4.1 Discusión sobre Técnicas de Validación

Un método de medición es una secuencia lógica de las operaciones, descritas de manera genérica, utilizadas en la ejecución de las mediciones. Para determinar el desempeño de un método se requiere emplear una técnica de validación. La nota 2 del apartado 5.4.5.2 de la norma 17025 indica 5 técnicas usadas para validar métodos. Estas técnicas no forman parte de la norma 17025 en virtud de que se localizan en una nota de la misma, de forma que de ninguna manera son mandatorias ni exclusivas, sin embargo sirven como una guía inicial para llevar a cabo la validación de métodos. A continuación se enumeran las técnicas señaladas por la norma.

a) Calibración usando patrones de referencia o materiales de referencia.

El uso de patrones de referencia constituye el mejor punto de partida para llevar a cabo una calibración, pero esta acción no contribuye a definir la validez del método. Por el contrario, si el resultado de la calibración es comparado con un patrón o material de referencia y existe coincidencia, entonces la validación del método puede lograrse.

b) Comparación de resultados alcanzados con otros métodos.

Cuando los resultados de dos (o más) métodos coinciden, considerando su incertidumbre y usando patrones de referencia, se demuestra que los principios teóricos y desempeño individual son consistentes entre sí, de modo que prácticamente se garantiza la validez de los métodos comparados.

c) Comparaciones entre laboratorios.

De manera similar al caso anterior, cuando los resultados de varios laboratorios coinciden, considerando su incertidumbre, y éstos fueron obtenidos por medio de métodos distintos usando patrones de referencia, la validez de los métodos queda prácticamente garantizada. Sin embargo, si los resultados fueron obtenidos con un método común la garantía de validez podría ser limitada.

d) Evaluación sistemática de los factores que tienen influencia en los resultados.

Un método desarrollado incorrectamente puede tener errores sistemáticos que pueden causar en el resultado un efecto mayor al producido por los factores de influencia evaluados. Por ello, la garantía de esta técnica para validar un método es limitada.

e) Evaluación de la incertidumbre de los resultados con base en el conocimiento científico de los principios teóricos del método y de la experiencia práctica.

En muchas ocasiones, principalmente en laboratorios nacionales, el desarrollo de métodos alternos para validar métodos resulta ser muy caro y complicado. Adicionalmente, la comparación entre laboratorios no siempre es posible debido a la disponibilidad de patrones viajeros adecuados, altos costos y logística de transporte en muchos casos. Por ello, la validación de métodos se respalda mediante esta técnica, empleando exhaustivamente argumentos científicos ampliamente descritos y desarrollados, análisis de resultados de experimentos, evaluaciones, caracterizaciones y, en general, datos que permitan determinar la validez del método. La garantía que ofrece esta técnica resulta ser limitada, pues los posibles errores sistemáticos del método

pueden no estar considerados en la evaluación de incertidumbre. Esta técnica no es exclusiva de laboratorios nacionales, pero requiere una profunda y exhaustiva documentación.

Capítulo 3

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Para el desarrollo de un procedimiento de calibración de termómetros digitales usados como patrones de referencia se comenzó definiendo el mensurando.

Definido el mensurando se planteo el modelo de medición considerando las variables de influencia de varias fuentes que puedan ser medidas y registradas. Se escogió el método de calibración adecuado luego de conocer la forma del mensurando.

3.1 Definición del mensurando

El *mensurando* corresponde a la corrección de indicación del termómetro para cada uno de los puntos de calibración. Esto es la diferencia entre la indicación del termómetro y la temperatura convencionalmente verdadera, esta diferencia tiene signo. Una corrección positiva implica que el equipo está midiendo por debajo del valor convencionalmente verdadero, una corrección negativa implica que la medición es mayor al valor verdadero.

3.2 Modelo de medición

Físicamente un modelo consiste en un conjunto de suposiciones sobre el propio mensurando y las variables físicas relevantes en la medición. Una medición, desde el punto de vista físico, por simple que sea, tiene asociado un modelo que solo se aproxima al proceso real.

La corrección aplicada a la indicación del termómetro a calibrar en cada uno de los puntos de calibración se define como:

$$C = T_{90} - t_x \dots \text{Ec. (3.1)}$$

Donde:

T_{90} : Temperatura Kelvin Internacional definida por la EIT-90.

t_x : Temperatura indicada por el termómetro sometido a calibración

3.3 Método de calibración

El primer paso para desarrollar un método de calibración es conocer de forma general el instrumento por calibrar. De esta forma es posible tener una mejor comprensión de la medición a la luz de la forma en que el equipo a calibrar opera. Para este caso particular, el equipo sujeto a calibración es un termómetro digital con sensor tipo resistencia de platino o termistor con una resolución de 0,01 °C.

La calibración se realiza por un método directo en el que se compara la lectura del termómetro bajo calibración contra el promedio de las lecturas de resistencia en sentido positivo y negativo dadas por las termorresistencias y transformadas a temperatura a través de la función inversa correspondiente.

La corrección se determina a partir de la diferencia entre el valor calculado de la temperatura convencionalmente verdadera (TCV) obtenida con el sistema de medición menos el promedio de las lecturas del termómetro bajo calibración.

Para atender este método desde el punto de vista instrumental se necesitan básicamente tres equipos: el primero es un miliohmímetro con capacidad para medir la resistencia de los sensores patrones o termorresistencias con resolución mínima de 1 mΩ, segundo dos termorresistencias de

platino calibradas individualmente y tercero baños termostáticos de temperatura controlada caracterizados en estabilidad y uniformidad.

Las dos termorresistencias y el miliohmímetro deben estar sujetos a control metrológico. El control metrológico es más exigente en las termorresistencias realizándose periódicamente en una celda de punto triple de agua (PTA). Con respecto al miliohmímetro, por especificaciones del fabricante estos instrumentos son muy estables y se toma como un inicio la deriva anual en resistencia brindada por el fabricante del instrumento.

3.4 Equipos necesarios

Los equipos necesarios para realizar la calibración son los descritos a continuación:

a) Termorresistencias de platino patrones

Disponer de dos termorresistencias de platino patrones con trazabilidad a la EIT-90 y con incertidumbres de calibración adecuadas a la exactitud requerida en la calibración.

b) Equipo para la medida de la termorresistencia

Utilizar un miliohmímetro digital para la medida de la resistencia a cuatro hilos, cuando la termorresistencia lo permita, obteniéndose en este caso el valor numérico de la misma.

c) Medios Isotermos

Los medios isotermos son baños de temperatura controlada, que cubran el rango de calibración de los termómetros a calibrar. Como fluidos termostáticos para distintos rangos se pueden emplear:

Líquido	Intervalo recomendado
Alcohol Etílico	-80 °C a 10 °C
Etilenglicol y agua (50/50)	-10 °C a 110 °C
Agua	0 °C a 80 °C
Aceite Silicón 200.5	50 °C a 250 °C
Aceite Silicón 710	100 °C a 300 °C

Tabla 3.1 Líquidos termostáticos y alcance de uso

Para la determinación de la histéresis y repetibilidad es aconsejable utilizar tres baños, uno con las mejores características metrológicas, y otros dos en los que no se requiere especificaciones en cuanto a estabilidad y homogeneidad, ya que son los encargados de calentar y enfriar el sensor del termómetro bajo calibración.

d) Medidor de condiciones ambientales

Utilizar medidores de condiciones ambientales con incertidumbres menores de ± 1 °C para la medida de la temperatura y ± 5 %hr para la medida de la humedad relativa.

e) Celda de punto triple de agua

La celda de punto triple de agua se prepara de acuerdo al método de superenfriamiento que se explica en 3.6.

3.5 Equipos disponibles

El Laboratorio de Calibración de RELES SRL cuenta con los siguientes equipos para la ejecución del procedimiento de calibración planteado:

PATRONES DE REFERENCIA				
EQUIPO	MARCA	MODELO	ALCANCE	ERROR MAXIMO PERMISIBLE / UNIFORMIDAD ; ESTABILIDAD
Celda de Punto Triple de Agua	ISOTECH	B8	0,01 °C	± 0,001 °C
Miliohmímetro	TECHNE	TECAL ACCUTEMP II	De 0,000 Ω hasta 460,000 Ω	10 Ω a 460 Ω : ±0,004 Ω
Termorresistencia de platino de 100 Ohms	TECHNE	WSP 350	De -50 °C hasta 350 °C	Termorresistencia Patrón Secundaria Clase A según IEC 751
Termorresistencia de platino de 100 Ohms	TECHNE	WSP 350	De -50 °C hasta 350 °C	Termorresistencia Patrón Secundaria Clase A según IEC 751

Tabla 3.1 Patrones de referencia disponibles

MEDIOS ISOTERMOS				
EQUIPO	MARCA	MODELO	ALCANCE	ERROR MAXIMO PERMISIBLE / UNIFORMIDAD ; ESTABILIDAD
Baño Termóstático	TECHNE	TU-20D	-15,0 °C hasta 70,0 °C	Estabilidad (max) Alcohol: ± 0,032 °C Agua: ± 0,014 °C Uniformidad (max) Alcohol: ± 0,050 °C Agua: ± 0,037 °C
	TECHNE	TU-20C	90,0 °C hasta 200,0 °C	Estabilidad (max) Silicona: ± 0,023 °C Uniformidad (max) Silicona: ± 0,045 °C

Tabla 3.2 Medios isotermos disponibles

Los medios isotermos de temperatura controlada empleados son baños termostáticos de líquido con o sin bloque igualador, que cubren un rango de temperaturas de -20 °C a 200 °C, intervalo habitual de utilización de este tipo de termómetros.

3.6 Procedimiento de medición

3.6.1 Verificación de las Termorresistencias en el Punto Triple Del Agua

- a) Verificar que las condiciones ambientales estén dentro de los siguientes intervalos de valores: 23 °C ± 5 °C y 60 %hr ± 20 %hr

- b) Conectar el miliohmímetro al punto de alimentación. Seguir las instrucciones del manual de uso del equipo referente a los tiempos de calentamiento y estabilización (al menos 1 hora).
- c) Preparar la celda de punto de triple. Para ello se necesitara:
1. Baño termostático portátil Marca ISOTECH Modelo : HYPERION
 2. Celda de punto triple del agua Marca ISOTECH Modelo B8
 3. Soporte para la colocación de la celda en el interior del baño portátil
 4. Alcohol
 5. Cilindro montable en el interior del baño portátil
 6. Magneto



Figura 3.1 Accesorios para la preparación del punto triple del agua

d) Método de superenfriamiento

Crear el manto de hielo en el interior de la celda por el método de superenfriamiento de acuerdo a los siguientes pasos:

1. Colocar con el cuidado respectivo la celda en el soporte.
2. Colocar en el interior del tubo de la celda un pequeño pedazo de esponja del tal manera que se ubique en el fondo como soporte cuando ingrese el vástago de la termorresistencia a fin de evitar la rotura de la celda debido al mismo peso del sensor o a una caída no suave del sensor.



Figura 3.2 Celda ubicada en soporte

3. Encender el baño termostático y programarlo a -7°C .
4. Colocar el cilindro con alcohol hasta que cubra $\frac{3}{4}$ partes de la altura del cilindro. Luego introducir el magneto.

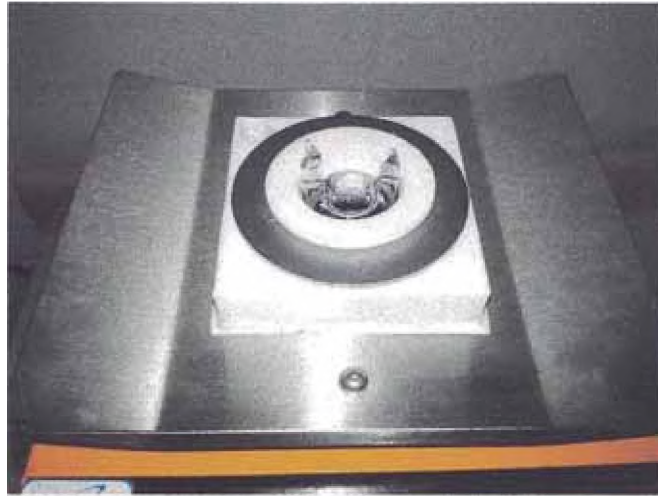


Figura 3.3 Celda colocada en baño Hyperion

5. Colocar la celda junto al soporte en el interior del cilindro
6. Encender la agitación del baño termostático posicionando el control de agitación a la mitad de la escala.
7. Colocar un termómetro, que servirá como termómetro de control, en el interior de la celda y esperar hasta que indique una temperatura de $-6\text{ }^{\circ}\text{C}$.
8. Cuando el termómetro de control muestre $-6\text{ }^{\circ}\text{C}$ retirarlo de la celda y después con mucho cuidado la celda “superenfriada”.
9. Agitar de manera suave la celda y lentamente el agua en el interior de la celda se cristalizará desde el extremo superior al extremo inferior.
10. Colocar nuevamente la celda con el hielo formado en el baño programado a $-7\text{ }^{\circ}\text{C}$ y dejar 10 minutos de estabilización.
11. Colocar con un gotero aproximadamente 10 ml de Alcohol, a temperatura ambiente, en el tubo interior de la celda. Esto hará que el hielo formado en la superficie externa del tubo interior se desprenda a la vez que la mano que sostiene la celda caliente la superficie externa de la celda. Así formaremos el manto de hielo que estará flotando libremente.

12. Regresar la celda al baño termostático previamente después de programar a $-1\text{ }^{\circ}\text{C}$. Gradualmente esto causara que el hielo decrezca de la pared externa de la celda y compense las pérdidas de calor de la termorresistencia que esta siendo verificada.



Figura 3.4 Manto de hielo formado

3.6.2 Calibración del termómetro digital

Para efectuar la respectiva calibración se necesitara:

1. Dos termorresistencias patrones calibradas en el rango de $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta $280\text{ }^{\circ}\text{C}$ Marca TECHNE Modelo WSP350.



Figura 3.5 Termorresistencias TECHNE

2. Miliohmímetro patrón calibrado en el rango de 0 ohm hasta 200 ohm Marca TECHNE
Modelo ACCUTEMP II



Figura 3.6 Miliohmímetro TECHNE

3. Baño termostático Marca TECHNE modelo TU-20C con etanol y agua destilada y aceite de silicona de tal manera que se cubra el rango de $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta $70\text{ }^{\circ}\text{C}$.



Figura 3.7 Baño de agua y alcohol TECHNE

4. Baño termostático Marca TECHNE modelo TU-20D con aceite de silicona de tal manera que se cubra el rango de 70 °C hasta 250 °C. Al operar el baño de aceite este debe estar en la campana extractora para evitar inhalar el vapor tóxico de silicona sobretodo cuando el baño opera a una temperatura superior a 150 °C. Aparte, usar la respectiva mascara para vapores orgánicos y guantes para calor seco durante la operación de este baño.



Figura 3.8 Baño de aceite siliconado TECHNE

5. Termohigrómetro para el registro de las condiciones ambientales.

6. De ser necesario pinzas y soportes.

Durante la calibración se efectuara las siguientes acciones:

1. Registrar en el formato respectivo los datos referentes al instrumento a calibrar tal como: marca, modelo, serie, identificación sensor, etc.
2. Verificar que las condiciones ambientales tal como la temperatura ambiental estén dentro del rango: $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ y para una humedad ambiental $< 80\%$. Si la temperatura cae fuera del rango anteriormente descrito se debe detener la calibración.
3. Conectar los baños termostáticos a las fuentes de alimentación correspondientes. Seguir las instrucciones de los manuales técnicos de los equipos y esperar los tiempos de calentamiento y estabilización correspondiente.
4. Sumerja suavemente las termorresistencias patrones en los hoyos del bloque igualador sumergido en el interior del baño termostático.
5. El termómetro a calibrar se posiciona en el baño termostático de tal manera que el sensor, en lo posible, se encuentre a la misma profundidad de inmersión que la declarada en el certificado de calibración de las termorresistencias. La indicación del termómetro y el sistema de medición es registrada en el formato respectivo.
6. El número de puntos de calibración del termómetro a calibrar debe ser mayor o igual a tres. Esto se debe de acordar y evidenciar con el solicitante del servicio
7. Registre los códigos de las termorresistencias patrones utilizadas en el formato respectivo.
8. Registrar la profundidad de inmersión del termómetro a calibrar.
9. Programar el miliohmimetro a una dirección positiva de corriente (+0.5 mA)
10. Conociendo que un ciclo es una serie doble de datos formada por 6 lecturas este seguirá la siguiente secuencia:

Lectura 1 se refiere a R_{p1} (patrón 1)

Lectura 2 se refiere a t_x (termómetro a calibrar)

Lectura 3 se refiere a R_{p2} (patrón 2)

Lectura 4 se refiere a R_{p2} patrón 2)

Lectura 5 se refiere a t_x (termómetro a calibrar)

Lectura 6 se refiere a R_{p1} (patrón 1)

11. Se tomara lecturas para 3 ciclos a una dirección de corriente positiva.
12. Programar el multímetro a una dirección negativa de corriente (-0.5 mA)
13. Repetir el paso 9 y 10 para la dirección de corriente negativa.

3.7 Estimación de la incertidumbre de la medición

3.7.1 Descripción

El cálculo de incertidumbres se realizará aplicando los criterios establecidos en la Guía para la expresión de la incertidumbre de medida [12] que ha tomado como base la guía ISO "Guide to the expression of uncertainty in Measurement".

Cada valor de incertidumbre se describirá indicando si es un valor constante, proveniente por ejemplo de un certificado de calibración o de una medición de estabilidad (en ambos casos se debe de referir a los documentos que originan estos datos) o en caso contrario el valor que ha sido hallado durante las actividades de calibración.

En los siguientes modelos y ejemplos, sólo se considera la calibración a un punto de temperatura. Los termómetros se calibran normalmente en varios puntos de temperaturas que sirven para calcular una curva característica cuya incertidumbre es mayor que la incertidumbre de medición a puntos de temperatura individuales.

3.7.2 Identificación de las condiciones de calibración

Identificar las siguientes condiciones de calibración aplicables al procedimiento propuesto:

- a) Medición en un punto fijo, verificación en el punto triple del agua (0,01 ° C)
- b) Medición comparativa en un baño termostático de líquido agitado con etanol en el rango de -20 ° C a 10 ° C.
- c) Medición comparativa en un baño termostático de líquido agitado con agua destilada en el rango de 10 ° C a 70 ° C.
- d) Medición comparativa en un baño termostático de líquido agitado con aceite siliconado en el rango de 70 ° C a 200 ° C.

3.7.3 Identificación de las incertidumbres

En principio, todas las incertidumbres se pueden clasificar en dos grupos:

GRUPO 1: Las incertidumbres para la determinación del valor convencionalmente verdadero de la temperatura

GRUPO 2: Las incertidumbres relativas a la determinación de la corrección C de la indicación de los termómetros de lectura directa bajo calibración.

GRUPO 1.-

Incertidumbres para la determinación del valor convencionalmente verdadero de la temperatura

PARA PUNTO FIJO (Punto Triple del Agua)

Medio Termostático	Incertidumbre estándar	Descripción	Notas y referencia
Celda de Punto Triple de Agua (Celda PTA)	$u_1 = u_{t_n}$	Definición PTA	Exacta por definición del Kelvin como unidad de la escala termodinámica de temperatura
Celda de Punto Triple de Agua (Celda PTA)	$u_2 = u_{t_{kal}}$	Inc. Calibración Celda PTA	Certificado de Calibración ISOTECH CINA 32475 2009-04-05 (Celda PTA Cód.: MT 027)
Celda de Punto Triple de Agua (Celda PTA)	$u_3 = u_{t_{Der}}$	Inc. Deriva Celda PTA	Se considera que la deriva es despreciable
Celda de Punto Triple de Agua (Celda PTA)	$u_4 = U_{t_{Ph}}$	Inc. efectos de la presión hidrostática	H=13 cm d=2 cm l=11 cm (Celda PTA Cód.: MT 027)

PARA BAÑOS TERMOSTICOS DE LÍQUIDO AGITADO

Medio Termostático	Incertidumbre estándar	Descripción	Notas y referencia
Baño termostático de líquido agitado (BTLA)	$u_5 = U_{T90}$	Inc. temperatura función de desviación $t_2[R(T_{90})]$	Por definición se considera que la incertidumbre es despreciable para el procedimiento de calibración elaborado.
Baño termostático de líquido agitado (BTLA)	$u_6 = U_{SP1.0.01}$	Inc. Calibración termorresistencia patrón 1	Certificado de calibración dadas en las fichas técnicas de la termorresistencia patrón 1

Baño termostático de líquido agitado (BTLA)	$U_7=U_{\delta P1cal}$	Inc. Calibración termorresistencia patrón 2	Certificado de calibración dadas en las fichas técnicas de la termorresistencia patrón 2
Baño termostático de líquido agitado (BTLA)	$U_8=U_{\delta P1der}$	Inc. Deriva de la termorresistencia patrón 1	Calibraciones y verificaciones en el PTA dadas en las fichas técnicas de la termorresistencia patrón 1
Baño termostático de líquido agitado (BTLA)	$U_9=U_{\delta P2der}$	Inc. Deriva de la termorresistencia patrón 2	Calibraciones y verificaciones en el PTA dadas en las fichas técnicas de la termorresistencia patrón 2
Baño termostático de líquido agitado (BTLA)	$U_{10}=U_{\delta P1ec}$	Inc. lectura de las termorresistencias (inc. Inc. Por calibración, resolución y deriva del miliohmímetro)	Calibraciones y resolución dada en la ficha técnica del miliohmímetro.
Baño termostático de líquido agitado (BTLA)	$U_{11}=U_{\delta P1mi}$	Inc. Magnitudes de influencia en la termorresistencia patrón 1	Autocalentamiento, Disipación del calor a través del vástago e influencia a través del vástago de la termorresistencia patrón 1
Baño termostático de líquido agitado (BTLA)	$U_{12}=U_{\delta P2mi}$	Inc. Magnitudes de influencia en la termorresistencia patrón 2	Autocalentamiento, Disipación del calor a través del vástago e influencia a través del vástago de la termorresistencia patrón 2
Baño termostático de líquido agitado (BTLA)	$U_{13}=U_{\delta Pest}$	Inc. debido a la falta de estabilidad del baño termostático	Certificado de calibración dadas en las fichas técnicas del baño termostático
Baño termostático de líquido agitado (BTLA)	$U_{14}=U_{\delta Pun}$	Inc. debido a la falta de uniformidad del baño termostático	Certificado de calibración dadas en las fichas técnicas del baño termostático

Baño termostático de líquido agitado (BTLA)	$u_{15}=u_{\delta P_{par}}$	Inc. debido a voltajes térmicos parásitos	Diferencia promedio entre promedios de lecturas en corriente positiva y negativa / raíz(3)
---------------------------------------------	-----------------------------	-------------------------------------------	--------------------------------------------------------------------------------------------

GRUPO 2.-

Incertidumbres para la determinación de la corrección C en la indicación del termómetro sometido a calibración

Medio Termostático	Incertidumbre estándar	Descripción	Notas y referencia
Baño termostático de líquido agitado (BTLA)	$u_{16}=u_{bx}$	Desviación estándar del valor medio de las lecturas del termómetro.	-
Baño termostático de líquido agitado (BTLA)	$u_{17}=u_{\delta t_{res}}$	Inc. Resolución del termómetro a calibrar	Distribución rectangular
Baño termostático de líquido agitado (BTLA)	$u_{18}=u_{\delta t_h}$	Inc. Histéresis del termómetro a calibrar	Aplicable cuando el sensor del termómetro a calibrar es Pt100 con una resolución mejor o igual a 0,01 °C.
Baño termostático de líquido agitado (BTLA)	$u_{19}=u_{\delta t_{rep}}$	Inc. repetibilidad del termómetro a calibrar	Aplicable a todos los termómetros a calibrar en los cuales no se a evaluado la prueba de histéresis

3.7.4 Ejemplo de cálculo de incertidumbres

a) Verificación en el punto triple de agua

La temperatura t_x en la posición del punto central de la termorresistencia, insertado en el pozo termométrico de la celda punto triple de agua y una vez que alcanza el estado estacionario, está dada por el siguiente modelo de medición:

$$t_x = t_N + \delta t_{cal} + \delta t_{dr} + \delta t_{ph} \dots \text{ Ec. (3.2)}$$

Donde:

t_x : temperatura en la posición del punto central del sensor de la termorresistencia, insertado en el pozo termométrico de la celda del punto triple del agua y cuando se haya alcanzado el estado estacionario.

t_N : temperatura del punto triple del agua de acuerdo con la definición EIT-90, que es exactamente 0,0100 ° C.

δt_{Cal} : corrección debida al certificado de calibración del punto triple del agua .

δt_{Der} : corrección debido a una posible deriva en la temperatura de la celda de punto triple de agua desde su última calibración.

δt_{Ph} : corrección por efectos de la presión hidrostática.

En detalle, las contribuciones se determinan de la siguiente manera:

t_N : temperatura del punto triple del agua de acuerdo con la definición EIT-90, que es 0,0100 ° C exactamente. Realmente el punto triple del agua es el punto principal para la definición del kelvin de acuerdo con la Escala Termodinámica de Temperatura. Su valor es de 0,0100 ° C exactamente y debido a que es una definición su incertidumbre es cero.

δt_{cal} : corrección debida al certificado de calibración de la celda del punto triple del agua. Se obtiene del certificado de calibración o informe de la celda del punto triple del agua. También desde el certificado o el informe se obtiene la incertidumbre expandida de la medición como U_{cal} con factor de cobertura k.

Así la incertidumbre estándar sería: $u_{cal} = \frac{U_{cal}}{k}$

Para este ejemplo el certificado de calibración da: $\delta t_{cal} = 0,08 \text{ mK}$ y una incertidumbre expandida

$U_{cal} = 1,1 \text{ mK}$ con un factor de cobertura $k=2$

Así: $u_{cal} = \frac{U_{cal}}{k} = 0,55 \text{ mK}$

δt_{Der} : corrección debida a la posible deriva de la celda desde su última calibración. Como fue calibrada por única vez y además por especificaciones del fabricante la deriva es considerada cero

Así: $u_{Der} = \frac{\Delta t_{DerMax}}{\sqrt{3}} = 0,0 \text{ mK}$

δt_{ph} : corrección debida a los efectos de la presión hidrostática. Siendo l la distancia desde la superficie del líquido (hasta la posición donde el punto triple existe), la temperatura de equilibrio t_{90} en la interfase sólido y líquido es dado por la ecuación:

$$t_{90} = A + Bl \dots \text{Ec. (3.3)}$$

Donde:

$A=0.01 \text{ } ^\circ\text{C}$

$B=-7.3 \times 10^{-4} \text{ m}^{-1} \cdot ^\circ\text{C}$

Así $\delta t_{ph} = Bl$

Si la profundidad total del termopozo es H y la distancia desde el extremo final de la termorresistencia hasta el punto final del sensor interno de la termorresistencia es d , entonces:

$l=H-d$

Se estima el máximo error posible en la determinación de l como Δl .

$$\text{Así } \delta t_{ph} = B(H-d)$$

Y la incertidumbre asociada es:

$$u_{ph} = |B| \frac{\Delta l}{\sqrt{3}}$$

Donde $|B|$ es el valor absoluto de B y se asume que la incertidumbre estándar asociada a l sigue una distribución rectangular.

En este ejemplo se tiene:

$H=13 \text{ cm}$, $d=2 \text{ cm}$ entonces $l=11 \text{ cm}$ y se estima el máximo error posible en la determinación de l como $\Delta l=2 \text{ cm}$ se tiene:

$$\delta t_{ph} = B(H-d) = (-7,3 \times 10^{-4} \text{ m}^{-1} \text{ } ^\circ\text{C})(0,11 \text{ m}), \text{ entonces } \delta t_{ph} = -0,0803 \text{ mK}$$

También

$$u_{ph} = |B| \frac{\Delta l}{\sqrt{3}} = |-7,3 \times 10^{-4} \text{ m}^{-1} \text{ } ^\circ\text{C}| \left(\frac{0,02 \text{ m}}{\sqrt{3}} \right) = 0,0084 \text{ mK}$$

Las contribuciones individuales a la incertidumbre de la temperatura en el punto central de la termorresistencia en la celda de punto triple del agua están resumidas en la Tabla 3.1

Magnitud x	Estimación de la magnitud	Unidad	Distribución de probabilidad	Incertidumbre típica $u(x)$	Coefficiente de sensibilidad c	Unidad	Contribución a la inc. combinada $c \cdot u(x)$ ($^\circ\text{C}$)	Peso en %	
t_w	0,0100	$^\circ\text{C}$	-	-	-	-	-	-	
δt_{cp}	5,5E-04	$^\circ\text{C}$	Normal	0,000275	1	$^\circ\text{C}$	0,0003	100%	
δt_{ce}	0,0000	$^\circ\text{C}$	Rectangular	0,000000	1	$^\circ\text{C}$	0,0000	0%	
δt_{ca}	-8,0E-05	$^\circ\text{C}$	Rectangular	0,000008	1	$^\circ\text{C}$	0,0000	0%	
t_w	0,0105	$^\circ\text{C}$	INCERTIDUMBRE COMBINADA $u(t_w) = \sqrt{\sum u_i^2}(y)$					0,0003 $^\circ\text{C}$	

Tabla 3.1 Incertidumbre de la temperatura en el punto central de sensor de la termorresistencia en la celda del punto triple del agua.

Así la temperatura t_x en la posición central del sensor de la termorresistencia cuando el estado estacionario ha sido alcanzado es $0,0105\text{ }^\circ\text{C}$ con una incertidumbre expandida de $0,3\text{ mK}$ con un factor de cobertura $k=2$

El resultado se adicionara al valor de temperatura hallado con la termorresistencia en la verificación del punto triple del agua.

b) Calibración en Baños Termostáticos de Líquido Agitado

En este modelo, como un ejemplo, se ejecuta la calibración de un termómetro digital a una temperatura nominal de $130\text{ }^\circ\text{C}$. Las mediciones son realizadas en un baño termostático de aceite siliconado con bloque igualador. Como referencia se usa dos termorresistencias de 100 ohm calibradas en el SNM-INDECOPI.

La resistencia del sensor es medida con un miliohmímetro el cual ha sido calibrado en el SNM-INDECOPI.

La temperatura convencionalmente verdadera se determina mediante las termorresistencias patrones y las correcciones adicionales. De tal forma que el modelo de medición sería:

$$T_{90} = f_2[W_r(T_{90})] + \frac{1}{2}[\delta P_{1cal} + \delta P_{2cal} + \delta P_{1der} + \delta P_{2der} + \delta P_{1ec} + \delta P_{2ec} + \delta P_{1mi} + \delta P_{2mi}] \dots \text{Ec. (3.4)}$$

$$+ \delta P_{un} + \delta P_{est} + \delta P_{par}$$

Donde:

$f_2[W_r(T_{90})]$ es la función inversa de la función de referencia,

δP_{1cal} , δP_{2cal} correcciones en la temperatura debidas a la incertidumbre de calibración.

δP_{1der} , δP_{2der} , correcciones en la temperatura debidas a la deriva de cada patrón,

entre calibraciones y durante la calibración.

δP_{1lec} , δP_{2lec} , correcciones en la temperatura debidas a la lectura de la resistencia de cada patrón.

$\delta P_{1m.i.}$, $\delta P_{2m.i.}$, corrección en la temperatura debida a otras magnitudes de influencia sobre los patrones que se estimen durante la calibración, como puede ser una inmersión inadecuada de las resistencias termométricas, variaciones en las condiciones ambientales que afecten a los equipos de lectura, etc.

δP_{un} corrección en la temperatura determinada con los patrones debida a la falta de uniformidad del baño.

δP_{est} corrección en la temperatura determinada con los patrones debida a la falta de estabilidad del baño.

Todas las correcciones a la T_{90} son nulas pero no sus incertidumbres.

Las funciones de desviación y las funciones inversas de la EIT-90, descritas líneas abajo, tienen asignadas incertidumbres en su propia definición, estando dentro de 0,1 mK y 0,13 mK , por lo que podemos considerarlas despreciables.

$$T_{90} / 273,16K = B_0 + \sum_{i=1}^{15} B_i \left[\frac{W_r(T_{90})^{1/6} - 0,65}{0,35} \right]^i \quad \dots \text{ Ec. (3.5)}$$

$$T_{90} / K - 273,16K = D_0 + \sum_{i=1}^9 D_i \left[\frac{W_r(T_{90}) - 2,64}{1,64} \right]^i \quad \dots \text{ Ec. (3.6)}$$

Las lecturas de los patrones se realizan con el mismo miliohmímetro y están correlacionadas. De modo que la incertidumbre se expresa como:

$$\begin{aligned}
u^2(T_{90}) = & c_1^2 u^2(\delta P_{1cal}) + c_2^2 u^2(\delta P_{2cal}) + c_3^2 u^2(\delta P_{1der}) + c_4^2 u^2(\delta P_{2der}) + \\
& c_5^2 u^2(\delta P_{1lec}) + c_6^2 u^2(\delta P_{2lec}) + c_7^2 u^2(\delta P_{1m.i.}) + c_8^2 u^2(\delta P_{2m.i.}) + \\
& c_9^2 u^2(\delta P_{un}) + c_{10}^2 u^2(\delta P_{est}) + c_{11}^2 u^2(\delta P_{par}) + \\
& 2 c_5 c_6 r(\delta P_{1lec}, \delta P_{2lec}) u(\delta P_{1lec}) u(\delta P_{2lec}) \quad \dots \text{Ec. (3.7)}
\end{aligned}$$

Donde:

$$c_1 = c_2 = c_3 = c_4 = c_5 = c_6 = c_7 = c_8 = \frac{1}{2}$$

$$c_9 = c_{10} = c_{11} = 1$$

Como las lecturas se realizan con el mismo miliohmímetro y respecto de la misma resistencia de referencia R_s , se considera que la correlación de δP_{1lec} y δP_{2lec} es máxima y el coeficiente de correlación $r(\delta P_{1lec}, \delta P_{2lec})$ es igual a 1. Aparte se aprecia la lectura de los 2 patrones a la misma resolución así que: $\delta P_{1lec} = \delta P_{2lec} = \delta P_{lec}$, resultando al final:

$$\begin{aligned}
u^2(T_{90}) = & 1/4 \left[u^2(\delta P_{1cal}) + u^2(\delta P_{2cal}) + u^2(\delta P_{1der}) + u^2(\delta P_{2der}) + u^2(\delta P_{1m.i.}) + u^2(\delta P_{2m.i.}) \right] + \\
& u^2(\delta P_{lec}) + u^2(\delta P_{un}) + u^2(\delta P_{est}) + u^2(\delta P_{par}) \quad \dots \text{Ec. (3.8)}
\end{aligned}$$

Donde:

$u(T_{90})$ Incertidumbre de la temperatura obtenida a partir de la función de desviación $f_1[R(T_{90})]$ para cada patrón dada en sus certificados y la función inversa de la función de referencia, $f_2[W_\lambda(T_{90})]$.

$u(\delta P_{cal})$ Cada resistencia termométrica patrón posee un certificado de calibración, con una incertidumbre expresada en temperatura. Como contribución se tomará el valor máximo de los encontrados en el intervalo de calibración. Dividimos este valor entre su factor k para obtener su contribución a la incertidumbre.

Para el caso de 130 °C tenemos:

Código Patrón 1 : MT 025/5			Código Patrón 2 : MT 025/4		
Temperatura Valor nominal (°C)	Resistencia (Ω)	Incertidumbre k = 2 (mK)	Temperatura Valor nominal (°C)	Resistencia (Ω)	Incertidumbre k = 2 (mK)
80,109	130,8854	13,0	80,054	130,8435	12,0
150,064	157,3025	12,0	150,063	157,2744	11,0

$$u(\delta P_{1cat}) = \frac{1}{2} \times 13,0 \text{ mK} = 6,500 \text{ mK} = 0,007 \text{ °C}$$

$$u(\delta P_{2cat}) = \frac{1}{2} \times 12,0 \text{ mK} = 6,000 \text{ mK} = 0,006 \text{ °C}$$

$u(\delta P_{der})$ Se pueden evaluar dos contribuciones:

La deriva en temperatura estimada de la termorresistencia patrón entre calibraciones, se determina a partir de su histórico o de la información suministrada por el fabricante.

Para la calibración de un termómetro con sensor tipo termistor a 130 °C se considera lo sgte:

La deriva en temperatura estimada de las termorresistencias patrones entre calibraciones y verificaciones en la celda del punto triple del agua, se determina a partir de su histórico o de la información suministrada por cartas de control en este punto.

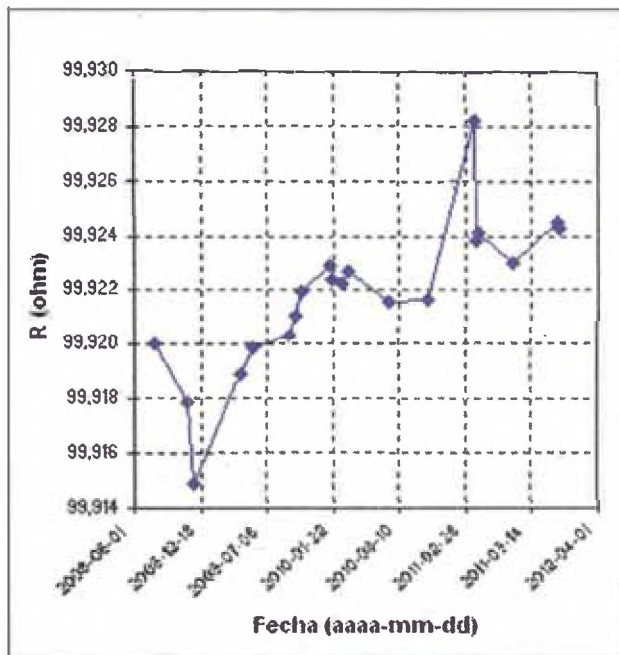
Mediciones en $R_{0,01}$ de las termorresistencias patrones

Código Patrón 1 : MT 025/5			Código Patrón 2 : MT 025/4		
Fecha aaaa-mm-dd	Valor medido (Ω)	Incertidumbre k = 1 (Ω)	Fecha aaaa-mm-dd	Valor medido (Ω)	Incertidumbre k = 1 (Ω)
(*) 2008-07-30	99,920	0,012	2008-07-30	99,901	0,012
2008-11-10	99,918	0,001	2008-11-10	99,899	0,001
2008-11-25	99,915	0,001	2008-11-25	99,898	0,001
2009-04-15	99,919	0,001	2009-04-15	99,902	0,001
2009-05-26	99,920	0,001	2009-05-26	99,900	0,001
2009-09-09	99,920	0,001	2009-09-09	99,900	0,001
2009-09-28	99,921	0,001	2009-09-28	99,902	0,001
2009-10-17	99,922	0,001	2009-10-17	99,903	0,001
(*) 2010-01-12	99,923	0,004	2010-01-12	99,905	0,004
2010-01-16	99,922	0,001	2010-01-16	99,904	0,001
2010-02-15	99,922	0,001	2010-02-15	99,904	0,001
2010-03-06	99,923	0,001	2010-03-06	99,904	0,001
2010-07-08	99,922	0,001	2010-07-08	99,903	0,001
2010-11-05	99,922	0,001	2010-11-05	99,904	0,001
(*) 2011-03-21	99,928	0,007	2011-03-21	99,911	0,007

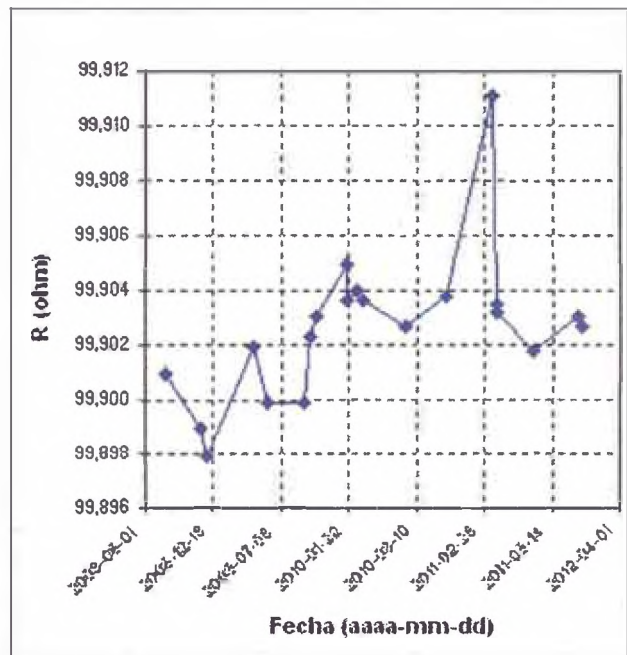
2011-03-31	99,924	0,001	2011-03-31	99,903	0,001
2011-04-05	99,924	0,001	2011-04-05	99,903	0,001
2011-07-16	99,923	0,001	2011-07-16	99,902	0,001
2011-11-28	99,925	0,001	2011-11-28	99,903	0,001
2011-12-07	99,924	0,001	2011-12-07	99,903	0,001

(*) Calibraciones hechas en TECHNE e INDECOPI

CARTA DE CONTROL PATRÓN 1



CARTA DE CONTROL PATRÓN 2



Las verificaciones periódicas en la celda del punto triple del agua indican una tendencia de incremento en el valor de la resistencia de los patrones. Probablemente esta tendencia se deba a tensiones mecánicas producidas en las termoresistencias durante

Razón de cambio estimado : 6,03142 $\mu\Omega/\text{día}$

Razón de cambio estimado : 3,85740 $\mu\Omega/\text{día}$

N° de días desde 1era calibración : 1225 días

N° de días desde 1era calibración : 1225 días

Las derivas de los patrones en el PTA ($\Delta R_{p,0,01}$) es:

$$\Delta R_{p1,0,01} = 6,03142 \frac{\mu\Omega}{\text{día}} \times 1225 \text{ días} = 0,0073885 \Omega$$

$$\Delta R_{p2,0,01} = 3,85740 \frac{\mu\Omega}{\text{día}} \times 1225 \text{ días} = 0,0047253 \Omega$$

Las calibraciones de las termorresistencias patrones demuestran que los valores de los cocientes de resistencias W tienden a conservarse ante cambios del valor $R_{0,01}$. Por ello, el modelo a aplicar, para determinar el valor de la deriva a temperaturas " t "

$$\Delta R_{p,t} = W_p * [\Delta R_{p,0,01} \pm u(\Delta R_p)]$$

Luego se determina el factor de conversión para los valores de resistencia obtenidos a 130 °C, por las termorresistencias patrones, a partir de la tabla generada con los coeficientes dados en el certificado de calibración del termómetro. Esto permite la interpolación entre valores de cocientes de resistencia $W(t_{90})$ y valores de temperatura t_{90} . El valor de R_0 de las termorresistencias se muestran a continuación, de acuerdo a los certificados de calibración

Código Patrón 1 :	MT 025/5	Código Patrón 2 :	MT 025/4
$a_p =$	-1,86379E-02	$a_p =$	-1,87318E-02
$b_p =$	-1,46768E-04	$b_p =$	1,75589E-05
$R_{0,01} =$	99,9245	$R_{0,01} =$	99,9038

Valores de las constantes C_n , C_i de la función de referencia

$C_0 =$	2,78157254
$C_1 =$	1,64650916
$C_2 =$	-0,1371439
$C_3 =$	-0,00649767
$C_4 =$	-0,00234444
$C_5 =$	0,00511868
$C_6 =$	0,00187982
$C_7 =$	-0,00204472
$C_8 =$	-0,00046122
$C_9 =$	0,00045724

Desde 0°C hasta 961.78°C					
$t_{90}/^{\circ}\text{C}$	T_{90}/K	$W_r(T_{90})$	$D_T W_r(T_{90})$	$W_{p1}(t_{90})$	$W_{p2}(t_{90})$
128	401,15	1,5006148	0,0038349	1,4914203	1,4914140
130	403,15	1,5082821	0,0038325	1,4989463	1,4989405
132	405,15	1,5159448	0,0038301	1,5064676	1,5064623

Ver Apéndice B para el cálculo de los coeficientes de conversión

$$f_{C_{p1}} (128 - 130) = 2,659464373 \text{ (}^{\circ}\text{C}/\Omega\text{)}$$

$$f_{C_{p2}} (128 - 130) = 2,659835483 \text{ (}^{\circ}\text{C}/\Omega\text{)}$$

$$f_{C_{p1}} (130 - 132) = 2,661116476 \text{ (}^\circ\text{C}/\Omega\text{)}$$

$$f_{C_{p2}} (130 - 132) = 2,661481355 \text{ (}^\circ\text{C}/\Omega\text{)}$$

$$f_{C_{p1,prom}} = 2,660290424 \text{ (}^\circ\text{C}/\Omega\text{)}$$

$$f_{C_{p2,prom}} = 2,660658419 \text{ (}^\circ\text{C}/\Omega\text{)}$$

t_{90} ($^\circ\text{C}$)	$W_{p1}(t_{90})$	$\Delta R_{p1,t} = W_{p1}(t_{90}) \cdot \Delta R_{p1,0,01}$ (Ω)	$f_{C_{p1,prom}}$ ($^\circ\text{C}/\Omega$)	$\Delta t_{p1} = f_{C_{p1,prom}} \cdot \Delta R_{p1,t}$ ($^\circ\text{C}$)	$u(\delta P_{1der})$ ($^\circ\text{C}$)
130	1,4989463	0,0111	2,6602904	0,029462577	0,017

t_{90} ($^\circ\text{C}$)	$W_{p2}(t_{90})$	$\Delta R_{p2,t} = W_{p2}(t_{90}) \cdot \Delta R_{p2,0,01}$ (Ω)	$f_{C_{p2,prom}}$ ($^\circ\text{C}/\Omega$)	$\Delta t_{p2} = f_{C_{p2,prom}} \cdot \Delta R_{p2,t}$ ($^\circ\text{C}$)	$u(\delta P_{2der})$ ($^\circ\text{C}$)
130	1,4989405	0,0071	2,6606584	0,018845341	0,0109

$u(\delta P)_{lec}$ Incertidumbre asociada a la lectura de los patrones. Si la lectura de los patrones se realiza con un puente de resistencias, su incertidumbre se obtiene a través de las contribuciones debidas a la incertidumbre del puente y a la incertidumbre de la resistencia de referencia R_S :

En el ejemplo a 130 $^\circ\text{C}$ se considera lo sgte:

Calibraciones del miliohmímetro Código MT-021 (CANAL B1)

Trazabilidad metrologica	Fecha aaaa-mm-dd	Valor nominal (Ω)	Lectura (Ω)	Correccion (Ω)	Incertidumbre $k = 2$. (Ω)
SNM- INDECOPI	2010-07-28	99,9998	99,999	0,0008	0,001
SNM- INDECOPI	2011-08-12	99,9998	100,000	-0,0002	0,001
Desviación de la corrección :				0,001	Ω

Calibraciones del miliohmímetro Código MT-021 (CANAL B2)

Trazabilidad metrologica	Fecha aaaa-mm-dd	Valor nominal (Ω)	Lectura (Ω)	Correccion (Ω)	Incertidumbre $k = 2$. (Ω)
SNM- INDECOPI	2010-07-28	99,9998	99,999	0,0008	0,001
SNM- INDECOPI	2011-08-12	99,9998	100,000	-0,0002	0,001
Desviación de la corrección :				0,001	Ω

Calibración miliohmímetro.- La medida de la resistencia se realiza con un miliohmímetro digital, el equipo posee un certificado de calibración, con una incertidumbre. Se divide este valor entre el factor k para obtener su contribución a la incertidumbre.

Incertidumbre por calibración del miliohmímetro :	0,0005	Ω
---------------------------------------------------	--------	----------

Resolución miliohmímetro.- La resolución del miliohmímetro es 0,001 Ω y se divide por $\sqrt{12}$. La incertidumbre estándar se calcula en base de una distribución rectangular:

Incertidumbre por resolución del miliohmímetro :	0,0003	Ω
--------------------------------------------------	--------	----------

Deriva miliohmímetro.- El valor estimado de la deriva del miliohmímetro para la medida de la resistencia se divide entre $\sqrt{3}$ para obtener su contribución a la incertidumbre.

Incertidumbre por deriva del miliohmímetro :	0,0006	Ω
----------------------------------------------	--------	----------

Luego las componentes se suman cuadráticamente y sabiendo que la sensibilidad de un Pt100 a 130 °C es igual a :

Sensibilidad $(130\text{ }^{\circ}\text{C}) = 0,38 \frac{\Omega}{^{\circ}\text{C}}$

$u(\delta P_{1lec}) = u(\delta P_{2lec}) =$	0,00082	$\Omega \times \frac{1}{0,38} \frac{^{\circ}\text{C}}{\Omega} =$	0,002	$^{\circ}\text{C}$
---------------------------------------------	---------	------------------------------------------------------------------	-------	--------------------

$u(\delta P_{m.i.})$ Incertidumbre debida a otras magnitudes de influencia. Se estudiará la influencia de las condiciones ambientales, y cualquier otra magnitud de influencia que se estimen durante la calibración sobre los patrones, estas pueden ser una inmersión inadecuada de las resistencias termométricas, variaciones en las condiciones ambientales que afecten a los equipos de lectura, etc.

Para el ejemplo a 130 °C se consideran las siguientes magnitudes de influencia:

- Autocalentamiento.- El fabricante especifica una constante de disipación de 35 mW/°C en agua moviéndose a 3 ft/s. La corriente utilizada para la medición de las termoresistencias fue de 0.5 mA. (Ver Apéndice B).

Por lo tanto :

Incertidumbre por autocalentamiento Patrón 1 :	0,0006	$^{\circ}\text{C}$
------------------------------------------------	--------	--------------------

Incertidumbre por autocalentamiento Patrón 2 :	0,0006	$^{\circ}\text{C}$
------------------------------------------------	--------	--------------------

- *Disipación de calor a través del vástago.*- Se colocaron las termorresistencias 2 cm menos de la profundidad de inmersión máxima y se detecto cambios de temperatura en el patrón 1 de 0.005 °C y en el patrón 2 de 0.007 °C. Así :

Incertidumbre por disipación de calor a través del vástago Patrón 1 :	0,003	°C
-----------------------------------------------------------------------	-------	----

Incertidumbre por disipación de calor a través del vástago Patrón 2 :	0,004	°C
-----------------------------------------------------------------------	-------	----

- *Influencia del ambiente en el miliohmímetro.*- El miliohmímetro tiene un coeficiente de variación con la temperatura expresado en $m\Omega\ ^\circ C^{-1}$ (Ver Apéndice A). Su aporte a la incertidumbre por cada canal se estima como $\alpha\Delta T/\sqrt{3}$:

$T_{amb} = 22,3\ ^\circ C$	$R_{P1,0} = 149,596\ \Omega$	$\alpha_{P1} = 0,50000044879\ \frac{m\Omega}{^\circ C}$	$U_{P1,amb} = 0,0005\ ^\circ C$
$T_{cat} = 23\ ^\circ C$	$R_{P2,0} = 149,573\ \Omega$	$\alpha_{P2} = 0,50000044872\ \frac{m\Omega}{^\circ C}$	$U_{P2,amb} = 0,0005\ ^\circ C$

$u(\delta P_{est})$ La incertidumbre asociada a la falta de estabilidad del baño se determina a partir de los estudios realizados.

La corrección se considera nula pero la incertidumbre asociada a la falta de estabilidad del baño se determina a partir de los estudios realizados en la caracterización de este y plasmados en el certificado de calibración :

MEDIO TERMÓSTATICO	T. prom.	ESTABILIDAD (°C)
ACEITE DE SILICONA	70,0	0,016
	110,0	0,023
	150,0	0,016
	200,0	0,025

$u(\delta P_{est}) = 0,011\ ^\circ C$

$u(\delta P_{un})$ La incertidumbre asociada a la falta de uniformidad del baño se determina a partir de los estudios realizados

La corrección se considera nula pero la incertidumbre asociada a la falta de uniformidad del baño se determina a partir de los estudios realizados

MEDIO TERMÓSTATICO	T. prom.	UNIFORMIDAD (°C)
ACEITE DE SILICONA	70,0	0,031
	110,0	0,030
	150,0	0,043
	200,0	0,045

$$u(\delta P_{un}) = 0,021 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$u(\delta P_{par})$ La incertidumbre asociada a corrientes parasitas

La corrección asociada a voltajes térmicos parásitos se considera nula pero no la incertidumbre asociada.

$$u(\delta P_{par}) = 1,279 \text{ mK} = 0,001 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Las contribuciones individuales a la incertidumbre en la determinación de temperatura se resumen en la Tabla 3.2.

PRESUPUESTO DE INCERTIDUMBRE DEL SISTEMA DE MEDICIÓN DEL LABORATORIO A :							130 °C		
Magnitud x_i	Estimación de la magnitud	Unidad	Distribución de probabilidad	Incertidumbre típica $u(x_i)$	Coefficiente de sensibilidad c_i	Unidad	Contribución a la inc. combinada $c_i \cdot u(x_i)$ (°C)	Peso en %	
$t_0\{W_A(T_{90})\}$	129,518	°C	-	-	-	-	-	-	
δP_{1cal}	0	°C	Normal	0,007	$\frac{1}{2} = 0,5$	adim	0,003	2%	
δP_{2cal}	0	°C	Normal	0,006	$\frac{1}{2} = 0,5$	adim	0,003	1%	
δP_{1cor}	0	°C	Rectangular	0,017	$\frac{1}{2} = 0,5$	adim	0,009	11%	
δP_{2cor}	0	°C	Rectangular	0,011	$\frac{1}{2} = 0,5$	adim	0,005	4%	
δP_{lec}	0	°C	Rectangular	0,002	1	adim	0,002	1%	
δP_{1ref}	0	°C	Rectangular	0,003	$\frac{1}{2} = 0,5$	adim	0,002	0%	
δP_{2ref}	0	°C	Rectangular	0,004	$\frac{1}{2} = 0,5$	adim	0,002	1%	
δP_{6at}	0	°C	Rectangular	0,011	1	adim	0,011	13%	
δP_{un}	0	°C	Rectangular	0,021	1	adim	0,021	53%	
δP_{par}	0	°C	Rectangular	0,001	1	adim	0,001	0%	
T_{90}	129,518	°C	INCERTIDUMBRE COMBINADA $u(T_{90}) = \sqrt{\sum u_i^2}$ (°C)					0,026	100%

Tabla 3.2 Incertidumbre de la temperatura asociada al sistema de medición

c) Calibración de termómetro digital

La corrección del termómetro a calibrar, durante la calibración, C , se expresa en la Ec.(3.1) teniendo en cuenta las variables que intervienen en la medida.

Para calcular la incertidumbre se aplica la ley de propagación de incertidumbres en la Ec (3.1), donde se considera que las correcciones de temperatura son nulas (no se hacen correcciones a la lectura del termómetro por resolución, magnitudes de influencia, repetibilidad y histéresis), mientras que no lo son sus incertidumbres.

$$u(C) = u^2(t_x) + u^2(\delta t_{x,ref}) + u^2(\delta t_h) + u^2(\delta t_r) + u^2(\delta t_{x,em}) + u^2(T_{90}) \dots \text{Ec. (3.9)}$$

Se considera también que todas las variables de (Ec. 3.1) no tienen correlación.

Cada término de incertidumbre se explica a continuación:

$u(t_x)$: Es la incertidumbre de la lectura del termómetro. Como se hacen varias medidas se considera la desviación estándar de las mediciones.

Así para el ejemplo de calibración de un termómetro con sensor tipo termistor a 130 °C:

El termómetro a calibrar muestra una temperatura promedio t_x con una desviación estándar de la media de s_{tx} . Así la incertidumbre asociada $u(t_x) = s_{tx}$

$$u(t_x) = s_{tx} = 0,000 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$u(t_{x,res})$: La incertidumbre de resolución del termómetro, que corresponde a la resolución del equipo de lectura dividida por 12.

La limitada resolución del termómetro ($res = 0,1 \text{ } ^\circ\text{C}$) solo permite lecturas dentro del intervalo : $\pm res/2$

Asignando una distribución de probabilidad rectangular, por lo que la incertidumbre estándar asociada es:

$$u(\delta t_{x,res}) = \frac{0,1}{2\sqrt{3}} = 0,029 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$u(\delta t_r)$, $u(\delta t_h)$: La repetibilidad (y/o histéresis) del termómetro Según que tipo de termómetro se esté calibrando aparecerá sólo uno de los dos términos,

Se realizaron 2 mediciones. Aplicando una distribución de probabilidad rectangular se obtiene entonces una incertidumbre estándar asociada :

$$u(\delta t_{x,rep}) = \frac{0,004}{2\sqrt{3}} = 0,001 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$u(\delta t_{x,mi})$: en algunos casos pueden existir magnitudes de influencia (p. e. temperatura ambiente) sobre el termómetro a calibrar, en cuyo caso sería necesario evaluar su influencia en las condiciones de calibración.

Para el ejemplo en cuestión no se considera magnitudes de influencia

$u(T_{90})$: la incertidumbre calculada en Ec. 3.7

Todas las contribuciones calculadas están resumidas en la tabla 3.3

PRESUPUESTO DE INCERTIDUMBRE DE LA CORRECCION A :							130 °C		
Magnitud x_i	Estimación de la magnitud	Unidad	Distribución de probabilidad	Incertidumbre típica $u(x_i)$	Coefficiente de sensibilidad c_i	Unidad	Contribución a la inc. combinada $c_i \cdot u(x_i)$ (°C)	Peso en %	
t_s	130,00	°C	Normal	0,000	-1	adim	0,000	0%	
$\delta_{x, res}$	0	°C	Rectangular	0,029	-1	adim	-0,029	55%	
$\delta_{x, mt}$	0	°C	Rectangular	0,000	-1	adim	0,000	0%	
$\delta_{x, mp}$	0	°C	Rectangular	0,001	-1	adim	-0,001	0%	
T_{90}	129,518	°C	Normal	0,026	1	adim	0,026	45%	
C	-0,482	°C	INCERTIDUMBRE COMBINADA $u(C) = \sqrt{\sum u_i^2}$ (°C)					0,039	100%
			INCERTIDUMBRE EXPANDIDA $U(C) = 2 \cdot u(C)$ (k=2)					0,078	

Tabla 3.3 Incertidumbre de la corrección en la calibración del termómetro digital

Así a la temperatura de 130 °C la corrección C es igual a -0,482 °C y debe adicionarse a la indicación del termómetro para obtener la temperatura convencionalmente verdadera. La incertidumbre expandida de medición es igual a 0,078 °C con un factor de cobertura $k=2$ de modo que la probabilidad de cobertura corresponde aproximadamente a un nivel de confianza del 95 %.

Capítulo 4

RESULTADOS EXPERIMENTALES

Para determinar que el procedimiento de calibración desarrollado es confiable, los resultados de medición producidos deben ser sometidos a validación. Así, la más confiable de las pruebas de validación es la participación en comparaciones interlaboratorios que sean organizadas por entes competentes.

El Laboratorio de Temperatura del SNM-INDECOPI es un laboratorio de alto prestigio a nivel nacional e internacional ya que participa activamente en comparaciones internacionales y tiene declaradas sus mejores capacidades de medición en el BIPM (Bureau Internacional de Pesas y Medidas) que están debidamente sustentadas a través de comparaciones entre pares.

Así, el Laboratorio de Calibración de RELES participó utilizando el procedimiento propuesto en las comparaciones interlaboratorios organizadas en el 2010 y 2011 por el Laboratorio de Temperatura del SNM-INDECOPI. Los instrumentos viajeros en dichas comparaciones fueron termómetros digitales de indicación directa con sensor de resistencia de platino y termistor.

Los datos iniciales presentados en las comparaciones se muestran a continuación.

4.1 Datos Iniciales

Las Comparaciones Nacionales en las cuales se participó fueron lideradas por el SNM- INDECOPI que actuó como laboratorio piloto.

La magnitud a determinar fue el valor de la corrección de los termómetros para los valores de temperatura previamente acordados.

Cada laboratorio debería seguir sus propios procedimientos, utilizando los medios para obtener su mejor capacidad de medida para la calibración de termómetros por comparación.

El método de calibración fue por comparación en medios isotermos contra patrones de referencia previamente calibrados que conformaban el equipamiento de los respectivos laboratorios participantes.

Se muestra en el cuadro siguiente las características más saltantes en las comparaciones participadas:

NOMBRE DE LA ACTIVIDAD	INTERCOMPARACION 2010 SNM-LT-04 "Calibración de un termómetro de indicación digital con sensor de resistencia de platino de 100 ohm	INTERCOMPARACION 2011 SNM-LT-05 "Calibración de un termómetro de indicación digital con termistor como sensor
AÑO EJECUCION	2010	2011
Participantes	1) METROLOGIA E INGENIERIA LINO 2) CADENT S.A.C. 3) RELES S.R.L. 4) LO JUSTO S.A.C	1) METROLOGIA E INGENIERIA LINO 2) CADENT S.A.C. 3) RELES S.R.L. 4) LO JUSTO S.A.C
Fechas de la Comparación	1) Reunión Apertura : Octubre 2010 2) Inicio de mediciones : Noviembre del 2010 3) Fin de mediciones : Diciembre del 2010	1) Reunión Apertura : Octubre 2011 2) Inicio de mediciones : Noviembre del 2011 3) Fin de mediciones : Diciembre del 2011
Puntos de medición (*)	0 °C ; 200 °C ; 150 °C ; 150 °C ; 100 °C ; 50 °C ; 0 °C ; -10 °C ; -20 °C ; -30 °C	0 °C ; 50 °C ; 100 °C ; 130 °C ; 0 °C ; -15 °C ; -30 °C ; 0 °C
Patrón viajero	01 termómetro de indicación digital con sensor de resistencia de platino de 100Ω	01 termómetro de indicación digital con sensor termistor

Tabla 4.1 Resumen de comparaciones en las cuales se participaron

(*) RELES no participo en -30 °C

4.2 Resultados Obtenidos

A continuación se muestra los resultados obtenidos por el Laboratorio de Calibración de RELES en los valores propuesto de los protocolos de cada comparación:

INDICACIÓN DEL TERMÓMETRO (°C)	CORRECCIÓN (°C)	INCERTIDUMBRE (°C)	PROFUNDIDAD DE INMERSIÓN (cm)
-0,03	0,028	0,033	10,0
199,98	-0,971	0,069	8,5
149,97	-0,839	0,097	8,5
100,04	-0,493	0,063	8,5
49,95	-0,293	0,041	9,0
-0,02	0,018	0,033	10,0
-10,01	0,155	0,072	10,0
-20,05	0,271	0,082	10,0
-0,03	0,028	0,033	10,0

Tabla 4.2 Resultados emitidos en la comparación del 2010

Punto (°C)	Calibración	Calibración	Deriva	Deriva	Resolución	Mag. Influencia	Mag. Influencia	Estabilidad	Uniformidad	Corrientes	Incertidumbre
	Patrón 1 $u(\delta P_{1cal})$	Patrón 2 $u(\delta P_{2cal})$	Patrón 1 $u(\delta P_{1der})$	Patrón 2 $u(\delta P_{2der})$	ohmímetro $u(\delta P_{res})$	Patrón 1 $u(\delta P_{1m1})$	Patrón 2 $u(\delta P_{2m1})$	del baño $u(\delta P_{est})$	del baño $u(\delta P_{un})$	parasitas $u(\delta P_{par})$	combinada u_i
200	0,009	0,009	0,010	0,008	0,000	0,001	0,002	0,023	0,017	0,000	0,034
150	0,009	0,009	0,009	0,007	0,002	0,002	0,002	0,029	0,035	0,003	0,048
100	0,009	0,009	0,008	0,006	0,002	0,001	0,002	0,023	0,014	0,003	0,031
50	0,004	0,004	0,006	0,005	0,001	0,001	0,002	0,012	0,012	0,001	0,020
0	0,002	0,002	0,002	0,003	0,001	0,001	0,002	0,002	-	0,005	0,008
-10	0,006	0,006	0,008	0,004	0,005	0,001	0,002	0,023	0,023	0,007	0,036
-20	0,006	0,006	0,005	0,004	0,004	0,001	0,002	0,017	0,035	0,006	0,041
-30 (*)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Tabla 4.3 Valores de las fuentes de incertidumbre con factor de cobertura $k=1$ (°C) calculados y

emitidos en la comparación del 2010. (*) RELES no participo en -30 °C

TCV (°C)	INDICACIÓN DEL TERMÓMETRO (°C)	CORRECCIÓN (°C)	INCERTIDUMBRE (°C)	EMP (VIM3 4.26) (°C)	PROFUNDIDAD DE INMERSIÓN (cm)
0,001	0,0	0,001	0,060	0,150	15,0
50,003	50,0	0,003	0,079	0,150	14,5
99,887	100,0	-0,113	0,076	0,260	14,5
129,518	130,0	-0,482	0,078		14,5
-0,004	0,0	-0,004	0,060	0,150	15,0
-15,015	-15,0	-0,015	0,081		14,0
-0,002	0,0	-0,002	0,059	0,150	15,0

Tabla 4.4 Resultados emitidos en la comparación del 2011

Punto (°C)	Calibración	Calibración	Deriva	Deriva	Resolución	Mag. Influencia	Mag. Influencia	Estabilidad	Uniformidad	Corrientes	Incertidumbre
	Patrón 1 $u(\delta P_{1cal})$	Patrón 2 $u(\delta P_{2cal})$	Patrón 1 $u(\delta P_{1der})$	Patrón 2 $u(\delta P_{2der})$	ohmímetro $u(\delta P_{res})$	Patrón 1 $u(\delta P_{1m.l})$	Patrón 2 $u(\delta P_{2m.l})$	del baño $u(\delta P_{est})$	del baño $u(\delta P_{un})$	parasitas $u(\delta P_{par})$	combinada u_i
0	0,002	0,002	0,003	0,003	0,002	0,002	0,002	0,002		0,005	0,008
50	0,003	0,003	0,007	0,004	0,002	0,002	0,002	0,009	0,021	0,010	0,027
100	0,003	0,003	0,008	0,005	0,002	0,001	0,002	0,012	0,017	0,008	0,025
130	0,003	0,003	0,009	0,005	0,002	0,002	0,002	0,011	0,021	0,001	0,026
-15	0,003	0,003	0,005	0,003	0,002	0,002	0,002	0,015	0,021	0,010	0,029
-30 (*)											

Tabla 4.5 Valores de las fuentes de incertidumbre con factor de cobertura $k=1$ (°C) calculados y emitidos en la comparación del 2011 (*) RELES no participo en -30 °C

4.3 Resultados Finales

EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO RELES SRL

Una manera de evaluar el desempeño del laboratorio RELES es mediante el uso del error normalizado con respecto a las incertidumbres de las mediciones. El cálculo del error normalizado es realizado por el uso de la ecuación siguiente:

$$E_n = \frac{X_{lab} - X_{ref}}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}} \dots (\text{Ec.4.1})$$

Donde:

En :error normalizado

Xlab :resultado de medición de RELES

Xref:resultado de medición del laboratorio de referencia

Ulab :incertidumbre expandida de RELES

Uref:incertidumbre expandida del laboratorio de referencia

Esta ecuación da un número que puede ser positivo o negativo. Los valores de error normalizado, *En*, entre -1 y $+1$ indican que la diferencia entre los valores medidos por el laboratorio participante y el laboratorio de referencia es menor o igual que la incertidumbre combinada del laboratorio participante y del laboratorio de referencia. Si un laboratorio participante resulta con un valor de *En* entre -1 y $+1$, generalmente es considerado que tienen un desempeño de medición e Incertidumbre aceptable, y es competente.

Se evaluó los resultados emitidos en la comparación del año 2010. Evaluando la coherencia de los resultados con el Laboratorio Piloto mediante la Ec.4.1 se obtuvo la siguiente tabla de resultados y se grafico los resultados

Punto (°C)	Corrección		Inc. Exp. (k=2)		Error Normalizado E_n	Declaración Conformidad
	INDECOPI X_{ref} (°C)	RELES X_{lab} (°C)	INDECOPI U_{ref} (°C)	RELES U_{lab} (°C)		
200	-1,00	-0,971	0,082	0,069	0,27	Aceptable
150	-0,82	-0,839	0,081	0,097	0,15	Aceptable
100	-0,54	-0,493	0,081	0,063	0,46	Aceptable
50	-0,34	-0,293	0,082	0,041	0,51	Aceptable
0	0,025	0,018	0,080	0,033	0,09	Aceptable
-10	0,11	0,155	0,081	0,072	0,42	Aceptable
-20	0,17	0,271	0,081	0,082	0,87	Aceptable
-30 (*)	-	-	-	-	-	-

Tabla 4.6 Cálculo del Error normalizado para la comparación del 2010

(*) RELES no participo en -30 °C

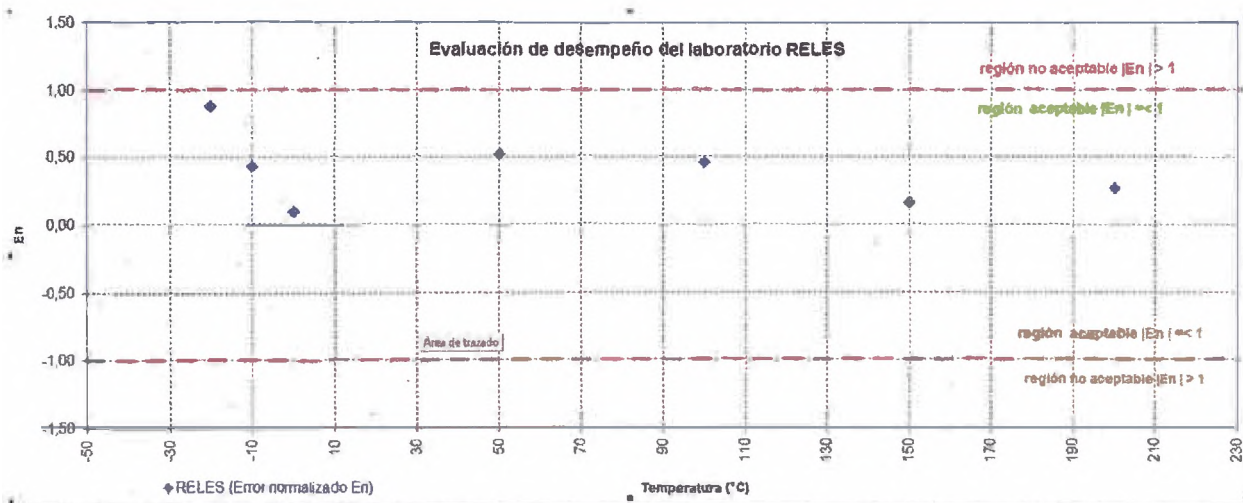


Figura 4.1 Error normalizado vs Temperatura para la comparación del 2010

La figura 4.1 presenta de manera gráfica la evaluación de desempeño mediante el error normalizado. La evaluación del desempeño en esta comparación interlaboratorio es satisfactoria con errores normalizados ≤ 1 , para los 7 puntos de temperatura realizados.

Punto (°C)	Corrección	Corrección	Inc. Exp. (k=2)	Inc. Exp. (k=2)	Error Normalizado E_n	Declaración Conformidad
	INDECOPI X_{ref} (°C)	RELES X_{lab} (°C)	INDECOPI U_{ref} (°C)	RELES U_{lab} (°C)		
0	-0,0069	0,001	0,0351	0,060	0,11	Aceptable
50	0,0245	0,003	0,0359	0,079	0,25	Aceptable
100	-0,1508	-0,113	0,0367	0,076	0,45	Aceptable
130	-0,5394	-0,482	0,0368	0,078	0,67	Aceptable
-15	-0,0515	-0,015	0,0359	0,081	0,41	Aceptable
-30 (*)	-	-	-	-	-	-

Tabla 4.7 Cálculo del Error normalizado para la comparación del 2011

(*) RELES no participo en -30 °C

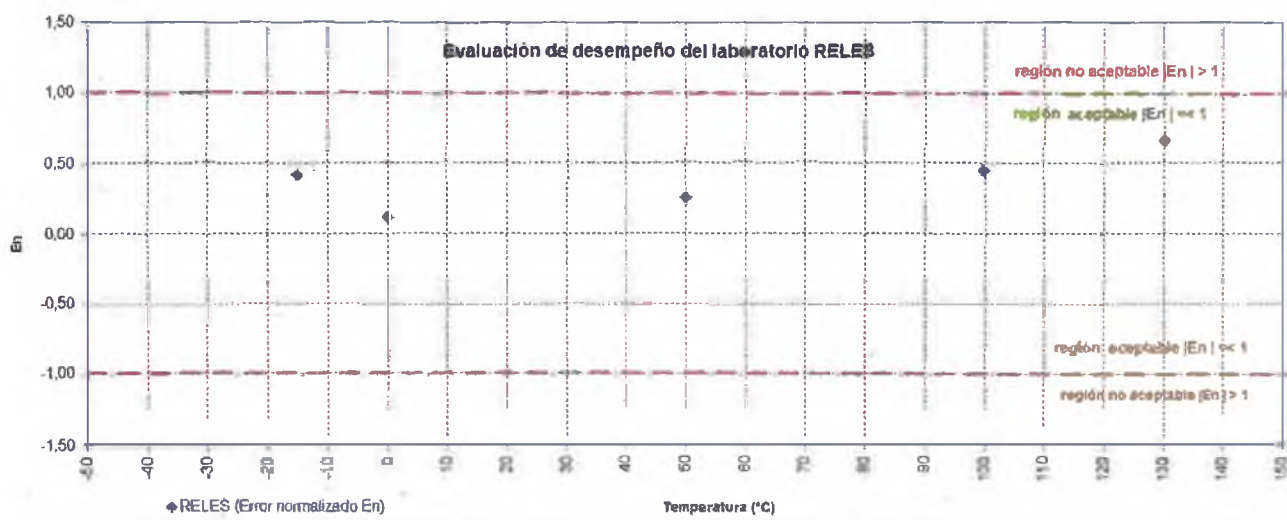


Figura 4.2 Error normalizado vs Temperatura para la comparación del 2011

La figura 4.2 presenta de manera gráfica la evaluación de desempeño mediante el error normalizado. La evaluación del desempeño en esta comparación interlaboratorio es satisfactoria con errores normalizados ≤ 1 , para los 5 puntos de temperatura realizados.

Capitulo 5

DISCUSIÓN

La discusión se desarrolla en cuanto a la mejora en la capacidad de medición del Laboratorio de Calibración en la magnitud temperatura. Al reportar menor incertidumbre se declara que el laboratorio es más exacto al calibrar termómetros digitales

Para la medida de las termorresistencias se utilizó hojas de cálculo bien elaboradas y validadas de tal manera que las transformaciones de resistencia a temperatura son calculadas a más de 3 decimales pero recordando siempre que se debe reportar a 3 decimales debido a que no hay mediciones de temperatura con exactitudes mejores que 1 mK.

Capítulo 6

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

6.1 Conclusiones

Como principal conclusión, este trabajo nos muestra el buen desempeño en el uso del procedimiento basado en la utilización de termorresistencias como patrones de referencia.

Las comparaciones interlaboratorios fueron exitosas para RELES ya que demostró que todos los resultados que emitió para todos los valores de temperatura fueron coherentes ($E_n < 1$) dentro de los cálculos de incertidumbre en el que fueron evaluados.

En las conclusiones redactadas en los informes de comparación y emitidos por SNM INDECOPI se concluye que el Laboratorio de RELES ha sido el que ha reportado la menor incertidumbre de un total de 4 laboratorios participantes por lo que se cumple el objetivo de reportar la menor incertidumbre en calibración de termómetros digitales.

La introducción en el manejo de la celda de punto triple de agua nos abre la posibilidad de comprobar de manera práctica los efectos físicos producidos en los sistemas en equilibrio termodinámico sabiendo de antemano que la Escala Internacional está compuesta de otros puntos fijos de definición entre los que se encuentran normalmente puntos de fusión y solidificación.

6.2 Recomendaciones

Si bien es cierto que los ejercicios de comparación interlaboratorios son una herramienta muy eficaz para comprobar el desempeño en la ejecución de un método de calibración por un

laboratorio sería también altamente recomendable efectuar otras pruebas, técnicamente posibles, tales como R&r (Repetibilidad y reproducibilidad) de tal manera que se compruebe el desempeño de los metrologos y el sistema de medición al aplicar el método de manera individual.

Al disminuir los aportes por el sistema de medición de temperatura se encuentra que ya va tomando relevancia el aporte generado por la falta de estabilidad y uniformidad del baño termostático utilizado en la calibración de termómetros. Por ende, es recomendable tratar de mejorar el desempeño de los baños termostáticos utilizados añadiendo accesorios tales como bloques igualadores

Bibliografía

- [1] E. Guillen. *Curso de Termometría* pag. 23-30 (2006)
- [2] H. Preston-Thomas, "The International Temperature Escale of 1990 (ITS-90)" *Metrologia* 27, 3-10, (1990).
- [3] J. V. Nicholas and D. R. White *Traceable temperatures* pag. 164-166 John Wiley & Sons, Ltd. (2001)
- [4] Curtis, D. J. *Thermal Hysteresis effects in platinum resistance thermometers*, *TMCS1*, 5, 803-812 (1982).
- [5] Sostmann, H. E. and Tavener J.P. *Isotech Journal of Thermometry*. 3, 1 pag 5 (1992).
- [6] Mangum, B. W. and Evans, G.A. *Investigation of the stability of small platinum resistance thermometers*. *TMCS1*, 5, 795-801.(1982)
- [7] Mangum, B. W. *Stability of small industrial platinum resistance thermometers*. *J. Res. Nat. Bur. Stand.*, 89, 305-316.
- [8] Curtis, D. J. *Thermal Hysteresis effects in platinum resistance thermometers*. *TMCS1*, 5, 803-812.
- [9] Curtis, D. J. *Temperature its measurement and control in science and industry*. 5, 803 (1982).
- [10] R. Ramírez Bazán. *¿Cómo interpretar el certificado de calibración de un Termómetro de resistencia de platino?* , Simposio de Metrología 2001.
- [11] J. Angel Moreno. *Propuesta de documentación de validación de métodos para cumplir con la norma ISO/IEC 17025:2005*, Encuentro Nacional de Metrología Eléctrica 2005.
- [12] J. Dajes. *Guía para la Expresión de la Incertidumbre en la Medición*. INDECOPI, (1995)
- [13] J. V. Nicholas and D. R. White *Traceable temperatures* pag. 223-224 John Wiley & Sons, Ltd. (2001)

- [14] *Guía Técnica sobre Trazabilidad e Incertidumbre en la Calibración de Termómetros de Líquido en Vidrio en Baños de Líquido Controlado Térmicamente* pag. 31-32 CENAM (2008)