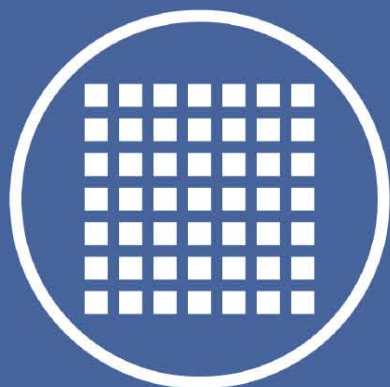


Instituto Nacional
de Tecnología Industrial

Centro de Desarrollo e Investigación
en Física y Metrología



INTI

Procedimiento específico: PEE42

CALIBRACIÓN DE RESISTORES CON UN PUENTE COMPARADOR DE CORRIENTES

Revisión: Agosto 2017

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.

PEE42 Lista de enmiendas: Agosto 2017

[illegible]

PEE42 Índice: Agosto 2017

NOMBRE DEL CAPÍTULO	REVISIÓN
Página titular	Agosto 2017
Lista de enmiendas	Agosto 2017
Índice	Agosto 2017
Calibración de resistores con un puente comparador de corrientes.	Agosto 2017
Apéndice 1	Agosto 2017

PREPARADO POR

FIRMA Y SELLO


Téc. MARTÍN CURRAS
FÍSICA Y METROLOGÍA
INTI

REVISADO POR

FIRMA Y SELLO


Dra. ALEJANDRA TONINA
FÍSICA Y METROLOGÍA
INTIING. PATRICIA VARELA
COORD. CALIDAD Y ADMINISTRACIÓN
INTI - FÍSICA Y METROLOGÍA

REVISADO POR

FIRMA Y SELLO


Lic. LUCAS D. DI LILLO
COORD. ELECTRICIDAD
FÍSICA Y METROLOGÍA
INTI

APROBADO POR

FIRMA Y SELLO


Ing. JUAN A. FORASTIERI
DIRECTOR TÉCNICO
INTI - FÍSICA Y METROLOGÍA

PEE42 : Agosto 2017

1. Objetivo

Calibración de resistores con un puente comparador de corrientes.

2. Alcance

Establecimiento de la escala de resistencia entre $0,1 \Omega$ y $10 \text{ k}\Omega$.

Calibración de resistores de valor nominal comprendido entre $0,1 \Omega$ y $10 \text{ k}\Omega$.

3. Referencias

"Operators Manual, Model 6010B, Resistance Version", Measurements International, 27 de octubre de 1994.

"Model 6010B, Technical Manual", Measurements International.

C.G.Hughes, III and H.S.Musk, "A Least Square Method for Analysis of Pair Comparison Measurements", Metrologia **8**, 109-113 (1972)

4. Responsabilidades

4.1. Del Coordinador de la Unidad Técnica Electricidad y del Jefe del Laboratorio

Supervisa el desarrollo de la calibración, verifica el cumplimiento del procedimiento y revisa los resultados.

4.2. Del personal de laboratorio

Efectúa la calibración, aplica el presente procedimiento de calibración, procesa los datos correspondientes y elabora el certificado de calibración.

5. Instrucciones

- Cuando las características de los resistores lo permitan, estos se medirán sumergidos en un baño de aceite termostatzado a una temperatura de 20°C . La temperatura se mide con una termorresistencia de platino, cuyo valor es leído con un multímetro HP3458A o HP34420. Considerando las características metrológicas de los instrumentos usados, los gradientes de temperatura y la estabilidad de la temperatura en el baño de aceite, se estima como variación de temperatura durante la medición $\pm 0,05^\circ\text{C}$.

Si el resistor no está preparado para ser sumergido en aceite se medirá a temperatura ambiente. La temperatura del laboratorio durante la medición y durante al menos 3 horas previas a ésta deberá mantenerse cercana a 23°C con una estabilidad de $\pm 1^\circ\text{C}$. La temperatura ambiente será medida con una termorresistencia Pt100 cuyo valor se adquiere con un multímetro HP 34401, HP 3458A ó HP 34420, logrando incertidumbres menores a $0,1^\circ\text{C}$. Si no es necesaria la corrección en temperatura de los resistores se puede usar también un termohigrómetro digital con incertidumbre mayor a $0,1^\circ\text{C}$.

- Cada medición que involucre a dos resistores se realizará al menos 20 veces, aplicando la corriente y el tiempo de inversión de la misma indicado en la tabla 1 u observando lo indicado en el punto 5.2, según corresponda. El cálculo del valor medio y desviación estándar se efectuará sobre las 16 últimas mediciones. La cantidad de mediciones para el promedio puede aumentar si se realizan más de 20 mediciones.

5.1. Establecimiento de la escala de resistencia entre $0,1 \Omega$ y $10 \text{ k}\Omega$

Para el establecimiento de la escala de resistencia se parte del valor de los resistores patrones de $10 \text{ k}\Omega$ los cuales son calibrados contra el efecto Hall cuántico (QHE). También, durante los periodos en los cuales no está funcionando el QHE, es posible utilizar como referencia al banco de patrones primarios de 1Ω .

Para disminuir la incertidumbre de la calibración, las comparaciones se efectúan en relación 1:1. La transferencia hacia los valores inferiores o superiores se efectúa con cajas de transferencia Hamon ESI SR1010 conectadas en paralelo, serie-paralelo o serie, según corresponda.

Dependiendo del número de resistores involucrados se decidirá el esquema de medición que se considere adecuado.

PEE42 : Agosto 2017

Generalizando, se miden N relaciones entre n resistores, con $N > n$.

En la medición entre el resistor i y el j se obtiene una relación α_{ij} , de forma tal que

$$\frac{R_i}{R_j} = \alpha_{ij} \quad \text{con } i \neq j \text{ y } i, j = 1, \dots, n$$

Al considerar las N mediciones se obtiene un sistema de ecuaciones

$$R_i - \alpha_{ij} R_j = 0$$

La ecuación de vínculo se puede obtener, por ejemplo, a partir de la suma de los valores de la última calibración de los resistores de 1Ω .

$$\sum R_i = \lambda \quad (\text{con la variación de } i \text{ dada por el vínculo})$$

con λ el valor correspondiente a la condición de vínculo establecida.

Se plantea un sistema matricial de la forma $[X] \cdot [R] = [Y] + [E]$, donde R es un vector cuyos componentes son los valores de aquellos resistores que participan de la medición, Y es un vector cuyos componentes son 0 o λ . E es un vector cuyos componentes son las desviaciones aleatorias que caracterizan la calidad de la medición y X es la matriz de las mediciones cuyos elementos son 0, 1 o α_{ij} dependiendo que el resistor no intervenga en esa medida, que lo haga como incógnita o como patrón, respectivamente.

Este sistema matricial se resuelve por cuadrados mínimos.

Así:

$$X \cdot R = Y + E$$

$${}^tXX \cdot R = {}^tX \cdot Y + {}^tX \cdot E$$

$$({}^tXX)^{-1} \cdot {}^tXX \cdot R = ({}^tXX)^{-1} \cdot {}^tX \cdot Y + ({}^tXX)^{-1} \cdot {}^tX \cdot E$$

$$R = ({}^tXX)^{-1} \cdot {}^tX \cdot Y + ({}^tXX)^{-1} \cdot {}^tX \cdot E$$

con

$$\text{cov}(R) = ({}^tXX)^{-1} \cdot {}^tX \cdot [({}^tXX)^{-1} \cdot {}^tX] u^2(Y) + ({}^tXX)^{-1} \cdot {}^tX \cdot [({}^tXX)^{-1} \cdot {}^tX] u^2(E)$$

Siempre que sea posible, cada par de resistores es comparado intercambiando su posición patrón/incógnita en el puente comparador de corrientes.

La corriente de medición y su tiempo de inversión dependen del valor de resistencia a medir. Los valores utilizados se indican en la Tabla 1. Esta tabla se expone en forma completa en el frente del puente.

Tabla 1

R (Ω)	I _x (mA)	T (s)
1	45	6
10	10	6
100	3	8
1000	2	10
10000	0,5	20

Los resistores a medir se conectan previamente a un scanner de 10 canales diseñado y fabricado en el laboratorio. La medición está automatizada a través del programa de medición "SimpleCompGold". Los resultados se guardan en un archivo Excel con extensión "csv". Posteriormente se debe hacer el análisis de resultados y la evaluación de la incertidumbre.

5.2. Calibración de resistores de valor nominal comprendido entre 1Ω y $10 \text{ k}\Omega$

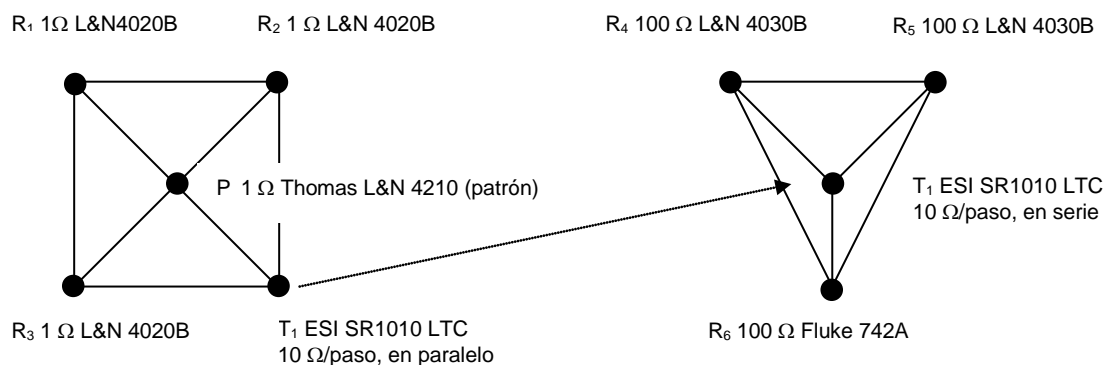
Para valores no decádicos de resistencia o para resistores de baja estabilidad la calibración se efectuará en forma directa contra un patrón. Siempre se buscará que la relación incógnita-patrón sea inferior a 10 y que el resistor patrón sea el menor de ambos. La corriente de medición será elegida de forma tal que sobre el resistor patrón no se disipe una potencia superior a 10 mW.

PEE42 : Agosto 2017

6. Incertidumbre: Modelo Matemático y Cálculo de Incertidumbre

Ejemplo 1: Escalonamiento del valor de $1\ \Omega$ del grupo de patrones de referencia al grupo de patrones de valor nominal $100\ \Omega$.

6.2.1. Esquema de Medición:



Cálculos: Ver Anexo 1 de este procedimiento.

Ejemplo 2: Calibración de un resistor de $1\ \Omega$ de alta estabilidad

Esquema de medición: Comparación entre el resistor a medir y los resistores del banco patrón de $1\ \Omega$, en total se usaron 6 resistores patrones. Para disminuir la incertidumbre se invirtió la posición de los resistores en el DCC. El resultado es el promedio de todas las comparaciones.

Cálculos:

$$R_x = r \cdot S, \text{ con}$$

R_x : resistor a calibrar

r : indicación del DCC

S : valor del resistor patrón (calculado a la temperatura t de medición)

Cálculo de incertidumbre:

Identificación: XXXX	Incertidumbre estándar	Distribución / tipo	Coefficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre	Grados de libertad
Fuente de incertidumbre y_i	$u(y_i)$	Metodo/(A, B)	c_i	$u(R_i) (\Omega)$	v_i
Escala / Trazabilidad	1.00E-08	Rectangular/B	$1\ \Omega$	1.00E-08	50
Patrón	3.00E-08	Normal/B	$1\ \Omega$	3.00E-08	50
Instrumento de medición	6.00E-09	Rectangular/B	$1\ \Omega$	6.00E-09	50
Condiciones ambientales:					
Temperatura	3.00E-03 °C	Normal/B	7.54E-06 $\Omega/^\circ\text{C}$	2.26E-08	50
Presión	3.30E-01 kPa	Normal/B	5.75E-09 Ω/kPa	1.90E-09	50
Desviación estándar	1.10E-08	Normal/A	$1\ \Omega$	1.10E-08	19

PEE42 : Agosto 2017

Correcciones aplicadas					
Temperatura	6.40E-9 $\Omega/^{\circ}\text{C}$	Normal/B	4.974 $^{\circ}\text{C}$	3.18E-08	∞
Presión	6.00E-10 Ω/kPa	Normal/B	2.18 kPa	1.31E-09	∞
Potencia	3.60E-06 Ω/W	Normal/B	0.0075 W	2.70E-08	∞
Suma cuadrática de las incertidumbre tipo A y su grado efectivo de libertad:				1.10E-08	19
Suma cuadrática de las incertidumbre tipo B y su grado efectivo de libertad:				5.75E-08	∞
Incertidumbre estándar combinada y grados efectivos de libertad:				5.76E-08	∞
Incertidumbre expandida (factor de cobertura del 95 %):			1.15E-07 Ω		

7. Identificación y almacenamiento

Los resistores a ser calibrados se identifican de acuerdo a las instrucciones del Manual de Calidad de INTI - Física y Metrología y son mantenidos desde el momento de su llegada en el Laboratorio de Patrones Cuánticos, ver capítulo 9 del Manual de Calidad. Una vez calibrados, los resistores recibidos son mantenidos en el laboratorio hasta ser retirados por el usuario.

8. Instrumentos utilizados

- Puente Comparador de Corrientes Measurements International, modelo 6010D.
- Extensor de rango Measurements International, modelo 6011D/300.
- Fuentes de alimentación Measurements International, modelo 6150A.
- Puente Comparador de Corrientes Measurements International, modelo 6010B
- Baño activo de aceite Guidline modelo 9730CR, N° de serie 44060.
- Baño activo de aceite Guidline modelo 9730CR4-N, N° de serie 45038.
- Termorresistencia de platino Rosemount, modelo 162CE, N° de serie 3799.
- Termorresistencias de platino, incluidas en el Plan de la Calidad Electricidad.
- Multímetros de 6 $\frac{1}{2}$, 7 $\frac{1}{2}$ y 8 $\frac{1}{2}$ dígitos, incluidos en el Plan de Calidad Electricidad.
- Uno o más resistores patrones. seleccionado(s) convenientemente entre los que conforman el grupo de resistores patrones del INTI.
- Caja Hamon de transferencia, ESI modelo SR1010, N° 215007 (1 Ω /paso)
- Caja Hamon de transferencia, ESI modelo SR1010, N° 141001 (10 Ω /paso)
- Caja Hamon de transferencia, ESI modelo SR1010 N° 132008 (100 Ω /paso)
- Caja Hamon de transferencia, ESI modelo SR1010 N° 139002 (1k Ω /paso),
- Caja Hamon de transferencia, ESI modelo SR1010N° 109001 (10 k Ω /paso)
- Caja Hamon de transferencia, ESI modelo SR1010 N° 136001 (100 k Ω /paso)
- Resistores patrones ESI1 SR104, N° 202018730104 y ESI2 SR104 N°460037
- Scanner de 10 canales, identificado como SC10CH IV1.

9. Condiciones ambientales

En el caso de que los resistores sean medidos en aire, la temperatura del laboratorio deberá ser, por lo menos 3 horas antes de la medición y durante la misma, de $(23 \pm 1) ^{\circ}\text{C}$ y la humedad relativa ambiente deberá estar comprendida entre 30 % y 70 %.

PEE42 : Agosto 2017

10. Registros de la Calidad

Las notas y observaciones tomadas a mano, original o copia de las salidas por software (si resulta aplicable), copias de certificados emitidos, copia de la orden de trabajo, registros de salida de los instrumentos y otros documentos relacionados se mantendrán de acuerdo con el Manual de Calidad de INTI - Física y Metrología, Capítulo 11.

11. Precauciones

De acuerdo con las provisiones del Decreto 937/74, artículo 1, Sección d, ésta es considerada tarea riesgosa. Por lo tanto, deben tomarse las precauciones necesarias a fin de evitar shock eléctrico. La operación de cambio de conexiones debe ser efectuada con todos los circuitos de tensión y corriente desconectados.

12. Apéndices y Anexos

APÉNDICE N°	TÍTULO
1	Metodología de cálculo.

PEE01 Apéndice 1: Agosto 2017

CALIBRACIÓN DE RESISTORES – PUENTE COMPARADOR DE CORRIENTES **METODOLOGÍA DE CÁLCULO**

INTI  Física y Metrología

CALIBRACIÓN DE RESISTORES – PUENTE COMPARADOR DE CORRIENTES **METODOLOGÍA DE CÁLCULO**

$[X]$				$[Y]$				$[X^2]$			
r_s	52	121	321					-	1.000004149	1.000004688	1
52	-	1.000004149	1	0				1	0	0.999995957	-1.00000059
52	-	1.000004688	0	0				0	0	1	0
121	1	-	0.999995957	0				0	1	0	1
121	0	-	1.000000585	0				0	0	0.99999539	0.99999948
321	1	0	-	0				0	0	0.99999539	0.99999948
321	0	1	-	0				0	0	0.99999539	0.99999948
λ	1	1	1	2.999916993				0	0	0.99999539	0.99999948

$[X^2]$				$[X^3]$			
5.000017674	1.000000106	-	1.000000074	0.222221407	0.055555462	0.0556	
-	-	-	-	0.055555462	0.222222546	0.0556	
1.000000106	4.999993085	1.000000064		0.055555492	0.055555719	0.2222	

$[X^2]$				$[X^3]$			
0.166666867	0.166666957	0.166666617	0.0000	0.166666172	-8.944E-10	0.3333	
0.166666853	-3.26017E-09	0.166666185	-	-8.36576E-10	0.166666855	0.333333727	
-3.20309E-09	0.166666948	-2.70746E-09	0.166666948	-0.166666183	-0.166666865	0.333333912	

CALIBRACIÓN DE RESISTORES – PUENTE COMPARADOR DE CORRIENTES
METODOLOGÍA DE CÁLCULO

$[X'X]^{-1} [X'] Y$		$V(R)=\sigma^2(R)= (X'X)^{-1} \varepsilon^2$	
52	R (T medicion)	R (Tref)	
	0.999969415	0.999969212	
121		0.999973512	norma((III - X (X' X) ⁻¹ X')b)/g.l.
321		0.999974066	X (X'X) ⁻¹ X' b
$X' b$		b - X (X'X) ⁻¹ X' b	$\ b - X (X'X)^{-1} X' b\ _2^2$
2.999916993		-5.26783E-08	2.77501E-15
2.999916993	(X'X) ⁻¹ X' b	-3.73844E-08	1.39759E-15
2.999916993		-5.37084E-08	2.88459E-15
		-3.13898E-08	9.85323E-16
		-3.63548E-08	1.32167E-15
		-3.24197E-08	1.05104E-15
		2.999916993	1.26218E-29
			$\varepsilon^2 =$
			2.6038E-15
$(X'X)^{-1} \varepsilon^2$			
5.78621E-16	1.44656E-16	1.44656E-16	
1.44656E-16	5.78624E-16	1.44656E-16	
1.44656E-16	1.44656E-16	5.78624E-16	
u(R ₁)	2.41E-08		
u(R ₂)	2.41E-08		
u(R ₃)	2.41E-08		