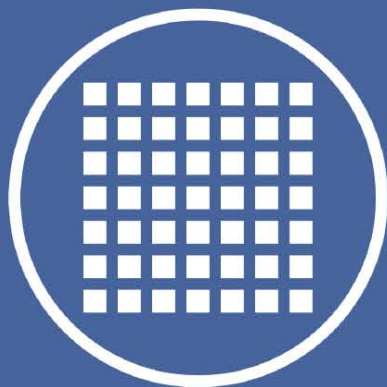


Copia No Controlada

Instituto Nacional
de Tecnología Industrial

Centro de Desarrollo e Investigación
en Física y Metrología



INTI

Procedimiento específico: PEC03

CALIBRACIÓN DE TERMOCUPLAS EN PUNTOS FIJOS

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.

PEC03 Lista de enmiendas: Agosto 2015

[illegible]

PEC03 Índice: Agosto 2015

NOMBRE DEL CAPÍTULO	REVISIÓN
Página titular	Agosto 2015
Lista de enmiendas	Agosto 2015
Índice	Agosto 2015
Calibración de termopares en puntos fijos	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

PEC03: Agosto 2015

1. Objeto

Descripción del método de calibración de termocuplas en puntos fijos.

2. Alcance

Este procedimiento se aplica a la calibración de termocuplas tipo “S” o tipo “R” en puntos fijos entre 0 °C y 1450 °C.

Las termocuplas deben satisfacer los requerimientos de la IEC Publication 584-2 (Ref. 4.4.) para la Clase 1, tener una longitud de la vaina mayor o igual que 45 cm, diámetro menor que 8 mm y el resto de la termocupla, hasta el extremo de la junta fría debe completar por lo menos 120 cm. En caso de que la termocupla sea usada, se solicitará al cliente que provea una vaina de alúmina nueva que se empleará exclusivamente para la calibración en puntos fijos.

3. Definiciones y abreviaturas

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

3.1. TC: Termocupla.

3.2. ITS-90: Escala Internacional de Temperatura de 1990.

3.3. PF: punto fijo.

3.4. FEM: fuerza electromotriz.

3.5. FEM^+ : FEM de la TC conectada con polaridad positiva al nanovoltímetro.

3.6. FEM^- : FEM de la TC conectada con polaridad negativa al nanovoltímetro.

3.7. F_{refX} : FEM dada por la tabla “Nist Monograph 175. Temperature- Electromotive Force Reference Functions and Tables for the Letter-Designated Thermocouple Types Based on the ITS-90” (Ref.4.6.), para el tipo X de TC.

3.8. F_{par} : FEMs parásitas debidas a gradientes de temperatura distintos de cero en el sistema de medición.

3.9. t_{Ga} : temperatura correspondiente al punto de fusión de galio.

3.10. t_{In} : temperatura correspondiente al punto de solidificación de indio.

3.11. t_{Sn} : temperatura correspondiente al punto de solidificación de estaño.

3.12. t_{Zn} : temperatura correspondiente al punto de solidificación de zinc.

3.13. t_{Al} : temperatura correspondiente al punto de solidificación de aluminio.

3.14. t_{Ag} : temperatura correspondiente al punto de solidificación de plata.

3.15. V_z^+ : tensión entregada por el diodo Zener conectado con polaridad positiva al nanovoltímetro.

3.16. V_z^- : tensión entregada por el diodo Zener conectado con polaridad negativa al nanovoltímetro.

3.17. 182: nanovoltímetro marca Keithley, modelo 182.

4. Referencias

4.1. H. Preston-Thomas.

The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90).
Metrologia, 27, 3-10, 1990, Springer Verlag.

4.2. Bureau International des Poids et Mesures.

Supplementary Information for the International Temperature Scale of 1990.
Pavillon de Breteuil F-92310 SÈVRES.

4.3. Bureau International des Poids et Mesures.

Thechniques for Approximating the International Temperature Scale of 1990.
Pavillon de Breteuil F-92310 SÈVRES.

4.4. International Electrotechnical Comisión (IEC) Publication 584-2 – Amended edition 1989.

4.5. G. W. Burns and M. G. Scroger

NIST Special Publication 250-35. The calibration of thermocouples and thermocouple materials.

PEC03: Agosto 2015

- 4.6. G. W. Burns, M. G. Scroger, G. F. Strouse, M.C. Croardin and W. F. Guthrie**
Nist Monograph 175. Temperature- Electromotive Force Reference Functions and Tables for the Letter-Designated Thermocouple Types Based on the ITS-90.
- 4.7. R.E.Bentley.**
Variability of deviation functions and ease of interpolation for Pt-based thermocouples. Metrologia, 1998, 35, 41-47.
- 4.8. D. Ripple, G.W. Burns, M. G. Scroger.**
Assessment of Uncertainties of Thermocouple Calibrations at NIST. NISTIR 5640.
- 4.9. J. Ancsin.**
A Study of Thermocouple Stability, Reproducibility and Accuracy (Pt vs Pt-Rh and Pt vs. Au). Metrologia, 1991,28,339-347.
- 4.10. Luigi Crovini, Roberto Perissi, John W. Andrews, Christopher Brookes, Walter Neubert, Pieter Blombergen, Jean Voyer, Ib Wessel.**
Intercomparison of platinum thermocouple calibrations. High Temperatures – High Pressures. 1987, volume 19, pages 177-194.
- 4.11. I. Lira and P. R. Santos.**
Expression of the uncertainty of measurement in the calibration of thermometers. PII: Thermocouples. Metrologia, 1999, 36, 415-419.
- 4.12. J. F. Schooley.**
Thermometry. CRC Press, ISBN 0-8493-5833-7.
- 4.13. T. J. Quinn.**
Temperature. Academic Press, 1983.
- 4.14. J. V. Nicholas, D. R. White.**
Traceable Temperatures. John Wiley & Sons, ISBN 0 471 93803 3.
- 4.15. The guide to the expression of uncertainty in measurement**
ISO/TAG4/WG3, NIST, 1995
- 4.16. PEC-02 y sus anexos.**
- 4.17. P. Giorgio, M. Santaya.**
Realización del punto de solidificación de Plata con una celda de uso no convencional. Jornadas Tecno –INTI 2015.
- 4.18. PEC-01 y sus anexos.**

5. Responsabilidades

5.1. Del Coordinador de la Unidad Técnica Calor

Supervisar la realización de las calibraciones. Verificar que se cumplan los procedimientos y revisar los resultados.

PEC03: Agosto 2015

5.2. Del personal del laboratorio

Realizar las calibraciones aplicando el presente procedimiento. Procesar los datos correspondientes y emitir el certificado.

6. Instrumentación utilizada

6.1. Para la medición de temperatura y humedad ambiente.

6.1.1. Termohigrómetro marca TFA, identificado como “Resistencia”.

6.2. Para la medición de la FEM.

6.2.2. Nanovoltímetro digital Marca Keithley Modelo 182, número de inventario INTI I 003738.

6.2.3. Zener marca Fluke modelo 732A, DC Reference Standard.

6.2.4. Llave inversora de tensión UT10.

6.3. Celdas de PFs

6.3.5. Celda de punto de fusión de Ga, marca Isotech, modelo N° ITL-M-17401, número de serie Ga99.

6.3.6. Celda de punto de fusión de Ga, marca Hart Scientific, modelo 5943, número de serie Ga-43063.

6.3.7. Celda de punto de solidificación de In, marca Isotech, modelo N° ITL-M-17668, número de serie In84.

6.3.8. Celda de punto de solidificación de Sn, marca Isotech, modelo N° ITL-M-17669, número de serie Sn87.

6.3.9. Celda de punto de solidificación de Zn, marca Isotech, modelo N° ITL-M-17671, número de serie Zn135 (Fuera de servicio).

6.3.10. Celda de punto de solidificación de Zn, marca Hart Scientific, modelo 5906, número de serie ZN06065.

6.3.11. Celda de punto de solidificación de Al, marca Isotech, modelo N° ITL-M-17672, número de serie Al124.

6.3.12. Celda de punto de solidificación de Ag, marca Isotech, modelo N° ITL-M-17673, número de serie Ag87.

6.4. Baños / Hornos

6.4.13. Horno 1: Horno ISOTECH, modelo ITL M17402A, número de serie 13154/1.

6.4.14. Horno 2: Horno ISOTECH, modelo M17702, con Heat Pipe de K en su interior, número de serie 18988/2.

6.4.15. Horno 3: Horno ISOTECH, modelo M17703, de 3 zonas, número de serie 18988/3.

6.4.16. Horno de recocido identificado como Horno P, número de serie PTB 2123/940083

6.4.17. Horno de recocido identificado como Horno T, marca W. C. Heraeus Hanau, tipo RoK 6,5/60 – tpk, número de inventario INTI I 003737.

7. Condiciones ambientales

La temperatura ambiente es mantenida en $(23 \pm 3) ^\circ\text{C}$. Se verifica que la humedad relativa ambiente no supere el 80%. Dichas magnitudes se miden con un termohigrómetro.

8. Causas de rechazo

Se rechaza un instrumento cuando:

- Luego de una inspección visual se determina que el instrumento sufre algún tipo de deterioro que inhiba su calibración. Ejemplo: alambres cortados, vaina rota, etc.
- Las dimensiones de la TC no satisfacen las condiciones especificadas en el alcance.
- El termómetro presenta una respuesta errática.

PEC03: Agosto 2015

- La TC no cumple los requisitos establecidos en la Norma de la Ref. 4.4

9. Acciones preliminares

9.1. Preparación de la termocupla: Se la introduce en un horno de recocido y:

- 9.1.1. Se calienta el horno suavemente durante aproximadamente 3 ó 4 horas hasta 1100 °C.
- 9.1.2. Se mantiene el horno a esa temperatura durante 4 horas.
- 9.1.3. Se enfría suavemente el horno hasta temperatura ambiente.
- 9.1.4. Finalmente se retira la termocupla del horno y se procede a su calibración.

9.2. Calibración del nanovoltímetro. Antes de comenzar a medir en un punto fijo se calibra el nanovoltímetro 182. Se utiliza como referencia la tensión entregada por el diodo Zener, cuyo valor nominal es de 18 mV.

- 9.2.1. Se conecta el nanovoltímetro a la llave inversora UT10, y ésta al Zener 732A.
- 9.2.2. Se mide la tensión entregada por el Zener conectado al nanovoltímetro en polaridad positiva V_z^+ , y luego invirtiendo polaridad con la llave inversora UT10 se mide V_z^- , para obtener:

$$V_z = \frac{(V_z^+ - V_z^-)}{2}$$

- 9.2.3. Se repite el paso anterior al menos cuatro veces, y se toma el promedio de los valores obtenidos de V_z .
- 9.2.4. El procedimiento se repite antes y después de la medición en un PF, obteniéndose dos valores de V_z . Se toma el promedio de ambos $\langle V_z \rangle$.
- 9.2.5. La diferencia entre el promedio $\langle V_z \rangle$ y el valor de **FEM** entregado por el Zener ($V = (18,62059 \pm 0,47) \text{ mV}$, calibrado por efecto Josephson en el Laboratorio de Electricidad) se toma como una corrección que se aplica al valor de FEM medido en el PF.

10. Calibración

10.1. Medición en el punto fijo de mayor temperatura del intervalo de calibración

10.1.1. Luego de que transcurrió aproximadamente 1 hora desde que comenzó el plateau, se retira la termoresistencia monitorea del pozo termométrico, se introduce en él la junta de medición de la TC a calibrar y se introduce la junta de referencia en un termo con hielo.

10.1.2. Se mide un valor de **FEM**⁺(t) con la TC conectada con polaridad positiva al equipo 182, y luego invirtiendo polaridad con la llave inversora UT10 se mide **FEM**⁻(t). Con estos valores se obtiene

$$FEM(t) = \frac{(FEM^+(t) - FEM^-(t))}{2}$$

donde t es la temperatura de cambio de fase del PF. Los valores de **FEM**(t) obtenidos se corrigen mediante los factores de calibración, determinados según el párrafo 9.2.

- 10.1.3. Se repite la medición al menos 4 veces y se toma un promedio de los valores obtenidos.
- 10.1.4. A partir de cada medición se calculan las FEMs parásitas como:

$$FEM(t) = \frac{(FEM^+(t) + FEM^-(t))}{2}$$

PEC03: Agosto 2015

10.1.5. Para detectar la presencia de impurezas en los alambres de la TC se mide la FEM con la TC en el fondo del pozo termométrico, obteniendo el valor **FEM₁(0cm)**. Luego se retira la TC del pozo termométrico, sucesivamente, 2cm, 4cm y 8 cm. En cada posición se espera a que se alcance el equilibrio y se miden **FEM(+2cm)**, **FEM(+4cm)** y **FEM(+8cm)**. Finalmente se inserta la TC hasta el fondo del pozo nuevamente y se mide **FEM₂(0cm)**. Se calcula el valor:

$$FEM(0cm) = \frac{FEM_1(0cm) + FEM_2(0cm)}{2}$$

y las diferencias: **FEM(+2cm) – FEM(0cm)**, **FEM(+4cm) – FEM(0cm)**, **FEM(+8cm) – FEM(0cm)**. La máxima de estas diferencias se toma como una estimación de la componente de incertidumbre debida a la presencia de impurezas.

10.2. Medición en los otros puntos fijos del rango de calibración.

Se repiten los pasos enumerados en 10.1 para cada uno de los n PFs del rango de calibración y se obtienen **FEM(t_j)** para **j = 1, ..., n**

10.3. Cálculo de la función de interpolación entre 0 °C y el PF de mayor temperatura.

10.3.6. Se calculan los desvíos respecto de la función de referencia, **F_{refx}**, para cada PF:

$$DF_m(t_j) = F_{refx}(t_j) - FEM_m(t_j) \quad j = 1, \dots, n$$

donde el subíndice m indica que se trata de valores medidos.

10.3.7. Se calcula mediante el método de los cuadrados mínimos una parábola que interpole las diferencias del punto 10.3.1. en función de la temperatura (Ref. 4.10.):

$$DF_{calc2}(t) = a_1 \cdot t + a_2 \cdot t^2$$

donde el subíndice **calc2** indica que se trata de valores calculados para la parábola de interpolación.

10.3.8. Se construye la función de calibración de la TC que da la **FEM** en función de la temperatura:

$$FEM(t) = \sum_{i=1}^2 (b_i - a_i) \cdot t^i + \sum_{i=3}^N b_i \cdot t^i$$

donde los coeficientes **b_i** son los coeficientes de la función de referencia y los **a_i** son los calculados en 10.3.2.

10.4. Cálculo de incertidumbres de medición en los PFs.

Se calculan mediante la planilla desarrollada en EXCEL PEC03budget.rev01.xls las incertidumbres asociadas a las **FEM** medidas en cada PF. En el párrafo 12 se presenta un ejemplo de este cálculo.

10.5. Cálculo de incertidumbres para la función de interpolación entre 0 °C y el PF de mayor temperatura.

10.5.1. Se toma de la bibliografía (Ref. 4.7) la incertidumbre standard de la función de desviación del punto 10.3.2.:

$$u_{desv} = 0,90 \mu V$$

10.5.2. Se suma en cuadratura la incertidumbre standard en el PF de mayor temperatura con la incertidumbre standard de la función de desviación del punto 10.5.1.

10.5.3. Se asigna como incertidumbre de la función de calibración de la TC el valor calculado en 10.5.2.

PEC03: Agosto 2015

10.6. Cálculo de la función de extrapolación hasta 1450 °C y su correspondiente incertidumbre.

10.6.1. En el caso en que se haya calibrado hasta el punto fijo de Ag, es posible aplicar el siguiente método para extrapolar la función de calibración hasta 1450 °C (Ref 4.5.). Se determina una función lineal que satisfaga las condiciones de continuidad de la función y de la derivada para t_{Ag} (el subíndice **calc1** indica que se trata de valores calculados para la recta de extrapolación):

$$DF_{calc1}(t) = c_0 + c_1 (t - 961,78 \text{ °C}) \quad \text{para } 961,78 \text{ °C} \leq t \leq 1450 \text{ °C}$$

donde:

$$c_0 = DF_{calc2}(961,78 \text{ °C})$$

$$c_1 = \frac{\partial DF_{calc2}(961,78 \text{ °C})}{\partial t}$$

10.6.2. La incertidumbre de la función de extrapolación se estima en 2,5 °C para 1450 °C de acuerdo a la Ref. 4.8. Entre 961,78 °C y 1450 °C se estima que la incertidumbre crece linealmente entre 0,3 °C y 2,5 °C.

11. Modelo de medición que se usará para el cálculo de incertidumbres en los PF

Se considera el siguiente modelo que describe la FEM para las temperaturas de los distintos PF de calibración:

$$FEM(t_i) = FEM_{med}(t_i) + \sum \Delta FEM(t_i) \quad i = 1, \dots, n$$

donde

i es el i -ésimo PF

n es el número de PFs

t_i es la temperatura correspondiente a la transición de fase del i -ésimo PF

$FEM_{med}(t_i)$ es el valor medido en el i -ésimo PF

$FEM(t_i)$ es el valor de la FEM luego de realizar todas las correcciones

$\sum \Delta FEM(t_i)$ es la suma de las correcciones que es necesario aplicar al valor de la $FEM_{med}(t_i)$:

$$\sum \Delta FEM(t_i) = \Delta FEM_{noh}(t_i) + \Delta FEM_{ti}(t_i) + \Delta FEM_{zener}(t_i) + \Delta FEM_{rep182}(t_i) + \Delta FEM_{est}(t_i) + \Delta FEM_{par}(t_i) + \Delta FEM_{rep}(t_i) + \Delta FEM_{res}(t_i) + \Delta FEM_{t0}(t_i)$$

$\Delta FEM_{noh}(t_i)$ es el valor de la corrección debida a la falta de homogeneidad de los alambres de la TC.

$\Delta FEM_{ti}(t_i)$ es el valor de la corrección debida a la temperatura de la junta de medición.

$\Delta FEM_{zener}(t_i)$ es el valor de la corrección debida a la FEM del zener según UT Electricidad

$\Delta FEM_{rep182}(t_i)$ es el valor de la corrección debida a la repetibilidad del equipo 182.

$\Delta FEM_{est}(t_i)$ es el valor de la corrección debida a la estabilidad de corto plazo de la TC.

$\Delta FEM_{par}(t_i)$ es el valor de la corrección debida a las FEM parásitas.

$\Delta FEM_{rep}(t_i)$ es el valor de la corrección debida a la falta de repetibilidad.

$\Delta FEM_{res}(t_i)$ es el valor de la corrección debida a la resolución del sistema de medición.

$\Delta FEM_{t0}(t_i)$ es el valor de la corrección debida a la temperatura de la junta fría.

La incertidumbre en la FEM medida, de acuerdo al modelo anterior, está dada por:

PEC03: Agosto 2015

$$u^2(FEM(t_i)) = u^2(\Delta FEM_{noh}(t_i)) + u^2(\Delta FEM_{ti}(t_i)) + u^2(\Delta FEM_{zener}(t_i)) + \\ u^2(\Delta FEM_{rep182}(t_i)) + u^2(\Delta FEM_{est}(t_i)) + u^2(\Delta FEM_{par}(t_i)) + \\ u^2(\Delta FEM_{rep}(t_i)) + u^2(\Delta FEM_{res}(t_i)) + u^2(\Delta FEM_{t0}(t_i))$$

donde:

$u(\Delta FEM_{noh}(t_i))$ es la incertidumbre asociada a la falta de homogeneidad de la TC.

$u(\Delta FEM_{ti}(t_i))$ es la incertidumbre asociada a la temperatura de la junta de medición.

$u(\Delta FEM_{zener}(t_i))$ es la incertidumbre asociada a la FEM del zener según UT Electricidad

$u(\Delta FEM_{rep182}(t_i))$ es la incertidumbre asociada a la repetibilidad del equipo 182

$u(\Delta FEM_{est}(t_i))$ es la incertidumbre asociada a la estabilidad de corto plazo de la TC.

$u(\Delta FEM_{par}(t_i))$ es la incertidumbre asociada a la corrección debida a las FEM parásitas.

$u(\Delta FEM_{rep}(t_i))$ es la incertidumbre asociada a la falta de repetibilidad en la medición.

$u(\Delta FEM_{res}(t_i))$ es la incertidumbre asociada a la resolución del sistema de medición.

$u(\Delta FEM_{t0}(t_i))$ es la incertidumbre asociada a la temperatura de la junta fría.

12. Ejemplo de cálculo de incertidumbre en un punto fijo.

Se presenta como ejemplo el cálculo de incertidumbre correspondiente a la medición de una TC en el punto de solidificación de Ag:

12.1. $u(\Delta FEM_{noh}(t_i))$, incertidumbre asociada a la falta de homogeneidad de la TC.

Se midió la FEM con la TC en el fondo del pozo termométrico, obteniendo el valor FEM1(0cm). Luego retirando la TC del pozo termométrico, sucesivamente, 2cm, 4cm y 8 cm. En cada posición se esperó a que se alcance el equilibrio y se midieron FEM(+2cm), FEM(+4cm) y FEM(+8cm). Finalmente se insertó la TC hasta el fondo del pozo nuevamente y se midió FEM2(0cm). Se calculó el valor:

$$FEM(0cm) = \frac{FEM_1(0cm) + FEM_2(0cm)}{2}$$

y las diferencias: **FEM(+2cm) – FEM(0cm)**, **FEM(+4cm) – FEM(0cm)**, **FEM(+8cm) – FEM(0cm)**. La máxima de estas diferencias se toma como una estimación de la componente de incertidumbre debida a la presencia de impurezas, bajo la hipótesis de distribución rectangular:

$$u(\Delta FEM_{noh}(t_i)) = \frac{0,985 \mu V}{\sqrt{3}} = 0,57 \mu V$$

12.2. $u(\Delta FEM_{ti}(t_i))$, incertidumbre asociada a la temperatura de la junta de medición.

En el punto de solidificación de Ag, debido a la rotura de la celda y a su nuevo modo de operación (Ref. 4.17), se toma como incertidumbre la diferencia entre mediciones anteriores y posteriores a la rotura, realizadas con la TRP monitora de Ag. Se asume distribución rectangular

$$u(\Delta FEM_{ti}(t_i)) = \frac{0,064 K}{\sqrt{3}} \cdot 11,418 \frac{\mu V}{K} = 0,42 \mu V$$

PEC03: Agosto 2015

12.3. $u(\Delta FEM_{zener}(t_i))$, incertidumbre asociada a la FEM del zener según UT Electricidad.

Se toma la incertidumbre en el valor de la FEM entregada por el Zener, calibrado por efecto Josephson en la UT Electricidad.

$$u(\Delta FEM_{zener}(t_i)) = 0,47 \mu V$$

12.4. $u(\Delta FEM_{rep182}(t_i))$, incertidumbre asociada a la repetibilidad del equipo 182Se toma como la dispersión standard de los valores de FEM del Zener (V_z) medidos con el equipo 182.

$$u(\Delta FEM_{rep182}(t_i)) = \sum_{i=1}^N \frac{(V_{z,i} - \langle V_z \rangle)^2}{N-1} = 0,22 \mu V$$

Se tomaron $N=42$ mediciones de las cuales se calcula el valor $\langle V_z \rangle$, con lo cual se tienen 41 grados de libertad.**12.5. $u(\Delta FEM_{est}(t_i))$** , incertidumbre asociada a la estabilidad de corto plazo de la TC.

Se toma el dato de la bibliografía (Ref. 4.11.) Bajo la hipótesis de distribución rectangular:

$$u(\Delta FEM_{est}(t_i)) = \frac{0,93 \mu v}{\sqrt{3}} = 0,53 \mu V$$

12.6. $u(\Delta FEM_{par}(t_i))$, incertidumbre asociada a la corrección debida a las FEM parásitas.Para cada medición de $FEM(t_i)$ es necesario medir $FEM^+(t_i)$ y $FEM^-(t_i)$, para luego aplicar la corrección por FEMs parásitas $\Delta FEM_{par}(t_i)$. A partir de cada medición se puede calcular el valor de FEMs parásitas como

$$F_{par}(t_i) = (FEM^+(t_i) + FEM^-(t_i))/2$$

La incertidumbre $u(\Delta FEM_{par}(t_i))$ se calcula como la desviación estándar de los valores de F_{par} obtenidos en las mediciones de $FEM(t_i)$ que se utilizan para calcular $\langle FEM(t_i) \rangle$.

$$u(\Delta FEM_{par}(t_i)) = \sum_{i=1}^N \frac{(F_{par,i} - \langle F_{par} \rangle)^2}{n-1} = 0,04 \mu V$$

Se tomaron $N = 42$ mediciones de las cuales se calcula el valor $\langle F_{par} \rangle$, con lo cual se tienen 41 grados de libertad.**12.7. $u(\Delta FEM_{rep}(t_i))$** , incertidumbre asociada a falta de repetibilidad.

Se realizaron 4 mediciones de la FEM durante la transición de fase del PF de Ag. La incertidumbre standard de esos 4 valores fue de:

$$u(\Delta FEM_{rep}(t_i)) = 0,1 \mu V$$

siendo 3 el número de grados de libertad.

12.8. $u(\Delta FEM_{res}(t_i))$, incertidumbre asociada a la resolución del sistema de medición.La resolución del 182 en el rango de 30 mV, según datos del fabricante, es de $0,01 \mu V$. Entonces, bajo la hipótesis de distribución rectangular:

PEC03: Agosto 2015

$$u(\Delta FEM_{res}(t_i)) = \frac{0,01 \mu V}{2 \sqrt{3}} = 0,003 \mu V$$

12.9. $u(\Delta FEM_{t_0}(t_i))$, incertidumbre asociada a la temperatura de la junta de referencia. Se estimó en 0,005 °C con $k=2$, a partir del procedimiento PEC01 (Ref. 4.18):

$$u(\Delta FEM_{t_0}(t_i)) = \frac{0,005}{2} \cdot 5,4 \mu V / K = 0,01 \mu V$$

En resumen se obtiene lo siguiente:

Fuente de incertidumbre	Símb	Valor estim	Tipo	Dis	Intervalo (±)	Fac	u_i
No homogeneidad	δ_{noh}	0 μV	BR	R	0,99 μV	1,7	0,57 μV
Estabilidad de corto plazo de la TC	δ_{est}	0 μV	BR	R	0,93 μV	1,7	0,53 μV
Temperatura de la junta de medición	δ_{ti}	0 μV	BR	R	0,06 K	1,7	0,037 K
Compensación de fems parásitas	δ_{par}	0 μV	A1	N			0,04 μV
Repetibilidad de las mediciones	δ_{rep}	0 μV	A1	N			0,10 μV
Error del zener según UT Electricidad	δ_{zener}	0 μV	BN	N	0,94 μV	2,0	0,470 μV
Falta de repetibilidad del 182	δ_{rep182}	0 μV	A1	N			0,22 μV
Incertidumbre de la junta de referencia	δ_{t0}	0 μV	BN	N	0,005 K	2,0	0,003 K
Resolución del sistema de medición	δ_{res}	0 μV	BR	R	0,005 μV	1,7	0,003 μV
Fem medida	Fx	9145,0 μV			2,04 μV	2,0	1,033 μV

	c_i	$(c_i u_i)^2$	W-S	%
50	1	3,23E-01	2E-03	30%
50	1	2,85E-01	2E-03	27%
50	11,4 $\mu V/K$	1,78E-01	6E-04	17%
41	1	1,60E-03	6E-08	0%
3	1	1,00E-02	3E-05	1%
50	1	2,21E-01	1E-03	21%
41	1	4,84E-02	6E-05	5%
50	5,4 $\mu V/K$	1,82E-04	7E-10	0%
50	1	8,33E-06	1E-12	0%
210				100%

13. Confección del certificado de calibración

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

13.1. una breve descripción del método de calibración utilizado;

13.2. los valores de las FEMs y sus incertidumbres para las temperaturas de cambio de fase de los PFs en los que se midió;

13.3. la función FEM(t) que representa la calibración de la TC para temperaturas comprendidas entre 0 °C y la correspondiente al PF de mayor temperatura;

PEC03: Agosto 2015

13.4. Una estimación de la incertidumbre de la función de calibración de la TC, que puede ser expresada en unidades de FEM o de temperatura.

13.5. La profundidad de inmersión promedio de la TC en los PF y una estimación de la falta de homogeneidad de los alambres de la TC que se obtiene en **10.1.6**.

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.