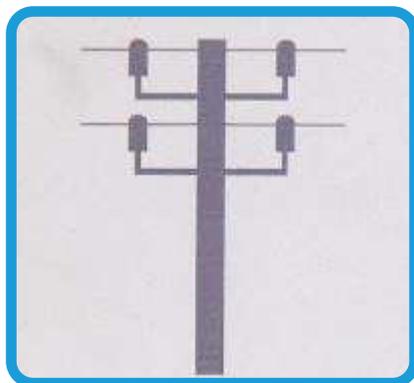
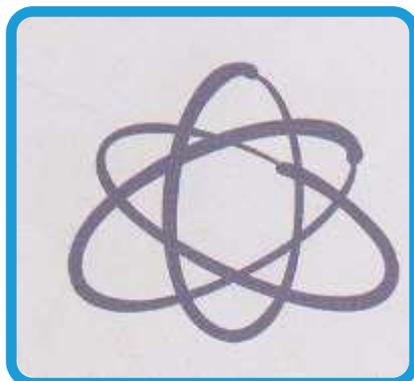
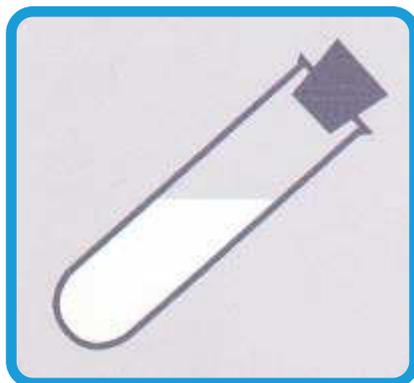
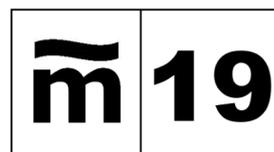


Metrología



PROCEDIMIENTO TH-001 PARA LA CALIBRACIÓN
DE TERMÓMETROS DIGITALES (DE LECTURA
DIRECTA) POR COMPARACIÓN



PROCEDIMIENTO TH-001

**CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE TERMÓMETROS
DIGITALES (DE LECTURA DIRECTA)**

La presente edición de este procedimiento se emite exclusivamente en formato digital y puede descargarse gratuitamente de nuestra página web (www.cem.es).

Los procedimientos editados por el CEM presentan modelos de calibración, en línea con documentos clave universales como son el Sistema Internacional de unidades (SI), el Vocabulario internacional de metrología (VIM) o la Guía para la expresión de la incertidumbre de medida (GUM). Como modelos que son, los usuarios de los mismos pueden, bajo su responsabilidad, modificarlos para adecuarlos a sus necesidades específicas (instrumentación, condiciones ambientales, etc.). En tal caso, siempre deberá primar el sentido crítico y la ética profesional.

El CEM no acepta ninguna responsabilidad derivada de la interpretación y/o uso de este procedimiento.

El CEM no mantiene correspondencia sobre el contenido de los procedimientos.

ÍNDICE

1. OBJETO	3
2. ALCANCE.....	3
3. DEFINICIONES	3
4. GENERALIDADES	6
5. DESCRIPCIÓN	9
5.1. EQUIPOS Y MATERIALES.....	9
5.2. OPERACIONES PREVIAS.....	10
5.3. PROCESO DE CALIBRACIÓN	11
5.3.1. Secuencia de las operaciones objeto del procedimiento	11
5.3.2. Método de realización.....	12
5.4. TOMA Y TRATAMIENTO DE DATOS.....	14
5.4.1 Pruebas de histéresis, uniformidad o repetibilidad	14
5.4.2. Ajuste.....	15
5.4.3. Calibración	15
6. RESULTADOS.....	15
6.1. CÁLCULO DE INCERTIDUMBRES.....	15
6.1.1. Incertidumbre del sistema de calibración	16
6.1.2 Incertidumbre de la corrección.....	17
6.1.3. Cálculo final de la incertidumbre	18
6.2. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS.....	20
7. REFERENCIAS	20
8. ANEXOS.....	21
ANEXO I: PREPARACIÓN DEL BAÑO DE HIELO	22
ANEXO II: PRUEBAS DE HISTÉRESIS, UNIFORMIDAD Y REPETIBILIDAD	23
ANEXO III: CÁLCULO DE INCERTIDUMBRES.....	26
ANEXO IV: EJEMPLO DE CÁLCULO DE INCERTIDUMBRES	27

1. OBJETO

Este procedimiento tiene por finalidad establecer y definir la sistemática a seguir en las calibraciones de termómetros digitales (también conocidos como termómetros de lectura directa) por comparación en medios isotermos de temperatura controlada.

2. ALCANCE

Este procedimiento afecta a todos los termómetros digitales compuestos de equipo de lectura en unidades de temperatura ($^{\circ}\text{C}$, K, etc.) y con sensores de resistencia, termistores, termopares, etc., y que se calibran en medios isotermos de temperatura controlada, habitualmente baños de alcohol, agua destilada, aceites o sales y hornos, lo que cubre un rango de temperatura aproximado de $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$. 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 [1].

3. DEFINICIONES

Termómetro digital:

Dispositivo destinado a utilizarse para hacer mediciones de temperatura que muestra una indicación digital en unidades de temperatura: K, grados Celsius, etc. Normalmente está constituido por uno o varios sensores y un equipo de lectura.

Sensor de Resistencia de Platino:

Elemento 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. Su resistencia es función de la temperatura, véase [2].

Termistor:

Sensor construido con un material semiconductor cuya resistencia varía con la temperatura.

Termopar:

Pareja de dos conductores de distinto material unidos en uno de los extremos con objeto de formar una unidad utilizable en la medida de temperatura por efecto termoeléctrico, véase [3].

Junta de medida o junta caliente:

Unión del termopar que se coloca en el lugar en el que se desea medir la temperatura.

Junta de referencia o junta fría:

Unión del termopar que está a una temperatura conocida, referencia para la temperatura que se desea medir.

Histéresis (o estabilidad frente a ciclos térmicos):

Propiedad de un instrumento de medida cuya respuesta a una señal de entrada determinada, depende de la secuencia de las señales de entrada precedentes. En el caso de termómetros corresponde a la variación en la indicación del termómetro en función de si ha sido sometido con anterioridad a una temperatura u otra.

Uniformidad (u homogeneidad), falta de:

Cambios en la composición y condiciones de los materiales de los hilos de un termopar, causados por contaminación, tensiones mecánicas o choques térmicos, que modifican la fuerza electromotriz. Estos cambios sólo influyen si están situados en una región con gradientes de temperatura.

Cables de extensión:

Cables formados por conductores del mismo material que los termopares y que se utilizan para aumentar la longitud de los mismos, véase [4].

Cables de compensación:

Tienen la misma utilidad que los cables de extensión pero la composición es distinta que la de los materiales del termopar, véase [4].

Repetibilidad (de medida) [5]: (2.21)

Precisión de medida bajo un conjunto de condiciones de repetibilidad.

Condición de repetibilidad (de una medición) [5]: (2.20)

Condición de medición, dentro de un conjunto de condiciones que incluye el mismo procedimiento de medida, los mismos operadores, el mismo sistema de medida, las mismas condiciones de operación y el mismo lugar, así como mediciones repetidas del mismo objeto o de un objeto similar en un periodo corto de tiempo.

NOTA 1 Una condición de medición es una condición de repetibilidad únicamente respecto a un conjunto dado de condiciones de repetibilidad

NOTA 2 En química, el término “condición de precisión intra-serie” se utiliza algunas veces para referirse a este concepto.

Calibración [5] (2.39)

Operación que bajo condiciones especificadas establece, en una primera etapa, una relación entre los valores y sus incertidumbres de medida asociadas obtenidas a partir de los patrones de medida, y las

correspondientes indicaciones con sus incertidumbres asociadas y, en una segunda etapa, utiliza esta información para establecer una relación que permita obtener un resultado de medida a partir de una indicación.

NOTA 1 Una calibración puede expresarse mediante una declaración, una función de calibración, un diagrama de calibración, una curva de calibración o una tabla de calibración. En algunos casos, puede consistir en una corrección aditiva o multiplicativa de la indicación con su incertidumbre correspondiente.

NOTA 2 Conviene no confundir la calibración con el ajuste de un sistema de medida, a menudo llamado incorrectamente “autocalibración”, ni con una verificación de la calibración.

NOTA 3 Frecuentemente se interpreta que únicamente la primera etapa de esta definición corresponde a la calibración

Resolución (de un dispositivo visualizador) [5] (4.15)

Mínima diferencia entre indicaciones visualizadas, que puede percibirse de forma significativa.

Corrección [5] (2.53)

Compensación de un efecto sistemático estimado.

NOTA 1 Véase la Guía ISO/IEC 98-3:2008, 3.2.3, para una explicación del concepto de “efecto sistemático”.

NOTA 2 La compensación puede tomar diferentes formas, tales como la adición de un valor o la multiplicación por un factor, o bien puede deducirse de una tabla

Incertidumbre de medida [5] (2.26)

Parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de los valores atribuidos a un mensurando, a partir de la información que se utiliza.

NOTA 1 La incertidumbre de medida incluye componentes procedentes de efectos sistemáticos, tales como componentes asociadas a correcciones y a valores asignados a patrones, así como la incertidumbre debida a la definición. Algunas veces no se corrigen los efectos sistemáticos estimados y en su lugar se tratan como componentes de incertidumbre.

NOTA 2 El parámetro puede ser, por ejemplo, una desviación típica, en cuyo caso se denomina incertidumbre típica de medida (o un múltiplo de ella), o la semiamplitud de un intervalo con una probabilidad de cobertura determinada.

NOTA 3 En general, la incertidumbre de medida incluye numerosas componentes. Algunas pueden calcularse mediante una evaluación tipo A de la incertidumbre de medida, a partir de la distribución estadística de los valores que proceden de las series de mediciones y pueden caracterizarse por desviaciones típicas. Las otras componentes, que pueden calcularse mediante una evaluación tipo B

de la incertidumbre de medida, pueden caracterizarse también por desviaciones típicas, evaluadas a partir de funciones de densidad de probabilidad basadas en la experiencia u otra información.

NOTA 4 En general, para una información dada, se sobrentiende que la incertidumbre de medida está asociada a un valor determinado atribuido al mensurando. Por tanto, una modificación de este valor supone una modificación de la incertidumbre asociada

4. GENERALIDADES

Un termómetro digital (también conocido como termómetro de lectura directa), proporciona directamente la lectura de temperatura en grados Celsius o kelvin. Normalmente está constituido por uno o varios sensores y un equipo de lectura. Los sensores pueden ser de diversos tipos, a continuación se describen los más habituales.

Los sensores de resistencia de platino industrial suelen ser de 100 Ω y su margen de operación está entre -200 °C y 800 °C [2]. Se montan dentro de una cubierta protectora para que sean más resistentes a los choques, vibraciones, presiones, etc., a los que pueden ser sometidos durante su uso [6] Este tipo de montajes hacen que estas resistencias de platino industriales sean mucho menos reproducibles que las resistencias de platino patrón de 25 Ω . Una de las características fundamentales de este tipo de sensores es su falta de estabilidad frente a los ciclos térmicos, es decir, la temperatura que miden puede depender de la temperatura a la que hayan sido sometidos con anterioridad (histéresis) debido principalmente a su montaje. Las histéresis de los termómetros de resistencia de platino se suelen mover el margen del 0,002 % al 0,2 % del intervalo de medida (véase [7]).

La característica más destacada de los sensores de resistencia de tipo semiconductor (termistores) es su alta sensibilidad, es decir, la gran variación de la resistencia con la temperatura. Su inconveniente es su margen de aplicación restringido, habitualmente de -80 °C a 250 °C. Los termistores suelen tener una variación de la resistencia con la temperatura de la forma $R = R_0 e^{-a/T}$, donde T es la temperatura en K.

Los termopares son generalmente el tipo de sensor más utilizado debido a que es un elemento simple, barato y se puede usar hasta muy altas temperaturas. La magnitud física medible es la variación de la fuerza electromotriz con la temperatura [6]. Es un sensor activo, es decir, que genera su propia señal sin necesidad de fuentes de energía exteriores, puede ser de muy pequeño tamaño, con hilos de décimas de milímetro y, por tanto, produce una perturbación muy pequeña en el medio cuya temperatura se quiere medir. Su principal inconveniente es su baja sensibilidad (de 10 a 50 $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$, según el tipo) y los problemas relacionados con la falta de homogeneidad de los hilos, lo que hace difícil obtener exactitudes mejores de décimas de grado Celsius en su uso normal. Los termopares más habituales son los de metales nobles (tipo B, S, R) y los de metales básicos (tipo K, N, J, E, T), también existen termopares de metales puros como los de Au/Pt o Pt/Pd con los que se pueden mejorar sensiblemente las exactitudes de medida de los termopares de la familia del Pt-Rh.

Los más utilizados en la industria son los termopares de metales básicos que pueden utilizarse en un margen de -200 °C a 2500 °C. Los hilos suelen ir protegidos por uno o dos tubos o vainas resistentes a las condiciones y atmósfera del proceso a medir. Los de metales nobles y puros se suelen instalar en

el interior de un tubo cerámico que impida la contaminación. En termopares de metálicos básicos se utilizan tubos protectores de acero inoxidable, aleaciones de níquel, carburo de silicio, etc. Estos tubos deben ser resistentes al choque térmico y su elección debe hacerse en cada caso particular.

El termopar siempre mide diferencias entre dos temperaturas, la correspondiente a la junta de medida (junta caliente) y la correspondiente a la junta de referencia (junta fría). La junta fría puede ser el punto 0 °C, realizado en un baño de hielo, pero cuando no se requieren exactitudes elevadas, se utilizan juntas de referencia electrónicas que simulan esta temperatura, inyectando en el circuito los milivoltios correspondientes a la temperatura de los terminales de conexión.

La calibración por comparación se realiza en un medio isoterma, es decir, un medio donde se crea una zona de temperatura estable y uniforme en el que se localizan los termómetros. Los medios isotermos más habituales son: baños de líquido, baño de hielo y hornos. En los baños de líquido se usan diversos líquidos (agua destilada, alcohol, aceites, sales, etc., dependiendo de la temperatura) que se hacen circular y se agitan para crear una zona de temperatura uniforme en el margen de alrededor de -100 °C a 500 °C. Los termómetros se pueden introducir directamente en dicha zona o en agujeros cilíndricos hechos en bloques metálicos (bloques igualadores) mantenidos en el baño, para conseguir mejores estabilidades y uniformidades. El baño de hielo se describe con detalle en el Anexo I. Los hornos de diseño más sencillo utilizan resistencias de calentamiento a base de aleaciones de distintos materiales (Nicromo, Khantal, etc.) para calentar un recinto tubular con un bloque en el que se introducen los termómetros. Suelen trabajar en el margen de 350 °C a 1600 °C.

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

$$C = t_{ref} - (t_x + \delta t_{x,res} + \delta t_h + \delta t_{un} + \delta t_r + \delta t_{x,mi}) \quad (1)$$

donde se han tenido en cuenta las posibles correcciones por resolución, repetibilidad, histéresis y/o uniformidad (según cada tipo de sensor tendremos una corrección u otra, nunca las tres a la vez) y otras magnitudes de influencia del termómetro a calibrar (pueden existir otras según cada caso particular: la imposibilidad de inmersión adecuada para eliminar errores de conducción del termómetro a calibrar, uso de otros cables de compensación y/o extensión adicionales, etc., y se añadirían como otros δt en la ecuación (1)).

La temperatura indicada por los patrones, t_{ref} , es la lectura media de los dos patrones utilizados, t_1 y t_2 , ya corregidas según los resultados del certificado y con una serie de correcciones adicionales que escribimos a continuación:

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

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 del patrón si no están incluidas en la de calibración, correcciones del certificado de calibración no realizadas, etc.).

Si es posible realizar un ajuste en el equipo, se hará antes de la calibración (previa consulta al cliente), de acuerdo con el manual técnico, para minimizar las correcciones. En este caso se deberán registrar los valores medidos con el termómetro antes y después del ajuste que serán incluidos en el certificado.

Símbolos y abreviaturas

EIT-90: Escala Internacional de Temperatura de 1990.

C: corrección del termómetro.

c: coeficiente de sensibilidad.

d: deriva de un patrón, intervalo máximo de variación de la temperatura indicada por el patrón entre calibraciones expresado en \pm .

e_b: estabilidad del medio isoterma, intervalo máximo de variación de la temperatura del medio isoterma en los puntos de calibración.

h: histéresis del sensor.

k: factor de cobertura.

r: repetibilidad del termómetro.

R: resolución del termómetro.

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

t_x: temperatura indicada por el termómetro a calibrar.

t₁, *t₂*: temperatura indicada por el primer y segundo patrón corregidas por los resultados del certificado de calibración a través de la curva de interpolación.

u_b: uniformidad del medio isoterma, intervalo máximo de variación de la temperatura del medio isoterma en la zona de calibración.

u_n: uniformidad del sensor.

u: incertidumbre típica.

U: incertidumbre expandida.

δt_{c1} , δt_{c2} : correcciones en la temperatura indicada por el primer y segundo patrón debido a la incertidumbre de calibración.

δt_{d1} , δt_{d2} : correcciones en la temperatura indicada por el primer y segundo patrón debido a la deriva entre calibraciones.

$\delta t_{1,res}$, $\delta t_{2,res}$: correcciones en la temperatura indicada por el primer y segundo patrón debido 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 debido 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.

δt_u : corrección en la temperatura indicada por los patrones debido a la falta de uniformidad del baño de calibración.

δt_e : corrección en la temperatura indicada por los patrones debido a la falta de estabilidad del baño de calibración.

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

$\delta t_{x,mi}$: corrección en la temperatura indicada por el termómetro a calibrar debido a magnitudes de influencia.

δt_r : corrección en la temperatura indicada por el termómetro a calibrar debido a la falta de repetibilidad (ver descripción en Anexo II).

δt_h : corrección en la temperatura indicada por el termómetro a calibrar debido a la falta de histéresis (ver p descripción en Anexo II) .

δt_{un} : corrección en la temperatura indicada por el termómetro a calibrar debido a la falta de uniformidad (ver descripción en Anexo II).

5. DESCRIPCIÓN

5.1. Equipos y materiales

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

- Dos termómetros patrón preferiblemente con incertidumbre de calibración de un orden de magnitud inferior a la resolución del termómetro a calibrar. (Es recomendable disponer de otro patrón adicional o de una célula del punto triple del agua, 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 isoterma es útil para verificar si uno de los patrones está midiendo mal o controlar su deriva).

- Baños de líquido de temperatura controlada y/o hornos con funcionamiento en el margen de calibración del termómetro, caracterizados en estabilidad y uniformidad, que deben ser coherentes con la incertidumbre de calibración (p. e. si se calibra un termómetro de resolución 0,1 °C conviene utilizar un baño con estabilidad y uniformidad de, al menos, 0,01 °C). También puede ser necesario un baño de hielo en un recipiente aislado térmicamente.
- Registradores de las condiciones ambientales del laboratorio (temperatura y humedad) adecuados para el margen de temperatura y humedad a las que se encuentra habitualmente el laboratorio.

5.2. Operaciones previas

- 1) El termómetro a calibrar deberá estar identificado con, al menos, un número de serie, tanto el equipo de lectura como cada uno de los sensores que lleve conectados. Si no lo estuviera, y antes de iniciar la calibración, se procederá a la identificación por el laboratorio, marcando (p. e. con una etiqueta adhesiva), en el lugar del equipo de lectura y de los sensores que se consideren más apropiados, un número identificativo de la forma que determine el laboratorio.
- 2) El termómetro a calibrar debe ser inspeccionado con detalle, en especial los sensores que lleva conectados, por si existen problemas de limpieza, rotura, sensores doblados, conexiones a canales no adecuados, cables en mal estado, etc. Si no se resuelven los problemas anteriores se replanteará la calibración del termómetro, recogiendo en los registros de calibración y en su caso en el informe o certificado de calibración los problemas significativos detectados.
- 3) Se anotarán las condiciones ambientales durante la calibración: temperatura y humedad.
- 4) Si es necesario (p.e.: el 0°C está incluido en el margen de calibración del termómetro, se calibra un termómetro con sensor de termopar que requiere una junta de referencia externa, etc.), 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 el sensor es de termopar, el equipo de lectura puede llevar incluida una junta de referencia, que debe mantenerse cercana a la temperatura ambiente por lo que debe tenerse precaución de no acercarse demasiado el equipo de lectura al baño o al horno, si la temperatura de éstos es elevada (esto depende del termómetro, lo habitual es que la junta fría lleve incluido un sensor para medir la temperatura a la que se encuentra).
- 6) En el caso de termómetro con sensor de termopar, la calibración deberá realizarse con los cables de extensión y/o compensación con los que se utiliza habitualmente el termómetro por el cliente.

- 7) Antes de comenzar la calibración se conectarán los equipos que se vayan a utilizar, incluido el termómetro a calibrar, siguiendo las instrucciones de los manuales técnicos y esperando los tiempos de calentamiento y estabilización adecuados.

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 medio isoterma se encuentre estable y uniforme, lo que debe comprobarse en cada punto de calibración. El laboratorio debe tener caracterizados previamente sus medios isotermos que tendrán valores asignados de estabilidad y uniformidad con sus incertidumbres asociadas, a los que se va a hacer referencia en este procedimiento (la forma particular de caracterización de un medio isoterma no es objeto de este procedimiento). Para comprobar si el medio isoterma está lo suficientemente estable, es conveniente registrar la lectura de uno de los patrones. Para comprobar si el medio isoterma está uniforme se pueden utilizar dos patrones.
- 2) Antes de comenzar las medidas debe asegurarse una profundidad de inmersión adecuada de los sensores del termómetro a calibrar 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 .

- 3) Se llevarán a cabo bien pruebas de histéresis, uniformidad y/o repetibilidad (ver 5.3.2) según el tipo de sensor del termómetro a calibrar.
- 4) Si el termómetro lo permite y el cliente lo desea, previamente a la calibración final se realizará el ajuste, realizando las medidas que sean necesarias siguiendo las

instrucciones del manual técnico. Se deben anotar las correcciones del termómetro antes del ajuste en una hoja de toma de datos previamente definida para incluirlas en el certificado.

- 5) Calibración del termómetro en los puntos elegidos, que cubran el margen de utilización del termómetro y que estén distribuidos lo más uniformemente posible. Conviene incluir el valor máximo y mínimo del margen de utilización.

5.3.2. Método de realización

Pruebas de histéresis

A estas pruebas se someterán los termómetros con sensor de resistencia de platino o termistor, excepto aquellos que se calibren en un margen cercano a la temperatura ambiente. Estas pruebas se describen en el Anexo II.

Pruebas de uniformidad

A estas pruebas se someterán los termómetros con sensor de termopar. Las pruebas se describen en el Anexo II.

Pruebas de repetibilidad

A estas pruebas se someterán todos los termómetros que no se hayan sometido a pruebas de histéresis, en cuyo caso la repetibilidad ya está contenida en dichas medidas. El proceso se describe en el Anexo II.

Ajuste

Si el termómetro tiene posibilidad de ajuste, se realizarán las medidas previas necesarias para determinar si el termómetro necesita ajuste. Para el ajuste se siguen las instrucciones del manual técnico del termómetro a calibrar. El ajuste sólo se hará si el cliente lo desea y tras anotar las correcciones del termómetro antes del ajuste, según lo indicado anteriormente.

Calibración

Se comienza la calibración en el punto de temperatura más baja. La calibración se realizará en puntos de temperaturas crecientes. Es conveniente repetir el primer punto después de llegar a la temperatura más alta, para comprobar que la estabilidad del termómetro durante la calibración es coherente con las contribuciones de incertidumbre que se han tenido en cuenta.

Se debe procurar que ni los patrones ni los termómetros a calibrar toquen el fondo o las paredes del baño y deben estar dentro de la zona de medio isoterma que ha sido caracterizada por el laboratorio (datos de uniformidad).

NOTA:

En general, es conveniente colocar el termómetro a calibrar y los patrones lo más cercanos posible o utilizar un bloque igualador para disminuir la contribución a la incertidumbre debida a la falta de uniformidad del baño.

Para comprobar si el baño está lo suficientemente estable, es conveniente registrar la lectura de uno de los patrones. La estabilidad debe ser la asignada por el laboratorio al medio isoterma. Si no se consigue la estabilidad previamente definida y aun así se continúa la calibración, deberá aumentarse convenientemente la incertidumbre correspondiente a esta causa.

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, t_{x1} .
- 3) Lectura del segundo patrón, corregida según certificado, t_2 .
- 4) Lectura del termómetro a calibrar, t_{x2} .
- 5) Lectura del primer patrón, corregida según certificado, t_{12} .

NOTA:

En el caso de que se calibraran simultáneamente varios termómetros, en el punto 4) se leerán secuencialmente en orden inverso al del punto 2).

En este proceso, si la diferencia entre la temperatura del primer patrón (media de t_{11} y t_{12}) y del segundo (t_2) es mayor que la combinación cuadrática de la uniformidad y la estabilidad asignada al medio isoterma de calibración⁽¹⁾, 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 o se aumentará la incertidumbre en función de los valores obtenidos. También se repetirá la medida en el punto de calibración si se observan diferencias mayores que la estabilidad asignada al medio isoterma de calibración⁽²⁾ 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 medio isoterma. Se permite que dicha diferencia esté dentro de los límites de la estabilidad y uniformidad del medio isoterma utilizado, para asegurarse de que las medidas se han tomado con el medio isoterma suficientemente estable y uniforme (sistema bajo control).

⁽²⁾ Se considera que la diferencia entre la primera y la segunda medida del primer patrón puede ser debida a la falta de estabilidad del medio isoterma. Se permite que dicha diferencia esté dentro de los límites de estabilidad del medio isoterma utilizado, para asegurarse de que las medidas se han tomado con el medio isoterma suficientemente estable (sistema bajo control).

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.

En cada punto de calibración se recomienda hacer sólo uno de los ciclos indicados y no se considera necesario realizar 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 asegurar una correcta estabilidad y uniformidad del medio isoterma. La medida de la dispersión estadística es muy costosa en tiempo, por eso es aconsejable hacer pruebas de repetibilidad, en todo caso, en un único punto de calibración.

5.4. Toma y tratamiento de datos

5.4.1 Pruebas de histéresis, uniformidad o repetibilidad

En el caso de realizar estas pruebas (ver Anexo II), en cada repetición se anotarán los siguientes datos:

- Los valores en grados que indican los patrones, corregidos según el certificado, t_{p1} y t_{p2} .
- El valor en grados que indica el termómetro a calibrar, t_{px} .
- La corrección, C , será la diferencia entre la media de las lecturas de los patrones y la temperatura indicada por el termómetro a calibrar:

$$C = \frac{t_{p1} + t_{p2}}{2} - t_{px} \quad (3)$$

Si se realizan n medidas, C_i , se hallará la desviación típica, s , de las correcciones, que será lo que llamaremos histéresis, h o repetibilidad, r , según la prueba realizada.

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n-1}} \quad (4)$$

donde $\bar{C} = \sum_{i=1}^n C_i$, es el valor medio de las correcciones.

En el caso de que no se realice un número suficiente de medidas, se tomará la máxima diferencia entre las mismas como cota superior de la componente debida a histéresis o repetibilidad.

Para la estimación de la falta de uniformidad del sensor de termopar se seguirán las instrucciones indicadas en el Anexo II.

5.4.2. Ajuste

Si se realiza un ajuste del equipo, se anotarán las medidas previas realizadas, que se incluirán en el certificado.

También se deben anotar los detalles del ajuste del equipo.

5.4.3. Calibración

Para cada punto de calibración se anotarán los siguientes datos:

- Los valores en grados que indican los patrones, t_{11} y t_{12} (cuya media es t_1 y t_2 .) Con estos datos se harán los cálculos correspondientes para asegurarse de la estabilidad y uniformidad del baño según se indica en 5.3.2.
- Los valores en grados que indica el termómetro a calibrar, t_{x1} y t_{x2} , de los que se calculará la media, t_x .
- La corrección, C , según:

$$C = \frac{t_1 + t_2}{2} - t_x \quad (5)$$

- 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.

NOTA:

En algunos casos se puede dar un valor global de incertidumbre con su factor de cobertura.

Así mismo se conservarán registros de las configuraciones en las que se ha calibrado el termómetro (canales, cables de compensación, rangos, resolución, etc.).

6. RESULTADOS

6.1. Cálculo de incertidumbres

Para el cálculo de incertidumbres, se han seguido las pautas recomendadas en [8] y [9].

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 isoterms) y por otro las correspondientes al termómetro a calibrar durante la calibración que variarán según sus características y comportamiento. Las del sistema serán debidas a la calibración, deriva, lectura 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 y/o de los hornos. Para el termómetro siempre tendremos la incertidumbre de lectura (resolución), la debida a la repetibilidad, histéresis y/o uniformidad (según el sensor) y las magnitudes de influencia (pueden existir incertidumbres adicionales en algunos casos: por conducción térmica, 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 III donde se obtiene la ecuación:

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

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 medidas 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, $\frac{U}{k}$. 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, $\frac{U}{k}$, 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 °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 °C, sería la resolución del equipo dividida por $\sqrt{12}$. Si fueran resistencias de platino conectadas a un puente que da lecturas en Ω , sería la resolución de dicho puente dividida por $\sqrt{12}$, expresada en °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 los certificados de calibración de los patrones: Una forma de estimar esta contribución es calcularla 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 (residuos del ajuste), dividida por el número de puntos de calibración 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 [8]).

$u(\delta t_{1,mi}), u(\delta t_{2,mi})$: en algunos casos 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 α , expresado en °C/°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 ambiente a considerar (entre la calibración que se está realizando y la calibración de los patrones).

$u(\delta t_e)$ y $u(\delta t_u)$: Las incertidumbres de los medios isotermos utilizados 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 IV se presenta 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, magnitudes de influencia, repetibilidad, histéresis y/o uniformidad), 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 III donde se obtiene la ecuación:

$$u^2(C) = u^2(t_x) + u^2(\delta t_{x,res}) + u^2(\delta t_h) + u^2(\delta t_{un}) + u^2(\delta t_{x,mi}) + u^2(\delta t_r) + u^2(t_{ref}) \quad (7)$$

Cada término de incertidumbre se explica a continuación:

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

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

$u(\delta t_r)$, $u(\delta t_h)$, $u(\delta t_{un})$: La repetibilidad (y/o histéresis y/o uniformidad) del termómetro se estima según lo indicado en el apartado 5.4.1. Según qué tipo de termómetro se esté calibrando aparecerá sólo uno de los tres términos, según el Anexo II.

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

NOTA: Por ejemplo, si el termómetro tiene un coeficiente de variación con la temperatura α , expresado en °C/°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 ambiente durante la calibración.

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

En el Anexo IV 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 IV se presenta un ejemplo de cálculo de incertidumbres.

NOTA: Esto será cierto en general, ya que todas las contribuciones a la incertidumbre combinada 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. La única componente de tipo A considerada es $u(\delta t_r)$, $u(\delta t_h)$ ó $u(\delta t_{un})$, que, en general, también será pequeña comparada con el resto de contribuciones, si no fuera así se deberían calcular los grados efectivos de libertad según el Anexo E de [9].

Se recomienda recoger todas las contribuciones del cálculo de incertidumbre en una tabla [9]. En este caso conviene hacer dos tablas: una para calcular $u(t_{ref})$ y otra para calcular $u(C)$ (en el ejemplo del Anexo IV se escriben las tablas desarrolladas con datos numéricos):

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

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Coef. de sensibilidad	Contrib. a la incertidumbre típica
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$
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	$u(t_2)/2$
δt_{c1}	0	$u(\delta t_{c1})$	1/2	$u(\delta t_{c1})/2$
δt_{c2}	0	$u(\delta t_{c2})$	1/2	$u(\delta t_{c2})/2$
δt_{d1}	0	$u(\delta t_{d1})$	1/2	$u(\delta t_{d1})/2$
δt_{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	$u(\delta t_{2,int})/2$
δt_e	0	$u(\delta t_e)$	1	$u(\delta t_e)$
δt_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	Estimación	Incertidumbre típica	Coef. de sensibilidad	Contrib. a la incertidumbre típica
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$
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	- $u(\delta t_{x,res})$
$\delta t_{x,mi}$	0	$u(\delta t_{x,mi})$	- 1	- $u(\delta t_{x,mi})$
δt_r ó δt_h ó δt_{un}	0	$u(\delta t_r)$ ó $u(\delta t_h)$ ó $u(\delta t_{un})$	- 1	- $u(\delta t_r)$ ó - $u(\delta t_h)$ ó - $u(\delta t_{un})$
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

Si se detecta que alguna de las correcciones obtenidas en los puntos de calibración es significativamente más alta que en el resto, conviene repetir la medida en dicho punto de calibración. Las correcciones obtenidas, con su incertidumbre, deben ser coherentes con la tolerancia asignada por el usuario al termómetro para su calibración.

Para ello se comparará la corrección obtenida, aumentada en la incertidumbre, con dicho 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: ajuste, etc.

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

7. REFERENCIAS

- [1] "Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT-90)". Ed. CEM, 1990.
- [2] UNE-EN 60751:2008 .Termómetros industriales de resistencia de platino y sensores de temperatura de platino
- [3] UNE-EN 60584-1:2013. Termopares. Parte 1: Tolerancias y especificaciones EMF
- [4] UNE-EN 60584-3:2008. Termopares. Parte 3: Cables de extensión y de compensación. Tolerancias y sistemas de identificación

- [5] “Vocabulario Internacional de Metrología Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados”. 3ª edición en español (edición VIM 2008 con inclusión de pequeñas correcciones), publicada por el Centro Español de Metrología.
- [6] “Principles and Methods of Temperature Measurement”. T. D. McGee. Ed. J. Wiley & Sons.
- [7] White et al. Int J Thermophys (2010) 31: 1676
- [8] “Evaluación de datos de medición Guía para la expresión de la incertidumbre de medida”, CEM edición digital 1 en español, 2008
- [9] “Evaluación de la incertidumbre de medida en las calibraciones” EA-4/02 M:2013.
- [10] “Calibration of thermocouples”, guía EURAMET/cg-08/v.03 (2019).

8. ANEXOS

ANEXO I: Preparación del baño de hielo

ANEXO II: Pruebas de histéresis, uniformidad y repetibilidad

ANEXO III: Cálculo de incertidumbres

ANEXO IV: Ejemplo de cálculo de incertidumbres

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 es conveniente utilizar 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 punto del 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.

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: PRUEBAS DE HISTÉRESIS, UNIFORMIDAD Y REPETIBILIDAD

Pruebas de histéresis

En el caso de termómetros digitales con sensores de resistencia y resolución mejor o igual a 0,01 °C, las pruebas consisten en realizar 5 ciclos térmicos de calentamiento-enfriamiento con objeto de estimar el valor de histéresis del termómetro a calibrar. Entre cada uno de los 5 ciclos, se realizarán determinaciones de los valores de temperatura del termómetro a calibrar a cierta temperatura de referencia intermedia en el margen de calibración. El proceso será como sigue:

- 1) Calentamiento del sensor durante 10 min a la temperatura máxima de calibración.
- 2) Determinación del valor de temperatura que indica el termómetro a calibrar a la temperatura de referencia, manteniendo previamente el sensor en aire unos 3 min.
- 3) Enfriamiento del sensor durante 10 min a la temperatura mínima de calibración.
- 4) Determinación del valor de temperatura que indica el termómetro a calibrar a la temperatura de referencia, manteniendo previamente el sensor en aire unos 3 min.

Se tomará la precaución de determinar la temperatura de referencia con los patrones siguiendo el proceso de lectura siguiente:

- 1) Lectura del primer patrón, corregida según su certificado, t_{p1} .
- 2) Lectura del termómetro a calibrar, t_{px} .
- 3) Lectura del segundo patrón, corregida según su certificado, t_{p2} .

La temperatura de referencia se considerará como la media de las lecturas de los dos patrones.

El proceso anterior se puede simplificar, para termómetros con resoluciones peores que 0,01 °C, realizando un número inferior de ciclos de calentamiento-enfriamiento.

También puede incluirse una evaluación de la histéresis en el propio ciclo de calibración tomando los valores de medida de la temperatura de referencia intermedia elegida inmediatamente después de la medida de los puntos máximos y mínimos de calibración.

La diferencia máxima entre las lecturas obtenidas de la temperatura de referencia permite estimar una cota máxima del valor de la histéresis. Si se realiza un número suficiente de ciclos térmicos se puede estimar a partir de la desviación típica de las determinaciones realizadas de la temperatura de referencia.

Si no se realizan pruebas de histéresis se debe considerar como cota máxima al menos un 0,2 % del intervalo de medida de acuerdo con [7].

Pruebas de uniformidad (véase [10])

Se recomienda someter a estas pruebas a los termómetros con sensor de termopar. Las pruebas consisten en determinar la posible falta de uniformidad de los hilos de termopar a lo largo del sensor, la mayor causa de incertidumbre de este tipo de sensores. Para ello debe usarse un método que conlleve cambios locales del perfil térmico a lo largo de la longitud del termopar, por calentamiento o enfriamiento, mientras que las juntas de medida y de referencia se mantienen a una temperatura estable, p.e. 0 °C. La zona de calentamiento o enfriamiento se va desplazando lentamente a lo largo de la longitud del termopar, lo que permite detectar inhomogeneidades locales a partir de variaciones en las lecturas del termómetro.

Otra posibilidad es mover la junta de medida en un medio isoterma que posea una distribución lo más homogénea posible de temperatura (p.e. un baño de líquido agitado o una célula de punto fijo). Con este método, distintas zonas del termopar irán posicionándose en la zona con mayor gradiente de temperatura (superficie del baño u horno) lo que ocasionará cambios en la lectura del termómetro si el sensor de termopar no fuese homogéneo en las zonas sometidas a gradiente. Las profundidades a las que se realizan estas pruebas deben ser mayores que la profundidad de inmersión determinada al comienzo del proceso de calibración, para evitar errores por conducción térmica. Es aconsejable tomar la precaución de determinar la temperatura a la que se realizan las pruebas con los patrones de forma similar al caso de las pruebas de histéresis.

Es recomendable estimar la contribución de incertidumbre debida a la falta de homogeneidad como una distribución rectangular, cuya amplitud sería equivalente a la mayor diferencia encontrada entre dos medidas durante la prueba de uniformidad. Si la prueba se realiza en una pequeña porción del termopar, la máxima diferencia encontrada deberá tomarse como la semiamplitud del intervalo de la distribución.

Cuando no se puedan realizar estas medidas se recomienda tomar al menos el 20 % de la tolerancia de la clase 2 del tipo de termopar correspondiente según [3] como contribución ($k=1$) a la incertidumbre combinada. En el caso de termopares nuevos se pueden considerar los siguientes valores como contribución ($k=1$) a la incertidumbre combinada [10]:

- Tipos K y N: 0,1 % de la temperatura en °C
- Tipos R y S: 0,02 % de la temperatura en °C
- Tipo B: 0,05 % de la temperatura en °C
- Au/Pt y Pt/Pd: 0,01 % de la temperatura en °C
- Resto: 0,25 % de la temperatura en °C

Si se realiza la prueba de uniformidad a otra temperatura distinta de la de calibración, puede expresarse la falta de homogeneidad como un porcentaje de la fuerza electromotriz total.

Pruebas de repetibilidad

Se recomienda realizar estas pruebas para todos los termómetros que no se hayan sometido a pruebas de histéresis por tener un rango de calibración en torno a la temperatura ambiente. Consiste en determinar la repetibilidad del conjunto equipo de lectura y sensor con 10 medidas sucesivas a una temperatura de referencia (ésta puede ser una temperatura a la que el termómetro en el baño se estabilice rápidamente, p. e. punto del hielo). El proceso será como sigue: determinación de la temperatura que mide el termómetro a calibrar a la temperatura de referencia 10 veces sucesivas,

extrayendo e introduciendo el termómetro en el medio isoterma con periodos de 3 min a 5 min fuera del mismo y esperando los periodos correspondientes de estabilización antes de cada medida.

Se tomará la precaución de determinar la temperatura de referencia con los patrones de forma similar al caso de las pruebas de histéresis.

El proceso anterior se puede simplificar disminuyendo el número de medidas.

ANEXO III: 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 [8], obteniéndose:

$$\begin{aligned}
 u^2(t_{\text{ref}}) = & c_1^2 u^2(t_1) + c_2^2 u^2(t_2) + c_3^2 u^2(\delta t_{c1}) + c_4^2 u^2(\delta t_{c2}) + c_5^2 u^2(\delta t_{d1}) + c_6^2 u^2(\delta t_{d2}) + c_7^2 u^2(\delta t_{1,\text{res}}) + \\
 & + c_8^2 u^2(\delta t_{2,\text{res}}) + c_9^2 u^2(\delta t_{1,\text{mi}}) + c_{10}^2 u^2(\delta t_{2,\text{mi}}) + c_{11}^2 u^2(\delta t_{1,\text{int}}) + c_{12}^2 u^2(\delta t_{2,\text{int}}) + \\
 & + 2c_7 c_8 r(\delta t_{1,\text{res}}, \delta t_{2,\text{res}}) u(\delta t_{1,\text{res}}) u(\delta t_{2,\text{res}}) + 2c_1 c_2 r(t_1, t_2) u(t_1) u(t_2) + \\
 & + 2c_3 c_4 r(\delta t_{c1}, \delta t_{c2}) u(\delta t_{c1}) u(\delta t_{c2}) + u^2(\delta t_e) + u^2(\delta t_u)
 \end{aligned} \quad (8)$$

En la ecuación (8), los términos de $u(t_1)$ y $u(t_2)$ en general no se consideran, ya que no se hacen medidas estadísticamente significativas en cada punto de calibración. 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 (8), que valen:

$$c_1 = c_2 = c_3 = c_4 = c_5 = c_6 = c_7 = c_8 = c_9 = c_{10} = c_{11} = c_{12} = \frac{1}{2} \quad (9)$$

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 (8) se podría simplificar de la forma:

$$\begin{aligned}
 u^2(t_{\text{ref}}) = & \frac{1}{4} [u(t_1) + u(t_2)]^2 + \frac{1}{4} [u(\delta t_{c1}) + u(\delta t_{c2})]^2 + \frac{1}{4} [u(\delta t_{1,\text{res}}) + u(\delta t_{2,\text{res}})]^2 + \frac{1}{4} u^2(\delta t_{d1}) + \frac{1}{4} u^2(\delta t_{d2}) + \\
 & + \frac{1}{4} u^2(\delta t_{1,\text{mi}}) + \frac{1}{4} u^2(\delta t_{2,\text{mi}}) + \frac{1}{4} u^2(\delta t_{1,\text{int}}) + \frac{1}{4} u^2(\delta t_{2,\text{int}}) + u^2(\delta t_e) + u^2(\delta t_u)
 \end{aligned} \quad (10)$$

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 [8], obteniéndose:

$$u^2(C) = u^2(t_{\text{ref}}) + u^2(t_x) + u^2(\delta t_{x,\text{res}}) + u^2(\delta t_r) + u^2(\delta t_h) + u^2(\delta t_{\text{un}}) + u^2(\delta t_{x,\text{mi}}) \quad (11)$$

En este caso las variables no están correlacionadas y los coeficientes de sensibilidad al cuadrado son todos iguales a 1. El término $u(t_x)$ en general no se considerará ya que no se hacen medidas estadísticamente significativas en cada punto de calibración. El término $u^2(t_{\text{ref}})$ es el de la ecuación (8). De los términos $u(\delta t_h)$, $u(\delta t_r)$ y $u(\delta t_{\text{un}})$ aparecerá sólo uno según el termómetro a calibrar (ver Anexo II).

ANEXO IV: EJEMPLO DE CÁLCULO DE INCERTIDUMBRES

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) las incertidumbres de calibración de los termómetros, U , son de 0,02 °C para $k = 2$. Estas incertidumbres incluyen la histéresis y la repetibilidad de los termómetros patrón. El error por la interpolación a una recta en los datos de los certificados de calibración es despreciable frente a las incertidumbres de calibración. 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 de los históricos de las calibraciones de los termómetros y es de $\pm 0,005$ °C en los dos casos.
- 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 [9] teniendo en cuenta todas las variables que intervienen en la ecuación (6). Las correcciones de temperatura (δt_{c1} , δt_{c2} , δt_{d1} , δt_{d2} , $\delta t_{1,res}$, $\delta t_{2,res}$, $\delta t_{1,mi}$, $\delta t_{2,mi}$, $\delta t_{1,int}$, $\delta t_{2,int}$, δt_e , δt_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 $u(t_2)$.

Tabla 3: Ejemplo de incertidumbre del sistema de calibración

Magnitud	Estimación	Unidad	Incertidumbre típica	Coef. de sensibilidad	Contrib. a la incertidumbre típica
X_i	x_i		$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$
t_1	$\frac{t_{11} + t_{12}}{2}$	°C	-	1/2	-
t_2	$t_2^{(*)}$	°C	-	1/2	-
t_{c1}	0	°C	$U/k=0,01^{(n)}$	1/2	0,005
t_{c2}	0	°C	$U/k=0,01^{(n)}$	1/2	0,005
t_{d1}	0	°C	$d/\sqrt{3}=0,003^{(r)}$	1/2	0,0015
t_{d2}	0	°C	$d/\sqrt{3}=0,003^{(r)}$	1/2	0,0015
$\delta t_{1,res}$	0	°C	$R/\sqrt{12}=0,003^{(r)}$	1/2	0,0015
$\delta t_{2,res}$	0	°C	$R/\sqrt{12}=0,003^{(r)}$	1/2	0,0015
$\delta t_{1,mi}$	0	°C	0	1/2	0
$\delta t_{2,mi}$	0	°C	0	1/2	0
$\delta t_{1,int}$	0	°C	0	1/2	0
$\delta t_{2,int}$	0	°C	0	1/2	0
δt_e	0	°C	$e_b/\sqrt{12}=0,012^{(r)}$	1	0,012
δt_u	0	°C C	$u_b/\sqrt{12}=0,012^{(r)}$	1	0,012
t_{ref}	$\frac{t_1 + t_2}{2}$			$u(t_{ref}) =$	0,019

NOTAS:

(*) La estimación de t_{11} , t_{12} y t_2 será el valor leído por los termómetros patrón corregidos utilizando las curvas de interpolación obtenidas a partir del certificado de calibración.

(n) Se ha asignado una distribución de tipo normal.

(r) Se ha asignado una distribución de tipo rectangular.

Incertidumbre de la corrección

El termómetro que se va a calibrar es:

- 1) un termómetro digital de resolución, R , igual a $0,1\text{ °C}$ en el margen de 0 °C a 250 °C .
- 2) con sensor de termopar tipo K, con una uniformidad, un , de $0,02\text{ °C}$, obtenida como la desviación típica de 10 medidas realizadas a 250 °C , a distintas profundidades de inmersión. En esta medida ya está incluida la repetibilidad y también se consideran incluidos los cambios debidos a las posibles magnitudes de influencia durante la calibración, ya que las pruebas de repetibilidad y la calibración se realizan en las mismas condiciones.
- 3) junta de referencia interna con medida de la temperatura en los terminales de conexión y utilizando los cables de extensión y/o compensación habituales de medida del termómetro.

Con estos datos se elabora una tabla de incertidumbres como se recomienda en [9] teniendo en cuenta todas las variables que intervienen en la ecuación (7) y utilizando el valor para $u(t_{ref})$ obtenido en la tabla 3. Las correcciones de temperatura, $\delta t_{x,res}$, $\delta t_{x,mi}$, δt_{un} , se ha considerado igual a 0 (aunque no lo sea su incertidumbre) 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 $u(t_x)$.

Tabla 4: Ejemplo de incertidumbre de la corrección

Magnitud	Estimación	Unidad	Incertidumbre típica	Coef. de sensibilidad	Contrib. a la incertidumbre típica
X_i	x_i		$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$
t_x	$\frac{t_{x1} + t_{x2}}{2}$ (*)	°C	-	-	-
$\delta t_{x,res}$	0	°C	$R/\sqrt{12}=0,03^{(r)}$	-1	-0,03
$\delta t_{x,mi}$	0	°C	0	-1	0
δt_{un}	0	°C	$un=0,02^{(n)}$	-1	-0,02
t_{ref}	$\frac{t_1 + t_2}{2}$	°C	$0,019^{(n)}$	1	0,019
C	$t_{ref} - t_x$			$u(C) =$	0,04
				$U(C)=k \cdot u(C) =$	0,04

NOTAS:

(*) La estimación de t_{x1} y t_{x2} será el valor leído por el termómetro en el punto de calibración que corresponda.

(n) Se ha asignado una distribución de tipo normal.

(r) Se ha asignado una distribución de tipo rectangular.

Metrología

NIPO: 113-19-006-0