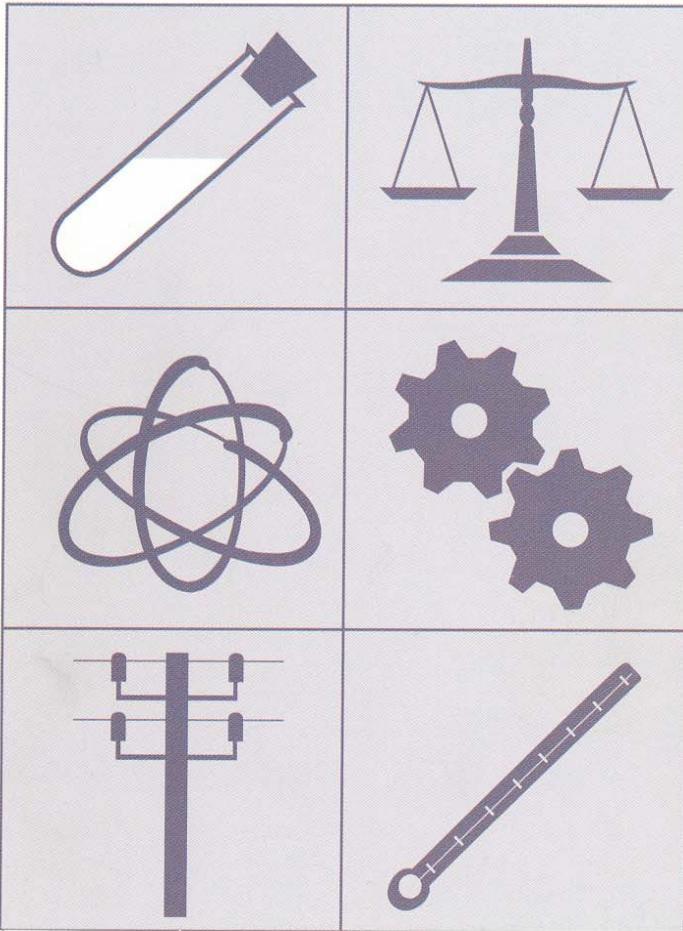


# Metrología

## PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN



**PROCEDIMIENTO TH-004 PARA LA CALIBRACIÓN POR COMPARACIÓN DE TERMÓMETROS DE COLUMNA DE LÍQUIDO**

m 08



GOBIERNO  
DE ESPAÑA

MINISTERIO  
DE INDUSTRIA, TURISMO  
Y COMERCIO



Este procedimiento ha sido revisado, corregido y actualizado, si ha sido necesario.

La presente edición se emite en formato digital. Hay disponible una edición en papel que se puede adquirir en nuestro departamento de publicaciones.

Este procedimiento de calibración es susceptible de modificación permanente a instancia de cualquier persona o entidad. Las propuestas de modificación se dirigirán por escrito, justificando su necesidad, a cualquiera de las siguientes direcciones:

Correo postal  
Centro Español de Metrología  
C/ del Alfar, 2,  
28760 Tres Cantos, Madrid

Correo electrónico  
[cem@cem.es](mailto:cem@cem.es)



## ÍNDICE

	Página
1. OBJETO .....	4
2. ALCANCE .....	4
3. DEFINICIONES .....	4
4. GENERALIDADES .....	8
5. DESCRIPCIÓN.....	13
5.1. Equipos y materiales .....	13
5.2. Operaciones previas .....	14
5.3. Proceso de calibración.....	17
5.4. Toma y tratamiento de datos .....	21
6. RESULTADOS .....	23
6.1. Cálculo de incertidumbres.....	23
6.2. Interpretación de resultados.....	30
7. REFERENCIAS .....	32
8. ANEXOS.....	34



## 1. OBJETO

Este procedimiento tiene por finalidad establecer y definir la sistemática a seguir en las calibraciones de termómetros de columna de líquido de precisión, por comparación en baños de líquido de temperatura controlada a inmersión total.

Según la clasificación de instrumentos de Metrología de Temperatura [1] su código de identificación es el 05.11.

## 2. ALCANCE

Este procedimiento afecta a todos los termómetros de columna de líquido de inmersión total, que se calibran en baños de temperatura controlada, habitualmente de alcohol, agua destilada, aceites o sales, lo que cubre un rango de temperaturas de -80 °C a 500 °C. La calibración de los termómetros se realizará con referencia a termómetros patrón calibrados con referencia a la Escala Internacional de Temperatura de 1990, EIT-90 [2].

## 3. DEFINICIONES

### Termómetro de columna de líquido:

Instrumento destinado a realizar mediciones de temperatura, basado en la dilatación longitudinal, proporcional a la temperatura registrada de un líquido (mercurio, aleaciones mercurio/talio, alcohol, etc.) contenido en un recipiente de vidrio.

### Termómetro de resistencia de platino:

Instrumento sensible a las variaciones de temperatura constituido por una resistencia termométrica dentro de una vaina protectora, hilos de conexión internos y terminales externos que permiten su conexión a equipos de medida eléctricos.

### Termómetro faden:

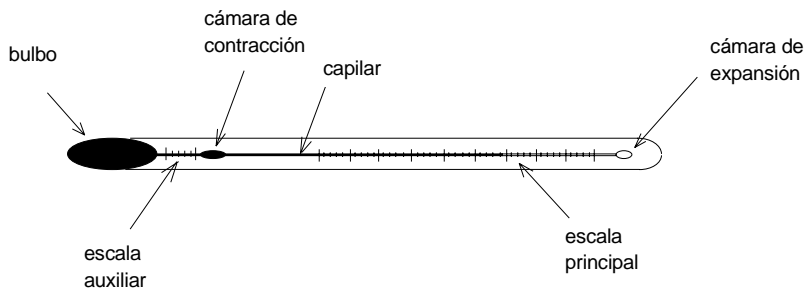
Termómetro de columna de mercurio con el bulbo de gran longitud.

### Cámara de contracción (figura 1):

Ensanchamiento en la parte inferior del capilar (debajo de la escala principal o entre la escala principal y la escala auxiliar) que sirve para reducir la longitud del capilar necesaria para alcanzar la escala principal del termómetro.

### Cámara de expansión (figura 1):

Ensanchamiento en la parte superior del capilar que sirve para prevenir un exceso de presión interna cuando el mercurio o el correspondiente líquido termométrico asciende por el capilar.



**Figura 1**

### Capilar (figura 1):

Cavidad cilíndrica de vidrio por la que asciende o desciende el mercurio o el correspondiente líquido termométrico, cuando se eleva o se disminuye la temperatura, respectivamente.



### Columna:

Líquido termométrico que asciende por el capilar.

### Bulbo (figura 1):

Depósito de vidrio de paredes delgadas que contiene la reserva de mercurio o del correspondiente líquido termométrico. Su volumen está relacionado con el tamaño de la escala y el diámetro del capilar.

### Escala principal (figura 1):

Escala donde se lee la temperatura indicada por el termómetro. Está graduada en grados Celsius u otros o múltiplos o submúltiplos de grados.

### Escala auxiliar (figura 1):

Escala corta adicional de algunos termómetros, que no está incluida en el rango de la escala principal, que se usa para comprobaciones periódicas de la medida de temperatura del termómetro a una temperatura de referencia (p. e. punto del hielo).

### Calibración [3] (6.11):

Conjunto de operaciones que establecen, en condiciones especificadas, la relación entre los valores de una magnitud indicados por un instrumento de medida o un sistema de medida, o los valores representados por una medida materializada o por un material de referencia, y los valores correspondientes de esa magnitud realizados por patrones.

### NOTAS:

- 1 El resultado de una calibración permite atribuir a las indicaciones los valores correspondientes del mensurando o bien determinar las correcciones a aplicar en las indicaciones.



- 2 Una calibración puede también servir para determinar otras propiedades metrológicas tales como los efectos de las magnitudes de influencia.
- 3 Los resultados de una calibración puede consignarse en un documento denominado, a veces, **certificado de calibración** o **informe de calibración**.

#### Resolución (de un dispositivo visualizador) [3] (5.12):

La menor diferencia de indicación de un dispositivo visualizador que puede percibirse de forma significativa.

#### NOTAS:

- 1 Para un dispositivo visualizador digital, diferencia de la indicación que corresponde al cambio de una unidad en la cifra menos significativa.
- 2 Este concepto se aplica también a un dispositivo registrador.

#### Corrección [3] (3.15):

Valor sumado algebraicamente al resultado sin corregir de una medición para compensar un error sistemático.

#### NOTAS:

- 1 La corrección es igual al opuesto del error sistemático estimado.
- 2 Puesto que el error sistemático no puede conocerse perfectamente, la compensación no puede ser completa.

#### Incertidumbre de medida [3] (3.9):

Parámetro, asociado al resultado de una medición, que caracteriza la dispersión de los valores que podrían razonablemente ser atribuidos al mensurando.



## NOTAS:

- 1 El parámetro puede ser, por ejemplo, una desviación estándar (o un múltiplo de ésta) o la semiapertura de un intervalo con un nivel de confianza determinado.
- 2 La incertidumbre de medida comprende, en general, varios componentes. Algunos pueden ser evaluados a partir de la distribución estadística de los resultados de series de mediciones y pueden caracterizarse por sus desviaciones estándar experimentales. Los otros componentes, que también pueden ser caracterizados por desviaciones estándar, se evalúan asumiendo distribuciones de probabilidad, basadas en la experiencia adquirida o en otras informaciones.
- 3 Se entiende que el resultado de la medición es la mejor estimación del valor del mensurando, y que todos los componentes de la incertidumbre, comprendidos los que provienen de efectos sistemáticos, tales como los componentes asociados a las correcciones y a los patrones de referencia, contribuyen a la dispersión.

Esta definición es la de la “Guía para la expresión de la incertidumbre de medida” donde sus bases están expuestas con detalle (en particular ver 2.2.4 y anexo D[5]).

## 4. GENERALIDADES

El principio de funcionamiento de un termómetro de columna de líquido es la expansión térmica. Cuando aumenta la temperatura del bulbo del termómetro, el líquido y el vidrio que lo contiene se dilatan con diferentes coeficientes de dilatación, lo que origina un avance del líquido (columna) por el capilar del vidrio. La parte superior de la columna de líquido se denomina menisco y logra su reposo cuando la temperatura del bulbo es igual a la del medio. La temperatura puede ser leída, entonces, por la posición del menisco en una escala dibujada sobre el vidrio del termómetro. La reserva de líquido está contenida en el bulbo, que contiene un volumen de líquido equivalente a un número específico de grados de la escala, dependiendo de los coeficientes de expansión del líquido y el vidrio.





La tensión superficial presente en el menisco de líquidos que no “mojan” (p. e. mercurio), produce presiones en el seno del líquido que se traducen en pequeñas deformaciones del bulbo. Cuando la presión es variable debido a variaciones de diámetro o imperfecciones del capilar, la variación de la columna de líquido con la temperatura se realiza de forma discontinua (saltos), que es necesario evitar mediante vibraciones del termómetro y observando que sus incrementos sean compatibles con la incertidumbre de calibración.

En termómetros con líquidos orgánicos, que “mojan” la superficie del capilar, no se presenta el fenómeno de variaciones de presión, sin embargo, estos líquidos tienen tendencia a permanecer en las paredes del capilar, por lo que deben darse tratamientos térmicos y desplazamientos de la columna de líquido que aseguren la no permanencia de restos de líquido en el capilar o en la cámara de expansión. Esto se hará antes de la calibración como se describe más adelante.

Existen tres tipos de termómetros de columna de líquido, según su modo de inmersión:

- a) Termómetros de inmersión total: están diseñados para indicar temperaturas correctamente cuando el bulbo y toda la columna de líquido están inmersos en el medio del que se va a medir la temperatura. En la práctica, aproximadamente 1 cm de columna debe estar fuera del medio, para que se pueda leer el termómetro.
- b) Termómetros de inmersión parcial: están diseñados para indicar temperaturas correctamente cuando el bulbo y una longitud especificada de la columna se encuentran sumergidas en el medio del que se va a medir la temperatura. La longitud que se debe sumergir debe venir indicada o estar señalada sobre el termómetro.
- c) Termómetros de inmersión completa: están diseñados para indicar temperaturas correctamente cuando la totalidad del termómetro está sumergido en el medio del que se va a medir la temperatura. Éstos son menos habituales.



La estabilidad de un termómetro de columna de líquido viene limitada generalmente por el vidrio utilizado en el bulbo, que introduce inestabilidades que deben ser consideradas en su uso y calibración. El vidrio se encuentra permanentemente en una fase de cambio o deriva a largo plazo hacia un estado de equilibrio que depende de la temperatura a la que se encuentra, esto se denomina “cambio secular”. Esta deriva suele ser más pronunciada durante el primer año de uso del termómetro. Otro cambio que sufre el termómetro y que es generalmente más significativo es la denominada “depresión de cero”. Esta es debida a una histéresis del vidrio que tarda en recuperar sus dimensiones originales después del uso a temperaturas elevadas.

Existen otros mecanismos y defectos comunes que afectan al funcionamiento de los termómetros de columna de líquido, como son la separación y/o inclusión de burbujas en el líquido termométrico (especialmente en termómetros de líquidos orgánicos), escala irregular, errores de paralaje en la lectura, defectos de capilaridad, etc.

La calibración por comparación consiste en la determinación de la corrección del termómetro,  $C$ , es decir, la diferencia entre la temperatura del baño que indican los patrones,  $t_{\text{ref}}$ , y la indicada por el termómetro,  $t_x$ , con sus correcciones en cada punto de calibración:

$$C = t_{\text{ref}} - (t_x + \delta t_{x,\text{res}} + \delta t_0 + \delta t_p) \quad (1)$$

donde se han tenido en cuenta las posibles correcciones en el termómetro a calibrar por resolución, depresión de cero e influencia de la presión (pueden existir otras en cada caso particular: inmersión parcial, saltos en la columna, etc., que se añadirían como otros  $\delta t$  en la ecuación (1)).

La temperatura indicada por los patrones,  $t_{\text{ref}}$ , es la media de las lecturas con los dos patrones utilizados,  $t_1$  y  $t_2$ , ya corregidas según los resultados de los certificados y con una serie de correcciones adicionales que escribimos a continuación:



$$t_{\text{ref}} = \frac{1}{2} [t_1 + \delta t_{c1} + \delta t_{d1} + \delta t_{1,\text{res}} + \delta t_{1,\text{mi}} + \delta t_{1,\text{int}} + t_2 + \delta t_{c2} + \delta t_{d2} + \delta t_{2,\text{res}} + \delta t_{2,\text{mi}} + \delta t_{2,\text{int}}] + \delta t_u + \delta t_e \quad (2)$$

donde se han tenido en cuenta las posibles correcciones debidas a la estabilidad y uniformidad del baño y las debidas a la incertidumbre de calibración, deriva, resolución, magnitudes de influencia e interpolación en los resultados del certificado de los patrones (pueden existir otras según cada caso particular: repetibilidad, histéresis y/o uniformidad de los patrones si no están incluidas en la incertidumbre de calibración, correcciones de certificado de calibración no realizadas, etc.).

### Símbolos y abreviaturas

EIT-90: Escala Internacional de Temperatura de 1990

C: corrección del termómetro

c: coeficiente de sensibilidad

C<sub>ip</sub>: corrección por columna emergente

d: deriva de un patrón, intervalo de variación de la corrección de temperatura del patrón entre calibraciones expresado en ±

e<sub>b</sub>: estabilidad del baño, intervalo máximo de variación de la temperatura del baño en los puntos de calibración durante el tiempo que dura ésta

k: factor de cobertura

K: coeficiente de dilatación relativa

N: longitud de columna emergente en número de grados Celsius

p: presión del laboratorio

R: resolución o división del termómetro

t<sub>x</sub>: temperatura indicada por el termómetro a calibrar



$t_{ref}$ : temperatura media a la que se encuentran los patrones

$C_{0i}$ : corrección de la temperatura medida en el punto de calibración más bajo al iniciar la calibración

$C_{0f1}$ : corrección de la temperatura medida en el punto de calibración más bajo después de medir el punto de calibración más alto

$C_{0f2}$ : corrección de la temperatura medida en el punto de calibración más bajo 72 h después de medir  $C_{0f2}$

$t_1, t_2$ : temperatura indicada por el primer y segundo patrón

$t_c$ : temperatura medida de la columna emergente cuando se hacen correcciones por no poder medir a inmersión total

$u_b$ : uniformidad del baño, intervalo máximo de variación de la temperatura del baño en la zona de calibración entre los distintos puntos

$u$ : incertidumbre típica

$U$ : incertidumbre expandida

$\delta t_0$ : depresión de cero, la mayor de las diferencias  $|C_{0i} - C_{0f1}|$  y  $|C_{0f1} - C_{0f2}|$

$\delta t_{c1}, \delta t_{c2}$ : correcciones en la temperatura indicada por el primer y segundo patrón debidas a la incertidumbre de calibración

$\delta t_{d1}, \delta t_{d2}$ : correcciones en la temperatura indicada por el primer y segundo patrón debidas a la deriva entre calibraciones

$\delta t_{1,res}, \delta t_{2,res}$ : correcciones en la temperatura indicada por el primer y segundo patrón debidas a la resolución de los termómetros patrón



$\delta t_{1,mi}$ ,  $\delta t_{2,mi}$ : correcciones en la temperatura indicada por el primer y segundo patrón debidas a magnitudes de influencia

$\delta t_{1,int}$ ,  $\delta t_{2,int}$ : correcciones en la temperatura indicada por el primer y segundo patrón debidas al error de interpolación en los resultados del certificado de los patrones

$\delta t_u$ : correcciones en la temperatura indicada por los patrones debido a la falta de uniformidad del baño de calibración

$\delta t_e$ : correcciones en la temperatura indicada por los patrones debido a la falta de estabilidad del baño de calibración

$\delta t_p$ : correcciones en la temperatura indicada por el termómetro a calibrar debido a las variaciones de presión en el laboratorio

$\delta t_{x,res}$ : corrección en la temperatura indicada por el termómetro a calibrar debido a la resolución

$\kappa$ : coeficiente de presión externa del termómetro a calibrar, variación de la presión con la temperatura

$\Delta p$ : variaciones de presión del laboratorio, intervalo máximo de variación de la presión del laboratorio

## 5. DESCRIPCIÓN

### 5.1. Equipos y materiales

Para la calibración contemplada en este procedimiento serían necesarios los siguientes equipos y materiales:

- Dos termómetros patrón (de resistencia, de columna de líquido de precisión, digitales, etc.) con incertidumbre de calibración de, al menos, un orden de magnitud inferior a la incertidumbre de calibración esperada. (Es recomendable disponer de otro patrón adicional, p. e. en el caso de que las diferencias



encontradas entre las lecturas de los dos patrones usados durante la calibración sea mayor que la uniformidad del medio de calibración es útil para verificar si uno de los patrones está midiendo mal).

- Baños de líquido de temperatura controlada con funcionamiento en el margen de calibración del termómetro, caracterizados en estabilidad y uniformidad, que deben ser coherentes con la incertidumbre de calibración esperada. También puede ser necesario un baño de hielo.
- Sistema óptico de lectura (lentes, catalejo, cámara de vídeo conectada a un monitor, etc.) para la lectura de la indicación de los termómetros.
- Termómetros faden.
- Registradores de las condiciones ambientales del laboratorio (temperatura, presión, humedad) adecuados para el margen de presión, temperatura y humedad a las que habitualmente se encuentra el laboratorio.

## 5.2. Operaciones previas

- 1) El termómetro a calibrar deberá estar identificado con, al menos, un número de serie. Si no lo estuviera, y antes de iniciar la calibración, se procederá a su identificación por el laboratorio, asociando en el lugar del termómetro que se considere más apropiado un número identificativo de la forma que determine el laboratorio (p. e. una etiqueta).
- 2) El termómetro a calibrar debe ser inspeccionado con detalle (utilizando una lente de aumento, p. e.), para comprobar si existen o no algunos de los siguientes defectos:
  - Las marcas y graduación no son nítidas y regulares.



- Se observan irregularidades en el interior del capilar o pequeñas fisuras en el vidrio, que podrían causar problemas en la lectura o la rotura del termómetro durante la calibración.
- Columna de líquido partida.
- Presencia de burbujas en la columna de líquido.
- Presencia de líquido en la cámara de expansión.

No se realizará la calibración del termómetro si se detecta alguna de las dos primeras imperfecciones señaladas anteriormente.

- 3) Se anotarán las condiciones ambientales durante la calibración: temperatura, humedad y presión.
- 4) Si es necesario, se preparará un baño de hielo de forma que se aproxime lo más posible a su valor teórico de 0 °C. Para la realización del punto del hielo se seguirán las instrucciones dadas en el Anexo I.
- 5) Si se ha observado que la columna de líquido se encuentra partida, existen burbujas en la columna de líquido o existe líquido en la cámara de expansión, se deberá reunir todo el líquido en la columna antes de la calibración, informando previamente al cliente y con su aceptación previa. Existen varias formas [4]:
  - Enfriar el bulbo del termómetro en hielo (u otro agente frío) hasta concentrar todo el líquido termométrico en el bulbo. En el caso del mercurio se puede introducir el bulbo en hielo seco (nieve carbónica) para congelar el líquido. El mercurio se reunirá fácilmente en el bulbo con pequeñas vibraciones o agitación manual del termómetro. Si se ha congelado el mercurio hay que tener cuidado al volver a calentarlo, iniciando el calentamiento en la parte superior del bulbo para evitar presiones que podrían fracturar el termómetro.
  - Si existe una cámara de contracción en el termómetro, las porciones de líquido separadas deben llevarse primero a



dicha cámara, enfriando el bulbo. Después se agitará el termómetro hasta que la parte separada se concentre en gotas. Para reunir las gotas con el resto del líquido se calentará y enfriará sucesivamente el termómetro para llevar el líquido de la cámara de contracción a la de expansión hasta juntarlo. Debe tenerse cuidado de no llenar con líquido más de  $2/3$  de la cámara de expansión del termómetro.

- Para termómetros sin cámara de expansión con restos de líquido en la parte superior se puede convertir el líquido separado en vapor, calentando la parte alta del termómetro. El vapor se condensará entonces en la parte fría del capilar. Cuando se ha producido la destilación completa y no queda líquido en la parte alta del termómetro, se calienta el bulbo para que las gotas de líquido (localizadas ahora en el capilar del termómetro) sean recogidas por la columna ascendente.
  - En el caso de detectar burbujas de gas en el bulbo del termómetro es preciso primero llevar todo el líquido termométrico al bulbo, enfriando el termómetro. Posteriormente, con el termómetro en horizontal, se golpea suavemente el bulbo hasta formar una sola burbuja en el bulbo. Manteniendo el termómetro en horizontal se fuerza a la burbuja a viajar hacia la pared del bulbo rotando el termómetro y golpeándolo levemente con la mano. Cuando la burbuja llega a la superficie interna del bulbo, se coloca el termómetro en vertical para dejar la burbuja en la parte superior del bulbo y reunir el líquido según se ha descrito anteriormente.
- 6) En los termómetros con líquidos orgánicos (etanol o tolueno) se debe eliminar la película de líquido que puede existir en el capilar mediante destilación, acumulando todo el líquido en el bulbo. La calibración de este tipo de termómetros se hará siempre a temperaturas crecientes para evitar dejar una película de líquido en las paredes del capilar.





- 7) Si es preciso realizar alguno de los procesos descritos en 5) ó 6), antes de la calibración se deberá esperar un periodo aproximado de 72 h. Independientemente de esto, es conveniente, antes de comenzar la calibración, respetar un tiempo de estabilización en las condiciones ambientales del laboratorio.

### 5.3. Proceso de calibración

#### 5.3.1. Secuencia de las operaciones objeto del procedimiento

- 1) En general, durante la calibración, las medidas de la temperatura se harán cuando el baño de líquido de temperatura controlada se encuentre estable y uniforme, lo que debe comprobarse en cada punto de calibración. El laboratorio, debe tener caracterizados previamente sus baños que tendrán valores asignados de estabilidad y uniformidad a los que se va a hacer referencia en este procedimiento (la forma particular de caracterización de un baño no es objeto de este procedimiento). Para comprobar si el baño está lo suficientemente estable, se registrará la lectura de uno de los patrones. Para comprobar si el baño está uniforme se utilizarán dos patrones. Si no se consigue la estabilidad y uniformidad previamente definida se aumentará convenientemente la incertidumbre.

Si se utilizan patrones electrónicos (p.e. termómetros digitales, puentes de medida de resistencia, etc.) deberán conectarse un tiempo antes de comenzar las mediciones según se indique en los manuales.

- 2) Debe asegurarse una profundidad de inmersión adecuada del termómetro a calibrar y los patrones. Si no fuera posible introducir el termómetro a calibrar a inmersión total en el baño (termómetro demasiado largo



o baño de pequeñas dimensiones) se realizarán correcciones por columna emergente según lo indicado en el Anexo II. Además se procurará colocar los termómetros a calibrar y los patrones en la zona central del baño (zona caracterizada en uniformidad), próximos y sin tocarse entre sí.

- 3) Se determinará el coeficiente de presión externa en el caso de termómetros de alta precisión, con división menor de  $0,05\text{ }^{\circ}\text{C}$ , según Anexo III.
- 4) Calibración del termómetro en los puntos elegidos empezando por el punto más bajo de la escala. Durante la calibración se debe mantener el termómetro en vertical, para evitar errores de lectura debidos al paralaje, y se debe vibrar el termómetro, para evitar errores de lectura relacionados con la tensión superficial entre menisco y el vidrio. Para esto puede ser suficiente mantenerlo solidario con el baño, ya que los baños suelen vibrar en general debido a los motores de agitación o compresores, si no, hacerlo manualmente o con un vibrador mecánico. También se verificará durante la calibración la no existencia de saltos en el desplazamiento de la columna de líquido por el capilar del termómetro.

### 5.3.2. Método de realización

#### Medida del coeficiente de presión

Para termómetros de precisión con divisiones inferiores a  $0,05\text{ }^{\circ}\text{C}$ , se determinará el efecto de la presión exterior en el bulbo (presión atmosférica) siguiendo el proceso descrito en el Anexo III. Para el resto de termómetros la influencia es normalmente despreciable y si es necesario se puede considerar un valor del coeficiente de presión externa de  $1,5\text{ mK/kPa}$  (Anexo III).



## Calibración

Se comienza la calibración con la medida en 0 °C, si este valor no estuviese incluido en la escala se medirá el de temperatura más baja.

Se debe procurar que ni los patrones ni los termómetros a calibrar toquen el fondo o las paredes del baño. Se deben situar en la zona caracterizada del baño en uniformidad y a veces puede ser útil utilizar un homogeneizador (bloque metálico, p. e.) para ganar en uniformidad en temperatura.

La calibración se realizará en puntos de temperaturas crecientes que cubran como mínimo el 80% de la escala (es conveniente tomar cinco o más puntos). Para comprobar si el baño está lo suficientemente estable, es conveniente registrar la lectura de uno de los patrones.

El proceso de lectura que se repetirá para cada punto de calibración, consiste en:

- 1) Lectura del primer patrón, corregida según certificado,  $t_{11}$ .
- 2) Lectura del termómetro a calibrar utilizando el sistema óptico e intentando separar cada división de escala del termómetro en, al menos, cinco partes,  $t_{x1}$ .
- 3) Lectura del segundo patrón, corregida según certificado,  $t_2$ .
- 4) Lectura del termómetro a calibrar,  $t_{x2}$ , si se calibra más de un termómetro las lecturas se realizarán en orden inverso a como se hayan hecho en 2).
- 5) Lectura del primer patrón, corregida según certificado,  $t_{12}$ .

En este proceso, si la diferencia entre la temperatura del primer patrón (media de  $t_{11}$  y  $t_{12}$ ) y del segundo ( $t_2$ ), en un



punto de calibración determinado, es mayor que la combinación cuadrática de la uniformidad y la estabilidad asignada al baño de calibración<sup>(1)</sup>, se repetirá la medida, por falta de uniformidad o estabilidad. Si la diferencia persiste se sustituirá uno de los patrones para identificar el origen del problema. También se repetirá la medida en el punto de calibración si se observan diferencias mayores que la estabilidad asignada al baño de calibración<sup>(2)</sup> entre las dos lecturas del primer patrón ( $t_{11}$  y  $t_{12}$ ), por falta de estabilidad.

#### NOTAS:

- 1 Se considera que la diferencia entre las lecturas de los dos patrones puede ser debida a la falta de estabilidad y de uniformidad del baño. Se permite una variación dentro de los límites de la estabilidad y uniformidad del baño utilizado, para asegurarse de que las medidas se han tomado con el baño suficientemente estable y uniforme (sistema bajo control estadístico).
- 2 Se considera que la diferencia entre la primera y la segunda medida del primer patrón solo puede ser debida a la falta de estabilidad del baño. Se permite una variación dentro de los límites de estabilidad del baño utilizado, para asegurarse de que las medidas se han tomado con el baño suficientemente estable (sistema bajo control estadístico).

En cada punto de calibración se recomienda hacer sólo uno de los ciclos indicados y, no se realizará ningún tipo de cálculo estadístico con dichas medidas ya que están altamente correlacionadas. El tomar dos medidas de los patrones y dos del termómetro a calibrar es para asegurarse de la estabilidad y la uniformidad del baño. La medida de la dispersión estadística es muy costosa en tiempo. Una estimación de la posible dispersión estadística de las medidas del termómetro estaría incluida en la determinación de  $\delta t_0$ , a partir de medidas repetidas en el punto más bajo de la escala del termómetro.



En el caso de termómetros de columna de mercurio, si alguno de los puntos de calibración está situado en 150 °C o por encima de esta temperatura es aconsejable mantener la columna de mercurio por encima del nivel del baño unos centímetros para evitar la destilación del mercurio, hasta justo antes de realizar la medida.

La temperatura asignada a cada punto de calibración será la media de las temperaturas obtenidas con los patrones. Esta media se obtiene primero para las temperaturas determinadas por el primer patrón ( $t_1$ ) y después se vuelve a hacer la media para los dos patrones.

El cero, o el punto de temperatura más baja, se mide al iniciar la calibración, obteniéndose la corrección en ese punto  $C_{0i}$ . Dicho punto se repetirá justo al acabar el de temperatura más alta, obteniéndose  $C_{0f1}$ , y dejando pasar aproximadamente 72 h, obteniéndose  $C_{0f2}$ , para detectar una posible “depresión de cero” en el termómetro,  $\delta t_0 = \max(|C_{0i} - C_{0f1}|, |C_{0f1} - C_{0f2}|)$ .

## 5.4. Toma y tratamiento de datos

### 5.4.1. Medida del coeficiente de presión

En el caso de realizar estas pruebas se anotarán las veces necesarias (véase Anexo III):

- La temperatura que mide el termómetro,  $t$ , a la presión atmosférica, y el valor de dicha presión,  $p$ .
- La temperatura que mide el termómetro,  $t'$ , a la presión más alta, y el valor de dicha presión,  $p'$ .
- Con estos valores se calculará  $\kappa$  según:

$$\kappa = \frac{t - t'}{p - p'} \quad (3)$$



Como las medidas se realizan varias veces, el valor final de  $\kappa$  será la media de los valores calculados con (3).

#### 5.4.2. Calibración

Para cada punto de calibración se anotarán los siguientes datos:

- Los valores en grados que indican los patrones,  $t_1$  (media de  $t_{11}$  y  $t_{12}$ ) y  $t_2$ , corregidas según certificado. Con estos datos se harán los cálculos correspondientes para asegurarse de la estabilidad y uniformidad del baño según se indica en 5.3.2.
- El valor en grados que indica el termómetro a calibrar,  $t_x$  (media de  $t_{x1}$  y  $t_{x2}$ ).
- La corrección de cada termómetro,  $C$ . La corrección en el punto de calibración será la diferencia entre la media de la lectura de los patrones y la media de las indicadas por el termómetro a calibrar:

$$C = \frac{t_1 + t_2}{2} - t_x \quad (4)$$

- Los valores de las condiciones ambientales.
- Los resultados de la calibración se indicarán en una tabla donde aparezca para cada punto de calibración: la temperatura de los patrones (media de  $t_1$  y  $t_2$ ), del termómetro,  $t_x$ , corrección,  $C$ , e incertidumbre de calibración con su factor de cobertura.

Si el termómetro se calibra a inmersión parcial se anotará, además de lo anterior (véase Anexo II):

- número de grados de columna emergente,  $N$ .
- temperatura de la columna emergente medida con el termómetro faden,  $t_e$ .
- se calcula la corrección por columna emergente,  $C_{ip}$ , con:



$$C_{ip} = N(t_{ref} - t_e)K \quad (5)$$

donde  $K$  es el coeficiente de dilatación relativa (véase Anexo II) y  $t_{ref}$  la temperatura media indicada por los patrones (media de  $t_1$  y  $t_2$ ).

- Esta corrección,  $C_{ip}$ , se sumará a la lectura del termómetro,  $t_x$ , para tener el valor corregido de la indicación del termómetro a esa temperatura.

## 6. RESULTADOS

### 6.1. Cálculo de incertidumbres

Para el cálculo de incertidumbres, se han seguido las pautas recomendadas en la “Guía para la expresión de la incertidumbre de medida” [5] y documento CEA-ENAC-LC/02 [6].

El resultado de la calibración, según se recoge en la ecuación (1), es la corrección, donde la  $t_{ref}$ , se ha expresado por separado en la ecuación (2).

A partir de estas expresiones, se distinguen por un lado las incertidumbres del sistema de calibración (patrones y medios isotermos) y por otro las correspondientes al termómetro a calibrar que variarán según sus características y comportamiento. Las del sistema serán debidas a la calibración, deriva y resolución de los patrones, magnitudes de influencia sobre los patrones, interpolación o correcciones del certificado no realizadas y a la estabilidad y uniformidad de los baños. Para el termómetro siempre tendremos la incertidumbre de lectura (resolución), la debida a las variaciones de presión en el laboratorio y la “depresión de cero” (pueden existir incertidumbres adicionales en algunos casos: por profundidad de inmersión parcial, por saltos en la columna, paralaje, etc.).

#### 6.1.1. Incertidumbre del sistema de calibración



La determinación de la temperatura del baño de calibración, que se hace a través del valor medio de la lectura de dos patrones se expresa según (2), teniendo en cuenta todas las variables que intervienen.

Para calcular la incertidumbre se aplica la ley de propagación de incertidumbres en la ecuación (2), donde se considera que las correcciones de temperatura son nulas (no se hacen correcciones a las lecturas de los patrones por incertidumbre de calibración, deriva, resolución, error de interpolación, magnitudes de influencia y estabilidad y uniformidad de los baños) mientras que no lo son sus incertidumbres. Se considera también que todas las variables de (2) no tienen correlación. El desarrollo matemático completo se encuentra en el Anexo IV donde se obtiene la ecuación:

$$u^2(t_{\text{ref}}) = \frac{1}{4} \left[ u^2(t_1) + u^2(t_2) + u^2(\delta t_{c1}) + u^2(\delta t_{c2}) + u^2(\delta t_{d1}) + u^2(\delta t_{d2}) + u^2(\delta t_{1,\text{res}}) + u^2(\delta t_{2,\text{res}}) + u^2(\delta t_{1,\text{int}}) + u^2(\delta t_{2,\text{int}}) + u^2(\delta t_{1,\text{mi}}) + u^2(\delta t_{2,\text{mi}}) \right] + u^2(\delta t_e) + u^2(\delta t_u) \quad (6)$$

Cada término de incertidumbre se explica a continuación:

$u(t_1)$ ,  $u(t_2)$ : Incertidumbres de lectura del primer y segundo patrón. Como no se hacen lecturas estadísticamente significativas en cada punto de calibración no se consideran estas contribuciones.

$u(\delta t_{c1})$  y  $u(\delta t_{c2})$ : Las incertidumbres de calibración de los patrones que se obtienen a partir de los datos de sus certificados de calibración,  $U/k$ , siendo  $k$  el factor de cobertura asociado a  $U$ . Si en la incertidumbre del certificado no está incluida la repetibilidad o la posible histéresis o uniformidad, debería añadirse un término adicional. Si se trata de resistencias de platino conectadas a un puente calibrado independientemente habría que considerar también la incertidumbre de calibración del puente,  $U/k$ , en °C.





$u(\delta t_{d1})$  y  $u(\delta t_{d2})$ : Deriva máxima de los patrones en el periodo de calibración elegido, expresada en  $\pm$ , dividida por  $\sqrt{3}$ , que se estimará a través de los históricos de los patrones o de datos suministrados por el fabricante. Si se trata de resistencias de platino conectadas a un puente calibrado independientemente habría que considerar también la incertidumbre debida a la deriva del puente, expresada en  $^{\circ}\text{C}$ .

$u(\delta t_{1,res})$ ,  $u(\delta t_{2,res})$ : Si los patrones están conectados a un equipo de lectura que da valores en grados Celsius, sería la resolución del equipo dividida por  $\sqrt{12}$ ; si fueran resistencias de platino conectadas a un puente que da lecturas en  $\Omega$ , sería la resolución de dicho puente dividida por  $\sqrt{12}$ , expresada en  $^{\circ}\text{C}$ .

$u(\delta t_{1,int})$ ,  $u(\delta t_{2,int})$ : Corresponde a la incertidumbre debida al error de interpolación a través de una curva obtenida de los resultados de calibración de los patrones, calculada como la raíz cuadrada de la suma de las diferencias al cuadrado de los valores del certificado y los obtenidos a partir de la curva, dividida por el número de puntos del certificado menos el número de parámetros del ajuste (dos en el caso de una recta).

NOTA:

En el caso de que no se corrijan los valores de los patrones a través de una interpolación en los datos del certificado de calibración, se deberá considerar en lugar de la incertidumbre de interpolación una contribución debida a la corrección no realizada (ver apartado F.2.4.5. [5])

$u(\delta t_{1,mi})$ ,  $u(\delta t_{2,mi})$ : en algunos caso pueden existir magnitudes de influencia (p.e. temperatura ambiente) sobre los termómetros patrón, en cuyo caso sería necesario evaluar su influencia en las condiciones de calibración.



NOTA:

Por ejemplo, si el equipo de lectura del patrón tiene un coeficiente de variación con la temperatura  $\alpha$ , expresado en  $^{\circ}\text{C}/^{\circ}\text{C}$ , se estimaría como  $\frac{\alpha \cdot \Delta t}{\sqrt{3}}$ , bajo la hipótesis de distribución rectangular y

siendo  $\pm \Delta t$  la variación de temperatura a considerar (entre la calibración que se está realizando y la calibración de los patrones).

$u(\delta t_e)$  y  $u(\delta t_w)$ : Las incertidumbres de los baños (incluido el baño de hielo si se utiliza) se calculan a partir de pruebas experimentales de estabilidad y uniformidad realizadas en el laboratorio.

NOTA:

Si se han dispuesto los patrones y el termómetro a calibrar en una zona limitada o utilizando un bloque igualador, la contribución a considerar será la correspondiente a estas condiciones.

En el Anexo V se realiza un ejemplo de cálculo de incertidumbres.

### 6.1.2. Incertidumbre de la corrección

La corrección del termómetro a calibrar durante la calibración,  $C$ , se ha expresado en (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 ecuación (1), donde se considera que las correcciones de temperatura son nulas (no se hacen correcciones a la lectura del termómetro por resolución, depresión de cero y variaciones de presión) mientras que no lo son sus incertidumbres. Se considera también que todas las variables de (1) no tienen correlación. El desarrollo matemático completo se encuentra en el Anexo IV donde se obtiene la ecuación:



$$u^2(C) = u^2(t_x) + u^2(\delta t_{x,\text{res}}) + u^2(\delta t_0) + u^2(\delta t_p) + u^2(t_{\text{ref}}) \quad (7)$$

NOTA:

En el caso de calibración a inmersión parcial de termómetros de inmersión total, se incluirá en la incertidumbre del termómetro la correspondiente incertidumbre asignada a la determinación de la temperatura de la columna emergente mediante termómetros faden (ver Anexo II). Si este es el caso,  $t_x$  es la temperatura corregida según el Anexo II. En el caso de que se detecten saltos en la ascensión de la columna de líquido por el capilar del termómetro, también se incluirá una incertidumbre asociada a este efecto.

Cada término de incertidumbre se explica a continuación:

$u(t_x)$ : La incertidumbre de lectura del termómetro. Como no se hacen medidas estadísticamente significativas en cada punto de calibración no se considera esta contribución.

$u(\delta t_{x,\text{res}})$ : La incertidumbre de resolución del termómetro, que dependerá del sistema óptico elegido y corresponderá a una fracción de la división del termómetro dividida por  $\sqrt{12}$ .

$u(\delta t_p)$ : Esta incertidumbre corresponde a las variaciones de presión en el laboratorio. Se estima como las variaciones de presión que ocurren en el laboratorio durante la calibración,  $\pm \Delta p$ , considerando una distribución rectangular, es decir,  $\frac{\Delta p}{\sqrt{3}}$ , multiplicado por el coeficiente de presión, que se puede tomar igual a 1,5 mK/kPa (véase Anexo III).

$u(\delta t_0)$ : La incertidumbre por “depresión de cero” del termómetro se calcula según lo indicado en el apartado 5.3, es decir, por la mayor diferencia entre la corrección obtenida en el punto más bajo del margen de calibración medido al inicio de la calibración y después del punto de temperatura máxima y entre la corrección obtenida después de la



temperatura máxima y el medido a las 72 h, considerando una distribución rectangular, es decir,  $\frac{\delta t_0}{\sqrt{12}}$ .

$u(t_{ref})$ : la incertidumbre calculada en el apartado 6.1.1.

En el Anexo V se realiza un ejemplo de cálculo de incertidumbres.

### 6.1.3. Cálculo final de la incertidumbre

La incertidumbre combinada obtenida en la ecuación (7) se multiplicaría por un factor  $k=2$ , para tener la incertidumbre expandida (se considera que la incertidumbre combinada corresponde a una distribución normal, por lo que este factor supone una probabilidad de cobertura del 95,45%). En el Anexo V se realiza un ejemplo de cálculo de incertidumbres.

NOTA:

Esto es cierto en general, ya que todas las contribuciones son de tipo B y se puede asumir que se cumplen las condiciones del Teorema Central del Límite, y que, por lo tanto, la incertidumbre combinada sigue una distribución normal. En el caso de que una de las contribuciones de tipo B fuera dominante y rectangular, se deberían calcular los grados efectivos de libertad según Anexo E [6].

Se recomienda recoger todas las contribuciones del cálculo de incertidumbre en una tabla [6]. En este caso conviene hacer dos tablas: una para calcular  $u(t_{ref})$  y otra para calcular  $u(C)$  (en el ejemplo del Anexo V se escriben la tablas desarrolladas con datos numéricos):



**Tabla 1: Resumen del cálculo de incertidumbres,  $u(t_{ref})$**

Magnitud $X_i$	Estimación $x_i$	Incertidumbre típica $u(x_i)$	Coef. de sensibilidad $c_i$	Contrib. a la incertidumbre típica $c_i \cdot u(x_i)$
$t_1$	$\frac{t_{11} + t_{12}}{2}$	$u(t_1)$	1/2	$u(t_1)/2$
$t_2$	$t_2$	$u(t_2)$	1/2	$u(t_2)/2$
$\delta t_{c1}$	0	$u(\delta t_{c1})$	1/2	$u(\delta t_{c1})/2$
$\delta t_{c2}$	0	$u(\delta t_{c2})$	1/2	$u(\delta t_{c2})/2$
$\delta t_{d1}$	0	$u(\delta t_{d1})$	1/2	$u(\delta t_{d1})/2$
$\delta t_{d2}$	0	$u(\delta t_{d2})$	1/2	$u(\delta t_{d2})/2$
$\delta t_{1,res}$	0	$u(\delta t_{1,res})$	1/2	$u(\delta t_{1,res})/2$
$\delta t_{2,res}$	0	$u(\delta t_{2,res})$	1/2	$u(\delta t_{2,res})/2$
$\delta t_{1,mi}$	0	$u(\delta t_{1,mi})$	1/2	$u(\delta t_{1,mi})/2$
$\delta t_{2,mi}$	0	$u(\delta t_{2,mi})$	1/2	$u(\delta t_{2,mi})/2$
$\delta t_{1,int}$	0	$u(\delta t_{1,int})$	1/2	$u(\delta t_{1,int})/2$
$\delta t_{2,int}$	0	$u(\delta t_{2,int})$	1/2	$u(\delta t_{2,int})/2$
$\delta t_e$	0	$u(\delta t_e)$	1	$u(\delta t_e)$
$\delta t_u$	0	$u(\delta t_u)$	1	$u(\delta t_u)$
$t_{ref}$	$\frac{t_1 + t_2}{2}$			$u(t_{ref})$

**Tabla 2: Resumen del cálculo de incertidumbres,  $u(C)$**

Magnitud $X_i$	Estimación $x_i$	Incertidumbre típica $u(x_i)$	Coef. de sensibilidad $c_i$	Contrib. a la incertidumbre típica $c_i \cdot u(x_i)$
$t_x$	$\frac{t_{x1} + t_{x2}}{2}$	$u(t_x)$	-1	$-u(t_x)$
$\delta t_{x,res}$	0	$u(\delta t_{x,res})$	-1	$-u(\delta t_{x,res})$
$\delta t_0$	0	$u(\delta t_0)$	-1	$-u(\delta t_0)$
$\delta t_p$	0	$u(\delta t_p)$	-1	$-u(\delta t_p)$
$t_{ref}$	$\frac{t_1 + t_2}{2}$	$u(t_{ref})$	1	$u(t_{ref})$
C	$t_{ref} - t_x$			$u(C)$

## 6.2. Interpretación de resultados

Puesto que la calibración se realiza en un número limitado de valores de temperatura y es necesario realizar interpolaciones para el uso del termómetro, la variación en la corrección entre puntos sucesivos de calibración puede limitarse con unos valores de tolerancias máximas. En la tabla 3 se ha hecho una muestra orientativa recogiendo datos de las referencias [7], [8] y [9]. Si se exceden esos valores, se pueden tomar puntos de calibración intermedios.



**Tabla 3: Variación máxima entre las correcciones medidas en dos puntos de calibración consecutivos**

Intervalo en °C	División del termómetro en °C (se ha elegido el valor más alto en el caso de coincidencia entre normas)						
	0,01	0,02	0,05	0,1	0,2	0,5	1,0
de -80 a -40	-	-	-	-	-	1,0	2,0 <sup>(1)</sup>
de -40 a 0	-	-	-	0,4	0,6 <sup>(1)</sup>	1,0 <sup>(1)</sup>	1,0 <sup>(1)</sup>
de 0 a 100	0,05 <sup>(1)</sup>	0,15	0,15	0,3	0,4	0,5	1,0 <sup>(1)</sup>
de 100 a 250	-	-	-	0,6	1,0	1,5	2,0
de 250 a 300	-	-	-	-	1,0	1,5	2,0
de 300 a 400	-	-	-	-	-	1,5	2,0
de 400 a 500	-	-	-	-	-	2,0 <sup>(1)</sup>	2,0

Las correcciones máximas permitidas también pueden limitarse y se ha hecho un resumen en la tabla 4 de las indicadas en las referencias [7], [8], [9], [10] y [4].

**Tabla 4: Correcciones máximas permitidas en los puntos de calibración**

Intervalo en °C	División del termómetro en °C (se ha elegido el valor más alto en el caso de coincidencia entre normas)						
	0,01	0,02	0,05	0,1	0,2	0,5	1,0
de -80 a -40	-	-	-	-	2,0	2,0	2,0
de -40 a 0	-	-	0,1	0,4	0,6	1,0	1,0
de 0 a 100	0,1 <sup>(1)</sup>	0,15	0,15	0,3	0,4	0,5	1,0
de 100 a 250	-	-	-	0,6	1,0	1,5	2,0
de 250 a 300	-	-	-	-	1,0	1,5	2,0
de 300 a 400	-	-	-	-	-	1,5	2,0
de 400 a 500	-	-	-	-	-	2,0	2,0

NOTA:

1 Estos valores no aparecen en las normas consultadas, se han añadido extrapolando en los valores de dichas normas.



Las tablas anteriores son solamente orientativas y se han incluido para una posible interpretación de los resultados obtenidos durante la calibración.

En el caso particular de termómetros cuya calibración se realice de acuerdo con una norma particular, ASTM, BS, etc., deberán cumplir las especificaciones de esa norma en cuanto a correcciones máximas y variación máxima entre puntos.

En el caso de una tolerancia asignada por el usuario al termómetro, las correcciones obtenidas, con su incertidumbre deben ser coherentes con dicha tolerancia. Para ello se comparará la corrección obtenida, aumentada en la incertidumbre, con el límite de tolerancia. Si la corrección más la incertidumbre es menor que el límite de tolerancia en todos los puntos de calibración, se puede declarar el cumplimiento con dicho límite de tolerancia, en caso contrario, se decidirán acciones a tomar: aumento de la tolerancia, rechazo del termómetro, etc.

El periodo de calibración se decide por el usuario del termómetro, siendo valores típicos entre seis meses y dos años.

## 7. REFERENCIAS

### 7.1. Documentos necesarios para realizar la calibración

- 1) Manual de funcionamiento de los patrones (si son termómetros digitales o resistencias unidas a puentes de medida, etc.).
- 2) Resto de manuales de los equipos utilizados durante la calibración.

### 7.2. Otras referencias

- [1] “Clasificación de instrumentos de Metrología de Temperatura”.  
1ª Ed. SCI-MINER.





- [2] “Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT-90)”. Ed. CEM, 1990.
- [3] “Vocabulario internacional de términos básicos y generales de Metrología (VIM)”. Ed. CEM, 1994.
- [4] Publicación especial NIST 250-23 “Liquid in glass thermometer calibration service”, por J. Wise. Ed. NIST, Washington 1988.
- [5] “Guía para la expresión de la incertidumbre de medida”. Versión española. 1ª Ed., 1998, publicada por el C. E. M.
- [6] Documento CEA-ENAC-LC/02 (EA-4/02). “Expresión de la incertidumbre de medida en las calibraciones”. Ed. ENAC, 1998.
- [7] Norma BS 1900: 1976 “Secondary reference thermometers”. Ed. British Standard Institution, 1976.
- [8] Norma BS 1365: 1990 “Short-range short-stem thermometers”. Ed. British Standard Institution, 1990.
- [9] Norma BS 593: 1989 “Laboratory thermometers”. Ed. British Standard Institution, 1989.
- [10] Test Leaflet nº TL12 “Liquid-in-glass thermometers”. Ed. British Standards Institution.
- [11] Sección 2.1 “Guide to selection and use of liquid-in-glass thermometers” de la Norma BS 1041: 1985 “Temperature measurement”. Ed. British Standard Institution, 1985.
- [12] Procedimiento para la realización de procedimientos de calibración. MINER-CEM. Ed. 1, 1998



## 8. ANEXOS

ANEXO I: Preparación del baño de hielo

ANEXO II: Correcciones por columna emergente

ANEXO III: Medida del coeficiente de presión externa

ANEXO IV: Cálculo de incertidumbres

ANEXO V: Ejemplo de calibración



## ANEXO I PREPARACIÓN DEL BAÑO DE HIELO

El punto del hielo deberá realizarse de forma que se aproxime lo más posible a su valor teórico de 0 °C. Para ello se utilizará un vaso aislado térmicamente como recipiente de profundidad adecuada. Este deberá lavarse repetidas veces con agua destilada y no utilizarse para otros líquidos.

El hielo se preparará con agua destilada y a ser posible en forma de escamas, en caso de no poder disponer de él en esta forma, deberá ser triturado hasta alcanzar gránulos de un tamaño inferior a 1 cm.

Se llenará el vaso procurando no tocar el hielo con las manos, para lo que puede utilizarse una cuchara de plástico o de acero inoxidable. Posteriormente se añadirá la mínima cantidad de agua destilada suficiente para que el hielo adquiera un aspecto traslúcido. A continuación se agitará el baño de hielo con objeto de uniformizarlo, usando una varilla de vidrio o una cuchara de acero inoxidable. Idealmente, debería haber en el vaso tanto hielo como fuera posible, con los espacios intermedios entre los gránulos de hielo llenos de agua destilada y el agua destilada debería estar saturada con aire.

Debido a que el hielo flota en el agua, se producirá una acumulación de agua en el fondo del vaso. Para evitarlo, debe retirarse esta y añadir hielo para mantener la uniformidad, procurando siempre no contaminar el baño.

Antes de utilizar el baño de hielo es conveniente esperar de 15 a 30 minutos para que toda la mezcla alcance una temperatura constante.



## ANEXO II CORRECCIONES POR COLUMNA EMERGENTE

En el caso de que no sea posible realizar la calibración de un termómetro de inmersión total a inmersión total, debe medirse la temperatura de la columna emergente con un termómetro o combinación de termómetros faden que cubran la longitud de dicha columna emergente. El termómetro faden se colocará en vertical en paralelo con el termómetro a calibrar procurando cubrir con su bulbo la columna emergente del termómetro a calibrar (si no se cubre totalmente la longitud de la columna emergente se puede utilizar más de un termómetro faden) y sin tocar el líquido del baño. Se aplica la siguiente corrección,  $C_{ip}$ :

$$C_{ip} = N(t_{ref} - t_e)K \quad (8)$$

donde  $N$  es el número de grados equivalentes a la longitud de la columna emergente,  $t_{ref}$  la temperatura del baño de calibración medida con los patrones,  $t_e$  la temperatura medida de la columna emergente con los termómetros faden y  $K$  el coeficiente de dilatación relativa<sup>(1)</sup>.

NOTA:

- 1 El coeficiente de dilatación relativa se puede considerar [11]:  
 $K = 0,158 \cdot 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ , para el mercurio en vidrio "normal"  
 $K = 0,164 \cdot 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ , para el mercurio en vidrio "borosilicato"  
 $K = 1,040 \cdot 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ , para el alcohol o el tolueno

La calibración a inmersión parcial de termómetros de inmersión total debe evitarse siempre que sea posible y en caso de tener que realizarse deben tenerse en cuenta las incertidumbres adicionales introducidas, causadas principalmente por no ser iguales la temperatura real de la columna emergente y la asignada mediante los termómetros faden. Los errores cometidos se han estimado que pueden llegar a ser del orden del 30 % de la incertidumbre de calibración a inmersión total, haciendo pruebas con termómetros calibrados a inmersión total y a inmersión parcial corrigiendo con termómetros faden.



### ANEXO III MEDIDA DEL COEFICIENTE DE PRESIÓN EXTERNA

El coeficiente de presión externa se obtendrá mediante la determinación de las variaciones de indicación del termómetro cuando la presión se hace variar entre la normal del laboratorio y otra presión elegida que sea más elevada. Para ello se utilizará un recinto de presión controlada, que se debe llenar de líquido para darle estabilidad térmica, donde se introduce el bulbo del termómetro, y un medidor de presión. Este coeficiente es necesario determinarlo en cada termómetro si la división es menor de 0,05 °C. Como valor estimativo se puede considerar 1,5 mK/kPa [11].

El proceso consistirá en:

- 1) Determinación de la temperatura que mide el termómetro,  $t$ , a la presión atmosférica,  $p$ .
- 2) Se somete el termómetro a una presión mayor,  $p'$ .
- 3) Determinación de la temperatura que mide el termómetro,  $t'$ , a la presión  $p'$ .
- 4) Cálculo del coeficiente de presión externa, que se obtiene según:

$$\kappa = \frac{t - t'}{p - p'} \quad (9)$$

El proceso anterior se repetirá como mínimo tres veces y se obtendrá la media de los valores de  $\kappa$  calculados.

## ANEXO IV CÁLCULO DE INCERTIDUMBRES

### Incertidumbre del sistema de calibración

Para calcular la incertidumbre del sistema de calibración, se aplica la ley de propagación de incertidumbres en la ecuación (2) según lo indicado en la referencia [5], obteniéndose:

$$\begin{aligned}
 u^2(t_{\text{ref}}) = & c_1^2 u^2(t_1) + c_2^2 u^2(t_2) + c_3^2 u^2(\delta t_{c1}) + c_4^2 u^2(\delta t_{c2}) + c_5^2 u^2(\delta t_{q1}) + c_6^2 u^2(\delta t_{q2}) + c_7^2 u^2(\delta t_{1,\text{res}}) + c_8^2 u^2(\delta t_{2,\text{res}}) + \\
 & c_9^2 u^2(\delta t_{1,\text{mi}}) + c_{10}^2 u^2(\delta t_{2,\text{mi}}) + c_{11}^2 u^2(\delta t_{1,\text{int}}) + c_{12}^2 u^2(\delta t_{2,\text{int}}) + 2c_7 c_8 r(\delta t_{1,\text{res}}, \delta t_{2,\text{res}}) u(\delta t_{1,\text{res}}) u(\delta t_{2,\text{res}}) + \\
 & + 2c_1 c_2 r(t_1, t_2) u(t_1) u(t_2) + 2c_3 c_4 r(\delta t_{c1}, \delta t_{c2}) u(\delta t_{c1}) u(\delta t_{c2}) + u^2(\delta t_e) + u^2(\delta t_u) \quad (10)
 \end{aligned}$$

En la ecuación (10) se han incluido los términos de correlación que pueden ser distintos de cero, las lecturas y la resolución, en el caso de que las lecturas de los patrones se realicen con el mismo equipo de lectura, o la incertidumbre de calibración, en el caso de que las calibraciones se hayan realizado con los mismos equipos o procedimientos. El resto de variables se considera que no están correlacionadas. En cuanto a los coeficientes de sensibilidad, sólo se han escrito los que salen distintos de 1 al derivar con respecto a cada variable en (10), que valen:

$$c_1 = c_2 = c_3 = c_4 = c_5 = c_6 = c_7 = c_8 = c_9 = c_{10} = c_{11} = c_{12} = \frac{1}{2} \quad (11)$$

Un caso particular sería el caso de correlación total (de incertidumbre más alta o cota superior a la incertidumbre) cuando los coeficientes de correlación  $r(t_1, t_2)$ ,  $r(\delta t_{1,\text{res}}, \delta t_{2,\text{res}})$  y  $r(\delta t_{c1}, \delta t_{c2})$  tomen como máximo el valor 1. En este caso la ecuación (10) se podría simplificar de la forma:

$$\begin{aligned}
 u^2(t_{\text{ref}}) = & \frac{1}{4} [u(t_1) + u(t_2)]^2 + \frac{1}{4} [u(\delta t_{c1}) + u(\delta t_{c2})]^2 + \frac{1}{4} [u(\delta t_{1,\text{res}}) + u(\delta t_{2,\text{res}})]^2 + \frac{1}{4} u^2(\delta t_{q1}) + \frac{1}{4} u^2(\delta t_{q2}) + \\
 & + \frac{1}{4} u^2(\delta t_{1,\text{mi}}) + \frac{1}{4} u^2(\delta t_{2,\text{mi}}) + \frac{1}{4} u^2(\delta t_{1,\text{int}}) + \frac{1}{4} u^2(\delta t_{2,\text{int}}) + u^2(\delta t_e) + u^2(\delta t_u) \quad (12)
 \end{aligned}$$



### Incertidumbre de la corrección

Para calcular la incertidumbre de la corrección, se aplica la ley de propagación de incertidumbres en la ecuación (1) según lo indicado en la referencia [5], obteniéndose:

$$u^2(C) = u^2(t_{ref}) + u^2(t_x) + u^2(\delta t_{x,res}) + u^2(\delta t_0) + u^2(\delta t_p) \quad (13)$$

En este caso las variables no están correlacionadas y los coeficientes de sensibilidad al cuadrado son todos iguales a 1. El término  $u^2(t_{ref})$  es el de la ecuación (10).



## ANEXO V EJEMPLO DE CALIBRACIÓN

### Incertidumbre del sistema de calibración

El sistema de calibración utilizado consta de:

- 1) dos termómetros de precisión con sensores de resistencia de platino que dan directamente lecturas en °C, de resolución,  $R$ , igual a 0,01 °C.
- 2) la incertidumbre de calibración de los termómetros,  $U$ , es de 0,02 °C para  $k = 2$ . Estas incertidumbres incluyen la histéresis y la repetibilidad de los termómetros patrón. El error por interpolación a una recta en los datos del certificado es despreciable frente a las incertidumbres de calibración y a la resolución. Las correcciones de los patrones en el certificado de calibración se aplican a las lecturas de los mismos y no se incluyen en la incertidumbre. No se consideran magnitudes de influencia sobre los patrones.
- 3) la deriva,  $d$ , se obtiene del histórico de las calibraciones del instrumento y es de  $\pm 0,005$  °C para los dos termómetros.
- 4) baños de temperatura controlada en el margen de calibración de 0 °C a 250 °C (que es el margen en el que se va a calibrar el termómetro) con una estabilidad,  $e_b$ , de 0,04 °C ( $\pm 0,02$  °C) y una uniformidad,  $u_b$ , de 0,04 °C ( $\pm 0,02$  °C), en el peor de los casos.

Con estos datos se elabora una tabla de incertidumbres como se recomienda en [6] teniendo en cuenta todas las variables que intervienen en la ecuación (6). Las variaciones de temperatura ( $\delta t_{c1}$ ,  $\delta t_{c2}$ ,  $\delta t_{d1}$ ,  $\delta t_{d2}$ ,  $\delta t_{1,res}$ ,  $\delta t_{2,res}$ ,  $\delta t_{1,mi}$ ,  $\delta t_{2,mi}$ ,  $\delta t_{1,int}$ ,  $\delta t_{2,int}$ ,  $\delta t_e$ ,  $\delta t_u$ ), se han considerado iguales a 0 (aunque no lo sean sus incertidumbres) ya que no se hacen correcciones a las lecturas de los patrones por estas causas. Como no se hacen medidas estadísticamente significativas en cada punto de calibración no se consideran  $u(t_1)$  y  $u(t_2)$ .





Magnitud $X_i$	Estimación <sup>(*)</sup> $x_i$	Incertidumbre típica <sup>(*)</sup> $u(x_i)$	Coef. de sensibilidad $c_i$	Contrib. a la incertidumbre típica $c_i \cdot u(x_i)$ <sup>(*)</sup>
$t_1$	$\frac{t_{11} + t_{12}}{2}$ <sup>(#)</sup>	0	1/2	0
$t_2$	$t_2$ <sup>(#)</sup>	0	1/2	0
$\delta t_{c1}$	0	$U/k=0,01$ <sup>(n)</sup>	1/2	0,005
$\delta t_{c2}$	0	$U/k=0,01$ <sup>(n)</sup>	1/2	0,005
$\delta t_{d1}$	0	$d/\sqrt{3}=0,003$ <sup>(r)</sup>	1/2	0,0015
$\delta t_{d2}$	0	$d/\sqrt{3}=0,003$ <sup>(r)</sup>	1/2	0,0015
$\delta t_{1,res}$	0	$R/\sqrt{12}=0,003$ <sup>(r)</sup>	1/2	0,0015
$\delta t_{2,res}$	0	$R/\sqrt{12}=0,003$ <sup>(r)</sup>	1/2	0,0015
$\delta t_{1,mi}$	0	0	1/2	0
$\delta t_{2,mi}$	0	0	1/2	0
$\delta t_{1,int}$	0	0	1/2	0
$\delta t_{2,int}$	0	0	1/2	0
$\delta t_e$	0	$e_b/\sqrt{12}=0,012$ <sup>(r)</sup>	1	0,012
$\delta t_u$	0	$u_b/\sqrt{12}=0,012$ <sup>(r)</sup>	1	0,012
$t_{ref}$	$\frac{t_1 + t_2}{2}$		$u(t_{ref})=$	<b>0,018</b>

#### NOTAS

(\*) Unidades en °C.

(#) Las estimaciones de  $t_1$  y  $t_2$  serán los valores leídos con los termómetros patrón en el punto de calibración correspondiente.

(n) Tipo de distribución normal.

(r) Tipo de distribución rectangular.



### Incertidumbre del termómetro a calibrar

El termómetro de columna de líquido que se va a calibrar en el margen de 0°C a 250 °C es:

- 1) De división,  $R$ , igual a 0,5 °C que se resuelve hasta la quinta parte con un sistema óptico, pudiendo distinguirse si el menisco queda en la quinta parte de la división o en el centro de la misma. El sistema óptico se mantiene horizontal y perpendicular con respecto al menisco para evitar errores de paralaje.
- 2) Se calibra a inmersión total.
- 3) La “depresión de cero”,  $\delta t_0$ , medida como la mayor de: la diferencia entre dos lecturas en cero realizadas una después de hacer el punto de temperatura máxima y otra a las 72 h y la diferencia entre el primer cero y el medido después de la temperatura máxima. Se ha obtenido un valor de 0,2 °C.
- 4) Las variaciones de presión en el laboratorio,  $\Delta p$ , son de 2 kPa ( $\pm 1$  kPa).
- 5) No se detectan durante la calibración saltos en la columna del termómetro.

Con estos datos se elabora una tabla de incertidumbres como se recomienda en [6] teniendo en cuenta todas las variables que intervienen en la ecuación (7) y utilizando el valor para  $u(t_{ref})$  obtenido en la tabla 5. Las correcciones de temperatura ( $\delta t_{x,res}$ ,  $\delta t_p$ ,  $\delta t_0$ ), se han considerado iguales a 0 (aunque no lo sean sus incertidumbres) ya que no se hacen correcciones a la lectura del termómetro por estas causas. Como no se realizan medidas estadísticamente significativas en cada punto de calibración no se considera  $u(t_x)$ .



Magnitud $X_i$	Estimación $x_i^{(*)}$	Incertidumbre típica $u(x_i)^{(*)}$	Coef. de sensibilidad $c_i$	Contrib. a la incertidumbre típica $c_i \cdot u_i(y)^{(*)}$
$t_x$	$\frac{t_{x1} + t_{x2}}{2}$ (#)	0	-1	0
$\delta t_{x, \text{res}}$	0	$(R/5)^{1/2} = 0,006^{(r)}$	-1	-0,006
$\delta t_0$	0	$0,2^{1/2} = 0,06^{(r)}$	-1	-0,06
$\delta t_p$	0	$\kappa \cdot \Delta p^{1/2} = 0,001^{(n)}$	-1	-0,001
$t_{\text{ref}}$	$\frac{t_1 + t_2}{2}$ (#)	0,018 <sup>(n)</sup>	1	0,018
$C$	$t_{\text{ref}} - t_x$		$u(C) =$	<b>0,063</b>
			$U(C) = k \cdot u(C) =$	<b>0,13</b>

## NOTAS

(\*) Unidades en °C.

(#) Las estimaciones de  $t_{x1}$ ,  $t_{x2}$ ,  $t_1$  y  $t_2$  serán los valores leídos con el termómetro en calibración y los termómetros patrón en el punto de calibración correspondiente.

(n) Tipo de distribución normal.

(r) Tipo de distribución rectangular.

