



Revista EIA
ISSN 1794-1237
e-ISSN 2463-0950
Año XIX/ Volumen 20/ Edición N.39
Enero-Junio de 2023
Reia3922 pp. 1-18

Publicación científica semestral
Universidad EIA, Envigado, Colombia

**PARA CITAR ESTE ARTÍCULO /
TO REFERENCE THIS ARTICLE /**

Bohórquez, A. J.; Hernández, J. D.;
Castro, H.

Implementación de un nuevo sistema
de calibración de termómetros
de contacto por puntos fijos en el
instituto nacional de metrología
Revista EIA, 20(39), Reia3922.
pp. 1-18.
<https://doi.org/10.24050/reia.v20i39.1639>

 *Autor de correspondencia:*

Bohórquez, A. J. (Andrés Jhovanny)
Físico, Magíster en Ciencias – Física.
Instituto Nacional de Metrología de
Colombia (INM).
Correo electrónico:
ajbohorquez@inm.gov.co

Recibido: 13-09-2022

Aceptado: 12-09-2022

Disponibile online: 01-01-2023

Implementación de un nuevo sistema de calibración de termómetros de contacto por puntos fijos en el instituto nacional de metrología

 ANDRÉS J BOHÓRQUEZ¹

J. D. HERNÁNDEZ²

H. CASTRO²

1. Instituto Nacional de Metrología de Colombia (INM).
2. Universidad Nacional de Colombia – Sede Bogotá D.C.

Resumen

En este trabajo se presenta el proceso de implementación de un nuevo sistema de calibración de termómetros de contacto basado en la aplicación del método propuesto en la Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT - 90) en el sub-intervalo comprendido entre el punto triple del agua (H_2O , $0,01\text{ }^{\circ}C$) y el punto de solidificación de indio (In, $\sim 156,59\text{ }^{\circ}C$), y el sub-intervalo comprendido entre el punto triple del agua y el punto de solidificación del estaño (Sn, $\sim 231,928\text{ }^{\circ}C$). A partir del diseño, fabricación y evaluación de una celda cerrada de indio en el Instituto Nacional de Metrología de Colombia (INM), se logró obtener un patrón termométrico para incluir el servicio de calibración de termómetros tipo SPRT (Standard Platinum Resistance Thermometer) y Pt100 por el método de la EIT - 90 (conocido comúnmente como método de Puntos Fijos) dentro de la oferta de servicios del Laboratorio de Temperatura y Humedad de la Subdirección de Metrología Física. Este tipo de servicios no habían sido previamente ofertados por el INM a la red de laboratorios acreditados de Colombia. Un ejercicio de calibración completado mediante el uso del nuevo patrón de temperatura permitió concluir que la incertidumbre expandida lograda por el Laboratorio con este sistema es de $3,0\text{ mK}$ para el sub-rango H_2O -In y de $5,4\text{ mK}$ para el sub-rango H_2O -Sn.

Palabras clave: Metrología, EIT - 90, Puntos fijos, Punto de solidificación, Punto de fusión, plateau, Incertidumbre expandida, Patrón de medida, SPRT, Calibración.

Implementation of a new measurement system for contact thermometer calibration by fixed points at the instituto nacional de metrología

ABSTRACT

In this work, we present the implementation process of a new measurement system for contact thermometer calibrations based on the application of the method proposed in the International Temperature Scale of 1990 (ITS - 90) in the sub-range covered from the triple point of water (H_2O , $0,01\text{ }^\circ\text{C}$) to the freezing point of indium (In, $\sim 156,59\text{ }^\circ\text{C}$), and the sub-range covered from the triple point of water to the freezing point of tin (Sn, $\sim 231,928\text{ }^\circ\text{C}$). After the design, fabrication and evaluation of a home-made sealed indium fixed point cell in the Instituto Nacional de Metrología de Colombia, it was possible to obtain a thermometric standard to include the calibration of SPRTs (Standard Platinum Resistance Thermometer) and Pt100 thermometers by the ITS-90 method (commonly known as the Fixed Points calibration method) within the service portfolio of the Temperature and Humidity Laboratory of the Physical Metrology Subdivision. This type of services had not been previously offered by INM to the network of accredited laboratories of Colombia. A calibration exercise completed with the use of the new temperature standard allowed us to conclude that the total expanded uncertainty accomplished by the laboratory with this system is $3,0\text{ mK}$ for the sub-range H_2O -In and $5,4\text{ mK}$ for the sub-range H_2O -Sn.

Keywords: Metrology, ITS-90, Fixed points, Freezing point, Melting point, Plateau, Expanded uncertainty, Measurement standard, SPRT, Calibration.

1. Introducción

Las mediciones de temperatura en distintos procesos científicos e industriales son fundamentales para garantizar la calidad de distintos productos y servicios. La implementación de una infraestructura nacional de la calidad se basa en la armonización de los ejes de metrología científica e industrial, metrología legal, acreditación y normalización (Instituto Nacional de Metrología de Colombia, 2019), en este sentido, contar con una infraestructura metrológica completamente integral permitirá intensificar la colaboración entre los distintos actores que lideran los ejes mencionados, a saber: El Instituto Nacional de Metrología de Colombia (INM), la Superintendencia de Industria y Comercio (SIC), el Organismo

Nacional de Acreditación (ONAC) y el Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC).

El proceso de desarrollo de una infraestructura metrológica se basa, a su vez, en la implementación de nuevos y mejores métodos de medición que permitan diseminar la trazabilidad metrológica al sistema internacional de unidades (Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), 2019). Es así como, desde el Laboratorio de Temperatura y Humedad del INM, se han aunado esfuerzos a través de distintos proyectos de inversión para satisfacer las necesidades metrológicas de los laboratorios acreditados de calibración, mediante una implementación extensiva de la Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT - 90) (Preston-Thomas, 1990).

La EIT - 90 es un acuerdo internacional liderado por el comité consultivo de termometría (CCT) de la Oficina Internacional de Pesas y Medidas (BIPM) para crear una escala de temperatura que pueda ser reproducible en los laboratorios nacionales de metrología. Dicha escala está compuesta por un conjunto de 17 valores, dados por las temperaturas de transición de fase de distintas sustancias puras, la Tabla 1 presenta los elementos químicos que hacen parte de este documento.

Tabla 1: EIT - 90.

Punto fijo	Temperatura (T_{90} / K)	Temperatura ($t_{90} / ^\circ C$)	$W_r(T_{90})$
Punto de presión de vapor de helio	3 a 5	- 270,15 a -268,15	--
Punto triple del hidrógeno	13,803 3	- 259,346 7	0,001 190 07
Punto de presión de vapor de e-H ₂ (o He)	≈ 17	≈ - 256,15	--
Punto de presión de vapor de e-H ₂ (o He)	≈ 20,3	≈ - 252,85	--
Punto triple del neón	24,556 1	- 248,593 9	0,008 449 74
Punto triple del oxígeno	54,358 4	- 218,791 6	0,091 718 04
Punto triple del argón	83,805 8	- 189,344 2	0,215 859 75
Punto triple del mercurio	234,315 6	- 38,834 4	0,844 142 11
Punto triple del agua	273,16	0,01	1,000 000 00
Punto de fusión del galio	302,914 6	29,764 6	1,118 138 89
Punto de solidificación del indio	429,748 5	156,598 5	1,609 801 85

Punto fijo	Temperatura (T_{90}/K)	Temperatura ($t_{90}/^{\circ}C$)	$W_r(T_{90})$
Punto de solidificación del estaño	505,118 1	231,928	1,892 797 68
Punto de solidificación del zinc	692,73	419,527	2,568 917 30
Punto de solidificación del aluminio	933,473	660,323	3,376 008 60
Punto de solidificación de la plata	1.234,93	961,78	4,286 420 53
Punto de solidificación del oro	1.337,33	1.064,18	
Punto de solidificación del cobre	1.357,77	1.084,62	

La transferencia de energía por calor latente que se produce en un fenómeno de transición de fase implica que la temperatura de un material permanecerá constante hasta que finalice dicha transición (Edwards, 1970), esta es la razón principal por la cual se emplean fenómenos de transición de fase como patrón termométrico en la EIT - 90.

La EIT - 90 esencialmente constituye una herramienta de calibración diseñada con el propósito de brindar trazabilidad metrológica a los resultados de medición de distintos tipos de termómetros al Sistema Internacional de Unidades (SI); específicamente, para temperaturas entre $-189,3442^{\circ}C$ hasta $1.084^{\circ}C$, los termómetros idóneos para su calibración según esta escala corresponden a Termorresistencias de platino (SPRT, por sus siglas en inglés). La reproducción de los fenómenos de transición de fase se realiza a través de sistemas de medición compuestos por celdas de punto fijo, sistemas de mantenimiento de las celdas, termómetros de resistencia de platino y un equipo capaz de medir la resistencia eléctrica de dichos termómetros (Pearce, y otros, 2018).

A partir de los 17 puntos de temperatura (comúnmente conocidos como ‘Puntos fijos’) presentados en la Tabla 1 se construyen ecuaciones de desviación para crear una escala continua. Estas ecuaciones dependerán de los distintos sub-intervalos en los cuales se calibre un termómetro.

El presente trabajo se enfoca en el proceso de implementación de los procedimientos y sistemas de medición para reproducir los siguientes sub-intervalos de la EIT - 90: Intervalo comprendido entre

el punto triple del agua (0,01 °C) (Peruzzi, Mendez-Lango, Zhang, & Kale, 2018) y el punto de solidificación del indio (156,60 °C), e intervalo comprendido entre el punto triple del agua (0,01 °C) y el punto de solidificación de estaño (231,928 °C). Para estos sub-intervalos, las ecuaciones de desviación están dadas por las expresiones (1) y (2), respectivamente.

$$W(T_{90})-W_r(T_{90})=a[W(T_{90})-1] \quad (1)$$

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

Donde,

W es el cociente entre la resistencia eléctrica medida por la SPRT en el punto fijo (In o Sn) y su resistencia eléctrica medida en el punto triple del agua (H₂O), representado en la ecuación (3).

W_r es un factor numérico proveniente de la EIT - 90.

$$(T_{90})=R_I/R_{H2O} \quad (3)$$

Los coeficientes a y b pueden ser calculados por métodos numéricos a partir de los valores determinados para W . El cálculo del parámetro W conlleva a su vez la estimación de la resistencia eléctrica del termómetro teniendo en cuenta las correspondientes fuentes de incertidumbre, tipos de distribuciones de las mismas, coeficientes de sensibilidad, etc.

Este trabajo tiene como principal objetivo divulgar a través de los canales académicos del país los nuevos servicios de calibración ofertados por la Subdirección de Metrología Física del INM en el área de la termometría. A través del diseño, construcción, evaluación e implementación de los sistemas de medición apropiados, se consolidó el desarrollo de los procedimientos de calibración de termómetros de resistencia de platino por el método de la EIT - 90 en los sub-intervalos H₂O-In y H₂O-Sn.

2. Materiales y métodos

En aras de desarrollar los nuevos servicios de calibración mencionados, la EIT – 90 requiere que un termómetro de resistencia de platino sea calibrado respecto de los siguientes patrones termométricos:

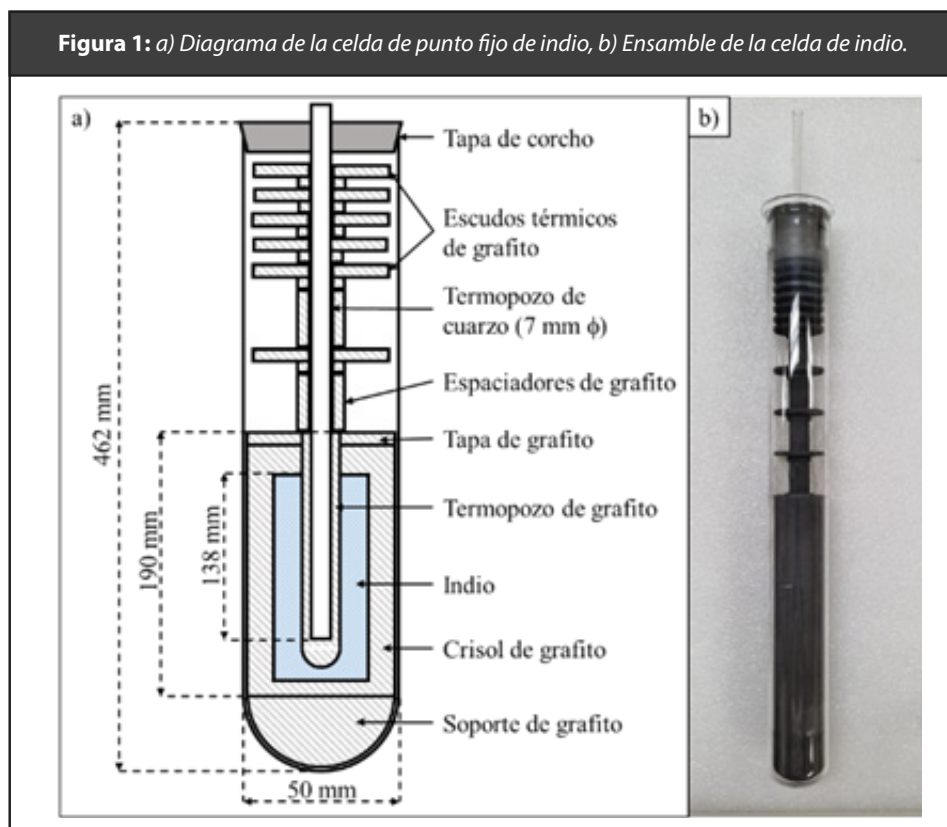
- ✓ Celda de punto triple de agua y celda de punto de solidificación de indio, para el sub-intervalo H_2O-In
- ✓ Celda de punto triple de agua, celda de punto de solidificación de indio y celda de punto de solidificación de estaño, para el sub-intervalo H_2O-Sn .

El Laboratorio de Temperatura y Humedad del INM cuenta con tres celdas de punto triple de agua y dos celdas de tipo cerrado de estaño, por tanto, se requirió procurar una nueva celda de punto fijo que empleara indio como material de referencia.

En este sentido, se consolidaron los procedimientos de diseño, construcción y evaluación (Carvajal Perdomo, 2020) de una celda de punto fijo de indio empleando los siguientes insumos:

1. Barras de grafito de alta pureza (99.95 %, densidad: $1,8 g/cm^3$, contenido de ceniza: $50 ppm$).
2. Canastilla de cuarzo.
3. Indio de alta pureza (presentación tipo pellet de tamaño promedio inferior a $5 mm$, pureza: $6N5$).
4. Termopozo de vidrio tipo borosilicato.

La Figura 1 presenta el esquema de la celda de punto fijo propuesta, al igual que la celda de indio completamente ensamblada. A partir del diseño de las piezas de grafito, se llevó a cabo su maquinación en el Taller de Manufactura del INM.



El ensamble de la celda de indio contempla el uso de escudos de calor (también conocidos como 'heat shunts') para modular el flujo de calor dentro de la celda. La elección de vidrio tipo borosilicato para el termopozo se sustenta en su baja conductividad térmica ($(433,185 K) = 1,28 W/mK$) (Assael, 2004), lo cual previene que se transfiera energía en forma de calor a lo largo del eje axial de la celda, afectando así la duración de la transición de fase. Al implementar un sistema de calibración por puntos fijos, se busca que la transición se mantenga durante un tiempo prolongado (superior a 5 horas).

El llenado del crisol de grafito con indio de alta pureza se llevó a cabo en dos etapas, dentro de un ambiente de gas inerte (nitrógeno). Inicialmente, se recocieron todas las componentes de la celda a una temperatura de $660\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 24 horas con el fin de eliminar contaminantes orgánicos y otras impurezas (Strouse G. F., 2001). Posteriormente, se realizó un primer llenado introduciendo 375 g de indio en el crisol y llevando el sistema a una temperatura de $170\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 24 horas, luego se llevó el ensamble a temperatura ambiente para realizar un segundo llenado con 125 g adicionales de indio, para luego calentar el sistema por un tiempo similar. En ambos

procesos de llenado, la presión de gas se mantuvo constante a *20 psi*. Una vez el indio se encontró completamente fundido, se procedió a introducir el termopozo de grafito junto con la tapa de la celda dentro del crisol, progresivamente se disminuyó la temperatura del sistema hasta obtener el ensamble Crisol-Termopozo-Tapa-Indio completamente sellado.

Posteriormente se procedió a realizar el ensamblaje de la celda dentro de la canastilla de cuarzo, teniendo en cuenta el uso de espaciadores y escudos de calor con base en los modelos típicos de celdas de punto fijo manejados por proveedores externos (Tavener, 2008). Finalmente se introdujo el termopozo de vidrio junto con un tapón de corcho para finalizar el ensamblaje y proceder con la realización de curvas de solidificación en un horno tipo 'heat-pipe' para las celdas de In y Sn. Las celdas de punto triple de agua se encuentran permanentemente almacenadas en un recipiente con hielo para garantizar una duración apropiada.

La Figura 2 muestra las celdas de punto fijo de estaño con las que cuenta el Laboratorio. Estas celdas son de tipo cerrado, lo cual implica que no se tiene un control sobre la presión al interior de la celda, lo cual se traduce en una contribución significativa a la incertidumbre de medición por presión de gas.

Figura 2: Celdas de punto fijo de estaño del Laboratorio.



De esta manera, la implementación del proceso de calibración de termómetros de resistencia de platino por puntos fijos requiere de los siguientes componentes:

1. Celda de punto triple de agua, marca Schneider, modelo 2940.
2. Celda de punto fijo de indio, fabricada en INM.
3. Minicelda de punto fijo de estaño, marca ISOTECH, modelo 17669 ML.
4. Horno tipo 'Heat-Pipe', marca ISOTECH, modelo M-17702-W.
5. Puente termométrico, marca ISOTECH, modelo MicroK Gold, para medir la resistencia eléctrica de las SPRT
6. Termómetros SPRT, marca ISOTECH, modelo 670 SH, con longitud de vástago de 480 mm y longitud de elemento sensor de 35 mm , conexión de 4 hilos, intervalo de funcionamiento de $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $670\text{ }^{\circ}\text{C}$, especificación Pt 25,5 Ω .
7. Ordenador para adquisición de datos de manera automática.
8. Resistores de referencia, marca WIKA, modelo CER6000.
9. Baño para mantenimiento de resistores de referencia, marca ISOTECH, modelo 455. Este equipo emplea aceite siliconado para mantener los resistores a una temperatura controlada de $23\text{ }^{\circ}\text{C}$.

La determinación de resistencia eléctrica se basa en la medición del cociente X presentado en la ecuación (4).

$$X=R_{SPRT}/R_s \quad (4)$$

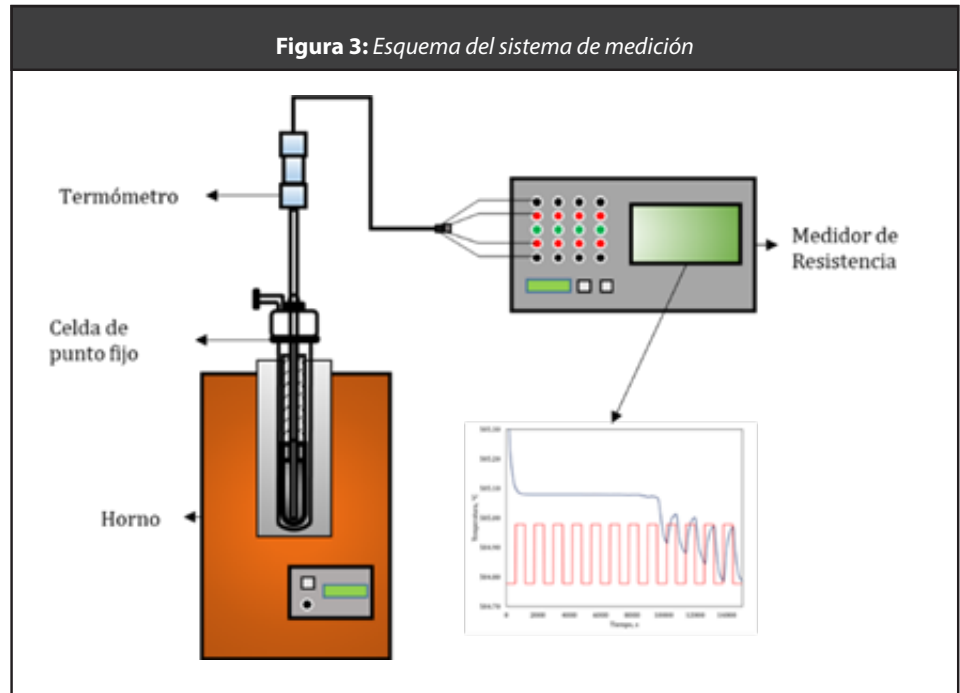
Donde,

R_{SPRT} corresponde a la resistencia indicada por el termómetro.

R_s corresponde al valor de resistencia eléctrica de referencia, dado por un resistor calibrado en un laboratorio de metrología de magnitudes eléctricas.

La Figura 3 presenta un diagrama esquemático del sistema de medición empleado en la implementación del procedimiento de calibración. La SPRT se introduce hasta el fondo del termopozo de vidrio, midiendo la temperatura de la celda a través del cambio en

su resistencia eléctrica, la cual es constantemente monitoreada y registrada usando el puente de resistencia y el ordenador.



La ventaja de emplear un horno con tecnología tipo ‘heat-pipe’ se sustenta en el hecho de que estos equipos emplean un material de transferencia (en el caso del modelo M-17702-W, agua purificada, la cual rodea el pozo donde se introduce la celda) que se lleva a su punto de ebullición (Gam, 1996), garantizando una temperatura constante y uniforme a lo largo del eje axial del pozo, esto representa valores de estabilidad y uniformidad mejores respecto de otro tipo de hornos, como los de dos o tres zonas.

Con el sistema de medición establecido, el modelo matemático para la determinación de la resistencia eléctrica de una SPRT en una celda de punto fijo i se presenta en la ecuación (5), y constituye el mensurando de interés para una calibración típica.

$$R_i = R_S(T_{\text{bath}}) [X_i(i = 0) + \Delta X_{\text{INL}}] + R_{\text{H}_2\text{O}} \frac{dW_{r,i}}{dT} [\Delta T_{\text{hyd}} + \Delta T_p + \Delta T_{\text{imp}} + \Delta T_{\text{plateau}} + \Delta T_{\text{rep, SPRT}} + \Delta T_{\text{hf}} + \Delta T_{\text{cert}} + \Delta T_{\text{iso}} + \Delta T_{\text{rep, PhT}}] \quad (5)$$

Donde

R_i : Es la resistencia en el punto fijo i .

R_s : Es el valor de la resistencia patrón a la temperatura del baño de mantenimiento de los resistores T_{bath} .

X : Es el cociente entre la resistencia medida por el SPRT y el resistor patrón a una corriente de excitación de 0 mA .

ΔX_{INL} : Son las no-linealidades integrales.

R_{H2O} : Es la resistencia en el punto triple del agua.

W_r : Es la función de referencia de la EIT – 90 (Preston-Thomas, 1990).

ΔT_{hyd} : Es la corrección debida a la presión hidrostática.

ΔT_p : Es la corrección debida a la presión en el interior de la celda (Pokhodun, y otros, 2021).

ΔT_{imp} : Es la corrección debida a las impurezas (Fellmuth, y otros, 2015), (Stock, y otros, 2006).

$\Delta T_{rep,SPRT}$: es la corrección debida a la repetibilidad del SPRT.

ΔT_{hf} : Es la corrección debida a la inmersión del SPRT (Strouse & Furukawa, 1999).

ΔT_{phT} : Es la corrección debida a la repetibilidad del cambio de fase.

ΔT_{cert} : Es la corrección debido a la calibración de la celda.

ΔT_{iso} : Es la corrección debido a la composición isotópica (BIPM CCT, 2017), (Ballico, y otros, 2007).

$\Delta T_{rep,phT}$: Es la corrección debida a la repetibilidad del cambio de fase.

La determinación completa del mensurando conlleva la estimación de la incertidumbre de medición, la cual se puede obtener mediante la ecuación (6).

$$u^2(W_i) = \frac{1}{R_{H2O}^2} [u^2(R_i) + W_{r,i}^2 u^2(R_{H2O})] \quad (6)$$

Donde es la incertidumbre asociada al modelo matemático descrito por la ecuación (5) y viene dada por la ecuación (7).

$$\begin{aligned}
 u^2(R_i) = & (X_i(i=0))^2 u^2(R_s) \\
 & + R_s^2 u^2(X_i(i=0)) + R_s^2 u^2(\Delta X_{INL}) + \left[R_{H2O} \frac{dW_{r,i}}{dT} \right]^2 [u^2(\Delta T_{hyd}) + u^2(\Delta T_p) \\
 & + u^2(\Delta T_{imp}) + u^2(\Delta T_{rep,SPRT}) + u^2(\Delta T_{plateau}) + u^2(\Delta T_{hf}) \\
 & + u^2(\Delta T_{cert}) + u^2(\Delta T_{iso}) + u^2(\Delta T_{rep,PhT})]
 \end{aligned} \quad (7)$$

3. Resultados

A partir del sistema experimental desarrollado, se realizaron ejercicios de calibración en los sub-intervalos de la EIT – 90 citados previamente (de H₂O-In y de H₂O-Sn). La Tabla 2 presenta los valores de resistencia en el punto triple del agua del termómetro (marca ISOTECH, modelo 670 SH, S/N: 165) luego de la medición en las celdas de In y Sn.

Tabla 2. Resistencia del termómetro en el punto triple del agua

Secuencia de medición	Resistencia en TPW a 0 mA/Ω	Resistencia en TPW a 1 mA/Ω
Después de recocido	24,965 178 41	24,965 289 78
Después de punto de medición en estaño	24,965 233 37	24,965 342 59
Después de punto de medición en indio	24,965 156 17	24,965 283 83

La repetibilidad de una SPRT en el punto triple del agua es un parámetro importante para determinar su idoneidad para ser calibrado bajo el método de puntos fijos de la EIT – 90, usualmente se busca que la diferencia de temperaturas medidas en esta celda no exceda 1 mK (Pokhodun, y otros, 2021). En el caso del termómetro calibrado, esta variación fue de 0,77 mK empleando un coeficiente de sensibilidad de 0,1 Ω/°C, típico para termómetros de especificación Pt 25,5 Ω.

La incertidumbre de medición (con κ = 2,0) para la determinación de la resistencia eléctrica en el punto triple de agua es de 0,14 mΩ. La Tabla 3 resume los valores del cociente de resistencia W_i determinados en cada uno de los puntos fijos de medición, con su correspondiente incertidumbre expandida de medición (U / mK).

Tabla 3. Ratio Resistencia $W_{(t_{90})} = R_{(t_{90})} / R(0.01 \text{ } ^\circ\text{C})$

Punto fijo	Temperatura/ $^\circ\text{C}$	$W(0 \text{ mA})$	$W(1 \text{ mA})$	$U (\kappa=2, \theta)/\text{mK}$
H ₂ O	0,01	1,000 000 ± 0,000 006	1,000 000 ± 0,000 009	1,4
In	156,598	1,609 518 ± 0,000 09	1,609 514 ± 0,000 009	2,4
Sn	231,928	1,892 403 ± 0,000 017	1,892398 ± 0,000 017	4,5

A partir de los resultados de la Tabla 3, y empleando las ecuaciones (1) y (2), se determinaron los siguientes coeficientes de la función de desviación para los sub-intervalos contemplados.

Sub-intervalo de H₂O – In:

Tabla 4. Coeficientes de la función de desviación EIT – 90.

Coeficiente	$i = 0 \text{ mA}$	$i = 1 \text{ mA}$
a	- 4,6210 x 10 ⁻⁰⁴	- 4,6947 x 10 ⁻⁰⁴

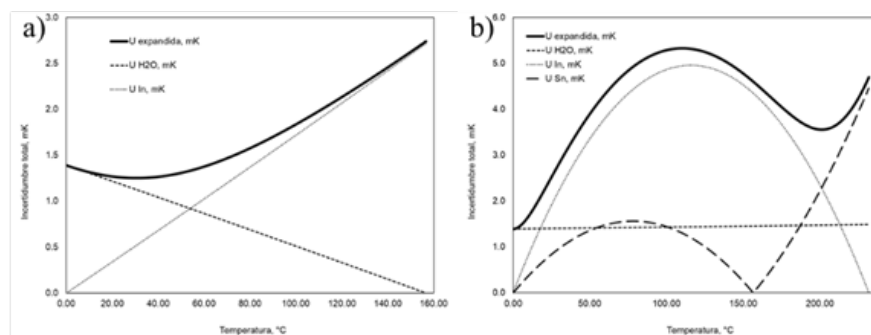
Sub-intervalo de H₂O – Sn:

Tabla 5. Coeficientes de la función de desviación EIT – 90.

Coeficiente	$i = 0 \text{ mA}$	$i = 1 \text{ mA}$
a	6,996 7 x 10 ⁻⁰⁵	7,496 0 x 10 ⁻⁰⁵
b	- 5,047 5 x 10 ⁻⁰⁴	- 5,151 6 x 10 ⁻⁰⁴

La estimación de la incertidumbre expandida de medición se realizó de acuerdo con los lineamientos del documento JCGM 100:2008 ‘Evaluation of measurement data – Guide to the expresión of uncertainty in measurement’ (JCGM 100:2008, 1995) considerando las contribuciones citadas en la sección anterior.

La Figura 4 presenta la propagación de incertidumbre para ambos sub-intervalos contemplados en el ejercicio de calibración con los nuevos sistemas de medición. Estas curvas permiten discernir la variación de la incertidumbre de medición a lo largo del intervalo continuo de temperaturas que abarcan los puntos límite de H₂O e In (Figura 4a) y H₂O y Sn (Figura 4b).



4. Discusión

A partir de los resultados obtenidos en el ejercicio de calibración de un termómetro tipo SPRT en los sub-intervalos de la EIT – 90 propuestos, la Tabla 6 compila los presupuestos de incertidumbre estimados de acuerdo con las ecuaciones (6) y (7) (Fellmuth, Fischer, & Tegeler, 2001).

Tabla 6: Presupuestos de incertidumbre de las celdas de punto fijo de agua, indio y estaño.

Presupuesto de Incertidumbre de las Celdas de Punto Fijo			
Fuente de Incertidumbre	u_{H_2O}, mK	u_{In}, mK	u_{Sn}, mK
Resistencia de Referencia	0,20	0,32	0,41
Puente de Resistencia	0,03	0,03	0,03
Autocalentamiento	0,37	0,40	0,43
Impurezas	0,03	0,01	0,17
Inmersión	0,11	0,87	0,26
Repetibilidad SPRT	0,45	0,13	0,48
Corrección por presión Hidrostática	0,01	0,04	0,03
Zona de Plateau	0,14	0,42	0,25
Presión del Gas	0,00	0,19	0,10
Calibración	0,06	0,13	1,07
Composición Isotópica	0,04	0,00	0,00
Repetibilidad de la Transición de Fase	0,29	0,44	0,62
Propagación del Punto Triple del Agua	0,00	0,74	1,63

Una de las contribuciones principales a la incertidumbre combinada corresponde a la estimación por propagación en el Punto triple del agua, la cual se determina con base en la repetibilidad del termómetro bajo calibración en este punto fijo. La estabilización del elemento sensor de platino del termómetro por medio de recocidos a temperaturas elevadas (superiores a $420\text{ }^{\circ}\text{C}$) puede ayudar a reducir la contribución a la incertidumbre por este efecto.

La Tabla 7 presenta los valores de incertidumbre expandida de medición considerando las contribuciones por la propagación en los puntos fijos, junto con las no-unicidades tipo 1 y tipo 3 contempladas en los anexos de la EIT – 90 (Ballico, y otros, 2007) (Meyer & Tew, 2006), este resultado corresponde finalmente al alcance de medición del Laboratorio de Temperatura y Humedad para la calibración de termómetros de resistencia de platino en los sub-intervalos de H_2O -In y H_2O -Sn.

Tabla 7. Máxima incertidumbre de calibración entre los puntos fijos

Sub-intervalo EIT - 90	Incertidumbre de medición ($\kappa=2$) / mK
H ₂ O - In	3,0
H ₂ O - Sn	5,4

Una vez determinado este alcance, se pueden consolidar todas las instancias de gestión pertinentes para ofertar al público general las dos nuevas líneas de servicio propuestas en el presente trabajo mediante la formulación de dos nuevas Capacidades de Medición y Calibración (CMC) (BIPM, 2022).

Es importante mencionar que los presupuestos de incertidumbre, e incertidumbres expandidas para los dos sub-intervalos medidos aplican para termómetros de especificación Pt 25,5 Ω , en el caso de un termómetro de especificación Pt 100 Ω , los embobinados de platino de sus elementos sensores tienden a presentar características físicas distintas de las Pt 25,5 Ω , lo cual se ve reflejado típicamente en contribuciones mayores a la incertidumbre de medición por autocalentamiento y repetibilidad en el punto triple del agua, los resultados de la Tabla 7 representan los valores de incertidumbre expandida mínima que se reportará a los clientes que requieran la calibración de sus patrones termométricos en los nuevos sistemas de medición desarrollados.

5. Conclusiones

- ✓ Se diseñó, construyó y evaluó una celda de punto fijo de indio por primera vez en el Instituto Nacional de Metrología. Este proceso a su vez abre el camino para desarrollar una línea de investigación en el Laboratorio de Temperatura y Humedad referente al diseño y fabricación de celdas de punto fijo para uso externo.
- ✓ Se consolidaron los presupuestos de incertidumbre de medición de los sub-intervalos de la EIT - 90 mencionados, obteniendo una incertidumbre expandida máxima de 3,0 mK para el sub-intervalo de H₂O - In y de 5,4 mK para el sub-intervalo de H₂O- Sn.

- ✓ Se desarrollaron de manera satisfactoria los procedimientos de calibración de termómetros de resistencia de platino por puntos fijos en los sub-intervalos de H₂O – In y de H₂O – Sn de la EIT – 90.
- ✓ Los sistemas y procedimientos de medición implementados sirven como insumo para ampliar la actual oferta de servicios del INM, y de esta manera satisfacer necesidades metrológicas de los laboratorios acreditados de calibración, para los cuales ya no será un requerimiento concertar la calibración de sus patrones de referencia con agentes externos al país.

6. Agradecimientos

Este trabajo fue soportado por el Ministerio de Ciencia y Tecnología de Colombia (Minciencias) por medio del proyecto titulado “*Fortalecer el proceso de investigación, desarrollo e innovación del INM, a través del desarrollo de herramientas y actividades de investigación que permitan incrementar la capacidad de gestión y producción en I+D+i del INM*”, código 49415.

7. Referencias

- Assael, M. G. (2004). Thermal Conductivity of Reference Solid Materials. *International Journal of Thermophysics* 25, 397-408.
- Ballico, M., Chimenti, V., Duris, S., Filipe, E., Ivanova, A., Kartal Dogan, A., . . . White, D. R. (2007). Uncertainties in the realization of the SPRT sub-ranges of the ITS-90. *Int J Thermophys*, 28, 1868-1881.
- BIPM. (2022). Overview and implementation of the CIPM MRA CIPM MRA-P-11. 5. Sevrés, Francia.
- BIPM CCT. (2017). Technical Annex for the International Scale of 1990 (ITS-90).
- Bureau International des Poids et Mesures (BIPM). (2019). The International System of Units (SI).
- Carvajal Perdomo, S. (2020). *Desarrollo de un patrón termométrico basado en la solidificación del estaño*.
- Edwards, R. A. (1970). Capítulo 7.3 Calor Latente. En R. A. Edwards, *Physics for O.N.C. Courses* (págs. 103-124). Oxford: Pergamos Press Ltd. doi:10.1016/B978-0-08-013431-4.50011-8
- Fellmuth, B., Fischer, J., & Tegeler, E. (2001). *Uncertainty budgets for characteristics of SPRTs calibrated according to the ITS-90, working document of BIPM Consultative Committee on Thermometry*. CCT/2001-01.
- Fellmuth, B., Hill, K. D., Pearce, J. V., Peruzzi, A., Steur, P. M., & Zhang, J. (2015). Guide to the Realization of the ITS-90: Influence of Impurities. BIPM.
- Gam, K. S. (1996). A stable microcomputer-controlled heat pipe furnace and test of new noble metal thermocouples. *Measurement*, 18(2), 101-108. doi:10.1016/S0263-2241(96)00046-2

- Instituto Nacional de Metrología de Colombia. (2019). *Estrategia Nacional de Metrología - Una apuesta por el mejoramiento de la calidad*. Bogotá D.C., Bogotá D.C., Colombia.
- JCGM 100:2008. (1995). *Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement: GUM 1995 with minor corrections* (First ed.). BIPM.
- Meyer, C. W., & Tew, W. L. (2006). ITS-90 Non-uniqueness from PRT Subrange Inconsistencies over the Range 24.56 K to 273.16 K. *Metrologia*, 43(5), 341.
- Pearce, J. V., Steur, P. P., Joung, W., Sparasci, F., Strouse, G., Tamba, J., & Kalemci, M. (2018). Guide to the Realization of the ITS-90 Metal Fixed Points for Contact Thermometry.
- Peruzzi, A., Mendez-Lango, E., Zhang, J., & Kale, M. (2018). Guide to the Realization of the ITS-90 Triple Point of Water. BIPM.
- Pokhodun, A. I., Fellmuth, B., Pearce, J. V., Rusby, R. L., Steur, P. P., Tamura, O., . . . White, D. R. (2021). Guide to the Realization of the ITS-90 Platinum Resistance Thermometry. Sevrés: CCT - BIPM.
- Preston-Thomas, H. (1990). The international temperature scale of 1990 (ITS-90). *METROLOGIA*, 27(1), 3-10.
- Stock, M., Solve, S., Campo, D., Chimenti, V., Méndez-Lango, E., Liedberg, H., . . . Lobo, I. (2006). Final Report on CCT-K7: Key comparison of water triple point cells. *Metrologia*, 43(1A).
- Strouse, G. F. (2001). *Standard Reference Material 1745: Indium Freezing-Point Standard and Standard Reference Material 2232: Indium DSC Melting-Point Standard*. National Institute of Standards and Technology, MD: National Institute of Standards and Technology.
- Strouse, G. F., & Furukawa, G. T. (1999). Thermal Characteristics of the NIST Fixed-Point Cells, Furnaces, and Maintenance Baths over the Temperature Range from 83.8058 K to 1234.93 K. *Proc. Tempmeko 1999*, 153-158.
- Tavener, J. P. (2008). METAL CLAD FIXED POINT CELLS FOR THE ITS-90. *NCSLI 2008 Conference Proceedings*.