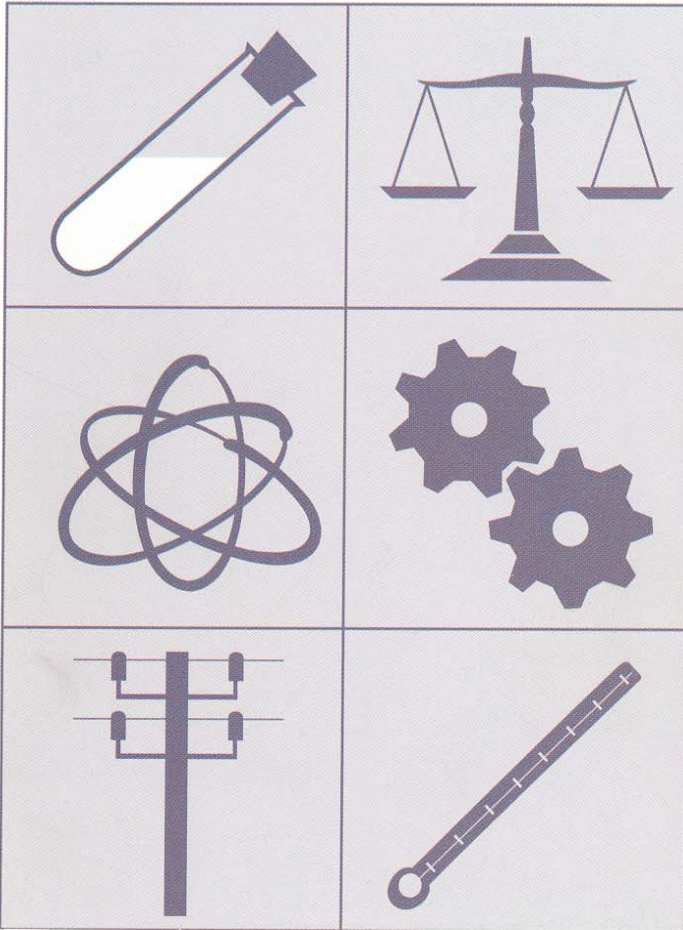


Metrología

PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN



PROCEDIMIENTO TH-005 PARA LA CALIBRACIÓN POR COMPARACIÓN DE RESISTENCIAS TERMOMÉTRICAS DE PLATINO

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



ÍNDICE

	Página
1. OBJETO	4
2. ALCANCE	4
3. DEFINICIONES	4
4. GENERALIDADES	7
4.1. Abreviaturas y símbolos utilizados	13
5. DESCRIPCIÓN	15
5.1. Equipos y materiales	15
5.2. Operaciones previas	17
5.3. Proceso de calibración	18
5.4. Toma y tratamiento de datos	23
6. RESULTADOS	27
6.1. Cálculo de incertidumbres	27
6.2. Interpretación de resultados	38
7. REFERENCIAS	39
8. ANEXOS	40
8.1. Anexo I. Determinación de la resistencia en el punto triple del agua	41
8.2. Anexo II: Ejemplo de calibración	43



1. OBJETO

El presente procedimiento tiene por objeto dar a conocer los métodos y la sistemática necesaria para realizar la calibración de resistencias termométricas de platino por comparación en medios isotermos de temperatura controlada. Estos instrumentos para la medida de la temperatura (termómetros) están descritos en la Clasificación de Instrumentos de Metrología de Temperatura del SCI, [2], (5.01).

2. ALCANCE

Este procedimiento es aplicable en la calibración de resistencias termométricas de platino, construidas de platino de una calidad inferior a las utilizados como Patrones de Interpolación de la Escala Internacional de Temperatura de 1990 EIT-90 [1]. Este procedimiento es aplicable también a resistencias termométricas de platino patrones, aunque las incertidumbres obtenidas serían mayores que con la utilización de un procedimiento de calibración en puntos fijos.

Los medios isotermos de temperatura controlada empleados son baños de líquido [2], (6.01), que cubren un rango de temperaturas de -80 °C a 420 °C, intervalo habitual de utilización de este tipo de termómetros. No obstante sería aplicable a otros intervalos contemplando las incertidumbres que correspondan a los mismos y los medios isotermos adecuados.

3. DEFINICIONES

Son de aplicación las siguientes definiciones derivadas de las referencias [2] y [3].

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 pueden consignarse en un documento denominado, a veces, certificado de calibración o informe de calibración.

Incertidumbre de medida. [3] (3.9)

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

NOTAS:

- 1 El parámetro puede ser, por ejemplo, una desviación típica (o un múltiplo de ella) o el semirango de un intervalo con un nivel de confianza dado.
- 2 La incertidumbre de medida comprende, en general, varias componentes. Algunas de estas componentes pueden determinarse a partir de la distribución estadística de los resultados de series de mediciones y pueden caracterizarse por desviaciones típicas experimentales. Otras componentes, que también pueden ser caracterizadas mediante desviaciones típicas, se evalúan suponiendo determinadas distribuciones de probabilidad, basándose en la experiencia que se posee en otras informaciones.
- 3 Se entiende que el resultado de una medición es la mejor estimación del valor del mensurando, y que todas las componentes de la incertidumbre, incluyendo aquellas procedentes de efectos sistemáticos, tales como las asociadas a correcciones y a patrones de referencia, contribuyen a la dispersión.



Esta definición es la de la “Guía para la expresión de la incertidumbre de medida” [4] donde sus bases están expuestas con detalle (en particular ver 2.2.3, 2.2.4 y el anexo D)

Repetibilidad (de un instrumento de medida). [3] (5.27)

Aptitud de un instrumento de medida para dar indicaciones muy próximas durante la aplicación repetida del mismo mensurando en las mismas condiciones de medida.

NOTAS:

1 Estas condiciones comprenden:

- Reducción al mínimo de las variaciones debidas al observador.
- Mismo procedimiento de medida.
- Mismo observador.
- Mismo equipo de medida, utilizándolo en las mismas condiciones.
- Mismo lugar.
- Repetición durante un corto período de tiempo.

Resistencia termométrica de platino patrón. [2] (02.02)

Sensor de temperatura definido en la EIT-90 como elemento de interpolación en el rango de temperatura que va desde el punto triple del hidrógeno (13,8 K), hasta el punto de solidificación de la plata (961,78 °C). Las condiciones que debe reunir una resistencia termométrica de platino para ser considerada patrón están especificadas en la EIT-90. Debe estar fabricada con platino de alta pureza, exenta de cualquier tensión y satisfacer las condiciones siguientes:

- a) $W(-38,8344 \text{ °C}) \leq 0,844235$.
- b) $W(29,7646 \text{ °C}) \geq 1,11807$.

Siendo $W(T_{90}) = R(T_{90})/R(273,16 \text{ K})$.



Resistencia termométrica de platino industrial. [2] (05.01)

Sensor de temperatura construido con platino de una calidad inferior a las resistencias termométrica de platino patrón, y que no cumple alguno de los requisitos impuestos por la EIT-90.

El elemento sensible se monta dentro de una cubierta protectora existiendo gran variedad de modelos. Estos sensores tratados térmicamente se pueden aproximar a la EIT-90 dentro de ± 10 mK desde -40 °C a 420 °C, las mejores estabilidades conseguidas son de ± 5 mK estando los valores normales entre ± 10 mK y ± 50 mK.

Resolución. [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.

4. GENERALIDADES

La medida de la temperatura mediante una resistencia termométrica se basa en la propiedad que poseen todos los conductores de variar su resistencia eléctrica en función de la temperatura.

Para evitar errores en la medida de la resistencia, provocados por los hilos conductores, los TRP suelen estar conectados a cuatro hilos. Si la resistencia termométrica es de peor calidad llevará solo dos.

La medida de la resistencia del hilo de platino se realiza utilizando un puente comparador de resistencias. El método de medida consiste en equilibrar el circuito formado por el hilo de la resistencia termométrica



(R_i) con una resistencia de referencia (R_S). Las lecturas del puente son, por tanto, el ratio o cociente de resistencias R_i/R_S .

También se pueden utilizar multímetros digitales para la medida de la resistencia, obteniéndose en este caso el valor numérico de la misma.

Las medidas de la resistencia se realizan a cuatro hilos, para las resistencias que solo tienen dos se pueden puentear las bornas de medida.

Un buen termómetro de resistencia de platino, para ser considerado termómetro patrón de acuerdo con la EIT-90, debe satisfacer [1]:

- a) $W(-38,8344 \text{ °C}) \leq 0,844235$.
- b) $W(29,7646 \text{ °C}) \geq 1,11807$.

Siendo $W(T_{90}) = R(T_{90})/R(273,16 \text{ K})$.

La función $W(T_{90})$ representa el cociente entre la resistencia de la resistencia termométrica de platino a una temperatura T_{90} y la resistencia de ese termómetro a la temperatura del punto triple del agua. La temperatura $-38,8344 \text{ °C}$ corresponde al punto triple del mercurio y la temperatura $29,7646 \text{ °C}$ al punto de fusión del galio.

Las resistencias termométricas de platino industriales [2] (05.01) no cumplen esta condición, aunque es posible fabricar sensores que tratados térmicamente se aproximen a la EIT-90 dentro de $\pm 10 \text{ mK}$ desde -40 °C a 420 °C . Para estos sensores los errores cometidos por la interpolación mediante las funciones de la EIT-90 están dentro del valor anteriormente estimado de $\pm 10 \text{ mK}$.

En el rango que va desde $13,8033 \text{ K}$ hasta $273,16 \text{ K}$, la función de referencia de la EIT-90 está dada por:

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



La función inversa equivalente a la función (1) dentro de 0,1 mK es:

$$T_{90} / 273,16 \text{ K} = B_0 + \sum_{i=1}^{15} B_i \left[\frac{W_r(T_{90})^{1/6} - 0,65}{0,35} \right]^i \quad (2)$$

En el rango que va desde 0°C hasta 961,78 °C, la función de referencia está dada por:

$$W_r(T_{90}) = C_0 + \sum_{i=1}^9 C_i \left[\frac{T_{90} / \text{K} - 754,15}{481} \right]^i \quad (3)$$

La función inversa equivalente a la función (3) dentro de 0,13 mK es:

$$T_{90} / \text{K} - 273,15 = D_0 + \sum_{i=1}^9 D_i \left[\frac{W_r(T_{90}) - 2,64}{1,64} \right]^i \quad (4)$$

Los valores de las constantes A_0 , A_i , B_0 , B_i , C_0 , C_i , D_0 , D_i , se dan en la tabla I.

El proceso de calibración consiste en determinar los pares de valores de temperatura de referencia, t , medida con los patrones y resistencia, R , medida con el termómetro a calibrar. Con estos valores es posible determinar una curva $R(t)$ de ajuste para el termómetro. Existen diversas posibilidades:

- un polinomio de grado n
- los polinomios de la EIT-90
- otros polinomios descritos en [4]

En este procedimiento se describirá el ajuste a polinomios de la EIT-90, que es el más favorable en el rango afectado [4]. En este caso, la función de desviación de la $W(T_{90})$ del termómetro respecto de la función de referencia $W_r(T_{90})$ dada por las ecuaciones (1) y (3) a partir de la temperatura indicada por los patrones es $W(T_{90}) - W_r(T_{90})$.



A_0	-2,135 347 29	B_0	0,183 324 722
A_1	3,183 247 20	B_1	0,240 975 303
A_2	-1,801 435 97	B_2	0,209 108 771
A_3	0,717 272 04	B_3	0,190 439 972
A_4	0,503 440 27	B_4	0,142 648 498
A_5	-0,618 993 95	B_5	0,077 993 465
A_6	-0,053 323 22	B_6	0,012 475 611
A_7	0,280 213 62	B_7	-0,032 267 127
A_8	0,107 152 24	B_8	-0,075 291 522
A_9	-0,293 028 65	B_9	-0,056 470 670
A_{10}	0,044 598 72	B_{10}	0,076 201 285
A_{11}	0,118 686 32	B_{11}	0,123 893 204
A_{12}	-0,052 481 34	B_{12}	-0,029 201 193
		B_{13}	-0,091 173 542
		B_{14}	0,001 317 696
		B_{15}	0,026 025 526
C_0	2,781 572 54	D_0	439,932 854
C_1	1,646 509 16	D_1	472,418 020
C_2	-0,137 143 90	D_2	37,684 494
C_3	-0,006 497 67	D_3	7,472 018
C_4	-0,002 344 44	D_4	2,920 828
C_5	0,005 118 68	D_5	0,005 184
C_6	0,001 879 82	D_6	-0,963 864
C_7	-0,002 044 72	D_7	-0,188 732
C_8	-0,000 461 22	D_8	0,191 203
C_9	0,000 457 24	D_9	0,049 025

Tabla I. Termómetro de resistencia de platino. Valores de las constantes A_0 , A_i , B_0 , B_i , C_0 , C_i , D_0 , D_i , de las funciones de referencia (1), (2), (3) y (4). [1]

En los puntos de calibración, esta desviación se conoce a partir de la función de referencia $W_i(T_{90})$ determinada con los patrones, y la $W(T_{90})$



del termómetro a calibrar. En las temperaturas intermedias, se obtiene por medio de la función de desviación apropiada.

En el rango que va desde -80°C hasta 420°C , la función de desviación utilizada es⁽¹⁾:

$$W(T_{90}) - W_r(T_{90}) = a [W(T_{90}) - 1] + b [W(T_{90}) - 1]^2 \quad (5)$$

NOTA:

⁽¹⁾ En el margen de -80°C a -40°C , la ecuación de desviación de la EIT-90 incluye un logaritmo (véase [1]), pero el uso de la ecuación (5) supone diferencias con la ecuación de la EIT-90 inferiores a 1 mK en dicho rango, por lo que, por simplificación, se utilizará la ecuación (5). Se puede realizar un ajuste a dos ecuaciones (rango positivo y rango negativo) o a una única ecuación. Esto afectará a la incertidumbre del ajuste, ya que variarán los residuos. Si se eligen dos ecuaciones el número de puntos de calibración necesarios será mayor.

Las constantes a y b se determinan a partir de los valores de las funciones W obtenidas en la calibración, mediante un ajuste que tiene como función objetivo el error cuadrático mínimo, el proceso se describe en el apartado 5.4.5 de este procedimiento.

La calibración de resistencias termométricas de platino se realiza por comparación con termómetros trazables a la Escala Internacional de Temperatura de 1990. Es conveniente, dependiendo del nivel de exactitud requerido, la utilización como termómetros de referencia de resistencias termométricas de platino patrones según la EIT-90.

El proceso de calibración comienza con la obtención de los valores de las resistencias de los termómetros patrones y la resistencia del termómetro a calibrar en los baños isotermos a las temperaturas seleccionadas. Los valores de lecturas se expresan, referidas al valor de la resistencia de los termómetros medido en el punto triple del agua, como ratios de resistencia, W :

$$W(T_{90}) = R(T_{90}) / R(273,16 \text{ K})$$



Determinados los ratios de cada patrón, W_{Pi} , a través de las constantes a y b de las funciones de desviación dadas en sus certificados de calibración, se obtiene el valor correspondiente de la función de referencia W_r , utilizando la ecuación (5).

A partir de la función de referencia W_r y los ratios, W , del termómetro a calibrar se obtienen las constantes a y b de la función de desviación (5) mediante un ajuste de todos los puntos obtenidos en la calibración.

Para la determinación del valor de la resistencia del termómetro en el punto triple del agua se necesita disponer de una célula del punto triple del agua [2] (01.03), cuya realización se hará de acuerdo a un procedimiento escrito.

Las células del punto triple del agua como el resto de puntos fijos de la EIT-90 son elementos del más alto nivel metrológico, por lo que no es habitual disponer de ellos. Si no se dispone de dicha célula es posible realizar una aproximación a su determinación a través de la medida de la resistencia en el punto de fusión normal del agua, mediante un baño de hielo, de acuerdo al procedimiento descrito en el anexo I.

Los medios isotermos donde se realiza la calibración por comparación son baños de líquido [2] (6.01). Mediante diferentes fluidos pueden cubrirse grandes rangos de temperatura, siendo los más usuales los siguientes: alcohol etílico desde -80 °C hasta 10 °C , agua desde 5 °C hasta 80 °C , diferentes aceites minerales o sintéticos llegan hasta 300 °C y por encima de esta temperatura sales fundidas. El fluido puede estar agitado o circular creando una zona de temperatura uniforme donde colocar los termómetros; el controlador de las resistencias de calentamiento del baño determina la estabilidad en el tiempo del medio isotermo. En ocasiones se dispone de bloques metálicos con orificios, inmersos en el fluido, donde se colocan los termómetros con el fin de mejorar la uniformidad y estabilidad de la temperatura en la zona de calibración; tomando la precaución de colocar los termómetros en el fondo del bloque, y si no es posible a la misma profundidad.



Es importante la caracterización del baño, a través de estudios previos, para determinar su uniformidad y estabilidad como medio isoterma, y confirmar los datos suministrados por el fabricante, o en su caso modificarlos en función de los resultados obtenidos.

4.1. Abreviaturas y símbolos utilizados.

c :	Coeficiente de sensibilidad.
EIT-90:	Escala Internacional de Temperatura de 1990.
k :	Factor de cobertura.
Pt-100:	Termómetro de resistencia o resistencia termométrica de platino de 100 Ω a 0°C.
R_{ij} :	Valor de resistencia de la resistencia termométrica a calibrar, en cada una de las dos medidas j que se realizan en el punto de calibración i .
R_i :	Valor de resistencia de la resistencia termométrica a calibrar en cada repetición durante la determinación de la histéresis.
\bar{R} :	Valor medio de la resistencia del TRP a calibrar en las n repeticiones durante la determinación de la histéresis.
R_{pi} :	Valor de resistencia de la resistencia termométrica patrón en el punto de calibración i .
R_s :	Resistencia de referencia del puente comparador.
R_t :	Resistencia termométrica a calibrar conectada al puente comparador.
R_0 :	Valor de resistencia a 0°C de la resistencia termométrica.



- $R(273,16\text{ K})$: Valor de resistencia en el punto triple del agua de la resistencia termométrica.
- $R(T_{90})$: Resistencia del TRP a la temperatura T_{90} .
- t_{90} : Temperatura Celsius Internacional definida por la EIT-90.
- T_{90} : Temperatura Kelvin Internacional definida por la EIT-90.
- TRP: Termómetro de resistencia de platino.
- u : Incertidumbre típica.
- U : Incertidumbre expandida.
- $W(T_{90})$: Valor de resistencia reducida de un TRP: cociente entre la resistencia del termómetro a la temperatura T_{90} , $R(T_{90})$ y su resistencia en el punto triple del agua $R(273,16\text{ K})$.
- $W_r(T_{90})$: Función de referencia dada por la EIT-90. (1), (3).
- W_i : Valor medio de W para las medidas que se realizan en el punto de calibración i .
- W_{ij} : Valor de W en cada una de las dos medidas j que se realizan en el punto de calibración i .
- W_{rPi} : Función de referencia dada por la EIT-90 para el patrón en el punto de calibración i .
- δP_{cal} : Corrección debida a la incertidumbre de calibración de cada patrón



δP_{der}	Corrección debida a la deriva de cada patrón, obtenida del histórico del TRP a través de sus certificados de calibración junto con la deriva del TRP en el punto triple del agua durante la calibración.
δP_{est}	Corrección debida a la falta de estabilidad del baño.
δP_{lec}	Corrección debida a la lectura de la resistencia de cada patrón.
$\delta P_{\text{m.i.}}$	Corrección debida a otras magnitudes de influencia de cada patrón.
δP_{un}	Corrección debida a la falta de uniformidad del baño.
δR_{his}	Corrección debida a la histéresis del termómetro a calibrar.
δR_{lec}	Corrección debida a la lectura del termómetro a calibrar.
$\delta R_{\text{m.i.}}$	Corrección debida a otras magnitudes de influencia del termómetro a calibrar.

5. DESCRIPCIÓN

5.1. Equipos y materiales

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

5.1.1 Termómetros de resistencia de platino patrones

Es aconsejable disponer de un mínimo de dos resistencias termométricas de platino patrones con trazabilidad a la



EIT-90 y con incertidumbres de calibración adecuadas a la exactitud requerida en la calibración.

En el caso de que sólo se disponga de un TRP patrón la incertidumbre se incrementará en consecuencia y se adecuará el procedimiento de forma que se asegure la calidad de la calibración.

5.1.2. Equipo para la medida de la resistencia

Cuando se quiera alcanzar el mayor grado de exactitud, la medida de la resistencia de los termómetros se deberá realizar utilizando un puente comparador de resistencias. La exactitud requerida para estos equipos debería ser de al menos $10^{-5} \Omega/\Omega$.

También se pueden utilizar multímetros digitales para la medida de la resistencia a cuatro hilos, cuando el TRP lo permita, obteniéndose en este caso el valor numérico de la misma. La exactitud requerida para estos equipos debería ser de al menos $10^{-4} \Omega/\Omega$ en el rango de 1000Ω .

5.1.3. Resistencia de referencia

Cuando se utiliza un puente comparador de resistencias, es necesario disponer de una resistencia de referencia patrón calibrada (R_s). Esta resistencia puede ser la propia resistencia interna del puente, siendo más aconsejable utilizar una resistencia externa de mayor exactitud cuya temperatura pueda ser controlada.

5.1.4. Medios isotermos

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



- a) Alcohol etílico de $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $10\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- b) Agua de $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $80\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- c) Aceites de silicona de $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $300\text{ }^{\circ}\text{C}$. (Dependiendo del tipo cubren distintos intervalos dentro de este rango).
- d) Sales (Nitrato potásico, Nitrato sódico, Nitrito sódico en distintas proporciones) de $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $420\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Para la determinación de la histéresis es aconsejable utilizar tres baños, uno con las mejores características metroológicas, 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 termómetro de resistencia en el ensayo.

5.1.5. Medida de las condiciones ambientales

Los requerimientos en cuanto al control y medida de las condiciones ambientales no son estrictos. Es aconsejable utilizar equipos con incertidumbres menores de $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ para la medida de la temperatura y $\pm 5\text{ \%hr}$ para la medida de la humedad relativa.

5.1.6. Baño de hielo.

El baño de hielo se preparará de acuerdo a las instrucciones del anexo I.

5.2. Operaciones previas

Antes de comenzar el proceso de calibración es necesario realizar una serie de operaciones previas que garanticen el adecuado funcionamiento de los equipos.

- 1) Se inspeccionarán los TRP a calibrar para comprobar que se encuentran debidamente identificados: marca, modelo y número de serie, en caso de no disponer de estos datos



siempre es posible identificar el equipo con el código asignado por el usuario, o con un código único que asigne el laboratorio, intentando que aparezca en un lugar visible del termómetro, por ejemplo, mediante una etiqueta adhesiva.

- 2) Se comprobará que el TRP a calibrar se encuentra en buen uso, es decir no presenta defectos que pudieran condicionar el resultado de las calibraciones como golpes, deformaciones, malos contactos o roturas de los hilos de conexión, entre otros.
- 3) Se comprobará que las condiciones ambientales del laboratorio antes y durante la calibración se encuentran dentro de los límites establecidos por el laboratorio, por ejemplo $23\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ y $<70\text{ \%hr}$. Si las condiciones se salen de los límites establecidos se analizará su influencia en el resultado de la calibración.
- 4) Se conectarán los equipos electrónicos, como el puente de resistencias o el multímetro, con anterioridad, respetando los tiempos de estabilización indicados en los manuales suministrados por el fabricante, o en su defecto por los establecidos por el laboratorio, por ejemplo, al menos 2 horas.
- 5) Se comprobará que las condiciones de operación del puente de resistencias o del multímetro son las adecuadas para realizar la calibración y son las mismas que las utilizadas en su calibración, por ejemplo, intensidad de la corriente, sensibilidad, ancho de banda, rango, etc.

5.3. Proceso de calibración

5.3.1. Secuencia de operaciones

- 1) Profundidad de inmersión de la resistencia termométrica a calibrar.

Antes de comenzar las medidas debe asegurarse una profundidad de inmersión adecuada del termómetro en



el medio isoterma, para evitar problemas de conducción térmica. La profundidad de inmersión se determinará introduciendo en su totalidad el sensor en el medio isoterma y extrayéndolo paulatinamente hasta observar variaciones significativas en las medidas del termómetro. La profundidad de inmersión adecuada se encontrará en el margen en el que no se aprecien variaciones de la temperatura. Si incluso con el sensor sumergido en su totalidad se observaran variaciones de temperatura al extraerlo, se sumergirá el cable que lo une al equipo de lectura, tomando las precauciones necesarias para que el líquido del baño no penetre ni en el sensor ni el cable o no se deteriore el cable en el horno (p. e. si se sumerge en agua puede ser suficiente cubrir los cables del sensor con algún tipo de silicona, etc.). Si esto no fuera posible se aumentará la incertidumbre de calibración del termómetro⁽¹⁾. Esta prueba se realizará en una temperatura bastante alejada de la temperatura ambiente que esté dentro del margen de calibración del termómetro (valores cercanos al máximo o mínimo del rango).

NOTA

(1) Una posible forma de ver el error cometido por conducción térmica es ajustar los datos de temperatura, t , tomados con el sensor sumergido a distintas profundidades, x , con una ecuación de la forma $t = t_0 \cdot (1 - e^{-\frac{x}{x_0}})$. La temperatura a la que el termómetro no conduce es t_0 , lo que nos permitirá corregir la temperatura, t , medida con el sensor sumergido una longitud x .

- 2) Determinación del valor de la resistencia de los termómetros patrones y del termómetro a calibrar en el punto triple del agua.

Para la determinación del valor de la resistencia del termómetro en el punto triple del agua se necesita disponer de una célula del punto triple del agua [2]



(01.03), cuya realización se hará de acuerdo a un procedimiento escrito.

Las células del punto triple del agua, como el resto de puntos fijos de la EIT-90 son elementos del más alto nivel metrológico, por lo que no es habitual disponer de ellos. Si no se dispone de dicha célula es posible realizar una aproximación a su determinación a través de la medida de la resistencia en el punto de fusión normal del agua, mediante un baño de hielo, de acuerdo al procedimiento descrito en el anexo I. Utilizando los coeficientes de sensibilidad del TRP (ver NOTA en página 24) puede referenciarse este valor al del punto triple del agua (273,16 K). Esta aproximación sólo se realizará para el termómetro a calibrar, ya que para los termómetros patrones conduce a una menor exactitud que si se toma el valor del certificado y se asigna la correspondiente deriva a través de su histórico. No obstante es aconsejable, aun cuando no se emplee en los cálculos, realizar la determinación para comprobar que los termómetros patrones se encuentran en buen uso.

3) Histéresis de la resistencia termométrica a calibrar.

Uno de los principales problemas que presentan las resistencias termométricas de platino es su falta de estabilidad cuando el sensor es sometido a diferentes condiciones térmicas de trabajo. Estos sensores presentan histéresis, es decir, sus propiedades, y por tanto la medida de la temperatura, depende de los ciclos térmicos, o de la temperatura anterior a que se haya sometido al sensor. Las mejores estabilidades durante un ciclo térmico conseguidas después de rigurosos tratamientos térmicos para llevarlas a estados estables son de ± 5 mK, estando los valores normales entre ± 10 mK y ± 50 mK. [2]



La histéresis de una resistencia termométrica de platino se puede determinar a una temperatura intermedia del rango de calibración, sometiendo al sensor a ciclos de calentamiento y enfriamiento. Un ciclo se puede realizar colocando el sensor en un baño a la temperatura más alta del rango a calibrar hasta que alcance dicha temperatura, posteriormente se saca el sensor y se coloca en un baño controlado y estable a una temperatura intermedia del rango de calibración, para determinar su resistencia, R_{ij} . Finalizada la determinación se coloca el sensor en un baño a la temperatura más baja del rango a calibrar hasta que alcance dicha temperatura, y se repite la determinación de la resistencia a la temperatura intermedia del rango de calibración. El ciclo se continúa hasta obtener 10 valores de la resistencia. La temperatura intermedia de referencia del baño en las 10 determinaciones se medirá con los termómetros patrones, para garantizar que permanece constante.

- 4) Determinación del valor inicial de la resistencia del termómetro a calibrar en el punto triple del agua.

Una vez finalizada la estabilización térmica y la determinación de la histéresis de la resistencia termométrica, se repite la determinación de la resistencia en el punto triple del agua, como valor inicial de la calibración, de acuerdo al punto 2 de este apartado.

- 5) Calibración.

La calibración de la resistencia termométrica, se realiza por comparación con resistencias termométricas patrones en baños de líquido isoterms.

5.3.2. Medidas en los puntos de calibración



Los puntos de calibración se distribuyen uniformemente en el rango de calibración de la resistencia termométrica. Teniendo en cuenta que las funciones de desviación de -80 °C a 420 °C se expresan mediante ecuaciones cuadráticas, sólo serían necesarios 3 puntos para obtener las constantes por interpolación. Sin embargo, es deseable obtener medidas en más puntos y calcular, por ajuste o aproximación, las constantes que minimicen el error cuadrático. Se seleccionan al menos 5 puntos, dependiendo de la exactitud buscada y del tamaño del intervalo de medida.

La calibración se comienza a la temperatura más baja del rango en el que se va a calibrar la resistencia termométrica. La secuencia de calibración se realiza tomando lecturas primero del primer patrón, a continuación la resistencia termométrica a calibrar y luego el segundo patrón, repitiendo luego las lecturas en sentido inverso:

$$R_{p1}, R_{11}, R_{p2}, R_{12}, R_{p1}$$

Antes de cambiar la consigna del baño al siguiente punto de calibración es necesario comprobar que la estabilidad, (como diferencia entre los valores transformados a temperatura del primer patrón), y la uniformidad, (como diferencia entre la media de los valores transformados a temperatura del primer patrón menos el segundo patrón), en el baño durante la toma de los datos son menores que los valores obtenidos en la caracterización del mismo. Si las medidas no cumplen estos criterios se rechazarán y se repetirá el ciclo. Si no es posible obtener valores más pequeños de la uniformidad y de la estabilidad, se aumentará la incertidumbre de acuerdo con los valores obtenidos, y se estudiará la fuente del problema, analizando la caracterización del baño, y el estado de los patrones.



Se realizará la secuencia antes descrita en cada punto de calibración

5.3.3. Determinación del valor final de la resistencia del termómetro a calibrar y de los termómetros patrones en el punto triple del agua

Para finalizar la calibración se realizan las medidas de la resistencia en el punto triple del agua de los termómetros, (de acuerdo al apartado 5.3.1. pto.2) como valor final de la calibración, para comprobar la estabilidad de las sondas durante la calibración, y tenerlo en cuenta como una contribución a la incertidumbre.

5.4. Toma y tratamiento de los datos

El termómetro de resistencia de platino se conectará para medir su resistencia a cuatro hilos, si el TRP es de dos hilos se puentearán las bornas del puente o del multímetro para realizar la medida a cuatro hilos.

La lectura directa del puente comparador es el cociente o ratio entre la resistencia del termómetro R_t y la resistencia de referencia del puente R_s . El valor de la resistencia de la resistencia termométrica de platino es por tanto el producto del ratio por el valor de la resistencia de referencia que figura en su certificado de calibración:

$$R_t = R_s * \text{Ratio}$$

5.4.1. Valor de la resistencia del TRP a calibrar y de los termómetros patrones en el punto triple del agua

Se anotará el valor del ratio o el valor de resistencia medido directamente por el multímetro en el punto triple del agua (de acuerdo al apartado 5.3.1.) del TRP a calibrar para obtener la resistencia en el punto triple del agua



$R(273,16\text{ K})$ como producto del ratio por la resistencia de referencia del puente R_s , este valor no deberá diferir del último valor obtenido durante la estabilización del termómetro. Se procederá de igual forma con los termómetros patrones, si se dispone de célula del punto triple del agua, o se tomará el valor del certificado de calibración para obtener sus resistencias $R_{p1}(273,16\text{ K})$ y $R_{p2}(273,16\text{ K})$. Para los patrones éste será el valor inicial de su resistencia en el punto triple del agua.

5.4.2. Profundidad de inmersión de la resistencia termométrica a calibrar

Se anotará el valor de la profundidad a la que se ha colocado el sensor en el baño. La profundidad de inmersión del sensor quedará especificada en el certificado de calibración.

5.4.3. Histéresis de la resistencia termométrica a calibrar

Durante la determinación de la histéresis se anotará el valor del ratio de los termómetros patrones, para obtener el valor de la resistencia y determinar de acuerdo con el apartado 4 la temperatura del baño, garantizando que permanece constante. La temperatura del baño será la media de las lecturas de los patrones. Si durante el ensayo la consigna del baño varía y no es posible mantener el mismo valor de la temperatura medido con los TRP patrones, se deben referenciar las medidas del TRP a calibrar a una misma temperatura de los TRP patrones para poder comparar, por ejemplo, si la temperatura del baño determinada con los TRP patrones se eleva en 10 mK, respecto del valor inicial o valor tomado como referencia, descontaremos a la medida del TRP a calibrar 10 mK (transformados en resistencia a través del coeficiente de sensibilidad $\text{m}\Omega/\text{mK}$) y de este modo queda referenciado al valor inicial.

NOTA:



Los coeficientes de sensibilidad para un TRP de 100Ω ($R_0=100\Omega$) a cada temperatura se obtienen a partir de la norma internacional IEC 751 [10] mediante las siguientes relaciones:

En el rango de -80 °C a 0 °C
 $R_t=R_0\cdot[1+A\cdot t+B\cdot t^2+C\cdot(t-100\text{°C})t^3]$

En el rango de 0°C a 420°C
 $R_t=R_0[1+At+Bt^2]$

Donde los valores de las constantes para termómetros de resistencia de platino industriales comúnmente usados son:

$$A=3,9083 \cdot 10^{-3} \text{ °C}^{-1}; B=-5,775 \cdot 10^{-7} \text{ °C}^{-2}; C=-4,183 \cdot 10^{-12} \text{ °C}^{-4}.$$

Los coeficientes de sensibilidad para un TRP de 25Ω a cada temperatura se obtienen a partir de la EIT-90, mediante las relaciones (2) y (4).

Se anotará el valor del ratio del termómetro a calibrar para obtener su resistencia R_i en cada repetición, y determinar la desviación típica de las medidas s_{his} .

$$s_{his} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (R_i - \bar{R})^2}{n-1}} \quad (6)$$

5.4.4. Valor inicial de la resistencia del termómetro a calibrar en el punto triple del agua

Se repetirá la determinación y se anotará el valor del ratio en el punto triple del agua del termómetro a calibrar, para determinar su resistencia $R(273,16\text{ K})$, éste será el valor inicial de su resistencia en el punto triple del agua.

5.4.5. Calibración



La toma de datos en el proceso de calibración se realiza de acuerdo a la secuencia descrita en el apartado 5.3.2.

En cada punto de calibración “i” se anotan:

El valor del ratio indicado por el puente del termómetro a calibrar, para obtener las resistencias R_{i1} y R_{i2} como producto del ratio por la resistencia de referencia del puente R_s . Los valores de las resistencias se expresan, referidas al valor de la resistencia de los termómetros en el punto triple del agua, como ratios de resistencia, W , (descrito en el apartado 4.): $W(T_{90})=R(T_{90})/R(273,16\text{ K})$.

$R(273,16\text{ K})$ es el valor medio entre el valor inicial y el final en la calibración.

Determinados los ratios, W_{i1} y W_{i2} , se obtiene el valor medio para ese punto W_i .

Los valores de los ratios indicados por el puente para los patrones, para obtener las resistencias R_{p1} y R_{p2} como producto del ratio por la resistencia de referencia del puente R_s . Los valores de las resistencias se expresan, referidas al valor de la resistencia de los termómetros en el punto triple del agua, como ratios de resistencia, W , (descrito en el apartado 4.): $W(T_{90})=R(T_{90})/R(273,16\text{ K})$.

Determinados los ratios de cada patrón, W_{pi1} y W_{pi2} , a través de las constantes de la función de desviación dadas en sus certificados de calibración se obtienen los ratios de la función de referencia determinados con cada patrón W_{rpi} , de acuerdo con la ecuación (5). El valor de la función de referencia es la media de los valores de la media del patrón 1 con el patrón 2.

$$W_r = \frac{\frac{W_{rp1} + W_{rp1}}{2} + W_{rp2}}{2} \quad (7)$$



Con el valor obtenido en (7) se obtiene el valor de la temperatura de referencia, t , con las ecuaciones (2) y (4).

Si se desea, una vez determinados todos los puntos de calibración, se puede proceder a realizar el ajuste con los valores de W del termómetro a calibrar y W_r , lo que consistirá en el cálculo de las constantes a y b de la función de desviación (5), utilizando un método que nos conduzca al error cuadrático mínimo.

NOTA:

Actualmente están disponibles en el mercado paquetes informáticos, con hojas de cálculo que contienen algoritmos de cálculo que permiten minimizar funciones, optimizando parámetros, de una manera sencilla y rápida.

Las diferencias entre los valores de la temperatura (T_{90}) medidas con los TRP patrones y los valores de la temperatura calculados con la función de desviación obtenida en el ajuste, a partir de las $W(T_{90})$ a esas temperaturas para el TRP calibrado, reflejan la bondad de la calibración, y no deberían ser superiores a 10 mK, tomándose la máxima diferencia como la contribución a la incertidumbre debida a la falta de ajuste.

Como resultado de la calibración se obtiene para cada punto de calibración el valor de la resistencia $R(T_{90})$ y de la función $W(T_{90})=R(T_{90})/R(273,16)$ para el TRP calibrado, frente a la temperatura T_{90} determinada como la media de los valores de los dos patrones.

Para temperaturas T_{90} intermedias se utiliza la función de desviación obtenida a partir de las constantes a y b (5). Como valor de la resistencia en el punto triple del agua de la resistencia termométrica de platino calibrada se toma el último valor determinado en la calibración.



Se anotarán las condiciones ambientales durante la calibración, tomando las acciones correctoras necesarias cuando las mismas se encuentren fuera de los límites establecidos. Las correcciones, cuando aplique a algún equipo, se establecerán en función de los coeficientes de sensibilidad de ese equipo a la variación de las condiciones ambientales.

6. RESULTADOS

6.1. Cálculo de incertidumbres

El cálculo de incertidumbres se realizará aplicando los criterios establecidos en la *Guía para la expresión de la incertidumbre de medida* [5] editada por el Centro Español de Metrología, que ha tomado como base la guía ISO “Guide to the expression of uncertainty in Measurement”, [8] y la guía EA-4/02 “Expression of the uncertainty of measurement in calibrations”, [9].

Como ya se ha indicado, el resultado de la calibración relaciona para cada punto de calibración el valor de la resistencia $R(T_{90})$ y de la función $W(T_{90})$ del termómetro de resistencia de platino calibrado, con la temperatura T_{90} determinada como la media de los valores de los dos patrones.

La temperatura T_{90} se obtiene a partir de los termómetros de resistencia patrones, mediante sus funciones de desviación (5) y a través de la función de referencia W_r y las funciones (2) y (4), dadas por la EIT-90 (ecuación (5)).

La incertidumbre del resultado de la calibración $u_c(T_{90})$ se puede descomponer en las contribuciones debidas a la determinación del valor de la temperatura con las resistencias termométricas patrones $u(T_{90})$, y las contribuciones debidas a la determinación del valor de la resistencia a la temperatura T_{90} para la resistencia termométrica calibrada $u(R(T_{90}))$ en cada punto de calibración.



6.1.1. Incertidumbres del valor de la temperatura indicado en el certificado

La función de referencia W_r se determina a partir de los valores de W_p a la temperatura T_{90} de los patrones y de las funciones de desviación (5) dadas en sus certificados y para cada patrón.

$$W_r(T_{90}) = f_1[R(T_{90})] \quad (8)$$

Donde:

$f_1[R(T_{90})]$ es la función de desviación para cada patrón dada en sus certificados. Realizando de este modo las correcciones de la función W respecto de la función de referencia W_r .

Como valor de la función de referencia se toma la media de los valores de la media del patrón 1 con el patrón 2.

$$T_{90} = f_2[W_r(T_{90})] + \frac{1}{2}[\delta P_{1cal} + \delta P_{2cal} + \delta P_{1der} + \delta P_{2der} + \delta P_{1lec} + \delta P_{2lec} + \delta P_{1m.i.} + \delta P_{2m.i.}] + \delta P_{un} + \delta P_{est} \quad (9)$$

Donde:

$f_2[W_r(T_{90})]$ es la función inversa de la función de referencia, (2) y (4).

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 (2) y (4) de la EIT-90 [1] descritas en el apartado 4 tienen asignadas incertidumbres en su propia definición, estando dentro de 0,1 mK y 0,13 mK [7], por lo que podemos considerarlas despreciables.

Las lecturas de los patrones se realizan con los mismos equipos y pueden estar correlacionadas. De modo que la incertidumbre se expresa:

$$u^2(T_{90}) = c_1^2 u^2(\delta P_{1cal}) + c_2^2 u^2(\delta P_{2cal}) + c_3^2 u^2(\delta P_{1der}) + c_4^2 u^2(\delta P_{2der}) + c_5^2 u^2(\delta P_{1lec}) + c_6^2 u^2(\delta P_{2lec}) + c_7^2 u^2(\delta P_{1m.i.}) + c_8^2 u^2(\delta P_{2m.i.}) + c_9^2 u^2(\delta P_{un}) + c_{10}^2 u^2(\delta P_{est}) + 2 c_5 c_6 r(\delta P_{1lec}, \delta P_{2lec}) u(\delta P_{1lec}) u(\delta P_{2lec}) \quad (10)$$

$$C_1 = C_2 = C_3 = C_4 = C_5 = C_6 = C_7 = C_8 = \frac{1}{2} \quad C_9 = C_{10} = 1$$

Como las lecturas se realizan con el mismo equipo 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.

Donde:



$u(T_{90})$ Incertidumbre de la temperatura obtenida a partir de la función de desviación $f_i[R(T_{90})]$ (5) para cada patrón dada en sus certificados y la función inversa de la función de referencia, $f_2[W_r(T_{90})]$, (2) y (4).

$u(\delta P_{cal})$ 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.

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

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

La deriva de la resistencia termométrica durante la calibración se calcula como diferencia de temperatura en el punto triple del agua, aplicando la ley de propagación de incertidumbres en la EIT-90 [7] en el rango de calibración de la sonda, proporciona un factor de sensibilidad máximo en el intervalo de -80 °C a 420 °C de 3 mK por mK de error (Supplementary information for the international temperature scale of 1990. BIPM 1990. Pág.24. Fig.1.7)

El valor estimado de la deriva se divide entre $\sqrt{3}$ para obtener su incertidumbre. Las dos contribuciones se suman cuadráticamente para determinar $u(\delta P_{der})$.

$u(\delta P_{lec})$ 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



punto y a la incertidumbre de la resistencia de referencia R_s :

El puente comparador posee un certificado de calibración, con una incertidumbre. Se divide este valor entre el factor de cobertura k para obtener su contribución a la incertidumbre. La resolución del puente se divide por $\sqrt{12}$. Las dos componentes se suman cuadráticamente.

La resistencia de referencia del puente posee un certificado de calibración, con una incertidumbre. Se divide este valor entre el factor de cobertura k para obtener su contribución a la incertidumbre. Si la resistencia está calibrada en corriente continua y el puente es de corriente alterna, hay que añadir la incertidumbre debida al uso de corriente alterna en el puente utilizando el factor suministrado por el fabricante para el paso de c.c. a c.a. como un valor a añadir a la incertidumbre de la resistencia dividida por $\sqrt{3}$. La incertidumbre debida a la variación de la temperatura de la resistencia de referencia, que si es externa se encuentra normalmente termostatazada, se estima mediante el coeficiente de temperatura de la resistencia determinado por el fabricante en $\Omega/^\circ\text{C}$.

El valor estimado de la deriva de la resistencia se divide entre $\sqrt{3}$ para obtener su contribución a la incertidumbre. Las componentes se suman cuadráticamente.

Para obtener la incertidumbre asociada a la lectura de los patrones se aplica la ley de propagación de incertidumbres:

$$R_t(\Omega) = \text{Ratio}(\Omega / \Omega) * R_s(\Omega) \quad (11)$$

$$u_{lect}^2 = u_{Ratio}^2 * R_s^2 + u_{R_s}^2 * (\text{Ratio})^2 \quad (12)$$



Si la resistencia de referencia es de 100Ω , para la temperatura de $420 \text{ }^\circ\text{C}$ la relación del puente con un sensor Pt-100 es de 2,54 (la más alta en el rango), la transformación a temperatura se realiza utilizando el coeficiente de sensibilidad que a 0°C es $2,5 \text{ K}/\Omega$ (el más alto en el rango). A otras temperaturas se obtiene a partir de la norma internacional IEC 751, expuesta anteriormente en el punto 5.4.3.

NOTA:

Si la medida de la resistencia se realiza con un multímetro 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. La resolución del multímetro se divide por $\sqrt{12}$. El valor estimado de la deriva del multímetro para la medida de la resistencia se divide entre $\sqrt{3}$ para obtener su contribución a la incertidumbre. Las componentes se suman cuadráticamente.

$u(\delta P_{m.i.})$ 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.

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

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

6.1.2. Incertidumbres del valor de la resistencia indicado en el certificado del termómetro de resistencia de platino calibrado



Para calcular el valor de la resistencia del TRP a calibrar, se consideran que las correcciones por la lectura de la resistencia, histéresis y de magnitudes de influencia son nulas, no así sus incertidumbres. Las incertidumbres estimadas en resistencia se transforman para una Pt-100 en temperatura a través del coeficiente de sensibilidad que a 0°C de 2,5 K/Ω [9]:

$$R(T_{90}) = [R_1(T_{90}) + R_2(T_{90})]/2 + \delta R_{\text{his}} + \delta R_{\text{lec}} + \delta R_{\text{m.i}} + s\delta T_{90} \quad (13)$$

Donde:

$R_1(T_{90})$, $R_2(T_{90})$ lecturas de la resistencia del sensor a calibrar.

δR_{lec} corrección debida a la lectura de la resistencia.

δR_{his} corrección debida a la histéresis.

$\delta R_{\text{m.i}}$ corrección debida a otras magnitudes de influencia, como una inmersión inadecuada de la resistencia termométrica, variaciones en las condiciones ambientales que afecten a los equipos de lectura, etc.

δT_{90} corrección debida a las variaciones de la temperatura de referencia

s coeficiente de sensibilidad de la termoresistencia a calibrar en $\Omega/^\circ\text{C}$

Se obtiene la incertidumbre aplicando la ley de propagación de incertidumbres de la ecuación (13):

$$u^2(R(T_{90})) = c_{11}^2 u^2(\delta R_{\text{his}}) + c_{12}^2 u^2(\delta R_{\text{lec}}) + c_{13}^2 u^2(\delta R_{\text{m.i.}}) + s^2 u^2(T_{90}) \quad (14)$$

Con $c_{11} = c_{12} = c_{13} = 1$. Sustituyendo en (14) el valor calculado de $u(T_{90})$:



$$u^2(R(T_{90})) = u^2(\delta R_{\text{his}}) + u^2(\delta R_{\text{lec}}) + u^2(\delta R_{\text{m.i.}}) + \frac{1}{4} s^2 [u^2(\delta P_{1\text{cal}}) + u^2(\delta P_{2\text{cal}}) + u^2(\delta P_{1\text{der}}) + u^2(\delta P_{2\text{der}}) + u^2(\delta P_{1\text{m.i.}}) + u^2(\delta P_{2\text{m.i.}})] + s^2 [u^2(\delta P_{\text{lec}}) + u^2(\delta P_{\text{un}}) + u^2(\delta P_{\text{est}})] + 2 s r(\delta P_{\text{lec}}, \delta R_{\text{lec}}) u(\delta P_{\text{lec}}) u(\delta R_{\text{lec}}) \quad (15)$$

Donde se ha supuesto que $\delta P_{1\text{lec}} = \delta P_{2\text{lec}} = \delta P_{\text{lec}}$ y que esta variable está totalmente correlacionada con δR_{lec} ya que se utiliza el mismo equipo de lectura para todas las termoresistencias ($r(\delta P_{\text{lec}}, \delta R_{\text{lec}}) = 1$) y:

$u(R(T_{90}))$ Incertidumbre asociada a la resistencia del termómetro a calibrar.

$u(\delta R_{\text{his}})$ La incertidumbre debida a la histéresis se determina en el proceso de calibración, apartado 5.4.3, como una desviación típica de las medidas de resistencia S_{his}

$u(\delta R_{\text{lec}})$ La incertidumbre asociada a la lectura de la resistencia termométrica a calibrar, se determina mediante el mismo procedimiento que para los patrones.

$u(\delta R_{\text{m.i.}})$ 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 el TRP calibrado, estas pueden ser una inmersión inadecuada de la resistencias termométrica, variaciones en las condiciones ambientales que afecten a los equipos de lectura, etc.

6.1.4. Incertidumbre expandida final

La incertidumbre combinada obtenida en la ecuación (15) se multiplica por un factor de cobertura $k=2$, para obtener la incertidumbre expandida. Considerando que la probabilidad de la incertidumbre combinada es aproximadamente normal, el factor $k=2$ proporciona un



intervalo con un nivel de confianza entorno al 95%, para infinitos grados de libertad.

$$U = k u(R(T_{90})) \quad (16)$$

La mayoría de las componentes a la incertidumbre son de tipo B, a partir de una distribución de probabilidad a priori, y se ha supuesto que el valor $u(x_i)$ es conocido, esto supone que el número de grados de libertad tiende a infinito, no estando alejado de la realidad, según anexo G (G.4.3) [5]. La incertidumbre debida a la histéresis de la resistencia es de tipo A, considerando que la incertidumbre combinada de salida fuera de ± 50 mK, y la contribución debida a la histéresis ± 10 mK con 10 determinaciones, el número efectivo de grados de libertad a partir de la ecuación de Welch-Satterthwaite es de 6250.

6.1.5. Incertidumbres de la función de desviación del termómetro de resistencia de platino calibrado

Para puntos intermedios a los de calibración se utiliza la función de desviación (5), determinada a partir del cálculo de las constantes a y b .

La utilización de esta ecuación conlleva nuevas fuentes de incertidumbre como son (ver [11]):

- a) Incertidumbre debida a la falta de ajuste de los puntos experimentales a la función de desviación. $u(T_{aj})$.

Como incertidumbre debida a la falta de ajuste se considera la máxima diferencia obtenida entre los valores de la temperatura (T_{90}) medidas con los TRP patrones y los valores de la temperatura calculados con la función de desviación obtenida en el ajuste, a partir de las $W(T_{90})$ a esas temperaturas para el TRP calibrado. Estas diferencias no deberían ser superiores a 10 mK.



- b) Incertidumbre debida la propagación de la incertidumbre de los puntos de calibración al cálculo de las constantes a y b . $u(T_{ctes})$.

Este valor dependerá de la incertidumbre de los puntos de calibración y debe calcularse aplicando la ley de propagación de incertidumbres en las expresiones obtenidas para a y b en el ajuste por mínimos cuadrados. Un valor típico para una incertidumbre de los puntos de $0,02\text{ }^{\circ}\text{C}$ es de $0,025\text{ }^{\circ}\text{C}$ (hasta $250\text{ }^{\circ}\text{C}$).

$$u_c^2(T_{90})_{f.d.} = c_{16}^2 u^2(T_{aj}) + c_{17}^2 u^2(T_{ctes}) \quad (17)$$

$$c_{16} = c_{17} = 1$$

Donde:

$u_c(T_{90})_{f.d.}$ Incertidumbre combinada expresada en temperatura, asociada a la función de desviación del termómetro de resistencia a calibrar.

$u(T_{aj})$ Incertidumbre expresada en temperatura, asociada a la falta de ajuste de la función de desviación del termómetro de resistencia a calibrar.

$u(T_{ctes})$ Incertidumbre expresada en temperatura, debida a la incertidumbre de las constantes a y b del ajuste

6.1.6. Tablas

En las tablas que se presentan a continuación se resumen las componentes de incertidumbre detalladas en el epígrafe 6.1.

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre típica $u(x_i)$	Coficiente de sensibilidad	Incertidumbre $u_i(y)$
-------------------	---------------------	-------------------------------------	----------------------------------	---------------------------



T_{90}	$f_2[W_r(T_{90})]$			$u(T_{90})$
δP_{1cal}	0	$u(\delta P_{1cal})$	1/2	$u(\delta P_{1cal})/2$
δP_{2cal}	0	$u(\delta P_{2cal})$	1/2	$u(\delta P_{2cal})/2$
δP_{1der}	0	$u(\delta P_{1der})$	1/2	$u(\delta P_{1der})/2$
δP_{2der}	0	$u(\delta P_{2der})$	1/2	$u(\delta P_{2der})/2$
δP_{lec}	0	$u(\delta P_{lec})$	1	$u(\delta P_{lec})$
$\delta P_{1m.i.}$	0	$u(\delta P_{1m.i.})$	1/2	$u(\delta P_{1m.i.})/2$
$\delta P_{2m.i.}$	0	$u(\delta P_{2m.i.})$	1/2	$u(\delta P_{2m.i.})/2$
δP_{un}	0	$u(\delta P_{un})$	1	$u(\delta P_{un})$
δP_{est}	0	$u(\delta P_{est})$	1	$u(\delta P_{est})$

Tabla II. Componentes de la incertidumbre del valor de la temperatura indicado en el certificado

El resultado de $u(R(T_{90}))$ se puede expresar en temperatura utilizando el correspondiente coeficiente de sensibilidad.

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre típica $u(x_i)$	Coefficiente de sensibilidad	Incertidumbre $u(y)$
$R(T_{90})$	$[R_1(T_{90}) + R_2(T_{90})]/2$			$u(R(T_{90}))$
δR_{his}	0	$u(\delta R_{his})$	1	$u(\delta R_{his})$
δR_{lec}	0	$u(\delta R_{lec})$	1	$u(\delta R_{lec})$
$\delta R_{m.i.}$	0	$u(\delta R_{m.i.})$	1	$u(\delta R_{m.i.})$
T_{90}	$f_2[W_r(T_{90})]$	$u(T_{90})$	s	$su(T_{90})^{(1)}$

Tabla III. Incertidumbre del valor de la resistencia indicado en el certificado del termómetro de resistencia de platino calibrado. ⁽¹⁾Notar que hay correlación entre la componente $u(\delta P_{lec})$ de $u(T_{90})$ y la componente $u(\delta R_{lec})$ al hacer los cálculos (véase ecuación (15)).

6.2. Interpretación de resultados

El resultado de la calibración es una tabla que relaciona la temperatura con la resistencia de la resistencia termométrica de platino, junto con la incertidumbre asociada a estas medidas en los



puntos de calibración. También se puede obtener una función de desviación para puntos intermedios de temperatura.

Las diferencias entre los valores de la temperatura (T_{90}) medidas con los TRP patrones y los valores de la temperatura calculados con la función de desviación obtenida en el ajuste, a partir de las $W(T_{90})$ a esas temperaturas para el TRP calibrado reflejan la bondad de la calibración, las diferencias entre ellos para los distintos puntos de calibración no deberían ser superiores a 10 mK, y siempre inferiores a la incertidumbre calculada para cada punto de medida.

La incertidumbre de calibración en todos los puntos debe ser menor que la tolerancia asignada por el usuario.

El periodo de recalibración es responsabilidad del usuario, para resistencias termométricas de platino puede oscilar entre 6 meses y 2 años, dependiendo del uso del instrumento y de la incertidumbre de medida que se quiera alcanzar con él.

7. REFERENCIAS

7.1. Documentos necesarios para realizar la calibración

Manual de funcionamiento del puente comparador.
Manual de funcionamiento del multímetro.
Manual de funcionamiento de los baños de líquido.

7.2. Otras referencias para consulta

- [1] Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT-90). Ed. CEM, 1990.
- [2] Clasificación de instrumentos de Metrología de Temperatura. 1ª Edición. SCI-Ministerio de Industria y Energía.



- [3] Vocabulario Internacional de términos fundamentales y generales de metrología (VIM)-CEM.1994.
- [4] “Interpolation equations and uncertainties of industrial PRT’s” J. F: Dubbeldam, M. J. de Groot. Euromet Workshop in Temperature, Paris, 1998.
- [5] Guía para la expresión de la incertidumbre de medida. Versión española. 1ª Edición, CEM 1998.
- [6] Procedimiento para la elaboración de procedimientos de calibración. MINER-CEM. Edición 2. 2000.
- [7] Supplementary information for the international temperature scale of 1990. BIPM 1990.
- [8] Guide to the expression of uncertainty in measurement. ISO. 1993.
- [9] Guide EA-4/02 Expression of the uncertainty of measurement in calibrations. Ed. 2.EA.1999.
- [10] International standard IEC 751 (1983). Amendment 2 1995-07.
- [11] “Propagación de incertidumbres en ecuaciones de interpolación”. D. del Campo, C. García, V. Climenti. Actas del III Congreso Español de Metrología (Zaragoza 2005).

8. ANEXOS

Anexo I. Determinación de la resistencia en el punto triple del agua.

Anexo II. Ejemplo de calibración.



ANEXO I.

DETERMINACIÓN DE LA RESISTENCIA EN EL PUNTO TRIPLE DEL AGUA

Para la determinación de la función $W(T_{90}) = R(T_{90})/R(273,16 \text{ K})$, tanto de las resistencias termométricas patrones como de la resistencia a calibrar, se necesita conocer el valor de la resistencia en el punto triple del agua. Las células del punto triple del agua como el resto de puntos fijos de la EIT-90 son elementos del más alto nivel metrológico, por lo que no es habitual disponer de ellos. Si no se dispone de los equipos necesarios y del procedimiento para la determinación, se puede realizar una aproximación con una mayor incertidumbre, determinando la resistencia en el punto de fusión normal del agua (273,15 K).

Preparación del baño de hielo.

Equipos y materiales necesarios:

Vaso tipo dewar.

Hielo en escamas o picado.

El vaso se llena progresivamente, por ejemplo llenando un tercio de su volumen con hielo, compactándolo para evitar que flote. Una vez compactado se añade agua destilada, con lo que el hielo toma un aspecto traslúcido. Se comprueba, realizando con una varilla un orificio en el hielo hasta el fondo del vaso, la existencia de dos fases, sólido y líquido. El proceso continua hasta completar el vaso.

Finalizada la preparación se deja reposar para que todo el sistema se estabilice térmicamente. Transcurridos unos minutos se colocan los termómetros en el baño, a la profundidad de inmersión necesaria, que puede ser la determinada para la calibración y se realizan las medidas.



La incertidumbre en la determinación de la resistencia dependerá de la calidad del agua y de la uniformidad y estabilidad del baño, parámetros que se pueden determinar en estudios previos. Con una buena práctica la incertidumbre en la temperatura del baño de hielo será inferior a 10 mK.

Una vez determinada la resistencia en el punto de fusión del agua, $R(273,15\text{ K})$, la diferencia en resistencia entre este valor y el punto triple del agua $R(273,16\text{ K})$ para una Pt-100 de acuerdo a la norma internacional IEC 751 [10] es de 3,9 mΩ, es decir:

$$R(273,16\text{ K}) - R(273,15\text{ K}) = 3,9\text{ m}\Omega$$



ANEXO II.

EJEMPLO DE CALIBRACIÓN

Calibración de una resistencia termométrica de platino de 100 Ω de 80°C a 200°C.

a) Materiales y equipos.

La TRP a calibrar presenta las siguientes características suministradas por el fabricante:

$R(0^{\circ}\text{C}) 100\Omega \pm 0.05\Omega$

Rango de utilización -50°C a 250°C

Deriva 0,01 Ω /año.

La calibración se realiza por comparación con dos resistencias termométricas de platino patrón de 100 Ω , iguales y calibradas de 0°C a 420°C, con las siguientes características.

Incertidumbre de calibración ± 30 mK ($k=2$)

Deriva anual estimada ± 20 mK

Las lecturas se realizan con un puente de corriente alterna frente a su resistencia interna de referencia, que presenta las siguientes características técnicas:

Resolución $10^{-6} \Omega/\Omega$

Incertidumbre de calibración $\pm 5 \cdot 10^{-6} \Omega/\Omega$ ($k=2$)

Deriva anual $10^{-6} \Omega/\Omega$

Valor de calibración de la resistencia de referencia
100,0004 Ω

Incertidumbre de calibración de la resistencia de referencia
0,0005 Ω ($k=2$)

Coefficiente de variación con la temperatura $1 \cdot 10^{-6} \Omega/^{\circ}\text{C}$

Deriva anual de la resistencia de referencia 0,0005 Ω



La comparación se realiza en un baño que utiliza aceite sintético como fluido termostático, los datos obtenidos por el laboratorio en estudios previos son:

Rango de utilización 0°C a 200°C

Estabilidad (Definida en un periodo de 30 minutos) 0,005 °C

Uniformidad 0,01°C

b) Condiciones ambientales.

Temperatura 23°C ± 2 y humedad relativa <70% hr.

c) Operaciones previas.

Se determina la profundidad de inmersión en 200 mm.

Se determina la histéresis a 140 °C, siendo de ± 8 mK

d) Toma de datos durante la calibración.

Temperatura de consigna del baño (°C)	Lectura del patrón 1 ratio	Lectura de la TRP ratio	Lectura del patrón 2 ratio	Lectura de la TRP ratio	Lectura del patrón 1 ratio
Valor inicial $R(273,16\text{ K})$	1,000 123	0,999 978	1,000 009		
80 °C	1,315 674	1,315 388	1,315 523	1,315 379	1,315 668
110 °C	1,430 256	1,429 926	1,430 085	1,429 935	1,430 250
140 °C	1,550 264	1,549 899	1,550 053	1,549 889	1,550 253
170 °C	1,662 243	1,661 875	1,662 032	1,661 870	1,662 256
200 °C	1,776 852	1,776 423	1,776 602	1,776 413	1,776 840
Valor final $R(273,16\text{ K})$	1,000 124	0,999 988	1,000 012		

e) Cálculo de la resistencia y la función W de la TRP a calibrar y de las TRP patrones.

La resistencia de las TRP es el producto del ratio por la resistencia de referencia del puente ($R_s = 100,0004\ \Omega$), se anotan los valores medios. Las funciones W son el cociente $R(T_{90})/R(273,16\text{ K})$ (valor medio).



Temperatura de consigna del baño (°C)	Resist. del patrón 1 ratio	Resist. de la TRP ratio	Resist. del patrón 2 ratio	W del patrón 1	W de la TRP	W del patrón 2
Valor inicial R(273,16 K)	100,0127	99,9982	100,0013			
80 °C	131,5676	131,5389	131,5528	1,315 509	1,315 406	1,315 509
110 °C	143,0259	142,9936	143,0091	1,430 076	1,429 955	1,430 070
140 °C	155,0265	154,9900	155,0059	1,550 067	1,549 920	1,550 037
170 °C	166,2256	166,1879	166,2039	1,662 044	1,661 901	1,662 015
200 °C	177,6853	177,6425	177,6609	1,776 626	1,776 448	1,776 583
Valor final R(273,16 K)	100,0128	99,9992	100,0016			

f) Cálculo de la función de referencia W_r de las TRP patrones.

Las funciones W_r se obtienen a partir de las funciones de desviación de la EIT-90 con las constantes de calibración de las TRP patrones.

Constantes de calibración de los patrones:

$$W(T_{90}) - W_r(T_{90}) = a [W(T_{90}) - 1] + b [W(T_{90}) - 1]^2$$

Patrón 1

$$a = -1,9920 * 10^{-4}$$

$$b = -1,4091 * 10^{-5}$$

Patrón 2

$$a = -2,4674 * 10^{-4}$$

$$b = -3,9452 * 10^{-5}$$



Temperatura de consigna del baño (°C)	W_r del patrón 1	W_r del patrón 2	W_r Valor medio
80 °C	1,315 573	1,315 591	1,315 582
110 °C	1,430 165	1,430 183	1,430 174
140 °C	1,550 181	1,550 184	1,550 183
170 °C	1,662 182	1,662 195	1,662 189
200 °C	1,776 790	1,776 799	1,776 794

g) Cálculo de la temperatura T_{90} .

La temperatura se obtiene con la función W_r a partir de las funciones inversas (2), (4) de la EIT-90. Calculadas las temperaturas indicadas por los patrones se comprueba la estabilidad y uniformidad del baño durante la calibración.

Temperatura de consigna del baño (°C)	t_{90} (°C)	$(t_{90})_{P1} - (t_{90})_{P1}$ (°C) Estabilidad	$(t_{90})_{P1} - (t_{90})_{P2}$ (°C) Uniformidad
80 °C	80,106	0,002	0,005
110 °C	109,683	0,002	0,005
140 °C	140,952	0,003	0,001
170 °C	170,410	0,003	0,003
200 °C	200,835	0,003	0,002

h) Resultado de la calibración.

El resultado de la calibración se presenta en una tabla indicando la temperatura t_{90} frente a la resistencia de la TRP a calibrar.



t_{90} (°C)	Resistencia (Ω)	W
80,106	131,5389	1,315 406
109,683	142,9936	1,429 955
140,952	154,9900	1,549 920
170,410	166,1879	1,661 901
200,835	177,6425	1,776 448

Ecuación de desviación según EIT-90:

$$R(273,16 \text{ K}) = 99,9992 \Omega$$

$$a = -5,528 * 10^{-4}$$

$$b = 1,380 * 10^{-4}$$

Diferencias entre la temperatura medida y la obtenida por la ecuación de desviación en los puntos de calibración.

t_{90} (°C)	Diferencia
80,106	0,004
109,683	0,002
140,952	0,000
170,410	-0,005
200,835	0,000

El valor máximo es inferior a 0,010°C

i) Incertidumbres de la calibración. Unidades de temperatura.



Componentes de la incertidumbre del valor de la temperatura indicado en el certificado, $u(T_{90})$, mK

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre típica $u(x_i)$ $k=1$	Distribución de la probabilidad	Coefficiente de sensibilidad	Incertidumbre $u_i(y)$
δP_{1cal}	0	15	Normal	1/2	7,5
δP_{2cal}	0	15	Normal	1/2	7,5
δP_{1der}	0	$20/\sqrt{3}$	Rectangular	1/2	6
δP_{2der}	0	$20/\sqrt{3}$	Rectangular	1/2	6
δP_{lec}	0	2,6	Normal	1	2,6
$\delta P_{1m.i.}$	0	0	-	1/2	0
$\delta P_{2m.i.}$	0	0	-	1/2	0
δP_{un}	0	$10/\sqrt{3}$	Rectangular	1	6
δP_{est}	0	$5/\sqrt{3}$	Rectangular	1	3
T_{90}	Ecuación(10)			1	15,4 mK

Componentes de la incertidumbre del valor de la resistencia indicado en el certificado del termómetro de resistencia de platino calibrado $u(R(T_{90}))$, m Ω

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre típica $u(x_i)$	Distribución de la probabilidad	Coefficiente de sensibilidad	Incertidumbre $u_i(y)$
δR_{his}	0	3,2	Normal	1	3,2
δR_{lec}	0	1,04	Normal	1	1,04
$\delta R_{m.i.}$	0	0	-	1	0
T_{90}	Ec. (10)	15,4	Combinada	0,39 m Ω /mK	6,16 ⁽¹⁾
$R(T_{90})$	Ecuación (12)				7,17 m Ω

Véase nota página siguiente.



NOTA:

⁽¹⁾ Se ha tenido en cuenta al combinar las incertidumbres que la componente $u(\delta P_{\text{Iec}})$ de $u(T_{90})$ y $u(\delta R_{\text{Iec}})$ están correlacionadas

La incertidumbre del resultado final en mK es:

$$U = k s^{-1} u_c(R_{90}) = 2 \cdot 2,5 \cdot 7,17 = 36 \text{ mK} \cong 0,04 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Incertidumbre para todos los puntos de calibración $U = 0,04 \text{ } ^\circ\text{C}$.

