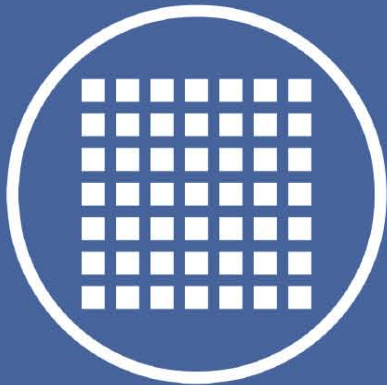


Copia No Controlada

Instituto Nacional  
de Tecnología Industrial

Centro de Desarrollo e Investigación  
en Física y Metrología



INTI



Procedimiento específico: PEC02

## **CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE RESISTENCIA DE PLATINO SEGÚN LA ITS-90**

Revisión: Agosto 2015

Este documento se ha elaborado con recursos del Instituto Nacional de Tecnología Industrial.  
Sólo se permite su reproducción sin fines de lucro y haciendo referencia a la fuente.

## PEC02 Lista de enmiendas: Agosto 2015

[illegible]

## PEC02 Índice: Agosto 2015

NOMBRE DEL CAPÍTULO	REVISIÓN
Página titular	Agosto 2015
Lista de enmiendas	Agosto 2015
Índice	Agosto 2015
Calibración de termómetros de resistencia por comparación	Agosto 2015
Apéndice 1	Agosto 2015
Apéndice 2	Agosto 2015
Apéndice 3	Agosto 2015

PREPARADO POR

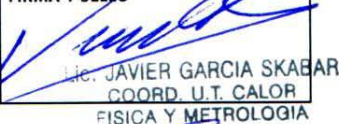
FIRMA Y SELLO



LIC. PATRICIA GIORGIO  
JEFE DE LABORATORIO DE  
PATRONES DE TEMPERATURA  
FIRMA Y SELLO  
INTI-FISICA Y METROLOGIA

REVISADO POR

FIRMA Y SELLO



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

REVISADO POR

FIRMA Y SELLO



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

APROBADO POR

FIRMA Y SELLO



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

PEC02: Agosto 2015

**1. Objeto**

Describir el método de calibración de termómetros de resistencia de platino (TRPs) según la Escala Internacional de Temperatura de 1990 (ITS-90).

**2. Alcance**

La calibración de TRPs se llevará a cabo en el intervalo comprendido entre  $-190\text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $660\text{ }^{\circ}\text{C}$ , los TRPs deben satisfacer los siguientes requisitos:

- Longitud de la vaina mayor o igual que 45 cm y diámetro menor que 8 mm.
- Conexión de cuatro cables.
- Valor de resistencia eléctrica a  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  mayor o igual que  $0,25\ \Omega$  y menor o igual que  $100\ \Omega$ .
- Platino puro y libre de tensiones; según lo indicado en la ITS-90 [4.1].

**3. Definiciones y abreviaturas**

La definición de términos generales metroológicos se encuentra en el Manual de la Calidad, capítulo 2, en el Plan de la Calidad y en el texto del presente procedimiento.

La magnitud resistencia eléctrica es denominada en adelante, para abreviar y por claridad del texto, resistencia.

TRP: termómetro de resistencia de platino

ITS-90: Escala Internacional de Temperatura de 1990

PT: punto triple

PTA: punto triple del agua

PF: punto fijo

$R_w$ : resistencia en el PTA

$R_p$ : Resistor patrón

NL; Nitrógeno líquido

$W_r(t)$ : función de referencia [4.1]

$t_{90}$ : temperatura definida según la ITS-90 [4.1]

$t_{Ar}$ :  $t_{90}$  correspondiente al punto triple de argón

$t_{Hg}$ :  $t_{90}$  correspondiente al punto triple de mercurio

$t_w$ :  $t_{90}$  correspondiente al PTA

$t_{Ga}$ :  $t_{90}$  correspondiente al punto de fusión de galio

$t_{In}$ :  $t_{90}$  correspondiente al punto de solidificación de indio

$t_{Sn}$ :  $t_{90}$  correspondiente al punto de solidificación de estaño

$t_{Zn}$ :  $t_{90}$  correspondiente al punto de solidificación de cinc

$t_{Al}$ :  $t_{90}$  correspondiente al punto de solidificación de aluminio

$t_{Ag}$ :  $t_{90}$  correspondiente al punto de solidificación de plata

CCT: Consultative Committee for Thermometry.

PTB: Physikalisch- Technische Bundesanstalt (República Federal de Alemania)

NRC: National Research Council (Canadá)

CESMEC: Centro Estudios, Medición y Certificación de Calidad (Chile)

PEC02: Agosto 2015

#### 4. Documentos de Referencia

- 4.1 **H. Preston-Thomas**, *"The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)"*. Metrologia 27, 3-10, 1990, Springer Verlag.
- 4.2 Comité Consultatif de Thermométrie, Supplementary Information for the International Temperature Scale of 1990.
- 4.3 **B. W. Mangum, G. T. Furukawa**, NIST Technical Note 1265, Guidelines for Realizing the International Temperature Scale of 1990 (ITS-90).
- 4.4 **B. Fellmuth, J. Fischer, E. Tegeler**, *"Uncertainty budgets for characteristics of SPRTs calibrated according to the ITS-90"*, Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Germany CCT/01-02.
- 4.5 **E. Renaot, G. Bonnier** (BNM-INM), CCT 2000-16.
- 4.6 **E. Renaot, G. Bonnier** (BNM-INM), CCT 2000-17.
- 4.7 **B. W. Magnus** (NIST) (Chairman), P. Bloembergen (Nmi/VSL), B. Fellmuth (PTB), P. Marcarino (IMGC), A. I. Pokhodun (VNIIM), *"On the Influence of Impurities on Fixed-Point Temperatures"*, CCT99-11.
- 4.8 **R. J. Berry**, *"Effect of Pt Oxidation on Pt Resistance Thermometry"*, Metrologia 16, 117-126 (1980).
- 4.9 **J. F. Schooley**, Thermometry, CRC Press, ISBN 0-8493-5833-7.
- 4.10 **T. J. Quinn**, *Temperature*, Academic Press, 1983.
- 4.11 **J. V. Nicholas, D. R. White**, *Traceable Temperatures*, John Wiley & Sons, ISBN 0 471 93803 3.
- 4.12 **R. E. Bentley**, *Resistance and Liquid-in-Glass Thermometry*, Springer-Verlag, ISBN 981-4021-10-5.
- 4.13 The guide to the expression of uncertainty in measurement ISO/TAG4/WG3, NIST, 1995.
- 4.14 **M. Tischler**, *"Can a Water Triple Point Cell Kept at 0°C Rupture Due to Freezing?"*, Metrologia 1991, 28, 431.
- 4.15 **M. Tischler**, *"A practical method of realizing the triple point of water using totally frozen cells"*, Metrologia 1997, 34, 177-179.
- 4.16 **M. Tischler and N. F. Prado**, *"Totally frozen water triple point cells: a comparison between the INTI (Argentina) and the ICAITI (Guatemala)"*, Metrologia, 1997, 34, 371-374.
- 4.17 **J. Ancsin, M. Tischler, S. G. Petkovic and J. F. N. Santiago**, *"Comparing fixed points of the ITS-90 as realized in Canada, Argentina and Brazil"*, Metrologia, 2001, 38, 555-566.
- 4.18 **M. Tischler**, *"Platinum Resistance Thermometry: the conceptual difference between calibration uncertainty and measurement uncertainty"*, Metrologia, 2006, 43, L45-L46.

#### 5. Responsabilidades

- **Del Coordinador de la Unidad Técnica Calor**  
Supervisar la realización de las calibraciones. Verificar que se cumplan los procedimientos y revisar los resultados.
- **Del personal del laboratorio**  
Realizar las calibraciones aplicando el presente procedimiento. Procesar los datos correspondientes y emitir el certificado.

#### 6. Instrumentación de referencia

##### 6.1 Celdas de PFs

- Celda de punto triple de agua identificada como 3PTB83., fabricante Forschungsgemeinschaft für techn. Glas e.V., Wertheim.
- Celda de punto triple de agua identificada como 14PTB89, sin n/s.
- Celda de punto triple de agua identificada como HS1, marca Hart Scientific, modelo.5901, s/n 1263.
- Celda de punto triple de Argón marca Pond engineering modelo K38, s/n 06235.
- Celda de punto triple de Hg identificada como Hg117, marca Isotech, modelo N ITL-M-17724.
- Celda de punto triple de Hg identificada como HgINTI83, construida en INTI, sin n/s.

## PEC02: Agosto 2015

- Celda de punto de fusión de Ga identificada como Ga99, marca Isotech, modelo N ITL-M-17401.
- Celda de punto de fusión de Ga, marca Hart Scientific, modelo 5943, s/n Ga-43063.
- Celda de punto de solidificación de In identificada como In84, marca Isotech, modelo N ITL-M-17668.
- Celda de punto de solidificación de Sn identificada como Sn87, marca Isotech, modelo N ITL-M-17669.
- Celda de punto de solidificación de Zn, marca Hart Scientific, modelo 5906, s/n Zn-06065.
- Celda de punto de solidificación de Al identificada como Al124, marca Isotech, modelo N ITL-M-17672.

**6.2 Termómetros de resistencia de platino**

- TRP para la medición de la temperatura del baño de resistores patrones, identificado como TRP20, de valor nominal de 100  $\Omega$ , marca Merz, modelo MPMI 1004/500, n/s 34010.
- Monitor del PF de Al, identificado como TRP34, valor nominal de 0,6  $\Omega$ , marca Sabod Stalon r. Bladimir, modelo BTC, N/S 0091 1989r.
- Monitor del PF de Zn, identificado como TRP14, valor nominal de 0,6  $\Omega$ , marca Sabod Stalon r. Bladimir, modelo BTC, N/S 0109 1989r.
- Monitor del PF de Sn, identificado como TRP35, valor nominal de 0,6  $\Omega$ , marca Sabod Stalon r. Bladimir, modelo BTC, N/S 0096 1989r.
- Monitor del PF de In, identificado como TRP36, valor nominal de 0,6  $\Omega$ , marca Sabod Stalon r. Bladimir, modelo BTC, N/S 0099 1989r.
- Monitor de los PFs de Hg, Ga y agua, identificado como TRP15, valor nominal de 0,6  $\Omega$ , marca Sabod Stalon r. Bladimir, modelo BTC, N/S 0108 1989r.
- Monitor del PF de Ar, identificado como TRP30, valor nominal de 25  $\Omega$ , marca Hart Scientific, modelo 5681, N/S 71089.

**6.3 Resistores patrones**

- De valor nominal de 1  $\Omega$ , marca Tinsley, modelo 5685A, n/s 260621.
- De valor nominal de 2,5  $\Omega$ , marca Tinsley, modelo 5694A, n/s 225743.
- De valor nominal de 10  $\Omega$ , marca Tinsley, modelo 5649, n/s 225754.
- De valor nominal de 25  $\Omega$ , marca Tinsley, modelo 5649A, n/s 225193.
- De valor nominal de 100  $\Omega$ , marca Tinsley, modelo 5649, n/s 225752.

**6.4 Instrumentación de medición**

- Puente de resistencia, de corriente alterna, marca ASL, modelo F18, s/n 1068-2/066.
- Puente de resistencia, de corriente continua, marca MI.
- Auto Switch Unit, marca ASL, modelo 148.01, s/n 1074-3/156.
- Auto Switch Unit, driver interface, marca ASL, modelo 158, s/n 1067-8/123.
- Termohigrómetro marca TFA, identificado como "Resistencia", sin n/s.

**6.5 Baños / Hornos**

- Equipo para la realización del punto triple de Ar, marca Pond engineering modelo K38, s/n 06235.
- Criostato 1: Marca ISOTECH, modelo ITL-M-17725, N/S 18988/1.
- Horno 1: Marca ISOTECH ITL modelo M17402A, N/S 13154-1(3 zonas).
- Baño 1: Marca TAMSON modelo TV7000 n/s 94214.
- Horno 2: Marca ISOTECH, modelo M17702, N/S 18988/2, con Heat Pipe de K en su interior.
- Horno 3: de 3 zonas, marca ISOTECH, modelo M17703, N/S 18988/3.
- Horno 4: Identificado como PTB 2123/940082 con Heat Pipe de Na en su interior.
- Baño para el mantenimiento de los resistores patrones, marca Guildline, modelo 9732VT, n/s 45318

PEC02: Agosto 2015

- Horno de recocido identificado como P, s/n PTB 2123/940083
- Horno de recocido identificado como T, marca W. C. Heraeus Hanau, n/s 24062313, tipo RoK 6,5/60 – tpk.

## 6.6 Programas de computación

- ITS90.bas: para calcular valores de temperatura según la ITS-90 a partir de mediciones de resistencia.

## 7. Condiciones ambientales

Las condiciones ambientales de funcionamiento de la instrumentación son: Temperatura entre 18°C y 28°C, y la humedad relativa entre 10% y 80%.

La temperatura ambiente es mantenida en  $(23 \pm 5) ^\circ\text{C}$  y se verifica que la humedad relativa ambiente no supere el 90%.

## 8. Instrucciones para realizar la calibración

### 8.1 Causas de rechazo

- El instrumento sufre algún tipo de deterioro que inhiba su calibración, que se determina luego de una inspección visual del mismo. Ejemplo: alambres cortados, vaina rota, etc.
- No se satisfacen los requisitos especificados en la ITS-90 [4.1], ecuaciones 8 a, 8 b y 8 c).
- Las dimensiones del TRP no satisfacen las condiciones especificadas en el alcance.
- El termómetro presenta una respuesta errática.

### 8.2 Tratamiento previo a la calibración.

Los TRPs que se calibran a temperaturas por encima de 420°C se limpian con alcohol isopropílico y se someten a un procedimiento para determinar su estabilidad, que consiste en:

- 8.2.1 Medir la resistencia del TRP en el PTA ( $R_{w1}$ ).
- 8.2.2 Realizar un recocido según la Tabla 1.
- 8.2.3 Medir nuevamente la resistencia del TRP en el PTA ( $R_{w2}$ ).
- 8.2.4 Calcular la diferencia  $\Delta R_w = R_{w2} - R_{w1}$ .
- 8.2.5 Calcular el equivalente  $\Delta T_w$  en mK de  $\Delta R_w$ .

Si realiza el procedimiento por primera vez. Si resultara que  $\Delta T_{w1} \leq 0,5 \text{ mK}$  se procede a calibrar el termómetro. En caso contrario, se repite el procedimiento por segunda vez. Si  $\Delta T_{w2} \leq 0,5 \text{ mK}$  se procede a calibrar. En caso contrario se repite, por tercera y última vez, luego de lo cual se obtienen  $\Delta R_{w3}$  y  $\Delta T_{w3}$ .

El recocido consiste en mantener al TRP durante a lo sumo 8 horas en la temperatura de recocido, seguido de un proceso de enfriamiento hasta 500°C, temperatura a la cual se retira el TRP al ambiente. En la siguiente tabla se describen los distintos recocidos que se aplican según la máxima temperatura de calibración:

PEC02: Agosto 2015

Temp. máxima de calibración del TRP	Proceso de calentamiento del TRP	Duración del recocido	Proceso de enfriamiento del TRP
962°C	Se incrementa la temperatura desde 500°C hasta 975°C en 2 horas.	Se lo mantiene a 975°C durante 2 horas.	Se disminuye la temperatura entre 975°C y 500°C durante 5 horas. Al llegar a 500°C se lo retira al ambiente.
660°C	Se incrementa la temperatura desde 500°C hasta 675°C en 1 hora.	Se lo mantiene a 675°C durante 2,5 horas.	Se disminuye la temperatura entre la de recocido y 500°C durante 3 horas. Al llegar a 500°C se lo retira al ambiente.
419°C	-	Se lo mantiene a 480°C durante 4 horas.	Se lo retira al ambiente.
231°C	-	Se lo mantiene a 250°C durante 8 horas.	Se lo retira al ambiente.

Tabla 1 - Recocido en función de la temperatura máxima de calibración del TRP.

### 8.3 Comprobación de los requisitos de la ITS-90

- Si el TRP se calibra hasta una temperatura menor o igual que  $t_{Ai}$ : se verifica que  $W(t_{Ga}) \geq 1,11807$  o que  $W(t_{Hg}) \leq 0,844235$ .

## 9. Calibración

- 9.1 Se mide la resistencia del TRP,  $R(t)$ , en el PF de mayor temperatura de calibración siguiendo los pasos descriptos en el Apéndice 2.
- 9.2 Se mide la resistencia,  $R(t_w)$ , en el PTA siguiendo los pasos descriptos en el Apéndice 1.
- 9.3 Se calcula el cociente de resistencias  $W(t_{90}) = R(t_{90}) / R(t_w)$ .
- 9.4 Se repiten los pasos descriptos en 9.1., 9.2. y 9.3, para los otros puntos fijos del rango de calibración correspondiente.
- 9.5 Se calculan las desviaciones con respecto a  $W_r$  [4.1], para cada PF:  

$$\Delta W(t_{90}) = W(t_{90}) - W_r(t_{90}),$$
- 9.6 Se calculan las constantes que definen la función de desviación  $\Delta W(t_{90})$  según el rango de calibración [4.1].

## 10. Modelo de medición

El cociente de resistencias  $W(t_{90})$  en cada punto fijo se puede expresar mediante:

$$W(t_{90}) = W(t) + \sum W_i$$

$\sum W_i$  es la suma de las correcciones que es necesario aplicar al valor de  $W(t)$  correspondiente a la temperatura a la que se encuentra el sensor:

$$\sum W_i = \delta W_{\text{imp}} + \delta W_{0.01} + \delta W_{\text{ph}} + \delta W_{\text{rep}} + \delta W_a + \delta W_{\text{plat}} + \delta W_{\text{ex}} + \delta W_{\text{AC-DC}} + \delta W_{\text{Rp}} + \delta W_{\text{flu}} + \delta W_{\text{pg}} + \delta W_{\text{aisl}} + \delta W_{\text{rep3}}$$

Se listan y se describen a continuación las distintas correcciones que se aplican:



PEC02: Agosto 2015

$\delta W_{imp}$	Presencia de impurezas en la celda.
$\delta W_{0.01}$	Propagación de un error en el PTA.
$\delta W_{ph}$	Presión hidrostática.
$\delta W_a$	Autocalentamiento del TRP.
$\delta W_{plat}$	Elección de la zona del plateau en la cual se realizó la calibración.
$\delta W_{ex}$	Error de la lectura provista por el puente de medición.
$\delta W_{AC-DC}$	Diferencia entre medir con corriente alterna o continua.
$\delta W_{Rp}$	Estabilidad del resistor patrón $R_p$ .
$\delta W_{flu}$	Flujo de calor a lo largo de la vaina y los alambres del TRP.
$\delta W_{pg}$	Diferencia en la presión interna de la celda distinta de la atmosférica.
$\delta W_{aisl}$	Pérdida de aislación del TRP.
$\delta W_{rep}$	Falta de repetibilidad
$\delta W_{rep3}$	Repetibilidad del punto triple del agua

## 11. Cálculo de incertidumbres

11.1 La incertidumbre en un PF se calcula mediante:

$$u^2(W) = u^2(W_{imp}) + u^2(W_{0.01}) + u^2(W_{ph}) + u^2(W_a) + u^2(W_{plat}) + u^2(W_{ex}) + u^2(W_{AC-DC}) + u^2(W_{Rp}) + u^2(W_{flu}) + u^2(W_{pg}) + u^2(W_{aisl}) + u^2(W_{rep}) + u^2(W_{rep3})$$

11.2 Para determinar las incertidumbres correspondientes a temperaturas comprendidas entre los PFs, se propagan incertidumbres mediante el siguiente procedimiento numérico:

- 11.2.1 Empleando los  $W$ s calculados para los puntos fijos del rango se determina un conjunto de coeficientes de calibración  $\{a_0, b_0, \dots\}$  y una curva de calibración  $W_0(t)$ .
- 11.2.2 Se incrementa en  $uW$  el  $W$  correspondiente, de alguno de los PFs del rango, por ejemplo el  $PF_1$ , y a partir de  $\{WPF_1 + uWPF_1, WPF_2, \dots\}$  se calcula un nuevo conjunto de coeficientes  $\{a_1, b_1, \dots\}$  y una nueva curva de calibración  $W_1(t)$ .
- 11.2.3 Se calcula la diferencia  $\Delta W_1(t) = W_1(t) - W_0(t)$ , y se la expresa en unidades de temperatura. Esto representa la propagación de la incertidumbre del  $PF_1$  cuyo  $W$  se ha incrementado.
- 11.2.4 Se decrementa el  $W$  cuyo valor se ha incrementado, volviéndolo a su valor original y se repiten los pasos 11.2.2. y 11.2.3. sucesivamente, para todos los otros PFs del rango de calibración, obteniendo en cada repetición las diferencias  $\Delta W_i(t)$  correspondientes a la propagación de la incertidumbre del PF cuyo  $W$  se ha incrementado.
- 11.2.5 Se suman en cuadratura las diferencias  $\Delta W_i(t)$  correspondientes a cada uno de los PFs del rango, convertidas a temperatura, y se suman, también en cuadratura, las componentes adicionales que se detallan a continuación:

- La que surge de aplicar distintas funciones de desviación correspondientes a rangos de calibración que se superponen (**No unicidad del tipo 1**). En la tabla siguiente se dan valores estimativos para esta componente en función del rango de calibración [4.4]:

$t_{Hg} - t_{Ag}$	$t_{Hg} - t_{Zn}$	$t_{Hg} - t_{Ga}$
0,3 mK	0,3 mK	0,1 mK

PEC02: Agosto 2015

- La que surge de las distintas propiedades físicas y químicas de los alambres de platino y de los distintos diseños de los TRPs (**No unicidad del tipo 3**). En la tabla siguiente se dan valores estimativos para esta componente en función del rango de calibración [4.4]:

$t_{Hg} - t_{Ag}$	$t_{Hg} - t_{Zn}$	$t_{Hg} - t_{Ga}$
0,6 mK	0,6 mK	0,1 mK

## 12. Ejemplo de cálculo de incertidumbre

Se presentan dos ejemplos de cálculo de incertidumbre: en el PTA y en el punto de solidificación del Zn, que se incluyen en los Apéndices 1 y 2, respectivamente.

## 13. Confección del certificado de calibración

Además de lo establecido en el capítulo 9 del MC, en el certificado de calibración se informa:

- Una breve descripción del método de calibración utilizado.
- Los valores de R (0,01 °C) antes del recocido, al comenzar y al finalizar la calibración con sus correspondientes incertidumbres.
- Los valores de W correspondientes a los PFs de calibración y sus correspondientes incertidumbres.
- Los coeficientes de la función de desviación según el párrafo correspondiente de la ITS-90 [4.1]
- Las incertidumbres de calibración para valores intermedios de temperatura.

## 14. Registro de la calidad

Se conservan registros de las mediciones originales de acuerdo con el manual de la calidad del Centro de Física y Metrología, capítulo 11.

## 15. Apéndices

Nº DE APÉNDICE	TÍTULO
1	Determinación de la resistencia eléctrica de un termómetro en una celda de punto triple de agua.
2	Determinación de la resistencia eléctrica de un termómetro un punto fijo distinto del punto triple de agua.
3	Controles periódicos

## PEC02 Apéndice 1: Agosto 2015

**Determinación de la resistencia eléctrica de un termómetro en una celda de punto triple de agua.****Mantenimiento y preparación de las celdas de PTA.****1. Mantenimiento**

Las celdas de PTA se mantienen congeladas, insertas en vasos Dewar llenos de hielo picado, los que a su vez se guardan en una heladera. La temperatura de ésta última es regulada aproximadamente a 1°C. El laboratorio cuenta con varias celdas de PTA, las que son comparadas entre sí frecuentemente. Periódicamente se extrae el agua que se generó por fusión, se agrega y compacta el hielo y los vasos Dewar se vuelven a colocar en la heladera.

**2. Preparación**

- Se extrae la celda de PTA de su vaso Dewar con hielo picado. Se generan dos interfases sólido-líquido: una externa y una interna. Se introduce la celda en un recipiente con agua a temperatura ambiente hasta que se genera una capa de agua externa lo suficientemente gruesa como para que no se observen efectos de capilaridad (típicamente 2 a 5 mm). Se genera una capa de agua entre el hielo y el pozo termométrico hasta que el hielo gira libremente. Se coloca nuevamente la celda en el vaso Dewar con hielo.
- Se enfría el termómetro a 0°C durante por lo menos 15 minutos.
- Se mide la temperatura del baño de resistores patrones. Esta se mantiene típicamente dentro de una franja de ancho 5 mK alrededor de 23°C. Se usa el programa de medición ITS90.BAS y el puente de medición de resistencia, por ejemplo en caso de usar el F18 se emplea la siguiente configuración:
  - Rp de valor nominal 100  $\Omega$
  - corriente de 0,5 mA.
  - impedancia de entrada del puente de 100  $\square$
  - frecuencia de operación de 25 Hz.
  - ancho de banda de 0,5 Hz.
  - ganancia de  $5 \times 10^4$ .
  - ganancia del amplificador de referencia de  $10^1$
- Se coloca el termómetro en el pozo termométrico y se agrega o extrae agua, a 0 °C, del pozo termométrico, hasta lograr que la altura sea un poco mayor que la longitud del sensor del TRP. Esto tiene por finalidad mejorar el acoplamiento térmico entre el sensor y la interface agua-hielo.
- Se conecta el termómetro al Puente de Medición y se esperan por lo menos 15 minutos hasta que se alcance el equilibrio térmico.

**3. Medición**

Se elige un Rp que se usará durante toda la calibración, por ejemplo en el caso del F18 se busca que el cociente  $R(t_{90}) / R_p$  no supere el valor 1.3, en todo el rango previsto de calibración. Según el tipo de termómetro se mide la resistencia sucesivamente con dos corrientes y a partir de esos valores se calcula la resistencia extrapolada a potencia cero. Por ejemplo si se trata de un TRP de 25  $\Omega$  se usan 1 mA y 1,41 mA. Para otros TRPs se eligen corrientes eléctricas de manera de mantener el autocalentamiento en el menor valor posible, tratando de mantener despreciable el ruido de medición.

Los valores de los cocientes medidos y las resistencias calculadas son almacenados digitalmente para su análisis posterior.

## PEC02 Apéndice 1: Agosto 2015

## 4. Análisis de las mediciones

Se realizan las siguientes correcciones:

- **Extrapolación a potencia cero:** se calculan los promedios y las dispersiones estándar de las resistencias para cada valor de corriente. Por ejemplo para un TRP de 25  $\Omega$ , el valor de resistencia extrapolado a potencia cero  $R(P=0\text{ mA}) = 2 \times R(P1\text{ mA}) - R(P1,41\text{ mA})$ , bajo la suposición de que la resistencia aumenta linealmente con la potencia.
- **Variación de resistencia debida a la presión hidrostática de la columna líquida.** El punto triple del agua se define como el estado en que coexisten en equilibrio termodinámico las fases sólida, líquida y vapor. La temperatura y la presión están fijas en  $t_{\text{triple}} = 0,01\text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $P_{\text{triple}} = 611,73\text{ Pa}$ .

Dicho estado ocurre en la parte superior de la celda de PTA, dado que el sensor en el fondo del pozo termométrico se halla próximo a una zona a donde coexisten sólo dos fases: líquida y sólida. Su presión es mayor que  $P_{\text{triple}}$  debido a la presión de la columna hidrostática y cuya temperatura es menor que  $t_{\text{triple}}$ .

La disminución de temperatura se calcula mediante el coeficiente de variación de la temperatura con la altura de la columna hidrostática,  $h$ ,  $\frac{dt}{dh} = -0,73 \frac{\text{mK}}{\text{m}}$  [4,1].

Otra forma de proceder consiste en llevar el valor de resistencia medido,  $R_m$ , al valor que se hubiera medido si el sensor se hallara próximo al punto triple:  $R_{\text{triple}} = R_m + 0,73 \frac{\text{mK}}{\text{m}} \times h$ , con  $h$  expresada en m.

Estos valores corregidos de resistencia en el punto triple del agua se ingresan en la planilla de cálculo de incertidumbres **"PEC02U.xlsx"**, en donde se calculan dos tipos de incertidumbre:  $u_W$  para la propagación de la incertidumbre en el PTA a otras temperaturas y  $u_R$  para informar los valores medidos de resistencia en el PTA.

## 5. Modelo de medición

La resistencia en el punto triple del agua,  $R(0,01\text{ }^{\circ}\text{C})$ , está dada por:

$$R(0,01\text{ }^{\circ}\text{C}) = R(t) + \Sigma \delta R_i \quad (1)$$

Donde:

$\Sigma \delta R_i$  es la suma de las correcciones que es necesario aplicar al valor de  $R(t)$  correspondiente a la temperatura a la que se encuentra el sensor:

$$\Sigma \delta R_i = \delta R_{Rp} + \delta R_{ex} + \delta R_{imp} + \delta R_{pg} + \delta R_{plat} + \delta R_{AC-DC} + \delta R_a + \delta R_{rep} + \delta R_{flu} + \delta R_{ph} + \delta R_{aisl} \quad (2)$$

La incertidumbre en el valor de  $R(0,01^{\circ}\text{C})$  está dada por:

$$u^2(R) = u^2(\delta R_{Rp}) + u^2(\delta R_{ex}) + u^2(\delta R_{imp}) + u^2(\delta R_{pg}) + u^2(\delta R_{plat}) + u^2(\delta R_{AC-DC}) + u^2(\delta R_a) + u^2(\delta R_{rep}) + u^2(\delta R_{flu}) + u^2(\delta R_{ph}) + u^2(\delta R_{aisl}) \quad (3)$$

Brevemente se describen a continuación las correcciones con sus respectivas incertidumbres:

## PEC02 Apéndice 1: Agosto 2015

		Descripción
$\delta R_{Rp}$	Error de la resistencia patrón ( $R_p$ ) si se trata de informar un valor de resistencia en el PTA, o falta de estabilidad del $R_p$ .	<p>Esta componente se estima de distinta forma, según se trate de:</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Informar en el certificado de calibración el valor de la resistencia medida en el PTA y su incertidumbre</li> <li>2. Estabilidad del resistor patrón para propagar la incertidumbre en el PTA a otras temperaturas.</li> </ol> <p>En el caso 1) se utiliza la incertidumbre estándar informada en el certificado de calibración del resistor patrón (OTI N° 151/10), se obtiene:</p> $\frac{\Delta(R_p)}{R_p} = 0,2 \text{ ppm}$ $u(\delta R_{Rp}) = 1,02 \times 10^{-6} \Omega$ <p>En el caso 2) <math>\Delta R_p / R_p = 0,022 \text{ ppm}</math>. Entonces, se obtiene:</p> $u(\delta R_{Rp}) = 3 \times 10^{-7} \Omega$
$\delta R_{ex}$	Error de lectura provista por el puente de medición.	<p>Utilizando el F18</p> $u(\delta R_{ex}) = R_p \times u(N) = 4,0 \times 10^{-6} \Omega$ <p>Donde: <math>R_p = 100,00005 \Omega</math> y <math>u(N) = \frac{8 \times 10^{-8}}{2}</math> (aplicando distribución normal).</p>
$\delta R_{imp}$	Presencia de impurezas en la celda	Se estima $u(\delta R_{imp}) = 1,34 \times 10^{-5} \Omega$ a partir de los datos de dispersión de la temperatura de nuestras celdas con respecto al promedio de todas es de $\pm 0,134 \text{ mK}$ , controladas desde el año 2001 diciembre de 2014.
$\delta R_{pg}$	Diferencia en la presión interna de la celda de PTA	Se estima a partir de datos de la bibliografía [4.4].
$\delta R_{plat}$	Elección de la zona del plateau elegida para la medición.	Se estima a partir de datos de la bibliografía [4.4].
$\delta R_{AC-DC}$	Diferencia entre medir con corriente alterna o continua	Se realizaron experiencias con celdas de punto triple de agua midiendo con 25 Hz y 75 Hz. La máxima diferencia entre la temperatura del PTA calculada a partir de las mediciones con 25 Hz y 75 Hz fue de 0,075mK. Bajo la hipótesis de distribución normal resulta:
$\delta R_a$	Autocalentamiento del TRP	La incertidumbre $u(\delta R_a)$ se estima a partir del promedio de los valores de autocalentamiento medidos, estos cálculos se encuentran en la planilla PEC02budget.xls. A título de ejemplo 0,2 mK con $K=1$ .
$\delta R_{rep}$	Falta de repetibilidad (Puente+PTA+SPRT)	Se estima a partir de los datos que se encuentran en la planilla PEC02U.xlsx
$\delta R_{flu}$	Flujo de calor a lo largo de la vaina y los alambres del TRP.	Se estima a partir de datos de la bibliografía [4.4]:

## PEC02 Apéndice 1: Agosto 2015

$\delta R_{ph}$	Presión hidrostática.	El valor medio de la corrección por presión de una columna hidrostática de 20 cm de longitud es: $\langle \delta R_{ph} \rangle = 1,49 \times 10^{-5} \Omega$ . A partir de una incertidumbre de 1cm en la estimación de la posición del punto medio del sensor y 1 cm en la estimación del nivel superior de la columna hidrostática, se estima: $u(\delta R_{ph}) = 6,1 \times 10^{-7} \Omega$
$\delta R_{aisl}$	Pérdida de aislación del TRP.	Se realizaron experiencias de medición de un TRP en una celda de PTA durante tiempos del orden de 8 horas y se observó una caída máxima de temperatura de 0,02 mK atribuible a pérdida de aislación del TRP. Bajo la hipótesis de distribución rectangular resulta: $u(\delta R_{aisl}) = 1,2 \times 10^{-6} \Omega$

## 6. Ejemplo de cálculo de incertidumbre

Se presenta un ejemplo de cálculo de incertidumbre para la medición de un TRP de  $25\Omega$  en una celda de PTA. El balance de incertidumbres comprende los siguientes aportes:

## BALANCE DE INCERTIDUMBRES

PEC02

Medición de TRPs en el punto triple del agua.

$$R(0,01^\circ\text{C}) = R(t) + \delta R_{pg} + \delta R_{imp} + \delta R_a + \delta R_{plat} + \delta R_{Rp} + \delta R_{Rep} + \delta R_{AC-DC} + \delta R_{ex} + \delta R_{flu} + \delta R_{ph} + \delta R_{aisl}$$

Fuente de incertidumbre	Símb	Valor estimado	Tipo	Dis	Intervalo (±)	Fac	u <sub>i</sub>	v <sub>i</sub>	c <sub>i</sub>	(c <sub>i</sub> u <sub>i</sub> ) <sup>2</sup>	W-S	%				
Error en la presión del gas	δR <sub>pg</sub>	0,0	Ω	BN	N	mK	2,0	0,15	mK	50	1,0E-04	Ω/mK	2,3E-10	1E-21	38,9%	
Impurezas e isótopos	δR <sub>imp</sub>	0,0	Ω	BN	N	mK	2,0	0,134	mK	151	1,0E-04	Ω/mK	1,9E-10	2E-22	31,1%	
Corrección por autocalentamiento	δR <sub>a</sub>	0,0	Ω	BR	R	Ω	1,7	1,16E-05	Ω	8	1	Ω	1,3E-10	2E-21	22,3%	
Elección de la región del plateau	δR <sub>plat</sub>	0,0	Ω	BR	R	mK		0,05	mK	50	1,0E-04	Ω/mK	2,6E-11	1E-23	4,3%	
Resistor Patrón	δR <sub>Rp</sub>	0,0	Ω	BN	N	2,0E-07	Ω	2,0	1,0E-07	Ω	50	25,56	Ω	6,5E-12	9E-25	1,1%
Repetibilidad de las lecturas	δR <sub>rep</sub>	0,0	Ω	A	N		Ω		2,2E-06	Ω	7	1	Ω	5,0E-12	4E-24	0,8%
Diferencia AC-DC	δR <sub>AC-DC</sub>	0,0	Ω	BR	R	0,04	mK	1,7	0,02	mK	50	1,0E-04	Ω/mK	4,9E-12	5E-25	0,8%
Error del puente de resistencias	δR <sub>ex</sub>	0,0	Ω	BN	N	8,0E-08	Ω	2,0	4,0E-08	Ω	50	25,56	Ω	1,0E-12	2E-26	0,2%
Corrección por flujo de calor	δR <sub>flu</sub>	0,0	Ω	BR	R		Ω	1,7	0,01	mK	50	1,0E-04	Ω/mK	1,0E-12	2E-26	0,2%
Corrección por presión hidrostática	δR <sub>ph</sub>	1,47E-05	Ω	BR	R	1,41	cm	1,7	0,82	cm	50	7,4E-07	Ω/cm	3,7E-13	3E-27	0,1%
Corrección por pérdida de aislación	δR <sub>aisl</sub>	0,0	Ω	BR	R	0,02	mK	1,7	0,012	mK	50	1,0E-04	Ω/mK	1,4E-12	4E-26	0,0%
Resistencia en el PTA	R(0,01°C)	25,5638813	Ω		N	4,9E-05	Ω	2,0	2,5E-05	Ω	101					100%

$$R = 25,56388 \Omega \quad U = 0,00005 \Omega \quad (k=2)$$

PEC02 Apéndice 2: Agosto 2015

**Determinación de la resistencia eléctrica de un termómetro un punto fijo distinto del punto triple de agua.**

**Medición en celdas de puntos fijos de Hg, Ga, In, Sn, Zn y Al.**

**1. Realización de los PFs**

Realizar un PF significa generar las condiciones necesarias para producir el cambio de fase de la sustancia que contiene el mismo. En los PFs de In, Sn, Zn y Al, se calibra durante la solidificación y en los de Ar, Hg y Ga durante la fusión (La realización del PT del Ar se explica más adelante con mayor detalle).

La temperatura del PF se mide con un TRP monitor al comenzar y luego de finalizar la calibración. Esto se hace para comprobar que la calibración se realizó durante el cambio de fase y evaluar la contribución de incertidumbre debida elección de la zona del plateau. Simultáneamente permite detectar alguna falla importante en el PF que no se hizo evidente durante la inspección visual, por ejemplo pérdida de la estanqueidad y aumento significativo de la presión. Cabe mencionar que cada TRP monitor se usa exclusivamente en el PF a que está dedicado, evitando exponerlo a temperaturas mayores a las de operación, que podrían alterar su estabilidad.

En la Tabla N° 1 se listan los TRPs monitores y los puntos fijos a los que están dedicados:

TRP15	TRP14	TRP30	TRP34	TRP35	TRP36
Ga, Agua y Hg	Zn	Ar	Al	Sn	In

**Tabla N° 1** TRP monitores y PFs correspondientes

En todos los casos excepto los de Ga, Hg, el procedimiento para fundir el material contenido en una celda de PF consiste en fijar la temperatura del medio circundante (Baño/Horno) entre 2°C y 3°C por encima de la temperatura de cambio de fase.

En el caso del PT de Hg se ajusta la temperatura del controlador del crióstato en -38,7°C, es decir aproximadamente 0,1°C por encima de la temperatura del plateau de fusión.

En el caso del PF de Ga, la unidad de control del horno en el que se realiza dicho punto establece automáticamente una temperatura de 30,4°C, es decir 0,6°C por encima de la temperatura del plateau de fusión. En todos los casos excepto los de Ga y Hg, el procedimiento para solidificar el material contenido en una celda de PF, consiste en fijar la temperatura del medio circundante entre 0,1°C y 1°C por debajo de la temperatura de cambio de fase.

En el caso del PT de Hg se fija la temperatura del controlador del crióstato en -41°C hasta que salga del sobreenfriamiento y luego se selecciona una temperatura de aproximadamente 0,5°C por debajo de la temperatura correspondiente al plateau de solidificación. La solidificación de Ga no se usa para calibrar TRPs.

En la Tabla N° 2 pueden verse parámetros típicos de configuración de los medios circundantes (Baño/Horno/Criostato) para satisfacer las condiciones antes mencionadas. Sin embargo, los indicadores de los hornos son recalibrados periódicamente durante las fusiones, en los casos de In, Sn, Zn y Al, y son estos valores los que se toman en cuenta para las solidificaciones.

Como ya se mencionó anteriormente en el caso del Ga no es posible ajustar la temperatura del controlador del horno, la que es fijada por la unidad de control en forma automática.

En el caso del Hg se calibra el indicador del crióstato durante el plateau de solidificación y es este valor el que se toma en cuenta para la fusión.

## PEC02 Apéndice 2: Agosto 2015

Punto Fijo	Fusión	Solidificación	Top	Bottom	Seguro
Ar	-189,3442 °C	-	-	-	-
HgINTI83	SP = -38,5 °C	SP = -39,5 °C	-	-	-
Hg117	SP = -38,5 °C	SP = -39,5 °C	-	-	-
Ga99	Llave "MODE" a "MELT"	-	-	-	-
In84 (Baño 1)	SP = 159,6 °C	SP = 157 °C			180
In84 (Horno 3)	SP = 160 °C	SP = 155,7 °C	1,3	0,5	165
Sn87 (Horno 3)	SP = 236 °C	SP = 233,1 °C	2,1	0,8	242
Zn6065 (Horno 3)	SP = 422,0 °C	SP = 418,5 °C	4	1,5	430
Zn6065 (Horno 2)*	SP = 423,5 °C	SP = 420,1 °C	-	-	430
Al124 (Horno 2)*	SP = 662,5 °C	SP = 659,7 °C	-	-	670

**Tabla N° 2** – Configuración de los baños, hornos y criostatos para la realización de los puntos fijos.

Se indican valores estimativos de los parámetros de control, ya que se modifican periódicamente de acuerdo a lo descrito en el párrafo anterior. SP: Set Point, Top: parámetro del controlador superior en el horno de 3 zonas, Bottom: parámetro del controlador inferior en el horno de 3 zonas, Seguro: parámetro de corte del controlador. (\*): Indica que se debe hacer circular agua para refrigerar el Heat Pipe de K.

En el caso del punto de fusión de Ga, el horno está adaptado para producir la fusión en forma automática por lo que simplemente hay que mover la llave "MODE" a la posición "MELT". Un plateau de fusión dura típicamente alrededor de 12 horas.

El Criostato N° 1 está especialmente diseñado para la realización del PT de Hg, obteniéndose un plateau de una duración típica superior a 15 horas.

Con el material totalmente fundido (solidificado en los casos de Hg y Ga), se inicia el programa de medición ITS90.BAS. Se coloca el set point (SP) del controlador del horno en el valor correspondiente para producir la solidificación (fusión en el caso del Hg). Cuando la temperatura indicada por el controlador del horno coincide con el valor esperado para el cambio de fase se extrae la celda al ambiente, manteniendo el TRP monitor en el pozo termométrico. El propósito de esta operación es generar una interfase exterior uniforme que proteja a la interfase interior (ver párrafo siguiente). Se mantiene la celda afuera del horno hasta que se observa la recalcancia o el cambio de pendiente de entrada al plateau. En la Tabla N° 3 se listan los tiempos aproximados de extracción de las celdas:

Hg	In	Sn	Zn	Al
2 minutos	2 minutos	5-10 minutos	1 minuto	30 segundos

**Tabla N° 3** – Tiempos aproximados de extracción de las celdas.

Se coloca la celda nuevamente en el horno y se retira el TRP monitor, el cual se deja en el respectivo pozo de precalentamiento. Se limpian con alcohol isopropílico dos varillas de cuarzo, las que se colocarán sucesivamente en el pozo termométrico durante 3 minutos cada una, para generar una fase interior sólida (líquida en el caso del Hg) que rodee al pozo termométrico. Luego se vuelve a introducir el TRP monitor y se registra



## PEC02 Apéndice 2: Agosto 2015

durante 1 h, típicamente, el comienzo del plateau, para tener una referencia contra la que comparar al finalizar la calibración y estimar una contribución a la incertidumbre de elección de la zona del plateau.

Se precalienta el TRP a calibrar a un valor cercano a la temperatura del PF. Se retira el TRP monitor y se introduce el termómetro precalentado.

En el caso del PF de Ga, una vez que se colocó la llave "MODE" en la posición "MELT", se introduce el TRP monitor y se registra mediante el programa ITS90.BAS el ascenso de temperatura hasta el inicio del plateau de fusión. En ese momento se detiene el programa de medición, se retira el TRP monitor y se introducen 21cm<sup>3</sup> de agua a aproximadamente 80°C para generar una fase líquida de Ga que rodee al pozo termométrico. Después de aproximadamente 5 minutos se extrae el agua y se coloca el TRP monitor para registrar el proceso hasta que el plateau de fusión quede bien establecido. Se detiene el programa de medición, se retira el TRP monitor y se coloca el TRP a calibrar, que ha sido previamente precalentado a una temperatura cercana a 30°C. Con el TRP en el pozo termométrico se coloca agua a aproximadamente 30°C, de forma tal que la columna sea de alrededor de 18cm para mejorar el contacto térmico entre el TRP y el PF. Se espera que se alcance el equilibrio térmico y se comienza a medir.

En el caso del PF de Ar, se comienza con el proceso de solidificación del Ar, llenando un recipiente cúbico que tiene el equipo en su parte superior con NL(Nitrógeno líquido) que va a servir como fuente fría.

Luego, continuamente se le va agregando NL en dicho recipiente cúbico, a medida que se evapora esperando que por efecto del frío, el Ar se vaya solidificando alrededor del pozo termométrico en el que está colocado el TRP monitor y donde se va a realizar el punto triple inmerso en un recipiente cilíndrico al vacío llamado *shell*, que cumple la función de desacoplar el Ar del ambiente. Este equipo tiene un calefactor que actúa sobre el shell, que en principio se mantiene apagado. Posteriormente, cuando la temperatura del monitor se acerca a la del NL, se enciende.

Cuando la temperatura del shell se mide con el sensor propio del equipo: por fuera, la temperatura es como la que indica el TRP monitor introducido en el pozo termométrico; y por dentro, los valores de temperatura obtenidos son menores que la temperatura del plateau (En esta etapa el Ar se encuentra en su fase sólida).

En esta situación, se ajusta el set point (SP) del calefactor para conseguir que la temperatura del sistema sea prácticamente la del punto triple, por debajo del plateau y se espera que estabilice.

Luego, el set point (SP) se ajusta a la temperatura del plateau: - 189,50 °C (cuando el display indica esta temperatura, en realidad la temperatura del sensor del shell es la del plateau). De esta manera se minimizan las transferencias de calor transversales.

Una vez en esta situación, mediante otro calefactor que también forma parte del equipo y que está bobinado alrededor del reservorio adonde se forma el Ar sólido, se comienzan a aplicar pulsos de calor que típicamente pueden ser orden de 150 joules en principio, para inducir el plateau. Después de esperar un tiempo conveniente durante el cual observamos la estabilidad de la temperatura indicada por el sensor monitor a la décima de mK, volvemos a aplicar un pulso típicamente de 50 joules con la finalidad de comprobar si efectivamente el Ar está en el plateau y a pesar de la aplicación del pulso de calor, la temperatura indicada por el sensor testigo prácticamente no presenta variación.

El nivel de NL, se debe mantener, cargando continuamente pero tomando las precauciones para evitar el desbordamiento hacia el pozo termométrico. Cada vez que se agrega NL es normal observar un descenso de unas décimas de mK en la temperatura (Precisamente el poco efecto en la evolución térmica sirve para corroborar la permanencia en el plateau). Los TRPs a calibrar se deben preenfriar en NL, mediante un tubo accesorio.

## 2. Medición

Se mide la resistencia eléctrica del TRP. Según el tipo de termómetro se usan sucesivamente dos corrientes para extrapolar a potencia cero. Por ejemplo se usan 1 mA y 1,41 mA si se trata de un TRP de 25  $\Omega$ . Para otros TRPs se eligen corrientes eléctricas de manera de mantener el autocalentamiento en el menor valor

## PEC02 Apéndice 2: Agosto 2015

posible, y hacer despreciable el ruido de medición. Se utiliza un programa de medición, que mide y grafica en tiempo real.

Se mide la resistencia eléctrica del TRP levantándolo 2,0 cm respecto del fondo, con dos corrientes para poder extrapolar a potencia cero. Se usa este resultado para estimar la contribución a la incertidumbre debido a las condiciones de inmersión del TRP.

Los valores de resistencias son almacenados digitalmente para su análisis posterior.

Se retira el TRP del punto fijo y:

- En los casos de los PFs de Ar, In, Sn y Zn se lo deja enfriar al ambiente
- En el caso del PF de Al se lo coloca en un horno auxiliar a una temperatura cercana a la del punto fijo para su posterior proceso de enfriado según la Tabla N° 1 del PEC02.

### 3. Verificación

Cuando se terminó la calibración del último termómetro se vuelve a colocar el TRP monitor, para verificar que aún continúa el plateau. Se registra la finalización del mismo de modo de poder evaluar una contribución a la incertidumbre debida a la elección de la región del plateau.

### 4. Análisis de las mediciones

Se realizan las siguientes correcciones:

- Extrapolación a potencia cero: se calculan los promedios y las dispersiones estándar de las resistencias para cada valor de corriente (por ejemplo para un TRP de  $25\ \Omega$  se usan: 1 mA y 1,41 mA).
- Variación de resistencia debida a la presión hidrostática de la columna líquida.

Estos valores corregidos de resistencia en el punto fijo y los correspondientes al punto triple del agua (Apéndice 1) se ingresan en la planilla de cálculo de incertidumbres "PEC02U.xlsx", en donde se calculan W y su incertidumbre uW en cada punto fijo. Estos a su vez se utilizan en la planilla "Propagación de incertidumbres.xmcd" para calcular los coeficientes de calibración según ITS90 y propagar las incertidumbres para temperaturas entre puntos fijos.

### 5. Ejemplo de cálculo de incertidumbre

Se presenta un ejemplo de cálculo de incertidumbre para la calibración de un TRP de  $25\ \Omega$  en una celda de Zn. El balance de incertidumbres comprende los siguientes aportes:

## PEC02 Apéndice 2: Agosto 2015

		Descripción
<b><math>\delta W_{pg}</math></b>	Incertidumbre asociada a la corrección por presión del gas interno.	Se estima $u(\delta W_{pg}) = 5,9 \times 10^{-6}$ a partir de datos de la bibliografía (Ref. 4.4.)
<b><math>\delta W_{imp}</math></b>	Incertidumbre asociada a la corrección por presencia de impurezas.	Se estima $u(\delta W_{imp}) = 1,8 \times 10^{-6}$ a partir de los resultados de las comparaciones del PTB, NRC y el CESMEC: Comparación INTI-PTB = 1,59 mK Comparación INTI-CESMEC = 1,5 mK Comparación INTI-NRC = 1,8 mK (Ref. 4.17) 1,8 mK es la máxima diferencia observada. Bajo la hipótesis de distribución rectangular: $u_t = 1,8/2\sqrt{3} = 0,52$ mK
<b><math>\delta W_{0,01}</math></b>	Propagación de la incertidumbre en el punto triple del agua.	Se estima del cálculo de incertidumbre para el punto triple del agua donde $u(\delta R_{0,01})$ es la incertidumbre de medición en el de PTA, $W(419,527^\circ\text{C}) = 2,568\,9173$ y $R(0,01^\circ\text{C}) = 25,533692\,\Omega$ . $u(\delta W_{0,01}) = \frac{W(419,527^\circ\text{C})}{R(0,01^\circ\text{C})} \times u(\delta R_{0,01})$ $u(\delta W_{0,01}) = 2,5 \times 10^{-6}$
<b><math>\delta W_{ex}</math></b>	Incertidumbre asociada a la exactitud del puente de medición de resistencias.	$N = \frac{R}{R_p}$ es la indicación provista por el puente de medición de resistencias. $u(N) = 8 \times 10^{-8}$ según el certificado PCC 042/10. $u(\delta W_{ex}) = W(419,527^\circ\text{C}) \times R_p \times \sqrt{\left(\frac{1}{R}\right)^2 + \left(\frac{1}{R_3}\right)^2} \times u(N)$ Donde: $R = 65,5849\,\Omega$ , $R_3 = 25,533692\,\Omega$ , $R_p = 100,00005\,\Omega$ Con los valores anteriores y bajo la hipótesis de distribución normal resulta que: $u(\delta W_{ex}) = 1,6 \times 10^{-7}$
<b><math>\delta W_a</math></b>	Incertidumbre asociada a la corrección por autocalentamiento.	La incertidumbre $u(\delta W_a) = 1 \times 10^{-6}$ se estima a partir del valor máximo de las mediciones obtenidas dividido 2/3, estos cálculos se encuentran en la planilla PEC02U.xlsx.
<b><math>\delta W_{rep}</math></b>	Incertidumbre asociada a la repetibilidad de las lecturas.	Se obtiene $u(\delta W_{rep}) = 2,3 \times 10^{-7}$ se estima a partir del valor máximo de las mediciones obtenidas y tomando en cuenta una distribución normal.
<b><math>\delta W_{flu}</math></b>	Incertidumbre asociada al flujo de calor a lo largo de la vaina y los cables del TRP.	Se estima a partir las mediciones realizadas y asumiendo una distribución rectangular, se obtiene: $u(\delta W_{flu}) = 1,1 \times 10^{-6}$
<b><math>\delta W_{Rp}</math></b>	Estabilidad de corto plazo del resistor patrón.	$u(\delta W_{Rp}) = W(419,527^\circ\text{C}) \times \delta(R_p)/R_p$ Según OTI N° 151/1, $\delta R_p / R_p = 0,022$ ppm, y aplicando distribución normal, se obtiene: $u(\delta W_{Rp}) = 3,0 \times 10^{-8}$
<b><math>\delta W_{plat}</math></b>	Incertidumbre asociada a la corrección por la elección de la zona del plateau elegida para la calibración.	Se estima $u(\delta W_{plat}) = 1,0 \times 10^{-6}$ a partir de datos registrados en los cuadernos de laboratorio y se toma en cuenta una distribución rectangular.
<b><math>\delta W_{ph}</math></b>	Incertidumbre asociada a la corrección por presión hidrostática.	El valor medio de la corrección por presión de una columna hidrostática de 14,5 cm de longitud es $\delta W_{ph} = 1,6 \times 10^{-6}$ . A partir de 1 cm de incertidumbre en la estimación de la posición del punto medio del sensor y 1 cm en la

## PEC02 Apéndice 2: Agosto 2015

		estimación del nivel superior de la columna hidrostática y bajo hipótesis de distribución rectangular, surge que: $u(\delta W_{ph}) = 4 \times 10^{-8}$
$\delta W_{rep3}$	Repetibilidad del punto triple del agua.	Se obtiene de la diferencia entre la medición en el PTA, después y antes de la medición en el PF y asumiendo distribución rectangular: $u(\delta W_{rep3}) = 1,5 \times 10^{-6}$

En resumen:

## PEC02 Apéndice 3: Agosto 2015

**Controles periódicos****1. Control del funcionamiento del puente de medición de resistencias F18.**

Aproximadamente dos veces por año se realiza una verificación del buen funcionamiento del F18. Esta consiste en la medición de los cocientes de resistencias que se pueden formar con los resistores patrones de valores nominales 1 $\Omega$ , 5 $\Omega$ , 10 $\Omega$ , 25 $\Omega$ , 100 $\Omega$ , conectando uno de ellos como resistor incógnita y otro como resistor de referencia. Dichos resistores son calibrados periódicamente por la división Metrología Eléctrica Fundamental, lo que permite conocer los cocientes a partir de los valores de los resistores que figuran en el certificado de calibración y compararlos con los valores obtenidos en la medición con el F18. Se mantiene un registro de todas las comparaciones hechas en el archivo "comparación de resistores patrones con el F18 MI.xlsx".

**2. Control y limpieza de las celdas**

Antes de comenzar una realización del PF se inspecciona visualmente toda la envoltura de cuarzo de la celda, incluyendo el pozo termométrico, para comprobar que no existan roturas o fisuras visibles. Se limpia con alcohol isopropílico la celda por fuera y el pozo termométrico por dentro. Se coloca la celda en el medio correspondiente (horno, baño o criostato). El laboratorio cuenta con 4 hornos, 1 criostato y un baño para la realización de los puntos fijos.

La posible ubicación de los distintos PFs puede verse en la tabla siguiente:

Celda de Punto Fijo	Horno / Baño / Criostato
HgINTI83	Criostato 1
Hg117	Criostato 1
Ga99	Horno 1
Ga99	Baño1
In84	Baño1
In84	Horno 3
Sn87	Horno 3
Zn6065	Horno 2
Zn6065	Horno 3
Al124	Horno 2
Al124	Horno 3
Ar	Equipo marca Pond

Tabla N° 1 Ubicación de las celdas de PF en los diferentes hornos, criostatos y baños.

**3. Calibración de los indicadores de los hornos.**

En los casos de In, Sn, Zn y Al se usan las solidificaciones para calibrar termómetros, entonces se aprovechan las fusiones para calibrar los indicadores de los hornos. Para esto se registra el plateau de fusión con el TRP monitor y se continúa registrando hasta que ya no haya más sólido para fundir. A partir de ese momento se registran las variaciones de temperatura debidas a la regulación del horno. Se tiene entonces un gráfico a partir del cual es posible calcular la temperatura de regulación del horno en base al conocimiento de la temperatura correspondiente al plateau (Ref. 4.1) y el salto de temperatura. Se compara la temperatura que muestra el indicador con el valor calculado y se obtiene la corrección correspondiente. En el caso del Hg se procede de la misma manera, sólo que el indicador se calibra durante la solidificación.