

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERIA

DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UNA CELDA DE
CALIBRACIÓN PARA TEMPERATURA

TESIS

PRESENTADA A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA FACULTAD DE
INGENIERIA
POR

RAFAEL EDUARDO BANCES RECINOS

AL CONFERÍRSELE EL TITULO DE
INGENIERO MECÁNICO

GUATEMALA, AGOSTO DE 1,996

PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
Biblioteca Central

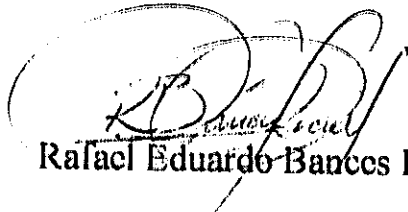
08
T(3812)
C.4

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

Cumpliendo con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de tesis titulado:

DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UNA CELDA PARA CALIBRACIÓN
DE TEMPERATURA,

tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería
Mecánica con fecha 8 de septiembre de 1,994 No. I.M. 431.94


Rafael Eduardo Bancos Recinos

PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
Biblioteca Central

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERIA

MIEMBROS DE LA JUNTA DIRECTIVA

DECANO	ING. JULIO ISMAEL GONZALEZ PODSZUECK
VOCAL PRIMERO	ING. MIGUEL ANGEL SANCHEZ GUERRA
VOCAL SEGUNDO	ING. JACK DOUGLAS IBARRA SOLORZANO
VOCAL TERCERO	ING. JUAN ADOLFO ECHEVERRIA MENDEZ
VOCAL CUARTO	BR. FERNANDO WALDEMAR DE LEON CONTRERAS
VOCAL QUINTO	BR. PEDRO IGNACIO ESCALANTE PASTOR
SECRETARIO	ING. FRANCISCO JAVIER GONZALEZ LOPEZ

TRIBUNAL QUE PRACTICO EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO	ING. ING. JULIO ISMAEL GONZALEZ PODSZUECK
EXAMINADOR	ING. ALVARO ANTONIO AVILA PINZON
EXAMINADOR	ING. NOEL FRANCISCO PRADO BARRAGAN
EXAMINADOR	ING. PEDRO MANUEL MORALES FLORES
SECRETARIO	ING. FRANCISCO JAVIER GONZALEZ LOPEZ

Guatemala, 25 de julio de 1,995

Ingeniero
Jorge Síguere,
Coordinador de carrera
Ingeniería Mecánica,
Presente.

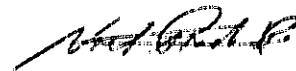
Señor coordinador.

Me dirijo a usted para presentarle el trabajo de tesis titulado **Diseño y construcción de una celda para calibración de temperatura** realizado por el estudiante Rafael Eduardo Bancos Recinos, el cual revisé en su totalidad.

Estimo que el presente trabajo cumple con los objetivos planteados.

Sin otro particular, me suscribo de usted como su seguro servidor.

Atentamente,



Ing. Noel Francisco Prado Barragán
Asesor



CULTAD DE INGENIERIA

Escuelas de Ingeniería Civil, Ingeniería
Mecánica Industrial, Ingeniería Química,
Ingeniería Mecánica Eléctrica, Técnica
Regional de Post-grado de Ingeniería
Sanitaria.

Ciudad Universitaria, zona 12
Guatemala, Centroamérica

El Coordinador del área Térmica de la Escuela de Ingeniería Mecánica, luego de conocer el dictamen del asesor, y habiendo revisado en su totalidad el trabajo titulado Diseño y Construcción de una Celda de Calibración para Temperatura, del estudiante Rafael Eduardo Bances Recinos, recomienda su autorización.

LEER Y ENSEÑAR A TODOS


Ing. Jorge Raúl Soto Obediente

Coordinador de Área

Guatemala, mayo de 1,996.

/behdei.



FACULTAD DE INGENIERIA

Escuelas de Ingeniería Civil, Ingeniería Mecánica Industrial, Ingeniería Química, Ingeniería Mecánica Eléctrica, Técnica y Regional de Post-grado de Ingeniería Sanitaria.

Ciudad Universitaria, zona 12
Guatemala, Centroamérica

El Director de la Escuela de Ingeniería Mecánica de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, después de conocer el dictamen del asesor, con el visto bueno del Coordinador del Area Térmica al trabajo de tesis titulado **DISEÑO Y CONSTRUCCION DE UNA CELDA DE CALIBRACION PARA TEMPERATURA**, del estudiante **Rafael Eduardo Bancos Recinos**, procede a la autorización del mismo.

ID Y ENSEÑAD A TODOS

Ing. Jorge C. Siguere Rockstroh

DIRECTOR DE ESCUELA

Guatemala, septiembre de 1,995

/bedei.





FACULTAD DE INGENIERIA

Escuelas de Ingeniería Civil, Ingeniería Mecánica Industrial, Ingeniería Química, Ingeniería Mecánica Eléctrica, Escuela Técnica, Ingeniería en Sistemas, Ingeniería Electrónica y Escuela Regional de Ingeniería Sanitaria y Recursos Hidráulicos.

Apartado Postal 217-1-01-907, Guatemala
Ciudad Universitaria, Zona 12
Guatemala, Centroamérica

El Decano de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Mecánica, Ingeniero Jorge C. Siguere Rockstroh, al trabajo de tesis titulado **Diseño y Construcción de una Celda de Calibración para Temperatura**, presentado por el estudiante universitario **Rafael Eduardo Bances Recinos**, procede a la autorización para la impresión del mismo.

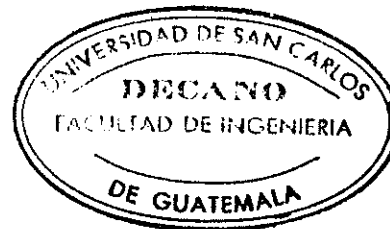
IMPRIMASE

ING. JULIO ISMAEL GONZALEZ PODSZUECK

DECANO

Guatemala, junio de 1,996.

/behdei.



DEDICATORIA

A DIOS

“al único sabio Dios, sea la gloria mediante
Jesucristo, para siempre. Amén”

Romanos 16:27

A MIS PADRES

Luis Felipe Bances
Amparo Recinos
Bertha de Samayoa

A MIS HERMANOS

Jorge Mario y Luis Felipe

AGRADECIMIENTOS

Al Ing. Noel Prado por su valiosa asesoría.

Al Lic. Luis Cifuentes director del Instituto Centro Americano de Investigación y Tecnología Industrial por permitirme desarrollar el presente trabajo en dicho instituto.

A la Iglesia Evangelica Presbiteriana Peniel, en especial a Alvaro Ruíz por su apoyo espiritual.

A Lorena Escobar por su incondicional apoyo.

Al pueblo de Guatemala por hacer posible la realización de mis estudios.

ÍNDICE GENERAL

II	ÍNDICE DE GRÁFICAS	
III	ÍNDICE DE TABLAS	
IV	GLOSARIO DE TÉRMINOS TÉCNICOS	
V	INTRODUCCIÓN	
1.	BASE TEÓRICA.	
1.1	Antecedentes	01
1.2	Definiciones	01
1.2.1	Normas nacionales	02
1.2.2	Normas centroamericanas.	03
1.2.3	Escala internacional de temperatura.	03
1.3	Transferencia de calor.	06
1.3.1	Propiedades termodinámicas del agua.	17
1.3.2	Estabilidad del punto triple del agua.	18
2.	DESARROLLO Y CONSTRUCCION DE LA CELDA.	22
2.1	Descripción de la celda del punto triple	24
2.2	Esquema de construcción.	24
2.3	Procesos de construcción.	25
2.4	Aislamiento térmico.	28
2.4.1	Materiales aislantes.	40
2.4.2	Pruebas.	40
2.5	Métodos de congelamiento.	40
3.	PRUEBAS Y ENSAYOS.	40
3.1	Pruebas en diversos materiales.	46
3.1.1	Plástico.	46
3.1.2	Vidrio.	47
3.1.3	Metal.	48
3.2	Curvas de congelamiento.	49
3.3	Reproducibilidad de la medición.	49
4.	RESULTADOS	61
4.1	Exactitud en las mediciones.	79
4.2	Variaciones estadísticas.	79
4.3	Efectos de los materiales.	81
5.	APLICACIONES.	83
5.1	Rango de temperatura en la industria.	85
5.2	Calibración de termómetros patrón o normales.	85
5.3	Calibración de termómetros de trabajo.	85
5.4	Métodos de calibración.	87
5.4.1	Equipo auxiliar.	89
5.4.2	Tolerancia según la medición a efectuar.	93
		98
VI	CONCLUSIONES.	
VIII	RECOMENDACIONES.	
IX	REFERENCIAS.	
X	BIBLIOGRAFIA.	
	APÉNDICES	
A.	Resumen de la guía para la expresión de la incertidumbre.	
B.	Procedimiento general para la determinación de incertidumbres.	
C.	Ejemplo de certificado de verificación de termómetros.	

INDICE DE GRÁFICAS

Gráfica	Pag.
1. Comportamiento anómalo del agua	19
2. Variación del calor específico del agua.	20
3. Gráfica temperatura-tiempo del agua	20
4. Diagrama de fases del agua.	21
5. Diagrama Presión-temperatura del agua	22
6. Esquema de la celda de vidrio.	25
7. Esquema de la celda de plástico	26
8. Esquema de la celda de aluminio	27
9. Aparato para la construcción de celda del punto triple	29
10. Gráfica Presión de vapor-temperatura del agua	33
11. Celda de fabricación mexicana	34
12. Aparato de llenado de celda mexicana	34
13. Celda de plástico	36
14. Celda de metal	37
15. Celda de vidrio	38
16. Aparato para llenar celdas ICAITI	39
17. Recipiente Dewar	42
18. Hielo seco	43
19. Esquema de punto crioscópico	44
20. Baño para bajas temperaturas	45
21. Gráfico de congelamiento 1era medición	50
22. Gráfico de congelamiento celda de plástico	54
23. Gráfico de congelamiento celda de vidrio	57
24. Gráfico de congelamiento celda de aluminio	60
25. Gráfico de congelamiento 2da medición	64
26. Gráfico de congelamiento celda de plástico	66
27. Gráfico de congelamiento celda de vidrio	69
28. Gráfico de congelamiento celda de aluminio	72
29. Gráfico de congelamiento celda alemana	75
30. Baño líquido	94
31. Horno de bloques metálicos	96
32. Horno para estabilización	97

INDICE DE TABLAS.

Tabla	Pag.
I. Características físicas del agua potable	4
II. Substancias químicas en el agua potable	4
III. Temperatura promedio y límites de fluoruro.	5
IV. Relación de cloro y sus límites.	6
V. Puntos fijos de la EIT.	8
VI. Efecto de la presión sobre la temperatura en algunos puntos fijos.	9
VII. Presión de vapor de saturación del Helio.	10
VIII. Valores de constantes para termómetros de resistencia de platino.	12
IX. Coeficientes de dilatación térmica.	18
X. Calores de fusión y vaporización del agua.	21
XI. Comparación celda plástica y alemana.	47
XII. Comparación celda de vidrio y alemana.	48
XIII. Comparación celda de metal y alemana.	49
XIV. Comparación celda plástica y alemana.	61
XV. Comparación celda de vidrio y alemana.	62
XVI. Comparación celda de metal y alemana.	63
XVII. Rangos y valores mínimos admisibles de escala.	86
XVIII. Máximo ritmo admisible con la temperatura de ensayo.	88
XIX. Diferencia máxima admisible con la temperatura de ensayo.	89
XX. Incertidumbre de la medida.	105

GLOSARIO DE TÉRMINOS TÉCNICOS

Calibración: conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones específicas, la relación entre los valores de una magnitud, indicados por un instrumento o sistema de medición, o los valores representados por una medida materializada y los valores correspondientes de la magnitud, realizados por los patrones.

Densidad: se define como la masa dividida entre el volumen.

Dilatación: aumento de dimensiones de un cuerpo debido a un aumento de temperatura.

Fusión: cambio de estado de sólido a líquido.

Incertidumbre: parámetro asociado al resultado de una medición que caracteriza la dispersión de los valores que podrían ser razonablemente, atribuidos al mensurando.

Isótopos: átomos que tienen diferente masa atómica o número de masa, pero, el mismo número atómico.

Manto de hielo: capa de hielo.

Ohm: unidad de medida del Sistema internacional para la resistencia eléctrica.

Presión: fuerza entre área.

Polímeros: materiales formados por cadenas de meros.

Pozo termométrico: agujero en la celda donde se introduce el termómetro.

Punto crioscópico: punto de congelación o punto cero.

Punto triple: punto en el cual coexisten los tres estados: sólido, líquido y gaseoso.

INTRODUCCIÓN

Debido a la precisión que requiere la industria y los avances en las diferentes áreas, sucede que también en temperaturas se requiere, cada vez, más exactitud y precisión por encima de los instrumentos que se están utilizando para tener puntos de referencia estables a lo largo del tiempo, confiables y fáciles de manejar.

Así como existe un punto electrónico cero, es decir un aparato que simula, electrónicamente, los cero grados centígrados para facilitar las calibraciones, asimismo se hace necesario en laboratorios de control de calidad de las diferentes industrias una referencia no sólo fácil de manipular como es el punto electrónico sino que, además, tenga la exactitud de, por lo menos, 3 veces más la de este punto electrónico.

En el área de temperatura se tiene la enorme ventaja de que los patrones primarios que conforman la escala ITS-90 son, por definición, constantes, fundamentales puntos que pueden ser reproducidos en cualquier parte del mundo constituyendo patrones primarios de alta exactitud y, totalmente, independientes.

Es por eso que la documentación de los pasos para fabricar la celda del punto triple y de las posibilidades en cuanto a materiales y procesos de llenado de la celda, representan un paso importante para hacer más asequibles, fáciles de construir y por ende, de menor costo, celdas del punto triple utilizables en laboratorios que por su operación requieran precisiones en el rango de las décimas de grado (100 mK) para lo cual, evidentemente, la referencia, es decir, la celda en este caso, proporcione valores conocidos en el rango de los 10 mK e incertidumbres tan pequeñas como ± 1 mK.

En el presente trabajo se presenta en una forma ordenada, el diseño y la fabricación de celdas del punto triple, con diferentes materiales así como los resultados experimentales de dichas celdas. Se pretende que éste sea el inicio del establecimiento de patrones centroamericanos de primer orden en el área de temperatura. Al final se presentan algunas aplicaciones de las celdas del punto triple, así como calibraciones de termómetros.

CAPÍTULO I BASE TEORICA

1.1 Antecedentes.

La falta de patrones de alta precisión a nivel centroamericano, es uno de los problemas con que ha tropezado el desarrollo industrial en los países del área, ya que éstos, no son utilizados para la calibración de los instrumentos de medida. Esto da como resultado, la falta de homogeneidad en la producción de cada país y a nivel regional, dificultando la transferencia de tecnología, así como los problemas causados en el intercambio comercial.

El Instituto Centroamericano de Investigación y Tecnología Industrial (ICAITI) desde 1,979 gestionó ante el gobierno de Alemania su cooperación para el desarrollo de un proyecto de metrología a nivel centroamericano, siendo hasta el año de 1,990 cuando se logró suscribir un convenio de cooperación entre el gobierno alemán por medio del Instituto Federal de Física y Metrología de Alemania y el ICAITI.

El proyecto consistió, básicamente, en la capacitación de personal del ICAITI y la instalación de laboratorios de metrología a nivel regional en la sede del Instituto; los laboratorios, provistos de equipo y patrones primarios, asimismo, secundarios para la calibración de instrumentos de medición.

Dentro del proyecto se contempló la donación por parte de Alemania de patrones primarios y secundarios calibrados, de masa, volumen, dimensional, **temperatura**, presión, electricidad, viscosidad y densidad.¹

Por su parte, Guatemala, a nivel gubernamental, cuenta con una comisión específica para la normalización, llamada Comisión Guatemalteca de Normas, creada el 5 de mayo de 1,962, está adscrita al Ministerio de Economía y tiene como objetivos, entre otros, "dirigir, coordinar y unificar las actividades y las políticas del país en materia de fijación de normas. Así como verificar el cumplimiento de las normas vigentes."²

Las actividades que realiza COGUANOR, en metrología son en las áreas de longitud, masa y volumen, éstas se iniciaron en 1,986 y tiene como objetivos principales la difusión del SI, promover la enseñanza de dicho sistema y promover los principios de metrología, fijar normas y procedimientos para el uso de los patrones secundarios y equipos auxiliares para la calibración de instrumentos de longitud, masa y volumen.

COGUANOR cuenta con laboratorios y patrones para la calibración de termómetros, aunque, no ofrece tal servicio.

¹"FOMENTO DE LA METROLOGIA, NORMALIZACION, Y ENSAYO EN EL ICAITI" Guatemala, Octubre de 1,993, ICAITI.

²"Catálogo de normas", COGUANOR, Ministerio de Economía.

1.2 Definiciones.

Magnitud (medible): atributo de un fenómeno, cuerpo o sustancia que puede ser distinguido, cualitativamente, y ,determinado, cuantitativamente.

Unidad (de medida): magnitud particular, definida y adoptada por convención, con la cual se comparan las otras magnitudes de la misma naturaleza para expresar, cuantitativamente, su relación con esta magnitud.

Valor (de una magnitud): expresión cuantitativa de una magnitud particular, expresada, generalmente, en la forma de una unidad de medición multiplicada por un número.

Valor verdadero (de una magnitud): valor consistente con la definición de una determinada magnitud particular.

Medición: conjunto de operaciones que tiene por objeto determinar el valor de una magnitud.

Método de medición: secuencia lógica de operaciones, descrita de manera genérica, utilizada en la ejecución de las mediciones.

Exactitud de medición: proximidad de concordancia entre el resultado de una medición y un valor verdadero del mensurando.

Repetibilidad: proximidad de concordancia entre los resultados de mediciones sucesivas del mismo mensurando, realizadas bajo las mismas condiciones de medición.

Incertidumbre de medición: parámetro, asociado al resultado de una medición, que caracteriza la dispersión de los valores que podrían ser, razonablemente, atribuidos al mensurando.

Calibración: conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones específicas, la relación entre los valores de una magnitud, indicados por un instrumento o sistema de medición o los valores representados por una medida materializada y los valores correspondientes de la magnitud, realizados por los patrones.

Patrón (de medición): medida materializada, instrumento de medición, material de referencia o sistema de medición destinado a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad o uno o más valores de una magnitud para utilizarse como referencia.

Trazabilidad: propiedad del resultado de una medición o del valor de un patrón por la cual pueda ser relacionado a referencias determinadas, generalmente, patrones nacionales o internacionales por medio de una cadena ininterrumpida de comparaciones, teniendo todas, incertidumbres determinadas.

Destilación. Proceso en que el agua fluye gota a gota y cuyo ejemplo más característico es la formación de las estalactitas y estalagmitas.

Agua químicamente pura.

Teóricamente, puede obtenerse por síntesis, quemando hidrógeno en el oxígeno. Prácticamente, se prepara destilando las aguas naturales, que son disoluciones acuosas de sustancias sólidas, líquidas y gaseosas. Dicha destilación puede repetirse varias veces y se efectúa en recipiente de paredes, especialmente, inertes (cobre estañado, platino, vidrio de cuarzo) un método adecuado para verificar la pureza del agua consiste en medir su conductibilidad, de valor despreciable en el agua químicamente pura.³

1.2.1 Normas nacionales.

La entidad encargada de emitir normas en Guatemala es la Comisión guatemalteca de normas, hasta la fecha ha publicado 610 normas de las cuales 566 son de cumplimiento obligatorio y 44 de carácter recomendado. Dichas normas incluyen, entre otras, especificaciones técnicas, métodos de ensayo y muestreo en los campos de alimentos, medicamentos, plaguicidas, jabones y detergentes, materiales de construcción.

La norma nacional referente al agua potable, corresponde a la norma centroamericana, que se presenta a continuación.

1.2.2 Normas centroamericanas.⁴

La entidad encargada de emitir normas a nivel centroamericano es el ICAITI, el cual recomienda a los países del área la adopción de dichas normas, para que en Centroamérica exista homogeneidad en dicho campo.

A continuación se presenta la norma referente al agua potable.

Definiciones

Agua potable.

Es aquella que por sus características de calidad especificadas en esta norma, es adecuada para el consumo humano.

Límite máximo aceptable (LMA)

Es el valor de la concentración de cualquier característica de calidad del agua, arriba del cual el agua pasa a ser rechazable por los consumidores desde el punto sensorial pero sin que implique un daño a la salud del consumidor.

³ Tomado de "Enciclopedia de la Técnica y de la Mecánica" Tomo I. Editorial Nauta España 1970.

⁴ "Norma Centroamericana, agua potable" ICAITI 29 001, octubre, 1,985.

Límite máximo permisible (LMP)

Es el valor de la concentración de cualquier característica de calidad del agua, arriba del cual, el agua no es adecuada al consumo humano.

Características y especificaciones físicas y químicas.

El agua potable debe tener las siguientes características de calidad.

CUADRO I
Características físicas
límite máximo aceptable y límite máximo permisible
que debe tener el agua potable.

Características	LMA	LMP
Color	5.0 unidades (1)	50.0 U. (1)
Olor	No rechazable	No rechazable
PH (2)	7.0 a 8.5	6.5 a 9.2
Residuos totales	500.0 mg/l	1500.00 mg/l
Temperatura	18.0°C a 30.0°C	no mayor de 34 °C
Turbiedad	5.0 Utn o Utj	25.0 Utn o Utj

(1) Unidad de color en la escala Platino-cobalto.

(2) Potencial de hidrógeno en unidades de pH.

Conductividad eléctrica

El agua potable deberá tener una conductividad eléctrica de 50 a 1500 mOhm/cm a 25 °C.

Características químicas del agua potable.

Son aquellas que afectan la potabilidad del agua y que se indican en el cuadro 2.

Cuadro II
Substancias químicas con sus
correspondientes límites máximos aceptables
y límites máximos permisibles.

Substancia química	Límites máximos aceptables mg/l	Límites máximos permisibles mg/l
Detergentes aniónicos	0.200	1.000
Aluminio (Al)	0.050	0.100
Bario (Ba)	-----	1.000
Boro (B)	-----	1.000
Calcio (Ca)	75.000	200.000
Cinc (Zn)	5.000	15.000
Cloruro (Cl)	200.000	600.000
Cobre (Cu)	0.050	1.500
Dureza total (CaCo ³)	100.000	500.000

Fluoruro (F ⁻), (l)	-----	1.700
Hierro total (Fe)	0.100	1.000
Magnesio (Mg)	50.000	150.000
Manganeso (Mn)	0.050	0.500
Níquel (Ni)	0.010	0.020
Substancias fenólicas	0.001	0.002
Sulfato (SO ⁴⁻)	200.000	400.000

Agua fluorada.

Cuando al agua potable se le han adicionado compuestos derivados del flúor, debe haber una relación entre los límites de la concentración del ion fluoruro en función del promedio anual de las máximas temperaturas diarias del aire.

Cuadro III
Promedio de temperaturas y límites
recomendados para la concentración de fluoruro.

Promedio de temp. máximas diarias en grados Celsius (°C) (1)	Límites recomendados para la concentración del ion fluoruro en mg/l		
	Mínimo	Óptimo	Máximo
10.1 a 12	0.9	1.2	1.7
12.1 a 14.6	0.8	1.1	1.5
14.7 a 17.7	0.8	1.0	1.3
17.8 a 21.4	0.7	0.9	1.2
21.5 a 26.3	0.7	0.8	1.0
26.4 a 32.5	0.6	0.7	0.8

(1) Los promedios de temperatura deben obtenerse en base a datos correspondientes a un mínimo de 5 años.

Agua clorada.

La cloración de los abastecimientos públicos de agua representa el proceso más importante usado en la obtención de agua de calidad sanitaria adecuada, "potable".

La desinfección por cloro y sus derivados significa una disminución de bacterias y virus hasta una concentración inocua, por lo que en el cuadro IV se hace referencia a los límites adecuados de concentración de cloro libre residual que es aquella porción del cloro residual total que sea "libre" y que sirve como medida de la capacidad para oxidar la materia orgánica.

CUADRO IV
 Relación entre cloro residual libre
 y sus respectivos límites máximos aceptables
 y límites máximos permisibles.

Substancia	LMA	LMP
Cloro residual	0.3 a 0.5 mg/l	0.6 a 1.0 mg/l

1.2.3 Escala Internacional de Temperatura.

Escala Internacional de Temperatura de 1,990 (EIT-90)⁵

La Escala Internacional de Temperatura de 1,990 ha sido adoptada por el Comité Internacional de Pesas y Medidas en su sesión de 1,989, de acuerdo con la invitación formulada en 1,987 por la 18a Conferencia General de Pesas y Medidas (resolución 7). Esta escala reemplaza a la Escala Práctica Internacional de Temperatura de 1,968 (Edición corregida de 1,975) y a la Escala Provisional de Temperatura de 1,976 entre 0,5 K y 30 K.

Unidades de temperatura.

La unidad básica de la magnitud física temperatura termodinámica, símbolo T, es el kelvin, símbolo K, definido como la fracción 1/273,16 de la temperatura termodinámica del punto triple del agua.

Teniendo en cuenta la forma en que se han venido definiendo anteriormente las escalas de temperatura, es práctica corriente la expresión de una temperatura por su diferencia a 273,15 (punto de fusión del hielo) una temperatura termodinámica T, expresada de esta manera, se denomina temperatura Celsius, símbolo t, definida por:

$$\text{Temperatura Celsius} = \text{Temperatura termodinámica} - 273.15 \quad (1)$$

La unidad de temperatura Celsius es el grado Celsius, símbolo °C, que es, por definición, igual en magnitud al kelvin. La diferencia de temperatura se puede expresar en kelvin o en grados Celsius.

La Escala Internacional de Temperatura de 1,990 (EIT-90) define, a la vez, la Temperatura Kelvin Internacional, símbolo T₉₀, y la t Temperatura Celsius Internacional, símbolo t₉₀. La relación entre T₉₀ y t₉₀ es la misma que existe entre T y t, es decir:

$$t_{90}/^{\circ}\text{C} = T_{90}/\text{K} - 273,15 \quad (2)$$

La unidad de la magnitud física T₉₀ es el kelvin, símbolo K y la de la magnitud física t₉₀, es el grado Celsius, símbolo °C; son las mismas unidades que para la temperatura termodinámica T y para la temperatura Celsius t.

⁵ Tomado de "Escala Internacional de Temperatura de 1,990 (EIT-90), Centro español de metrología MOPU, Dic. 1,990.

Principios de la Escala Internacional de Temperatura de 1,990

La EIT-90 se extiende desde 0,65 K hasta la temperatura más elevada que sea posible medir, a partir de la ley de Planck para una radiación monocromática.

La EIT-90 comprende rangos y sub rangos de temperatura y, en cada uno de ellos, existe una definición de T_{90} . Varios de estos rangos o sub-rangos se traslapan y, en los intervalos de traslapamiento, coexisten definiciones distintas: estas definiciones son equivalentes y ninguna es preponderante. En las medidas de mayor precisión, pueden aparecer diferencias numéricas perceptibles entre medidas hechas a la misma temperatura pero siguiendo definiciones distintas dentro la EIT-90. Análogamente, con la misma definición, a una temperatura distinta de la de un punto fijo de definición, dos instrumentos de interpolación aceptables (termómetros de resistencia, por ejemplo) pueden dar valores numéricos de T_{90} que difieran de manera perceptible. Prácticamente, en todos los casos, estas diferencias son despreciables y representan el umbral compatible con una escala de complejidad razonable; para más amplia información sobre este punto ver "Supplementary Information for the ITS-90" (BIPM-1990).

La EIT-90 ha sido concebida de tal manera que, en toda su extensión y para toda temperatura, T_{90} sea numéricamente tan próxima como sea posible a T siguiendo las mejores estimaciones efectuadas en el momento de adopción de la escala, en comparación con las medidas directas de la temperatura termodinámica. Las medidas de T_{90} son fáciles de lograr, precisas y muy reproducibles.

Definición de la Escala Internacional de Temperatura de 1,990

Entre 0,65 y 5,0 K, la temperatura T_{90} se define por medio de las relaciones entre la presión de vapor de saturación y la temperatura del ^3He y del ^4He .

Entre 3,0 K y el punto triple del neón (24,5561 K) la temperatura T_{90} se define mediante el termómetro de gas de helio calibrado a tres temperaturas realizables experimentalmente y que tienen valores numéricos asignados (puntos fijos de definición) utilizando fórmulas de interpolación especificadas.

Entre el punto triple del hidrógeno en equilibrio (13,8033 K) y el punto de solidificación de la plata (1234,93 K) la temperatura T_{90} se define, mediante un termómetro de resistencia de platino calibrado en series especificadas de puntos fijos de definición y utilizando fórmulas de interpolación especificadas.

Los puntos fijos de definición de la EIT-90 se dan en la tabla No. V

TABLA V
Escala EIT-90

No.	Temperatura		Substancia	Estado	Wr(T ₉₀)
	T ₉₀ /K	t ₉₀ /°C			
1	de 3 a 5	de -270.15 a -268.15	He	V	
2	13.8033	-259.3467	e-H ₂	T	0.00119007
3	≈ 17	≈ -256.15	e-H ₂ (oHe)	V (G)	
4	≈ 20.3	≈ -252.85	e-H ₂ (oHe)	V (G)	
5	24.5561	-248.5939	Ne	T	0.00844974
6	54.3584	-218.7916	O ₂	T	0.09171804
7	83.8058	-189.3442	Ar	T	0.21585975
8	234.3156	-38.8344	Hg	T	0.84414211
9	273.1600	0.01	H₂O	T	1.00000000
10	302.9146	29.7646	Ga	F	1.11813889
11	429.7485	156.5985	In	S	1.60980185
12	505.0780	231.9280	Sn	S	1.89279768
13	692.6770	419.5270	Zn	S	2.56891730
14	933.4730	660.3200	Al	S	3.37600860
15	1,234.9300	961.7800	Ag	S	4.28642053
16	1,337.3700	1,064.1800	Au	S	
17	1,357.7700	1,084.6200	Cu	S	

a) -composición isotópica natural con excepción del ³He;

-e-H₂ : hidrógeno con la composición de equilibrio de las variedades moleculares ortho y para.

b) -Para las definiciones completas y los consejos de realización, ver "Supplementary Information for the ITS -90";

- V: presión de vapor de saturación;

- T: punto triple (temperatura de equilibrio entre las fases sólido, líquido y vapor);

- G: termómetro de gas;

- S, F: punto de solidificación, punto de fusión (temperatura de equilibrio, a la presión de 101,325 Pa, entre las fases sólido y líquido).

Por encima del punto de solidificación de la plata (961,78 °C), la temperatura T₉₀ se define, a partir de un punto fijo de definición y la ley de radiación de Planck.

En la realización práctica de los puntos fijos, los efectos de la presión sobre la temperatura debidos a la profundidad de inmersión del termómetro u otras causas, se dan para la mayoría de estos puntos en la tabla VI.

TABLA VI
Efecto de la presión sobre la temperatura de algunos puntos
fijos de definición*

Substancia	Valor atribuido a la temperatura de equilibrio T_{90}/K	Variación de la temperatura con la presión p y la profundidad de inmersión.	
		(**) $(dT/dp)/(10^{-8}K \cdot m^{-1})$	(***) $(dT/dh)/(10^{-3} \cdot m^{-1})$
eH ₂ (t)	13.8033	34.0	0.25
Ne (t)	24.5561	16.0	1.90
O ₂ (t)	54.3584	12.0	1.50
Ar (t)	83.8058	25.0	3.30
Hg (t)	234.3156	5.4	7.10
H ₂ O (t)	273.1600	-7.5	-0.73
Ga	302.9146	-2.0	-1.20
In	429.7485	4.9	3.30
Sn	505.0780	3.3	2.20
Zn	692.6770	4.3	2.70
Al	933.4730	7.0	1.60
Ag	1 234.9300	6.0	5.40
Au	1 337.3300	6.1	10.00
Cu	1 357.7700	3.3	2.60

* La presión de referencia para los puntos de fusión o de solidificación es la presión atmosférica normal ($p_0 = 101,325 \text{ Pa}$)

En el caso de los puntos triples (T) el efecto de la presión es consecuencia únicamente de la presión hidrostática de la columna de líquido.

** Equivalente a milikelvin por atmósfera.

*** Equivalente a milikelvin por metro de líquido.

De 0,65 K a 5,0 K: las ecuaciones que relacionan la presión de vapor de saturación y la temperatura del helio.

En este rango, la temperatura T_{90} se define en función de la presión de vapor de saturación p del ³He o del ⁴He por ecuaciones de la forma:

$$T_{90}/K = A_0 + \sum_{i=1}^9 A_i [\ln(p/\text{Pa}) - B]/C]^i \quad (3)$$

Los valores de las constantes A_0 , A_i , B y C se dan en la tabla VII en el rango de 0,65 K a 3,2 K para ³He, en los rangos de 1,25 K a 2,1768 K y de 2,1768 K a 5,0 K para ⁴He.

TABLA VII
Presión de vapor de saturación del helio.
valores de las constantes de las ecuaciones (3) según el
rango de temperatura.

	³ He de 0.65 a 3.2 K	⁴ He de 1.25 a 2.1768 K	⁴ He de 2.1768 a 5.0 K
A ₀	1.053447	1.392408	3.146631
A ₁	0.980106	0.527153	1.357655
A ₂	0.676380	0.166756	0.413923
A ₃	0.372692	0.050988	0.091159
A ₄	0.151656	0.026514	0.016349
A ₅	-0.002263	0.001975	0.001826
A ₆	0.006596	-0.017976	-0.004325
A ₇	0.088966	0.005409	-0.004973
A ₈	-0.004770	0.013259	0.000000
A ₉	-0.054943	0.000000	0.000000
B	7.3	5.600000	10.300000
C	4.3	2.900000	1.900000

De 3,0 K al punto triple del neón (24,5561 K): el termómetro de gas

En este rango, la temperatura T_{90} se define mediante un termómetro de gas de ³He ó de ⁴He, del tipo de volumen constante, calibrado en tres temperaturas: la del punto triple del neón (24,5561 K) la del punto triple del hidrógeno en equilibrio (13,8033 K) y una temperatura comprendida entre 3,0 K y 5,0 K: esta última se determina con un termómetro de presión de vapor de saturación de ³He o de ⁴He, como el especificado en el párrafo anterior.

De 4,2 K al punto triple del neón (24,5561 K) con ⁴He como gas termométrico.

En este rango, la temperatura T_{90} se define por la ecuación:

$$T_{90} = a + bp + cp^2 \quad (4)$$

donde p es la presión en el termómetro; y a , b y c son coeficientes cuyo valor numérico se obtiene por medidas realizadas en los tres puntos fijos de definición indicados en el párrafo anterior; pero, con una restricción: que la temperatura del punto más bajo esté comprendida entre 4,2 y 5,0 K.

De 3,0 K al punto triple del neón (24,5561 K) con ³He como gas termométrico.

Para el termómetro de gas de ³He y para el termómetro de gas de ⁴He utilizado por debajo de 4,2 K, es preciso tener en cuenta, explícitamente, el hecho de que no se trata de un gas perfecto y utilizar el segundo coeficiente del virial apropiado $B_3(T_{90})$ o $B_4(T_{90})$. En este rango la temperatura T_{90} se define por la ecuación:

$$T_{90} = \frac{a + bp + cp^2}{1 + B_x(T_{90})N/V} \quad (5)$$

donde: p es la presión en el termómetro;

a, b, y c son coeficientes cuyo valor numérico se obtiene por medidas realizadas en los tres puntos fijos de definición indicados anteriormente.

N/V es la cantidad de sustancia por unidad de volumen del gas, siendo N la cantidad del gas contenido en el depósito del termómetro de volumen V;

$B_x(T_{90})$, con x igual a 3 ó 4 según el isótopo considerado, es el segundo coeficiente del virial, cuyos valores vienen dados por las ecuaciones:

Para ^3He ,

$$B_3(T_{90})/\text{m}^3 \text{ mol}^{-1} = [16,69 - 336,98 (T_{90}/\text{K})^{-1} + 91,04(T_{90}/\text{K})^{-2} - 13,82 (T_{90}/\text{K})^{-3}] \cdot 10^{-6} \quad (6a)$$

Para ^4He ,

$$B_4(T_{90})/\text{m}^3 \text{ mol}^{-1} = [16,708 - 374,05 (T_{90}/\text{K})^{-1} - 383,53 (T_{90}/\text{K})^{-2} + 1799,2 (T_{90}/\text{K})^{-3} - 4033,2 (T_{90}/\text{K})^{-4} + 3252,8 (T_{90}/\text{K})^{-5}] \cdot 10^{-6} \quad (6b)$$

La exactitud con la que puede realizarse la EIT-90, sirviéndose de las ecuaciones (4) ó (5) depende de la concepción del termómetro y de la cantidad de sustancia por unidad de volumen del gas considerado. Los criterios de concepción y las precauciones de utilización necesarias para obtener una exactitud determinada se dan en "Supplementary Information for the ITS-90".

Del punto triple del hidrógeno en equilibrio (13.8033 K) al punto de solidificación de la plata (1234.93 K): el termómetro de resistencia de platino.

En este rango, la temperatura T_{90} se define por medio del termómetro de resistencia de platino, calibrado en diferentes series especificadas de puntos fijos de definición, utilizando funciones de referencia y funciones de desviación especificadas, para interpolar en las temperaturas intermedias.

Ningún modelo de termómetro de resistencia de platino puede asegurar una exactitud elevada, ni puede ser utilizado, sobre todo, el rango que va desde 13.8033 K hasta 1234.93 K. La elección de uno o de varios rangos de temperatura, entre los enumerados posteriormente, está normalmente limitada por el tipo de construcción del termómetro.

Para los detalles y las precauciones de utilización relativas a los termómetros: tipos disponibles, rangos de utilización posibles, exactitudes probables, resistencia de aislamiento admisible, valores de la resistencia, tratamiento térmico, etc.. En particular, es importante respetar los tratamientos térmicos apropiados, que se deben aplicar cada vez que un termómetro de resistencia de platino se someta a temperaturas superiores a, aproximadamente, 693.15 K.

Las temperaturas se determinan en función de la relación $W(T_{90})$ entre la resistencia $R(T_{90})$ del termómetro a la temperatura T_{90} y su resistencia $R(273.16\text{ K})$ en el punto triple del agua o sea:

$$W(T_{90}) = R(T_{90})/R(273.16\text{ K}) \quad (7)$$

Un buen termómetro de resistencia de platino debe estar hecho de platino puro, exento de cualquier tensión y debe satisfacer, al menos, una de las dos ecuaciones siguientes:

$$W(29,7646\text{ °C}) \geq 1.118\,07 \quad (8a)$$

$$W(-38,8344\text{ °C}) \leq 0.844235 \quad (8b)$$

Para ser utilizado hasta el punto de solidificación de la plata, debe también satisfacer la ecuación:

$$W(961,78\text{ °C}) \geq 4.2844 \quad (8c)$$

En cada uno de los rangos enumerados a continuación, la temperatura T_{90} se obtiene a partir de $W_r(T_{90})$ utilizando para ello la función de referencia dada por las ecuaciones (9b) o (10b) según el caso y, por la de desviación, se conoce directamente a partir de la calibración del termómetro; en las temperaturas intermedias, se obtiene por medio de la función de desviación apropiada. Ecuaciones (12), (13), ó (14).

(a) En el rango que va desde 13.8033 K hasta 273.16 K, la función de referencia está dada por:

$$\ln [W_r(T_{90})] = A_0 + \sum_{i=1}^{12} \frac{A_i [\ln(T_{90}/273,16) + 1,5]^i}{1,5} \quad (9a)$$

La función inversa equivalente a la (9a) dentro de 0.1 mK, es:

$$T_{90}/273,16\text{ K} = B_0 + \sum_{i=1}^{15} \frac{B_i [W_r(T_{90})/1,6 - 0,65]^i}{[0,35]^i} \quad (9b)$$

Los valores de las constantes A , A_i , B_0 y B_i se dan en la tabla VIII.

TABLA VIII
Termómetro de resistencia de platino.
Valores de las constantes A_0 , A_i , B_0 , B_i , C_0 , C_i , D_0 y D_i
de las funciones de referencia (9a), (9b), (10a) y (10b).

A_0	- 2.135 347 29	B_0	0.183 324 722
A_1	3.183 247 20	B_1	0.240 975 303
A_2	- 1.801 435 97	B_2	0.209 108 771
A_3	0.717 272 04	B_3	0.190 439 972
A_4	0.503 440 27	B_4	0.142 638 498

A ₅	-0.618 993 95	B ₅	0.077 993 465
A ₆	-0.053 323 22	B ₆	0.012 475 611
A ₇	0.280 213 62	B ₇	-0.032 267 127
A ₈	0.107 152 24	B ₈	-0.075 291 522
A ₉	-0.293 028 65	B ₉	-0.056 470 670
A ₁₀	0.044 598 72	B ₁₀	0.076 201 285
A ₁₁	0.118 686 32	B ₁₁	0.123 893 204
A ₁₂	-0.052 481 34	B ₁₂	-0.029 201 193
		B ₁₃	-0.091 173 542
		B ₁₄	0.001 317 696
		B ₁₅	0.026 025 526
C ₀	2.781 572 54	D ₀	439.932 854 000
C ₁	1.646 509 16	D ₁	472.418 020 000
C ₂	-0.137 143 90	D ₂	37.684 494 000
C ₃	-0.006 497 67	D ₃	7.472 018 000
C ₄	-0.002 344 44	D ₄	2.920 828 000
C ₅	0.005 118 68	D ₅	0.005 184 000
C ₆	0.001 879 82	D ₆	-0.963 864 000
C ₇	-0.002 044 72	D ₇	-0.118 732 000
C ₈	-0.000 461 22	D ₈	0.191 203 000
C ₉	0.000 457 24	D ₉	0.049 025 000

Un termómetro puede calibrarse para trabajar en todo este rango, o utilizando, progresivamente, un número menor de puntos fijos, en los sub-rangos que van desde 24.5561 K hasta 273.16 K desde 54.3584 K hasta 273.16 K o desde 83.8058 K hasta 273.16 K.

(b) En el rango, que va desde 0°C hasta 961.78 °C, la función de referencia está dada por:

$$W_r(T_{90}) = C_0 + \sum_{i=1}^9 C_i \frac{[T_{90}/K - 754,15]^i}{[481]^i} \quad (10a)$$

La función inversa, equivalente a la (10a) dentro de 0,13mK, es:

$$T_{90}/K - 273,15 = D_0 + \sum_{i=1}^9 D_i \frac{[W_r(T_{90}) - 2,64]^i}{[1,64]^i} \quad (10b)$$

Los valores constantes C₀, C_i, D₀ y D_i se dan en la tabla VIII.

Un termómetro puede calibrarse para trabajar en todo este rango o utilizando, progresivamente, un número menor de puntos fijos, en los sub-rangos que van desde 0 °C hasta 660.323 °C, desde 0 °C hasta 419.527 °C, desde 0°C hasta 231.928 °C, desde 0 °C hasta 29.7646 °C.

(c).- Un termómetro puede calibrarse para trabajar en el rango que va desde 234.3156 K (-38.8344 °C) la calibración se hace en los puntos fijos correspondientes a esas temperaturas y en el punto triple del agua. Para cubrir este rango, son necesarias las dos funciones de referencia dadas por (9) y (10).

Desde el punto triple del hidrógeno en equilibrio (13.8033 K) hasta el punto triple del agua (273.16 K)

El termómetro se calibra en los puntos triples: del hidrógeno en equilibrio (13.8033 K) del neón (24.5561 K) del oxígeno (54.3584 K) del argón (83.8050 K) del mercurio (234.3156 K) y del agua (273.16 K) así como en dos temperaturas próximas a 17.0 K y a 20.3 K. Estas últimas pueden determinarse de dos maneras diferentes : utilizando un termómetro de gas, en cuyo caso, las dos temperaturas deben estar comprendidas entre 16.9 K y 17.1 K y entre 20.2 K y 20.40 K, respectivamente; o, bien, utilizando la relación entre la presión de vapor de saturación y la temperatura del hidrógeno en equilibrio y, en este caso, las dos temperaturas deben estar comprendidas entre 17.025 K y 17.045 K y entre 20.26 K y 20.28 K, respectivamente, los valores precisos se determinan a partir de las ecuaciones (11a) y (11b):

$$T_{90}/K - 17.035 = (p/kPa - 33.3213)/13.32 \quad (11a)$$

$$T_{90}/K - 20.27 = (p/kPa - 101.292)/30 \quad (11b)$$

La función de desviación viene dada por:

$$W(T_{90}) - W_r(T_{90}) = a [W(T_{90}) - 1] + b[W(T_{90}) - 1]^2 + \sum_{i=1}^5 C_i [\ln W(T_{90})]^{i+n} \quad (12)$$

Los valores de los coeficientes a, b y c_i se obtienen de las medidas en los pts. fijos de definición, con $n=2$.

Desde el punto triple del neón (24.5561 K) hasta el punto triple del agua (273.16 K)

El termómetro se calibra en los puntos triples: del hidrógeno en equilibrio (13.8033 K) del neón (24.5561 K) del oxígeno (54.3584 K) del argón (83.8058 K) del mercurio (234.3156 K) y del agua (273.16 K)

La función de desviación viene dada por la ecuación (12) los valores de los coeficientes a, b, c_1 , c_2 y c_3 se obtienen de las medidas en los puntos fijos de definición, con $c_4 = c_5 = 0$ y $n = 0$.

Desde el punto triple del oxígeno (54.3584 K) hasta el punto triple del agua (273.16 K)

El termómetro se calibra en los puntos triples: del oxígeno (54.3584 K) del argón (83.8058 K) del mercurio (234.3156 K) y del agua (273.16 K)

La función de desviación viene dada por la ecuación (12) los valores de los coeficientes a, b y c_1 se obtienen de las medidas en los puntos fijos de definición, con $c_2 = c_3 = c_4 = c_5 = 0$ y $n = 1$.

Desde el punto triple del argón (83.8058 K) hasta el punto triple del agua (273.16 K)

El termómetro se calibra en los puntos triples: del argón (83.8058 K) del mercurio (234.3136 K) y del agua (273.16 K)

La función de desviación viene dada por:

$$W(T_{90}) - W_r(T_{90}) = a [W(T_{90}) - 1] + b [W(T_{90}) - 1] * \ln W(T_{90}) \quad (13)$$

Los valores de los coeficientes a y b se obtienen de las medidas en los puntos fijos de definición.

Desde 0 °C hasta el punto de solidificación de la plata (961.78 °C)

El termómetro se calibra: en el punto triple del agua (0.01 °C) y en los puntos de solidificación del estaño (231.928 °C) del cinc (419.527 °C) del aluminio (660.323 °C) y de la plata (961.78 °C)

La función de desviación está dada por:

$$W(T_{90}) - W_r(T_{90}) = a [W(T_{90}) - 1] + b [W(T_{90}) - 1]^2 + c [W(T_{90}) - 1]^3 + d [W(T_{90}) - W(660,323 \text{ °C})]^2. \quad (14)$$

Para las temperaturas por debajo del punto de solidificación del aluminio, $d = 0$ y los valores de los coeficientes a, b y c se obtienen de la medida de las desviaciones de $W_r(T_{90})$ en los puntos de solidificación del estaño, del cinc y del aluminio. Para las temperaturas superiores al punto de solidificación del aluminio, el valor se determina por la medida de la desviación respecto a $W_r(T_{90})$ en el punto de solidificación de la plata, conservando los valores anteriores de a, b y c.

Desde 0 °C hasta el punto de solidificación del aluminio (660.323 °C)

El termómetro se calibra: en el punto triple del agua (0.01 °C) y en los puntos de solidificación del estaño (231.928 °C) del cinc (419.527 °C) y del aluminio (660.323 °C)

La función de desviación viene dada por la ecuación (14) los valores de los coeficientes a, b y c se obtienen de las medidas en los puntos fijos de definición, con $d = 0$.

Desde 0 °C hasta el punto de solidificación del cinc (419.527 °C)

El termómetro se calibra: en el punto triple del agua (0.01 °C) y en los puntos de solidificación del estaño (231.928 °C) y del cinc (419.527 °C).

La función de desviación viene dada por la ecuación (14) los valores de los coeficientes a y b se obtienen de las medidas en los puntos fijos de definición, con $c = d = 0$.

Desde 0 °C hasta el punto de solidificación del estaño (231.928 °C)

El termómetro se calibra: en el punto triple del agua (0.01 °C) y en los puntos de solidificación del indio (156.5985 °C) y del estaño (231.928 °C)

La función de desviación viene dada por la ecuación (14) los valores de los coeficientes a y b se obtienen, de las medidas en los puntos fijos de definición, con $c = d = 0$.

Desde 0 °C hasta el punto de solidificación del indio (156.5985 °C).

El termómetro se calibra en el punto triple del agua (0.01 °C) y en el punto de solidificación del indio (156.5985 °C).

La función de desviación viene dada por la ecuación (14) en la que el valor del coeficiente a se obtiene de las medidas en los puntos fijos de definición, con $b = c = d = 0$.

Desde 0 °C hasta el punto de fusión del galio (29.7646 °C)

El termómetro se calibra en el punto triple del agua (0.01 °C) y en el punto de fusión del galio (29.7626 °C).

La función de desviación viene dada por la ecuación (14) en la que el valor del coeficiente a se obtiene de las medidas en los puntos fijos de definición, con $b = c = d = 0$.

Desde el punto triple del mercurio (-38.8344 °C) hasta el punto de fusión del galio (29.7646 °C)

El termómetro se calibra en los puntos triples del mercurio (-38.8344 °C) y del agua (0.01 °C) y en el punto de fusión del galio (29.7646 °C)

La función de desviación viene dada por la ecuación (14) los valores de los coeficientes a y b se obtienen de las medidas en los puntos fijos de definición, con $c = d = 0$.

Los valores de $W_r(T_{90})$ se obtienen de las ecuaciones (9a) y (10a) para las temperaturas inferiores o superiores a 273.16 K, respectivamente, o, de la tabla I.

Para temperaturas superiores al punto de solidificación de la plata (961.78 °C) la ley de radiación de Planck.

Para temperaturas superiores al punto de solidificación de la plata (961.78 °C) la temperatura T_{90} se define por la relación:

$$\frac{L(T_{90})}{L[T_{90}(X)]} = \frac{\exp(c_2 [T_{90}(X)]^{-1}) - 1}{\exp(c_2 (T_{90})^{-1}) - 1} \quad (15)$$

- $T_{90}(X)$ es la temperatura de cualquiera de los puntos de solidificación de la plata $T_{90}(Ag) = 1234.93$ K, del oro $T_{90}(Au) = 1337.33$ K, o del cobre $T_{90}(Cu) = 357.77$ K;

- $L(T_{90})$ y $L[T_{90}(X)]$ son las densidades espectrales de la luminancia energética del cuerpo negro a la longitud de onda (en el vacío) a T_{90} y a $T_{90}(X)$ respectivamente; $c_2 = 0.014388$ m \times K.

1.3 Transferencia de calor.

El calor es una forma de energía. Se conduce de un cuerpo a otro cuando existe una diferencia de temperatura entre ambos y lo transfiere el cuerpo que se encuentra a mayor temperatura al de menor.

La unidad utilizada, como en las demás formas de energía es en el SI, el joule que se define como "El trabajo que se produce cuando un punto sobre el que se aplica una fuerza de un newton, se desplaza una distancia de un metro en la dirección de la fuerza".⁶

Capacidad calorífica

Esta se define como la cantidad de calor que provoca un cambio de temperatura.

$$c = \frac{1 dQ}{m dT} \quad (16)$$

a esta cantidad se le conoce también como **calor específico**. Esta cantidad varía con el rango de temperatura y con la presión.

Formas de transferencia de calor

Conducción.

Es la forma de transferencia de calor, que se da por medio de un cuerpo conductor, entre dos temperaturas diferentes, es decir, "La conducción del calor sólo puede tener lugar en un cuerpo cuando las distintas partes del mismo están a temperaturas diferentes y la dirección del flujo calorífico es siempre de los puntos de mayor a los de menor temperatura".⁷

La ley de Fourier de la conducción de calor en una sola dirección es:

$$Q = \frac{-kA (dt)}{dx} \quad (17)$$

donde:

k = conductividad térmica.

A = área.

dt = diferencia de temperaturas.

dx = longitud del recorrido de calor.

⁶ Sistema Internacional de Unidades (SI) COGUANOR NGO 4 010 2da revisión, 1,986.

⁷ "Física Universitaria", Sears, Zemansky, Young. SITESA. México, Sexta Edición.

Q = ritmo de transferencia de calor.

Convección.

Esta se da por el movimiento de un fluido, el cual transfiere el calor de un lado a otro. Cuando el movimiento es producido por diferencia de densidades del material, se le llama **convección natural** y cuando el movimiento es provocado por algún elemento mecánico se le llama **convección forzada**.

La ecuación para la transferencia de calor por convección se conoce como ley de Newton del enfriamiento y está dada por:

$$Q = hA(dt) \quad (18)$$

donde:

A = área de transferencia de calor.

Q = flujo de transferencia de calor.

dt = diferencia de temperatura entre la superficie y el fluido fuera de la superficie.

h = coeficiente de transferencia de calor, coeficiente de película, conductancia convectiva térmica o factor de transferencia de calor de película.

Radiación.

Esta forma de transferencia de calor, se da por medio de las ondas electromagnéticas, que no necesitan de un medio transmisor.

La energía radiante depende de la superficie y su temperatura, el flujo de radiación por unidad de tiempo, es proporcional a la cuarta potencia de la temperatura absoluta.

1.3.1 Propiedades termodinámicas del agua.

Dilatación térmica.

Este es un efecto común causado por el cambio de temperatura. El coeficiente de dilatación térmica se define:

$$a = \frac{1}{l} \frac{dl}{dT} \quad (19)$$

este coeficiente representa el cambio fraccional de la longitud por cada cambio de un grado en la temperatura.

TABLA IX

Sustancia	α - (por °C)
Aluminio	$23 * 10^{-6}$
Latón	$19 * 10^{-6}$
Cobre	$17 * 10^{-6}$
Vidrio (ordinario)	$9 * 10^{-6}$
Vidrio (pyrex)	$3.2 * 10^{-6}$
Hielo	$51 * 10^{-6}$

Plomo	$29 * 10^{-6}$
Acero	$11 * 10^{-6}$

En el intervalo de 0°C a 100 °C, excepto para el hielo, que es desde -10 °C a 0 °C.

En las sustancias listadas, el cambio en el tamaño consiste en una dilatación al aumentar la temperatura, ya que α es positiva. El orden de la magnitud de dilatación es alrededor de 1 milímetro por metro de longitud en un intervalo de 100 grados Celsius.

El agua, en el intervalo de temperatura comprendido entre 0 °C y 4 °C disminuye de volumen con el aumento de la temperatura, comportamiento opuesto al de la mayor parte de sustancias. Es decir, entre 0 °C y 4 °C el coeficiente de dilatación del agua es negativo. La densidad máxima del agua se tiene, entonces, a 4 °C. También el agua se dilata al congelarse, en oposición a la mayoría de sustancias.

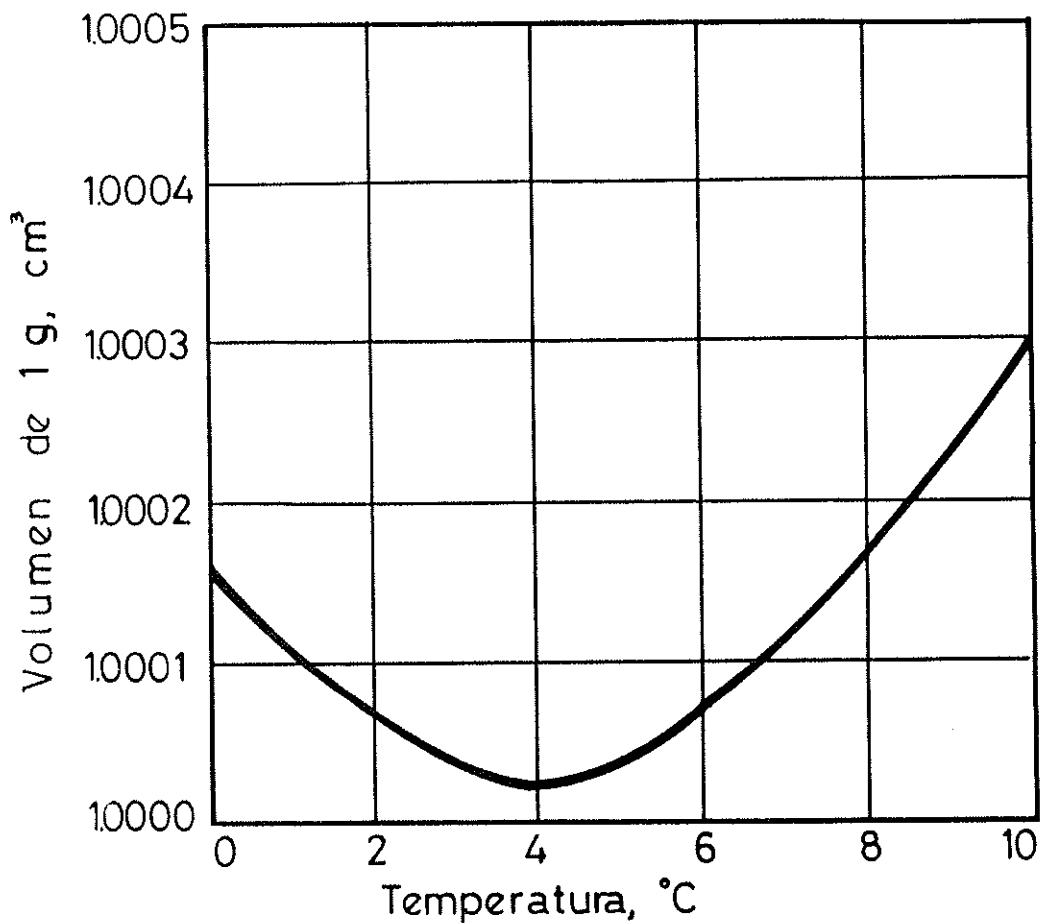


Figura No.1
Comportamiento anómalo del agua.

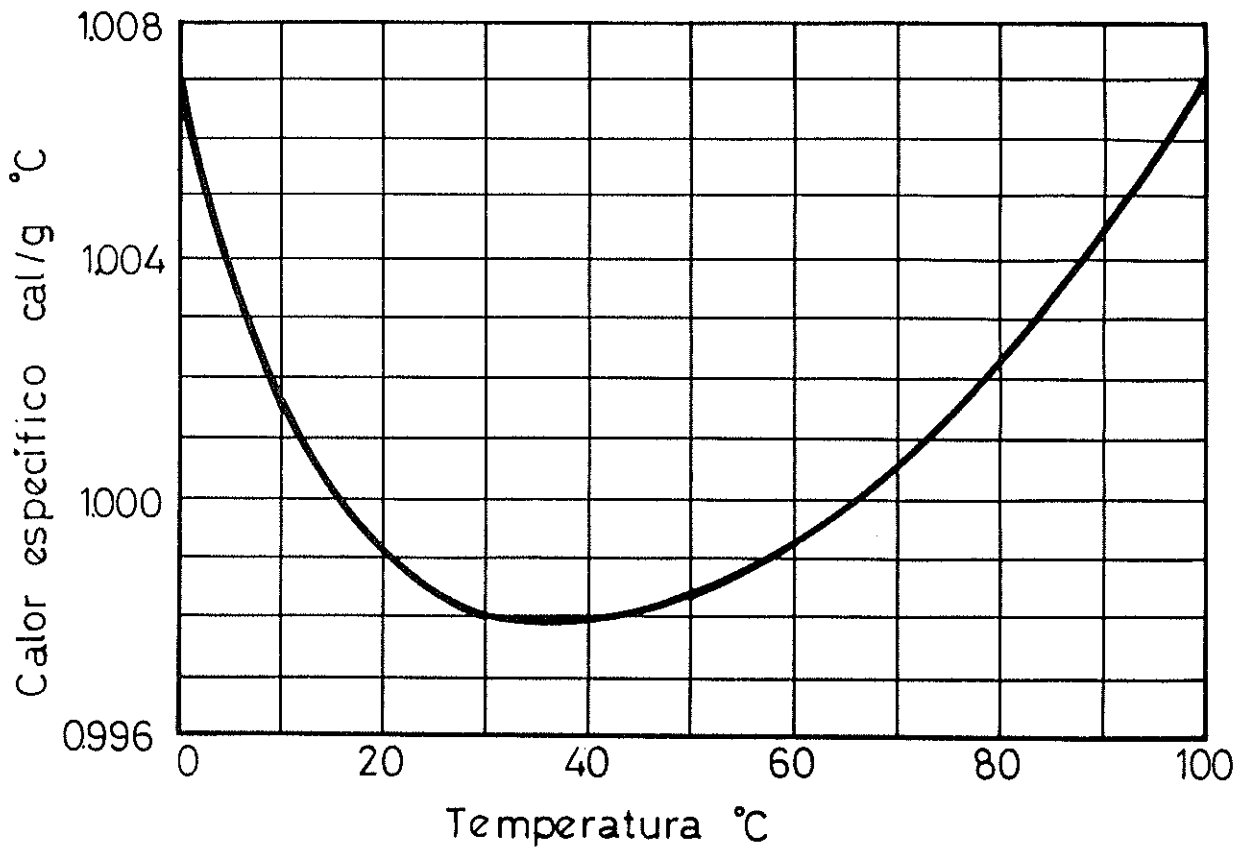
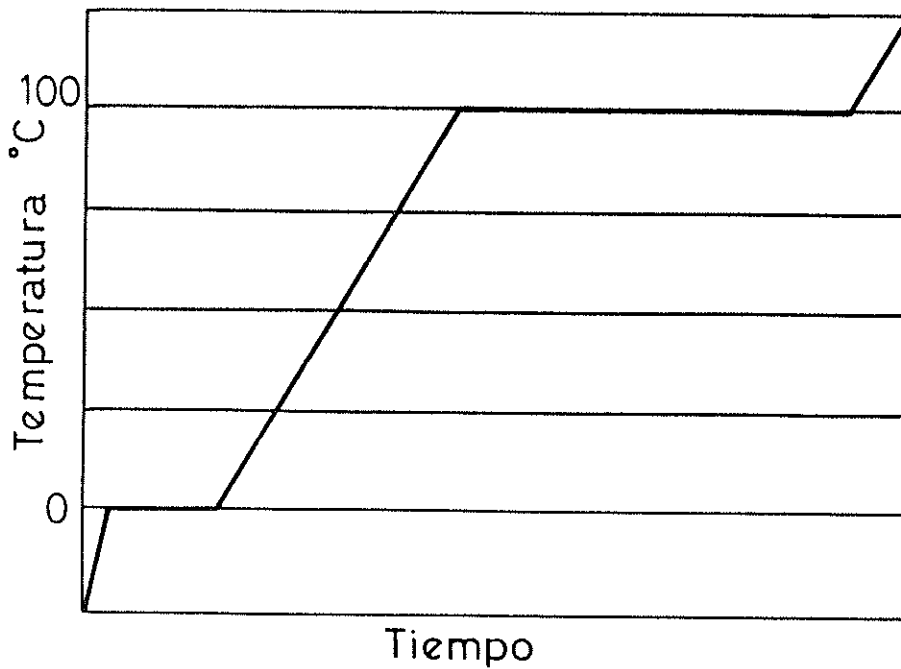


Figura No.2
Variación del calor específico del agua.



Temperatura contra tiempo.
Figura No. 3

Calores de fusión y de vaporización
TABLA X

	Pto. de fusión normal	Calor de fusión	Pto. de ebullición normal	Calor de vaporización normal
Agua	273.15 K	335 J g ⁻¹	373.15 K	2 256 J g ⁻¹

Diagrama de fases del agua.

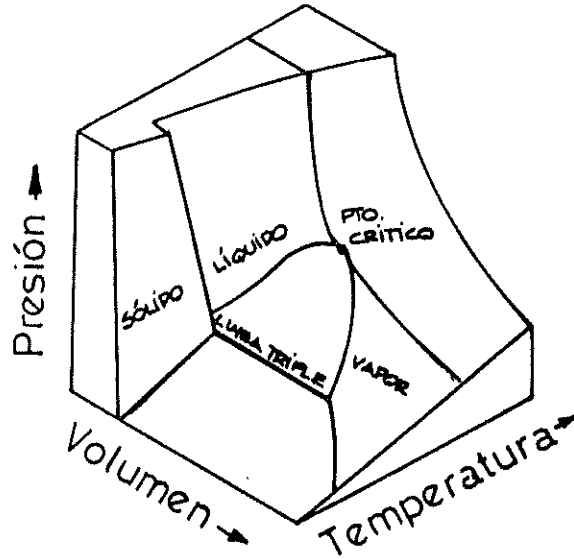


Figura No. 4

Punto triple y punto crítico.

El punto donde se intersectan las curvas de equilibrio de presión y temperatura se denomina **punto triple**. Para cualquier sustancia existe sólo una presión y una temperatura a las que pueden coexistir las tres fases, es decir, la presión y temperatura del punto triple.

	Temperatura	Presión
Agua	273.16	0.00610*10 ⁵ Pa

Existe un punto en el cual se muestra que las fases líquida y gaseosa solo pueden coexistir por debajo de cierta presión y temperatura y volumen. A este punto se le llama punto crítico.

Para el agua, este punto se encuentra en las siguientes condiciones:

Presión	221.2 *10 ⁵ Pa
Temperatura	647.4 K
Volumen	56 * 10 ⁻⁶ m ³ .

Diagrama presión-temperatura del agua.

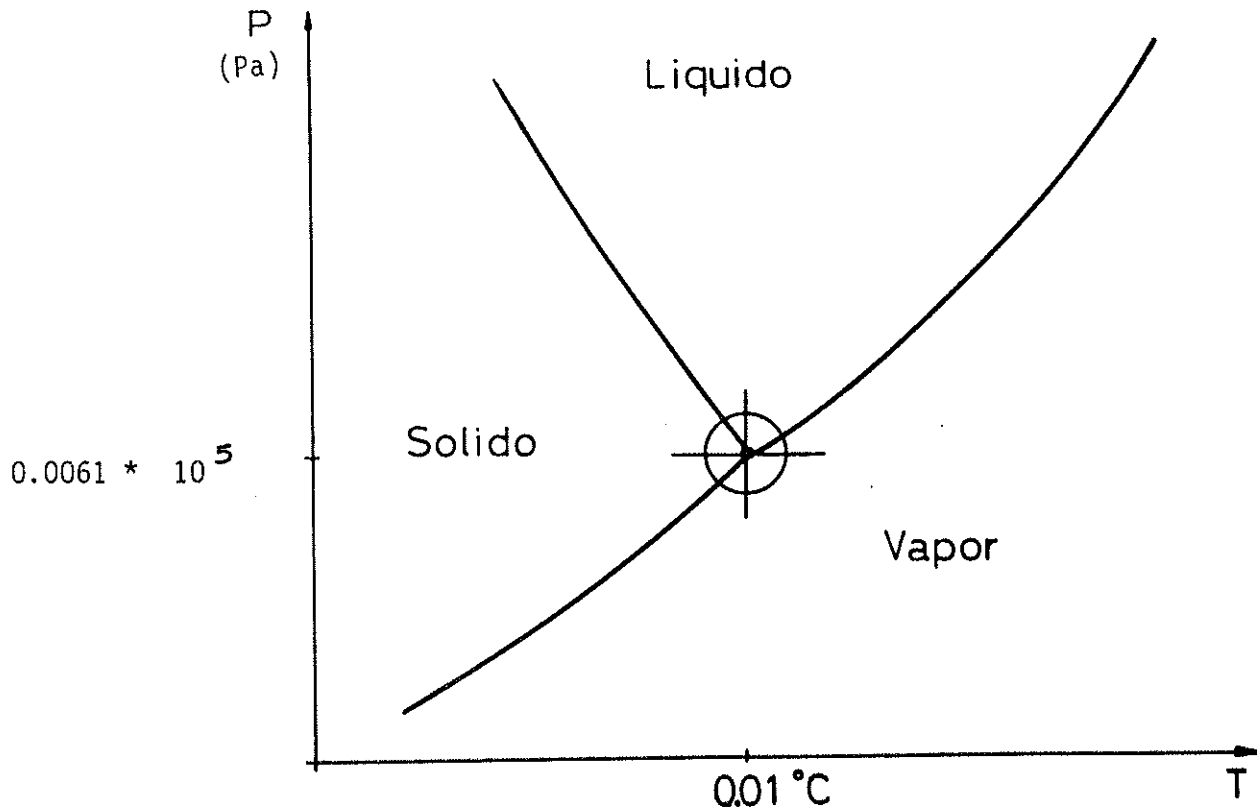


Figura No.5

1.3.2 Estabilidad del punto triple del agua.

Por estabilidad se entiende, la permanencia, en este caso del agua, en un estado de equilibrio. Éste, es el estado de equilibrio termodinámico, el cual se dará en cuanto existan: equilibrio mecánico, equilibrio térmico, equilibrio químico. Dicho de otra manera, para que se de la estabilidad del punto triple, es necesario que el agua sea estable, químicamente, que no exista transferencia de calor desde el exterior al sistema y que estén equilibradas cualquier tipo de fuerzas. En el presente caso el sistema está definido por la celda.

Como es de esperarse no se conseguirá un estado de equilibrio por tiempo indefinido. Entre más cerca se encuentren las condiciones de las ideales, mayor será el tiempo que el punto triple permanecerá, para ello el agua debe ser, químicamente, "pura". Además, el aislamiento, debe tener un coeficiente de transmisión bajo. En el caso del equilibrio mecánico, esta condición es más factible.

Algunos aparatos ayudan a mantener estable la temperatura de la celda, por ejemplo: el aparato refrigerante para mantener el punto triple, baños etc.

Aparato refrigerante para mantener el punto triple H₂O

Sirve para mantener el punto triple con 4 celdas, para un período prolongado (más de 8 h) con una exactitud de 0.01 °C.

Aunque el número de celdas que contenga dependerá del fabricante. Consiste, básicamente, en un baño refrigerado que no permite que la celda se descongele, pero, que también mantiene la temperatura muy cercana al 0 °C. Aunque varíe 1 ó 2 °C durante su funcionamiento, esto es irrelevante, ya que es la celda la que permanece constante en equilibrio en el punto triple.

Comparación de la estabilidad de un baño Isotech AYRIES

Para la calibración de termoelementos el estándar empleado se inserta en un block igualador, para lograr calibraciones más exactas la masa térmica del conjunto es lo suficientemente grande para alcanzar la estabilidad de ± 0.02 °C en un período corto (5 a 20 min) y ± 0.04 °C para períodos de medición largos (>20 min). De donde se desprende que entre mayor sea la masa térmica, mayor será el tiempo tomado por los termómetros en el punto requerido.

Este baño ha sido diseñado para contener en su cavidad, cualquiera de las tres celdas de zinc, estaño y aluminio que comercializa la misma firma inglesa Isotech.

CAPITULO 2 DESARROLLO Y CONSTRUCCIÓN DE LA CELDA

2.1 Descripción de la celda del punto triple.

La celda consiste en un cilindro de doble pared, sellado. En su interior contiene un volumen de agua pura y un espacio donde se debe succionar el aire para formar vacío.

El vacío debe ser alto, la presión del vapor de agua al formarse el punto triple debe ser de 4 mm de Hg, para ello, se utilizan bombas de vacío del tipo de aceite, con las que se logra mayor vacío.

El agua utilizada para llenar la celda debe ser pura y se debe buscar que el agua tenga la composición isotópica del agua de mar. En teoría, el agua pura es la que está libre de cualquier impureza o, sea, donde solamente exista H_2O , en la práctica no se logra agua pura; para tener un alto grado de pureza, el agua es bidestilada o tridestilada; esta agua contiene gases, los cuales se evacúan utilizando un método adecuado de desgasificación al momento de llenar la celda. Existe una relación directa entre la desgasificación del agua y la **exactitud** en la medición del punto triple. Entre mayor sea la cantidad de gas contenido en el agua, mayor será la desviación de la medición respecto del punto fijo.

La celda debe ser hecha de un material que sea inerte, para que el material no contamine el agua, ya que los contaminantes en el agua no permiten llegar a las condiciones necesarias para el desarrollo del punto triple.

En el interior de la celda existe vacío, por lo que queda expuesta a la presión atmosférica, la cual tiende a producir fuerzas hacia el interior de la celda, de manera que el material debe ser resistente a esas fuerzas.

Es preferible que el material sea transparente, para ver la formación de la capa de hielo y, también, para asegurar la limpieza del recipiente y del agua.

Hasta el momento, el material utilizado por excelencia es el vidrio. Pero, se hicieron pruebas en otros materiales para determinar su posible utilización, buscando con esto reducir costos, además de otros aspectos de carácter técnico. Los resultados de estas pruebas se presentan más adelante (ver capítulos 3 y 4)

La celda por ser utilizada como patrón, debe ser hecha para mucho tiempo y ofrecer una lectura confiable durante todo el tiempo que sea utilizada.

El diseño de la celda permite la inserción de un termómetro de alta exactitud, como lo es el de resistencia de platino, el cual, hasta el momento, tiene mayor exactitud en el rango de 273.15 a 873.15 K que cualquier otro tipo de termómetro y es utilizado para la comparación entre celdas del punto triple de agua. Al momento de hacer mediciones, la celda en el pozo central debe contener

algún líquido que facilite la transferencia de calor, por ejemplo, el alcohol etílico. Además, se recomienda, cubrir con un paño negro la celda para evitar efectos de radiación del ambiente en las lecturas.

2.2 Esquema de construcción.

Aquí se presentan los esquemas de celdas hechas con tres distintos materiales.

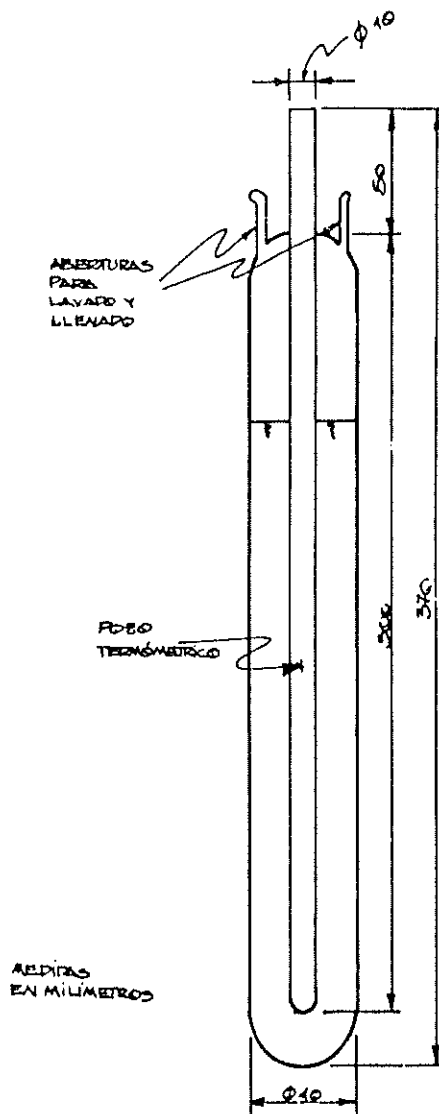


Figura No.6
Esquema de la celda de vidrio.

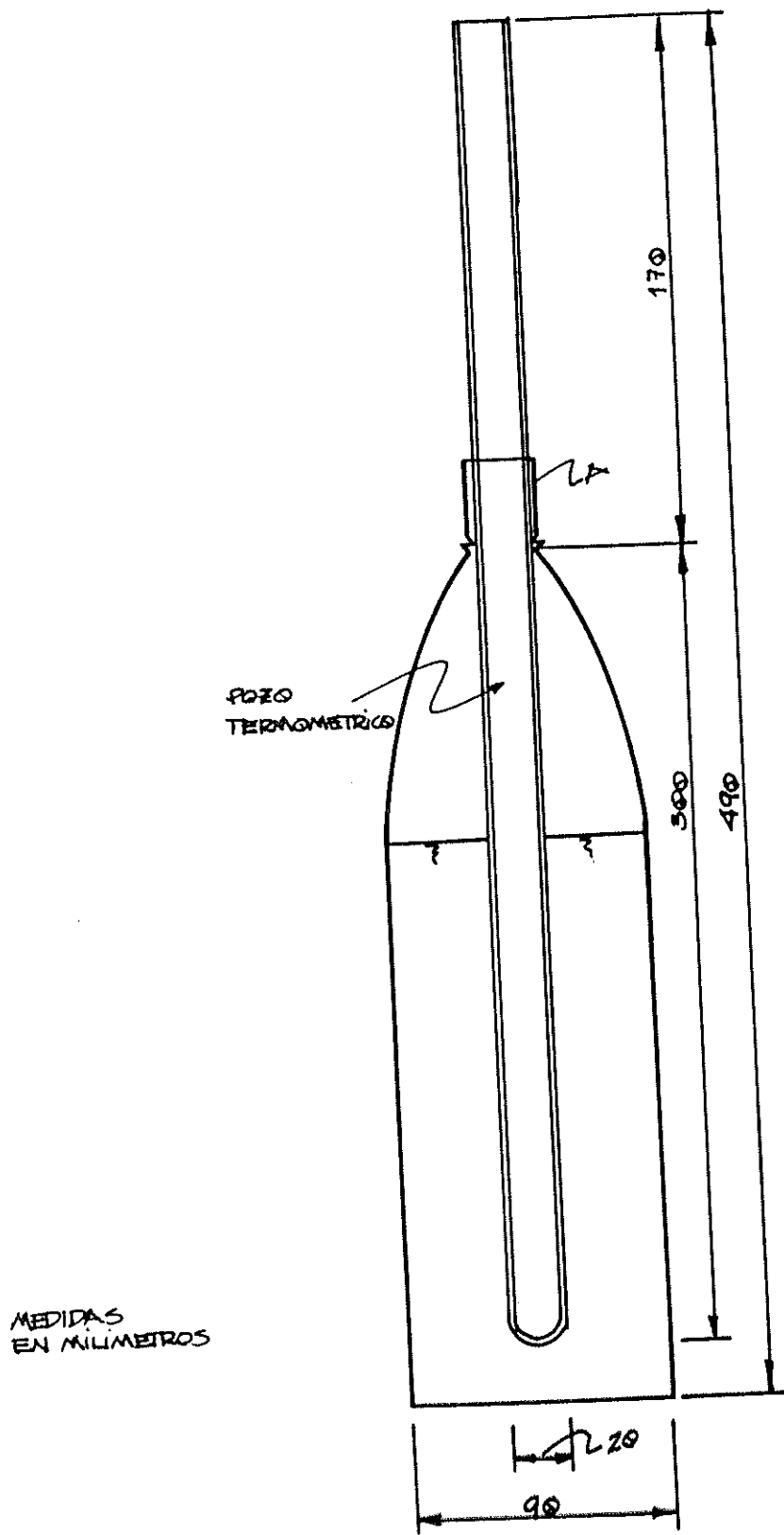


Figura No. 7
Esquema de la celda de plástico.

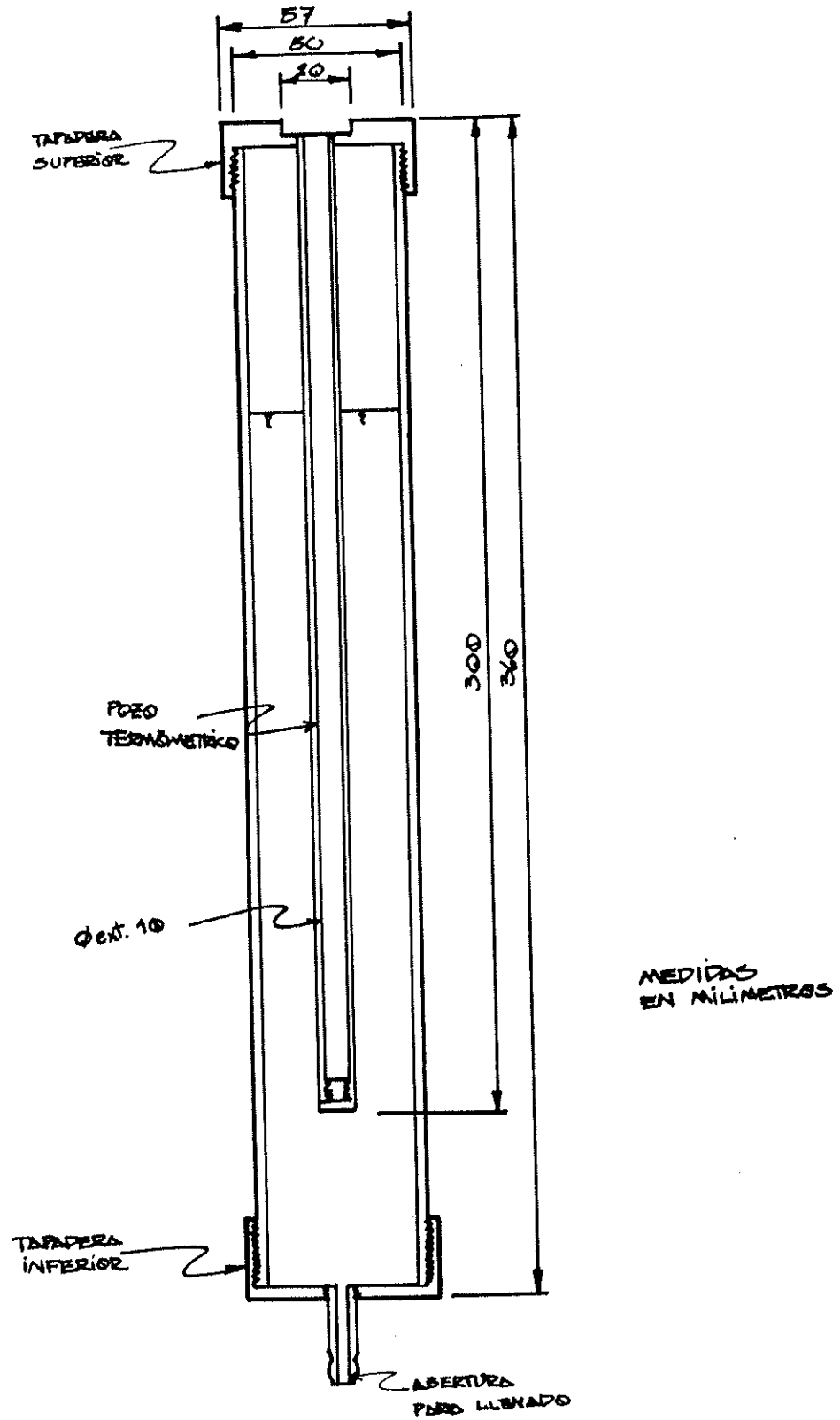


Figura No.8.
Esquema de la celda de aluminio.

2.3 Proceso de construcción.

El proceso utilizado en el ICAITI se basó en procesos desarrollados en Italia y México, razón por la cual se presentan tales procesos, inicialmente, el italiano, luego el mexicano para, finalmente, presentar el proceso utilizado en el ICAITI.

Construcción de la nueva celda para el punto triple del agua, según el Instituto de metrología G. Colonnetti.⁹

La importancia del punto triple del agua en las mediciones de temperatura según la EIT-90 es evidente por el hecho de que la temperatura se obtiene de la medida de la diferencia entre 2 resistencias, la resistencia absoluta del termómetro patrón a la temperatura de medición y la resistencia térmica a 0 °C.

Esta última es susceptible de variación, especialmente, debido a 4 diferentes causas:

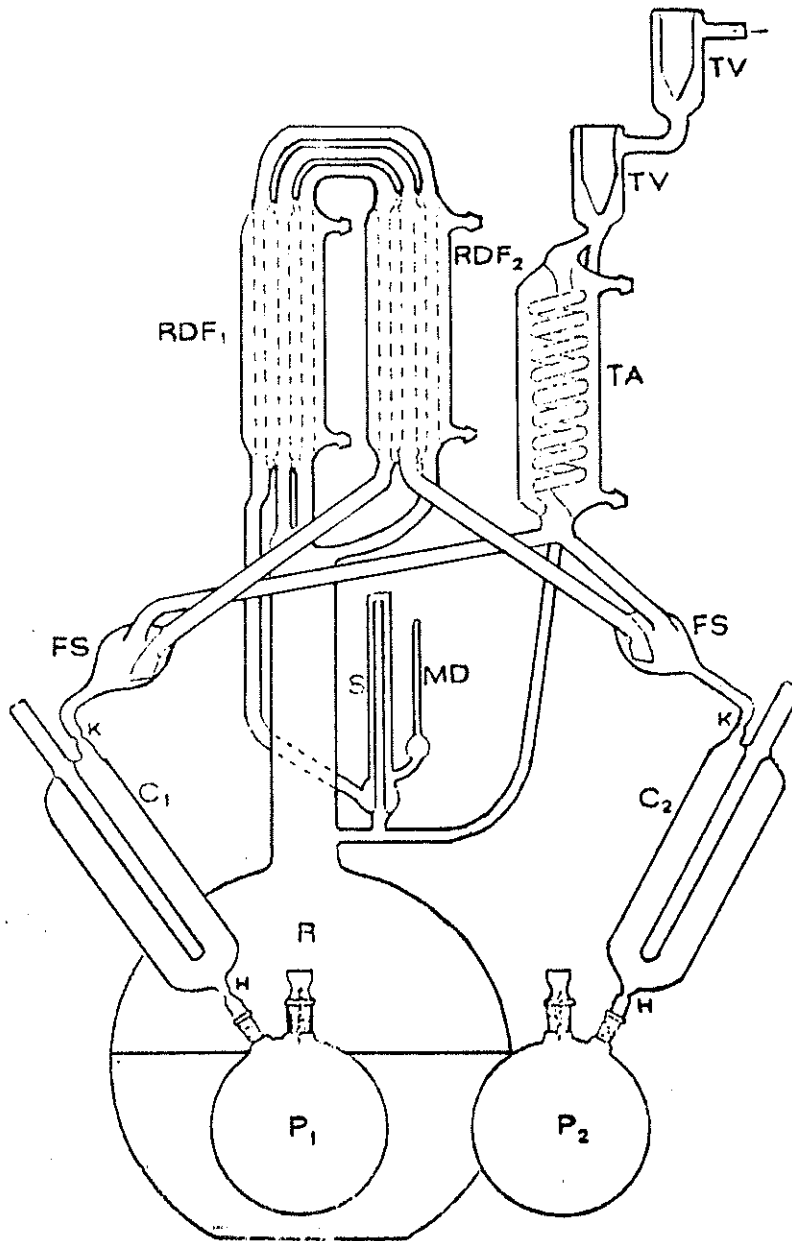
- a) aumento de la resistencia por el uso normal a alta temperatura,
- b) aumento de la resistencia por endurecimiento de la espiral de platino,
- c) por golpes accidentales del termómetro,
- d) por congelamiento de las vacantes en la estructura del platino, por enfriamiento brusco y disminución ínfima de la resistencia de platino en el punto triple del agua en cada medición de temperatura en la que se requiere una precisión de medida de algunos milésimos de grado.

Debido a que los termómetros de resistencia de platino y la instrumentación, actualmente, disponible en el comercio, están en el grado de suplir la exactitud del milésimo de grado y porque tales límites son requeridos con mayor frecuencia respecto del pasado en los laboratorios, sea para investigación o control de calidad, resulta necesario en todo caso la utilización del punto triple del agua.

Instrumentación para la construcción de la celda.

La implementación realizada en el IMGCC consiste en lavar, llenar y desgasificar la celda en una sucesión de operaciones sin remover o desconectar la celda en consecuencia sin la utilización de juntas o mangueras de plástico o silicón, evitando, así, el peligro de pérdida en la fase de bombeo y de contaminación del agua por el empleo de grasa en las juntas.

⁹ "Costruzione di nuove celle per il punto triplo dell'acqua presso l'IMGCC". G. Bongiovanni, G. Frassinetti, Maccrino. Traducción Noel Prado, ICAITI.



C_1 , C_2 : celdas del punto triple; P_1 , P_2 : balones; TV_1 , TV_2 : trampas de vapor; TA: trampa de agua; RDF_1 , RDF_2 : reguladores direccionales de flujo; S: sifon; MD: medidor de desgasificación.

Figura No. 9
Aparato para la construcción de celda.

El aparato (fig.9) está completamente construido en vidrio Pyrex poniendo el máximo cuidado en su limpieza; cada una de las partes ha sido, de hecho, construida y lavada, separadamente. Los lavados han sido hechos en tinas de ultrasonido, primero con solvente, luego, con una mezcla de ácido sulfúrico y ácido crómico y, finalmente, repetidas veces con agua destilada cada pieza

individual ha sido entonces soldada al conjunto y el aparato entero así montado ha sido lavado por una semana con vapor de agua utilizando aperturas sucesivamente selladas.

Las celdas del punto triple también han sido hechas en vidrio Pyrex, según el esquema de la figura 6, siendo primero lavadas en tina de ultrasonido con mezcla crómica y, después, con agua destilada y, posteriormente, soldadas al aparato.

Lavado de las celdas con vapor.

La primera fase de preparación de la celda consiste en su lavado con vapor de agua.

Se introduce agua destilada en los balones P_1 y P_2 , se inicia el enfriamiento en la trampa TA, en el enfriador RDF_2 y se pone en ebullición el agua en los balones; el vapor de agua entra en la celda y se condensa sobre sus paredes formando sobre ellas un flujo continuo descendente.

Cuando las celdas se han llenado de agua se interrumpe el calentamiento de los balones, creando en ellos una fuerte depresión que succiona violentamente el agua de la celda.

Durante este proceso de vaciado se controla el grado de limpieza de la junta en la celda, examinando que el velo dejado por el agua sobre las paredes sea continuo. Este grado de limpieza se obtiene normalmente después de 40 a 50 horas de lavado.

Transferencia del agua dentro del aparato.

Una vez lavadas las celdas con el vapor de agua se substituye el agua destilada de los balones P_1 y P_2 con agua obtenida de un bidestilador de cuarzo.

Esta agua se pone en ebullición y, simultáneamente, se pone a funcionar el sistema de enfriamiento a través de los reguladores direccionales de flujo RDF_2 y RDF_1 , manteniendo, siempre, en funcionamiento la trampa TA; en estas condiciones se obtiene la transferencia de agua bidestilada P_1 y P_2 al recipiente R.

Lleno el recipiente R se quitan los balones teniendo cuidado de no soplar el vidrio, utilizando, a la vez, las reducciones en el diámetro del tubo de vidrio, preparados y obtenidas durante la construcción de la celda.

Desgasificación del agua.

Se procede, entonces, a la desgasificación del agua por medio de una bomba de vacío provista de pesos adicionales o lastre, conectadas al aparato por medio de las trampas TV_1 y TV_2 .

El enfriamiento de la trampa se consigue a través de un compresor frigorífico utilizando alcohol etílico, como líquido intercambiador; en esta operación se pone en marcha el enfriamiento a través

de los reguladores direccionales de flujo, a modo de obtener un flujo en RDF_2 para RDF_1 , se obtiene así un flujo continuo de agua proveniente del recipiente R, que alimenta el indicador del grado de desgasificación MD a través del sifón S, la medida de la desgasificación del agua se obtiene comparando el nivel del agua en el indicador de desgasificación MD y el tubo del sifón S.

Cuando el sifón está lleno y en el indicador del grado de desgasificación no se encuentran burbujas de aire, se está seguro que sobre el nivel del agua en el recipiente R, existe únicamente vapor de agua y, absolutamente, no hay gas. El sifón ayuda a repetir, continuamente, la medida durante toda la operación de desgasificación del agua.

Durante la desgasificación se calienta el recipiente R_1 , a modo de obtener una agitación termoconvectiva del agua contenida en el recipiente.

La operación descrita se realiza muy despacio y solamente después de 8 a 10 hrs. en el medidor MD desaparece completamente las burbujas de aire como prueba de que la desgasificación está completa.

Normalmente, la operación de desgasificación se realiza durante la noche sin necesidad de intervención alguna.

Llenado y cierre.

Terminada la desgasificación se inicia nuevamente el enfriamiento de los reguladores direccionales de flujo RDF_1 , RDF_2 ; se tiene, así, un flujo de agua del recipiente R a la celda.

Cuando el agua dentro de la celda llega al nivel deseado, cerca de 3 cm del llenado completo se debe detener la transferencia de agua del recipiente R y la celdas se deben separar del sistema con la llama de soplete o quemador en el punto K, en correspondencia a las reducciones previamente formadas en el diámetro del tubo de vidrio.

Características de las celdas construidas (IMGC).

Las celdas construidas con el sistema descrito presentan respecto de las precedentes, diversas mejorías.

Inicialmente éstas tienen una mejor desgasificación del agua ya que, de hecho, anteriormente sucedía que las celdas después de la construcción manifestaban el característico golpe de martillo cuando venían los choques.

El golpe de martillo viene en un modo más o menos seco según la desgasificación efectuada, pero, se manifiesta ya a una presión parcial cerca de 1,500 Pa.

Dado que el valor de la presión del vapor de agua en su punto triple es de 611.66 Pa y su temperatura es superior en 10 mK a la temperatura de fusión del agua saturada de aire a la presión de

101,325 Pa se deduce que una presión parcial de aire de cerca 1,000 Pa provoca en la celda un descenso de la temperatura de, aproximadamente, 0.01 mK.

En consecuencia, si el golpe de martillo, suficientemente seco puede ser índice de que la temperatura de la celda esté de acuerdo con el punto triple del agua, dentro de 0.1 mK, se trata de todas maneras siempre de un control muy incierto respecto de la posibilidad potencial de la celda y, sobre todo, que puede ser efectuado sólo después de haber cerrado la celda, por lo cual, si esto da un resultado negativo, la celda debe ser descartada y reconstruida desde el inicio. El indicador de desgasificación instalado sobre el sistema permite, por el contrario, realizar toda la desgasificación del agua garantizando el resultado final, en cuanto a que se proceda al cierre de la celda, solamente cuando desaparezcan las burbujas de aire del medidor y el agua esté perfectamente desgasificada. Con el indicador del grado de desgasificación es posible desalojar burbujas de aire de dimensiones inferiores a 2 mm^3 sobre un volumen total de cerca de 4 cm^3 .

Debido a que la presión de agua durante la desgasificación que sucede cerca de los 17°C , es de unos 2,000 Pa, es posible obtener una presión parcial de aire inferior a un pascal. Es entonces cierto que la temperatura medida con la celda no será absolutamente influida por la presión de aire residual y que la presión del punto triple que así se define es precisa dentro de $\pm 1 \text{ Pa}$.

Otras mejoras obtenidas se deben al hecho que todas las operaciones de lavado, llenado, desgasificación y cierre son hechas sin remover la celda del sistema. Esto, además, garantiza la máxima limpieza, permite el interrumpir las operaciones individuales y retomarlas en otro momento sin perjudicar la parte del trabajo hecho.

Procedimiento utilizado en el Instituto Politécnico Nacional de México.¹⁰

Como es bien conocido, el mayor problema para preparar celdas del punto triple de agua es eliminar los gases disueltos, particularmente, nitrógeno, oxígeno y dióxido de carbono.

Las celdas fueron llenadas por un método de aspiración criogénica, el cual toma como ventaja el hecho de que la presión de vapor de agua a la temperatura del nitrógeno líquido es más pequeña que la presión de vapor de gases disueltos.

La desgasificación parcial del agua se obtiene a través de este método y se comprueba por mediciones de la temperatura de equilibrio triple y su comparación con celdas calibradas del punto triple.

Las celdas fueron diseñadas para termómetros largos de resistencia de platino.

No fue posible preparar celdas por los métodos reportados con un 100% de éxito en la evacuación de gases. Estos métodos están basados en el descenso de solubilidad de gases en el agua cuando la temperatura sube. La solubilidad de aire en agua disminuye cerca del 60 % de 0 a 100 grados

¹⁰ "Mercury, water, and galium fixed points constructed at the thermometry laboratory of the Instituto politécnico nacional". J.M. Figueroa, Valencia, Zepeda. Publicado en la conferencia Internacional de temperatura, 1,992. Canadá.

centígrados. Esto no es un efecto importante, especialmente, cuando es comparado con la diferencia de orden de magnitud de 5 a 12, entre la presión de vapor de hielo y la presión de vapor de esos gases que componen el aire y se disuelven en agua (N_2 , O_2 , CO_2 , etc) cerca de la temperatura del nitrógeno líquido (observe la fig. 10) Se ha tratado una nueva técnica basada en la diferencia de presiones de vapor. Se construyeron varias celdas.

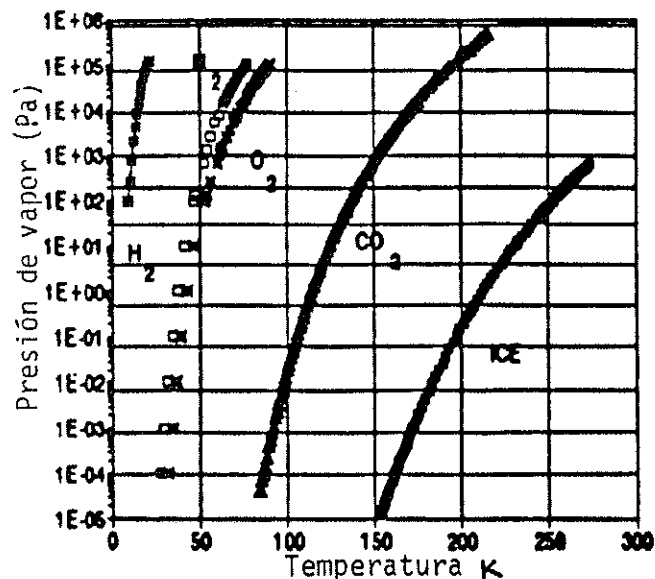


Figura No. 10
Diagramas de presión de vapor contra
temperatura para diferentes gases

Las celdas fueron hechas de Pyrex en concordancia con un diseño bien conocido. Las dimensiones de las celdas se muestran en la figura 11.

Antes del llenado, la celda de vidrio y el aparato usado para llenarla, i.e. el sistema de llenado (Fig. 12) el cual consiste en un par de frascos de Pyrex, A y B, conectados por un tubo capilar C, fueron lavados de acuerdo al siguiente procedimiento: primero se lavaron con agua destilada; 3 a 15 minutos, usando una solución al 10 % de ácido Hidroclórico; desaguando con agua destilada por 60 min (usando agua fresca 6 veces) enjuagando con acetona por 45 minutos, lavando en una máquina ultrasónica usando agua tridestilada por 9 horas; y, finalmente, lavados con vapor de agua destilada por 6 horas.

Una vez completo el procedimiento de lavado, el tubo E fue sellado. Fue conectado un tubo "Tygon" a D y el sistema fue evacuado a través de dos trampas frías en serie.

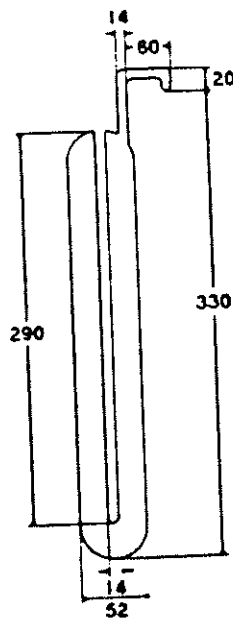


Figura No. 11
Celda de vidrio mexicana.
 (Dimensiones en mm)

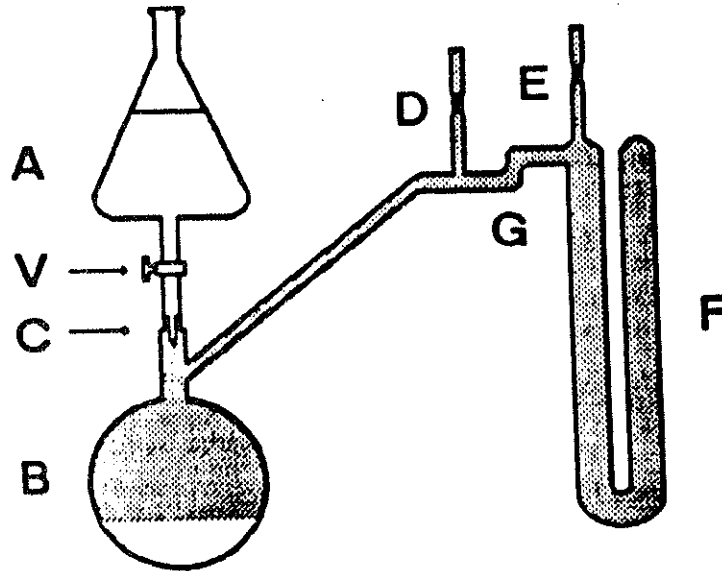


Figura No.12
Sistema para el llenado de la celda.

El sistema de vacío consistió en una bomba mecánica rotatoria y una bomba de difusión de aceite. La celda y el sistema de llenado fueron calentados a, aproximadamente, 120 °C y bombeados por 5 horas, para quitarle el gas en la superficie interior. El frasco de arriba (A en la fig. 12) fue llenado inmediatamente, con 900 cm³ de agua tridestilada comercial.

Ningún intento fue hecho por establecer la pureza o la composición isotópica de esta agua, pero esta agua, tridestilada, fue preparada a través del sistema de purificación NANOpure Barnstead/thermolyne Mod. No. 04741.

La resistividad del agua fue 18 MOhms. Después de llenar el frasco A con el agua, el sistema de llenado fue bombeado continuamente a través del tubo D. Entonces el frasco B fue sumergido en un recipiente Dewar conteniendo aire líquido y la válvula V abierta. Se permitió que una pequeña cantidad de agua a temperatura ambiente entrara al frasco A procedente del frasco B. El agua fue rociada dentro del frasco, formando una fina niebla, la cual fue condensada y congelada en las paredes del frasco. Se continuó este procedimiento hasta que el 80 a 90% del agua en el frasco A se transfirió al frasco B, momento en el cual se cerró la válvula V.

El nitrógeno líquido en el Dewar se dejó evaporar y el hielo se dejó derretir, mientras el sistema se bombeo continuamente.

Cuando la presión en el sistema se incrementó hasta de 100 Pa, aproximadamente, la válvula que conecta al sistema con la bomba de vacío se cerró y se dejó que el hielo se derritiera completamente. Tan pronto como el agua en el frasco B alcanzó la temperatura ambiente, el tubo de vidrio D se selló y el agua fue transferida por evaporación a la celda (F en fig. 12) Llena la celda, alrededor del 80 %, el proceso de transferencia por evaporación se detuvo y el tubo conector a la celda con el sistema fue sellado. El tubo conectado a la celda se secó para evitar su ruptura mientras la celda estaba siendo sellada por flama.

El punto triple del agua se realizó, según el procedimiento usado en el NIST¹¹, después que fue preparado el manto de hielo; la celda fue sumergida en un baño de hielo y el pozo del termómetro se llenó de agua con hielo, teniendo cuidado de no introducir pedazos pequeños en él. El termómetro fue insertado y cubierto con un manto negro para prevenir perturbaciones de radiación del ambiente.

Las mediciones de temperatura fueron hechas con un termómetro de resistencia de platino estándar Tynsley mod. 5187 SA. Para probar la exactitud de las mediciones de temperatura con la celda hecha, se realizó una serie de experimentos de comparación, usando una celda Tynsley, número 439.

Proceso de construcción de celdas ICATI.

Celdas de plástico.

El primer intento para construir la celda del punto triple fue hecho por la facilidad de conseguir los materiales en plástico. El tubo interior mide 165 mm. de largo y 25 mm de diámetro, el tubo exterior mide 270 mm de largo y 80 mm de diámetro. Por la profundidad del pozo de esta celda, únicamente, se puede controlar su temperatura por medio de termopares, cuya tolerancia estandar dependiendo

¹¹National Institute of Estandards and Technology. USA.

del tipo y la clase varía así : clase J ± 2.2 ó $\pm 0.75\%$, clase K ± 2.2 ó $\pm 0.75\%$, clase S ± 1.5 ó ± 0.25 (según ASTM E 230).

Debido a que el termómetro de resistencia de platino ofrece mayor exactitud y que la profundidad de inmersión necesaria para los termómetros con que cuenta el ICAITI es de 300 mm fue necesario hacer otras celdas con medidas de acuerdo a éstos.

Estas celdas fueron hechas siempre de plástico, utilizando un envase comercial de mayor tamaño (ver fig. 7) a éste se le introdujo un tubo de vidrio en la boca del envase (A en la fig.7) teniendo, así, la forma de la celda. Para el proceso de llenado de la celda y formación del vacío se le perforó un agujero en la parte inferior. En este agujero se le colocó una manguera que sirvió para conectar la celda al aparato desgasificador y a la bomba de vacío.

El proceso de lavado consistió en lavar por separado cada parte para, luego, unirlos y formar la celda.

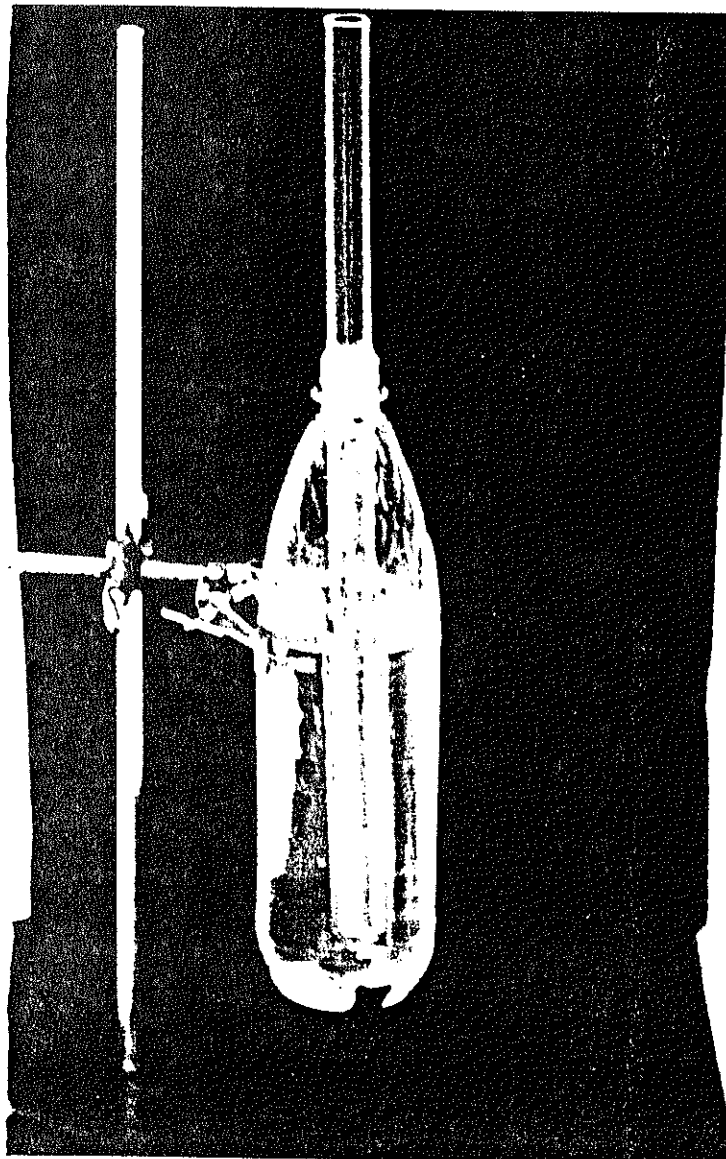


Figura No. 13
Foto celda
de plástico

El envase se lavó, primero, con detergente, luego, con vapor de agua, aproximadamente, 2 horas, teniendo cuidado de no sobrecalentar el envase debido a que sus dimensiones disminuyen, encogiéndose por el calor.

El tubo interior se lavó con mezcla crómica y, luego, con vapor de agua bidestilada por 1 hora.

Para la unión de las partes se utilizó pegamento comercial Loctite del tipo Super Bonder, además de sellar las uniones con silicona marca Henkel.

Celda de metal.

También se construyó una celda de aluminio. La cual se divide en cinco partes: dos tapaderas, el tubo exterior, el tubo interior y un tapón para el tubo interior, todo de aluminio (ver figura 7) En su extremo inferior tiene una conexión para manguera, la cual sirvió para llenar la celda de agua y evacuar el aire. Todas las uniones de esta celda se hicieron por medio de rosca; para lograr el vacío fue necesario utilizar cinta de teflón para sellar las roscas, así como silicona marca Henkel.

Esta celda fue lavada, inicialmente, con detergente, para luego, ser enjuagada con agua bidestilada, después se lavó con vapor de agua bidestilada por una hora.

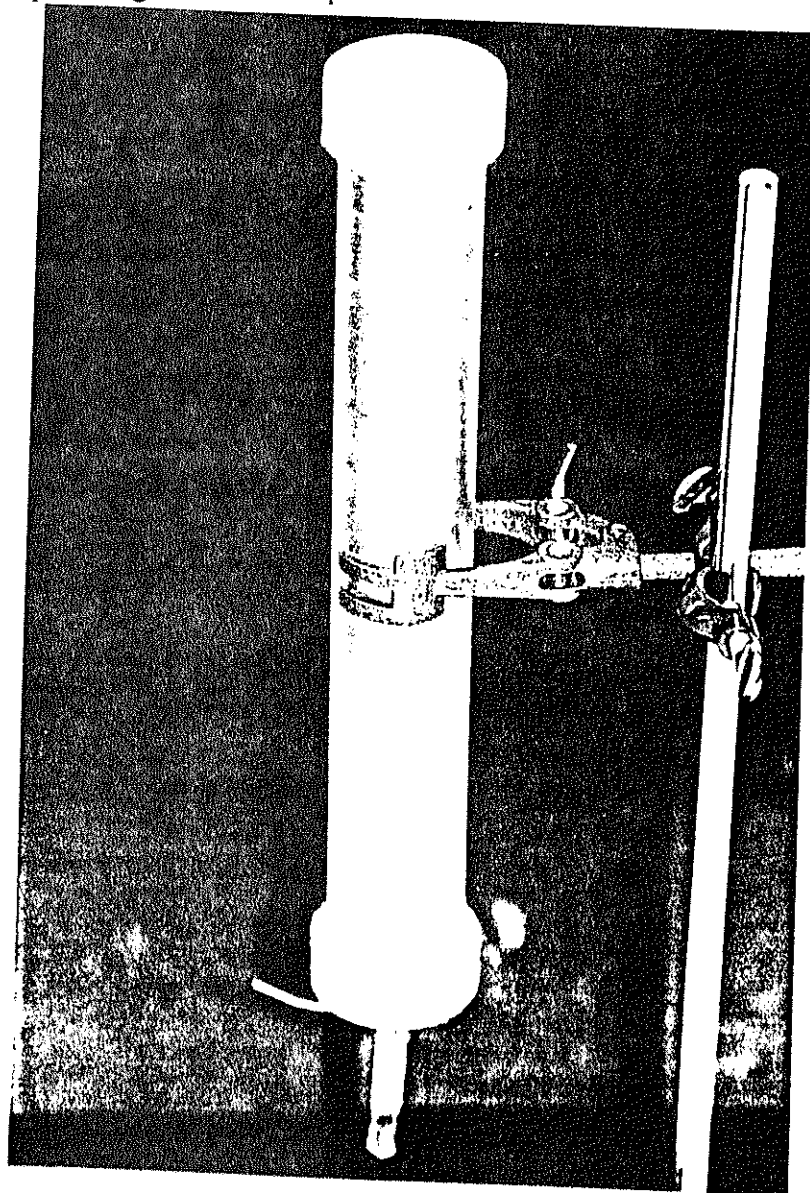
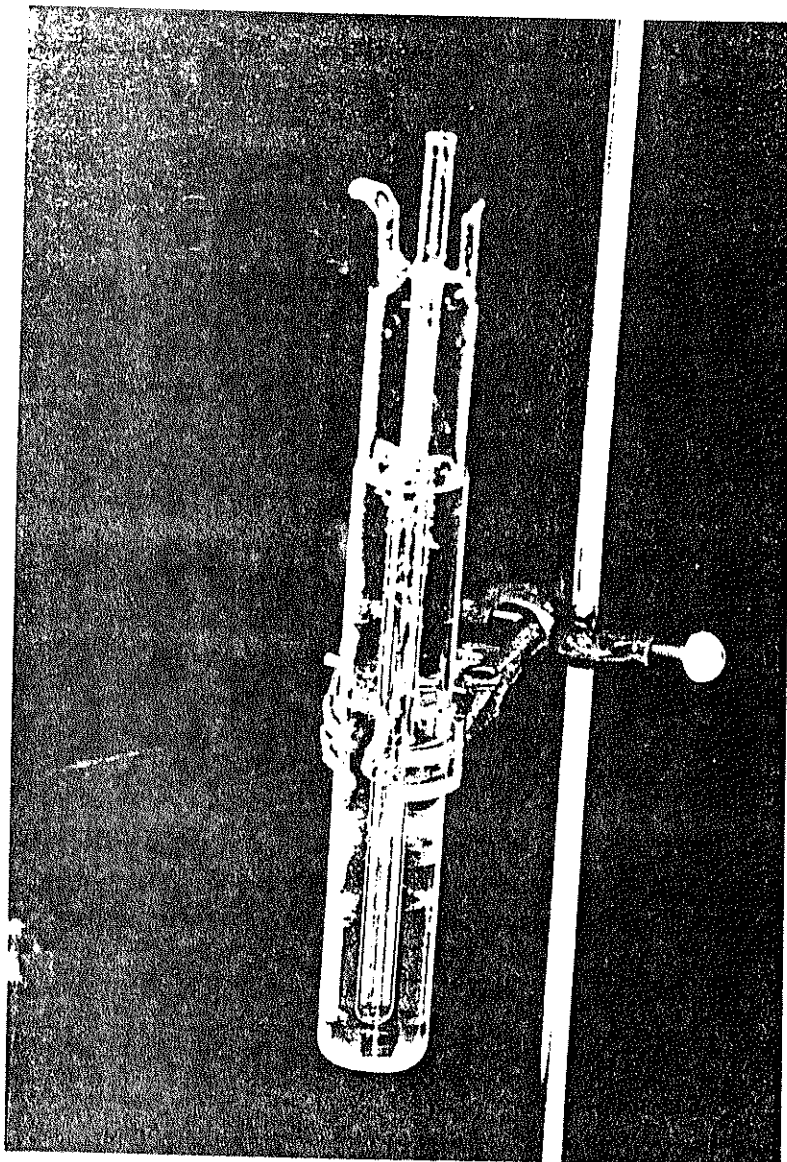


Figura No. 14
Foto celda de metal
(aluminio).

Celdas de vidrio.

Se hicieron dos celdas de vidrio. Estas se lavaron con mezcla crómica por 48 horas, luego, se enjuagaron con agua bidestilada, para, luego, lavarlas con vapor de agua bidestilada por 2 horas. Para lavarla con vapor fue necesario dejar dos aberturas al tubo exterior para lograr el paso de vapor (ver fig. 6) una de esas aberturas fue sellada después de lavar la celda.

Figura No.15.
Foto celda de vidrio.



Procedimiento de llenado.

El procedimiento de llenado fue el mismo para los tres tipos de celda, la única con la que hubo una pequeña diferencia fue con la de plástico, la cual tuvo que ser refrigerada durante el llenado para que no disminuyera su tamaño, es decir, no se encogiera por el calor.

El procedimiento fue el siguiente: se hirvió agua bidestilada en un balón y el vapor obtenido fue succionado por una bomba de vacío; entre la bomba y el balón se colocó un refrigerante o trampa de vapor. La bomba de vacío succionó los gases no condensables y el vapor de agua se condensó en las paredes de la trampa. Finalmente, se llenó la celda con el condensado. (ver fig. 16)

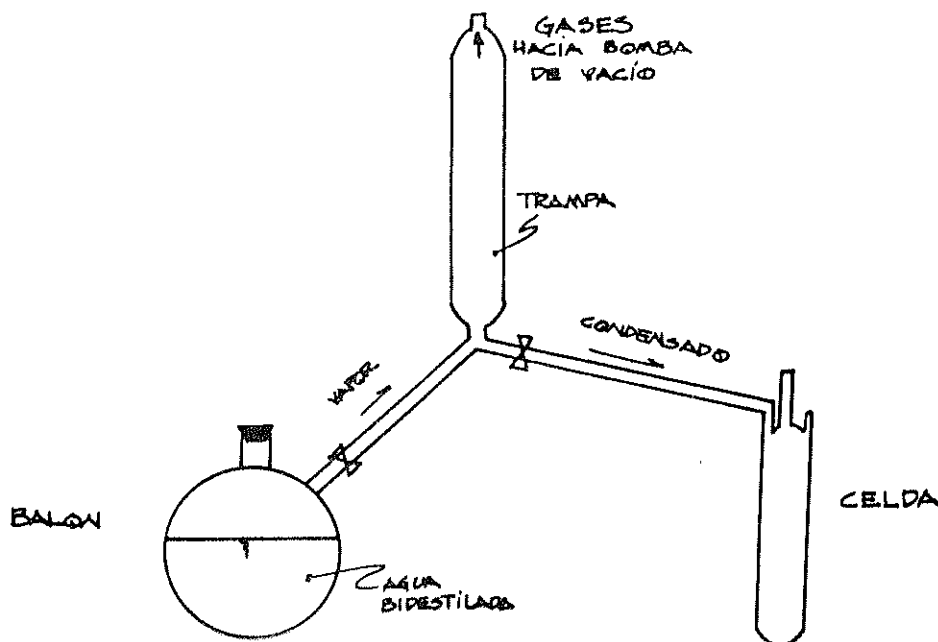


Figura No. 16
Sistema de llenado de las celdas ICAITI.

El vacío logrado en las celdas de vidrio y aluminio es aproximadamente, 260 mm de Hg, en la de plástico es mucho más bajo aproximadamente, 650 mm de Hg. El vacío ideal no se logró debido a la bomba utilizada, es de tipo recíprocante.

Las celdas de vidrio se sellaron primeramente con una manguera Tygon y un tapón de plástico, pegados con Super Bonder y cemento de contacto Pattex de Henkel, para, luego, llevarla con un soplador de vidrio, el cual las selló definitivamente.

Las celdas de plástico y aluminio también fueron selladas con tapones de plástico y los pegamentos mencionados, anteriormente.

2.4 Aislamiento térmico.

2.4.1 Materiales aislantes.

Entre los materiales aislantes con que se puede contar están:

material	k
corcho granulado	$1.45 * 10^{-4}$
fibra de vidrio	$1.26 * 10^{-4}$
lana	$1.23 * 10^{-4}$

k [(J)(m)/(hr)(m²)(°C)]

[k] coeficiente de transmisión de calor.

La conductividad tiene relación con la densidad del material. Una sustancia que se puede comprimir, aislará mejor si se encuentra flojamente empacada, que si se encuentra comprimida a mayor densidad. Pero, lo anterior no permite llegar a extremos, porque un aislante muy flojamente empacado puede perder efectividad.

2.4.2 Pruebas.

Se necesita de un recipiente en el cual se pueda mantener hielo. Por lo cual se probó con duroport. La prueba consistió en dejar hielo en un recipiente de duroport tapado y medir cuanto tiempo permanecía como tal, la prueba dio como resultado que el hielo duró, aproximadamente, 24 horas. Este resultado comparado con el tiempo que se obtiene al dejar hielo en los recipientes Dewar, el cual es de, hasta 72 horas, evidenció la superioridad del recipiente Dewar. El recipiente es de vidrio, el cual tiene doble pared y como aislante está el vacío en medio de las paredes .

2.5 Métodos de congelamiento

Los métodos de congelamiento que son necesarios para llegar a obtener el punto triple en la celda, son de acuerdo a la clasificación de los métodos de congelamiento para celdas: métodos indirectos y directos.

Siendo indirectos los que congelan la celda de afuera hacia adentro y los directos los que congelan desde el interior (ver figs. 6,7 y 8) formando una pequeña capa de hielo alrededor de éste.

Métodos indirectos.

a) Con un refrigerador doméstico y un baño de agua salada se logran temperaturas alrededor de -12 ° C, esta temperatura es suficiente para congelar la celda. Es necesaria debido a que la celda debe bajar más allá de 0 °C para lograr congelarse.

El baño se enfria juntamente con la celda, para que la celda se enfrie de una forma gradual al llegar, aproximadamente, a $-8\text{ }^{\circ}\text{C}$ la celda se congela, repentinamente.

b) En un baño para bajas temperaturas, es suficiente que éste llegue, aproximadamente, a $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ tal como los baños que utilizan líquidos refrigerantes. El cual al igual que en el inciso a es necesario que juntamente con el baño se enfrie la celda, hasta congelarse.

Según estos métodos, se congela totalmente la celda, por lo que después de congelada debe esperarse a que el hielo se desprenda de las superficies interiores de la celda. Esta celda se hace rotar para determinar si el hielo se ha desprendido de las superficies.

Algunas desventajas que presentan estos métodos son: el prolongado tiempo para congelar la celda y el riesgo en que se incurre de ruptura de la celda. Es decir que es posible que la celda se raje o estalle, debido al aumento de volumen del agua o por las tensiones creadas sobre las paredes de vidrio por el cambio de temperatura

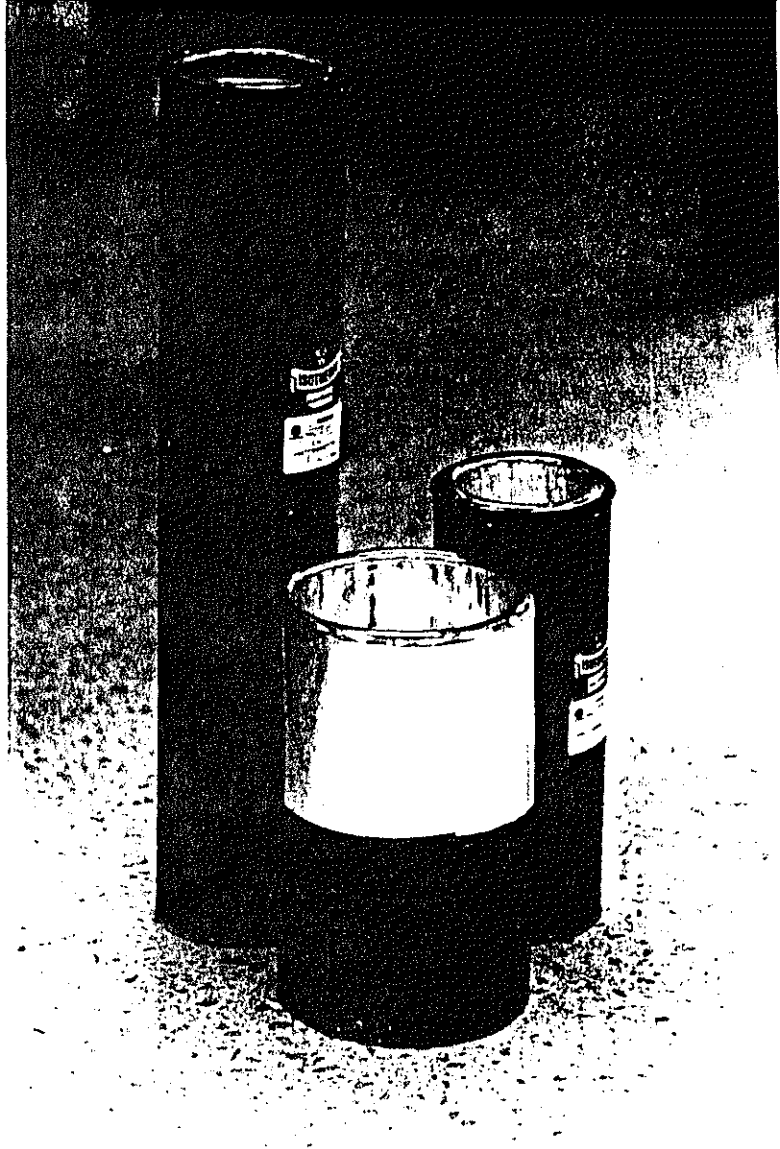
Métodos directos.

a) Una varilla, que puede ser de cobre, se enfria sumergiéndola en nitrógeno líquido; ya fría se sumerge en el pozo de la celda, el cual está lleno de un líquido que facilite la transmisión de calor y se deja la varilla hasta formar una capa de hielo alrededor del pozo de, aproximadamente, 2mm, esto haciéndolo en 4 etapas, una etapa por día, hasta llegar a 8 mm de capa de hielo.

b) El hielo seco (CO_2) también se utiliza para el congelamiento de las celdas. Este se echa en pedazos pequeños dentro del pozo de la celda. Esta se rota continuamente para formar una capa de hielo uniforme alrededor del pozo. Estos pedazos se evaporan con el tiempo y dejan libre el pozo.

De estos métodos el más recomendable es el que emplea hielo seco como refrigerante, ya que el enfriamiento es más lento, esto evita choques térmicos como los que provoca la varilla enfriada con nitrógeno líquido, los cuales hacen variar la lectura de la temperatura del punto triple en $\pm 1\text{ mK}$.¹² Cuando se obtiene el punto triple del agua en la celda, ésta debe mantenerse refrigerada para evitar que la capa de hielo se derrita, para lo que se pueden emplear entre otras formas las siguientes:

¹²Observations of the behaviour of water triple-point cells. J. Bonhoure and R. Pello. Bureau International des Poids et Mesures. F-92312 Sèvres, France.



1) en un baño que esté en el punto crioscópico.

Para obtener el punto crioscópico el cual es el punto de congelación del agua y sirve para mantener la celda a $0\text{ }^{\circ}\text{C}$. Se utiliza hielo picado en un baño Deware o cualquier recipiente bien aislado, se introduce hielo finamente picado fabricado con agua pura, luego, se humedece con agua pura y se llenan hasta 2cm antes de la superficie del hielo, teniendo cuidado de no dejar aire atrapado (fig. 18)

2) baño para bajas temperaturas.

Como recipiente del baño se utiliza un baño Deware, el líquido del baño se enfría (fig. 19) mediante un evaporador introducido en él, en el cual se deja evaporar nitrógeno líquido. El nitrógeno líquido se suministra al evaporador, desde un depósito, por medio de un sifón con doble pared. En el depósito se ha instalado un serpentín de calefacción directamente sumergido en el nitrógeno líquido. Además, el depósito está conectado a un tubo de vidrio, por medio de una manguera, que está sumergida en un recipiente largo lleno de agua en el que puede desplazarse, verticalmente.

Mediante la variación de la potencia de calentamiento y desplazamiento del tubo puede ajustarse la cantidad de nitrógeno líquido que fluye al evaporador, de modo que se obtenga la temperatura deseada del baño con un ritmo de cambio lento.

Mediante la variación de la potencia de calentamiento y desplazamiento del tubo puede ajustarse la cantidad de nitrógeno líquido que fluye al evaporador, de modo que se obtenga la temperatura deseada del baño con un ritmo de cambio lento.

Para un calentamiento rápido del líquido tiene un elemento eléctrico de calentamiento en el recipiente del baño.

En los líquidos combustibles para baños no se debe emplear aire líquido como medio refrigerante.

Hasta una temperatura de $-78\text{ }^{\circ}\text{C}$, aproximadamente, el baño líquido también se puede enfriar directamente con hielo seco, que se debe añadir lentamente y en pedazos pequeños para que no se produzca espuma y rebalse el baño.

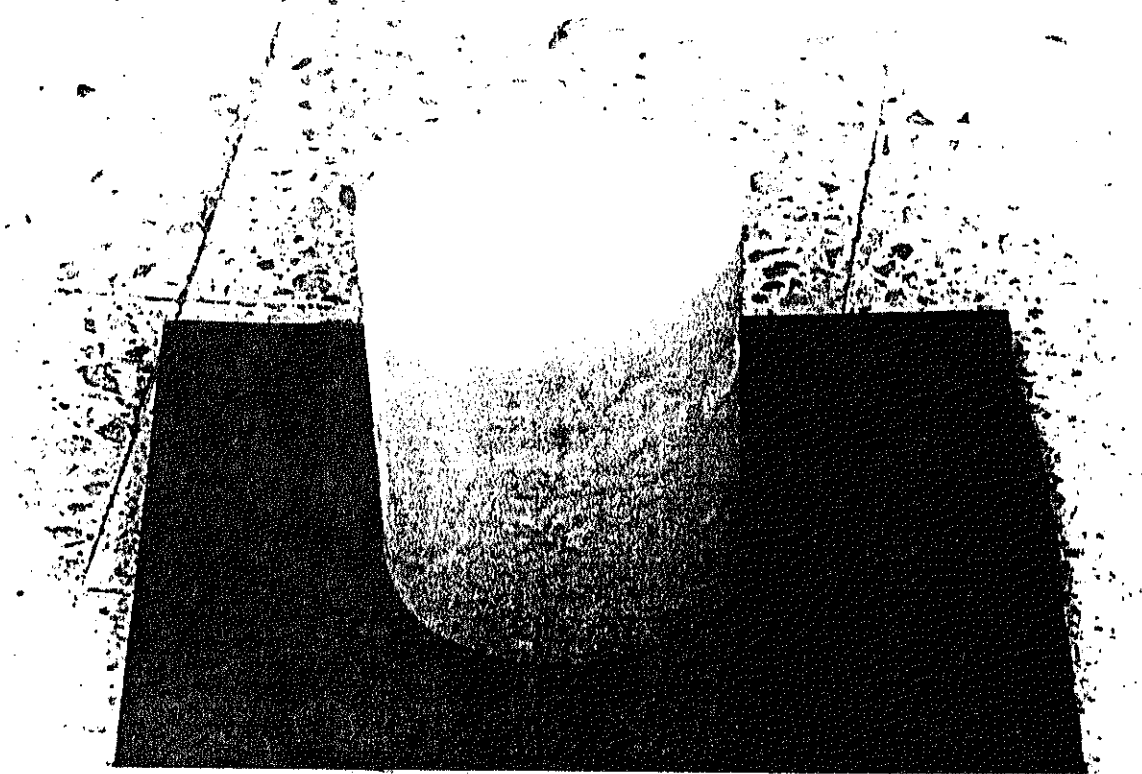


Figura No.18
Cilindro de hielo seco (CO_2)

Como líquidos del baño se pueden utilizar alcohol, hidrocarburos ligeros y otros disolventes orgánicos. El alcohol metílico también ha dado resultados satisfactorios. Si se le agrega algún porcentaje en peso de agua puede llegar hasta $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

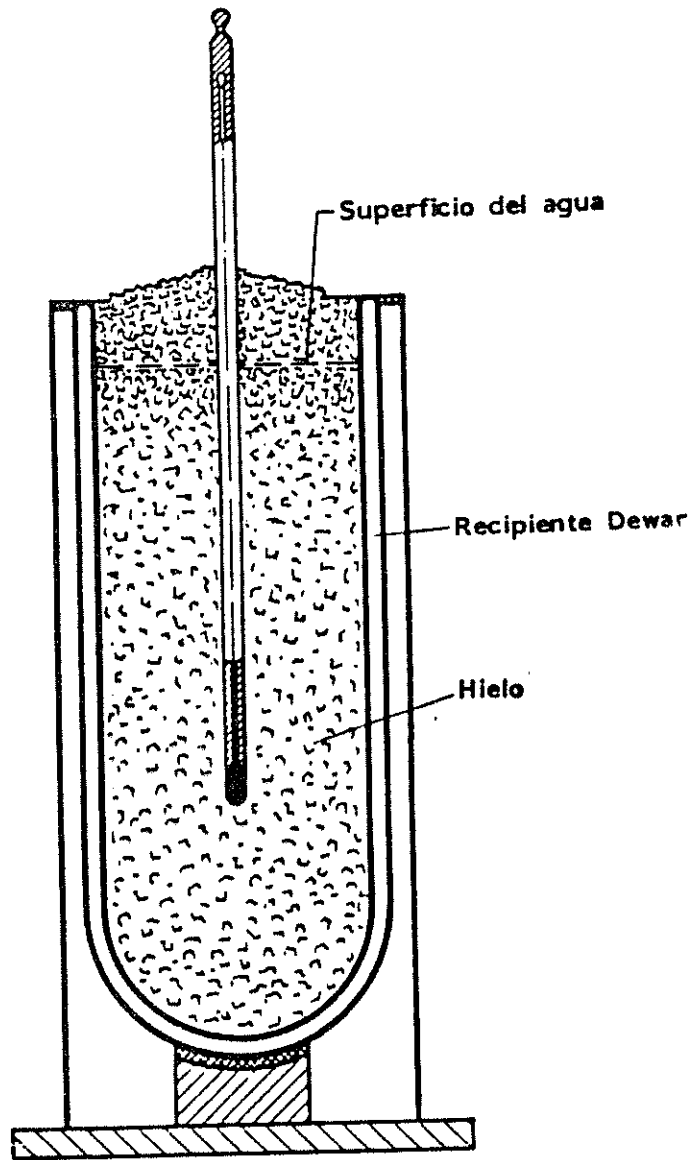


Figura 19
Recipiente Dewar con hielo.
Punto crioscopico

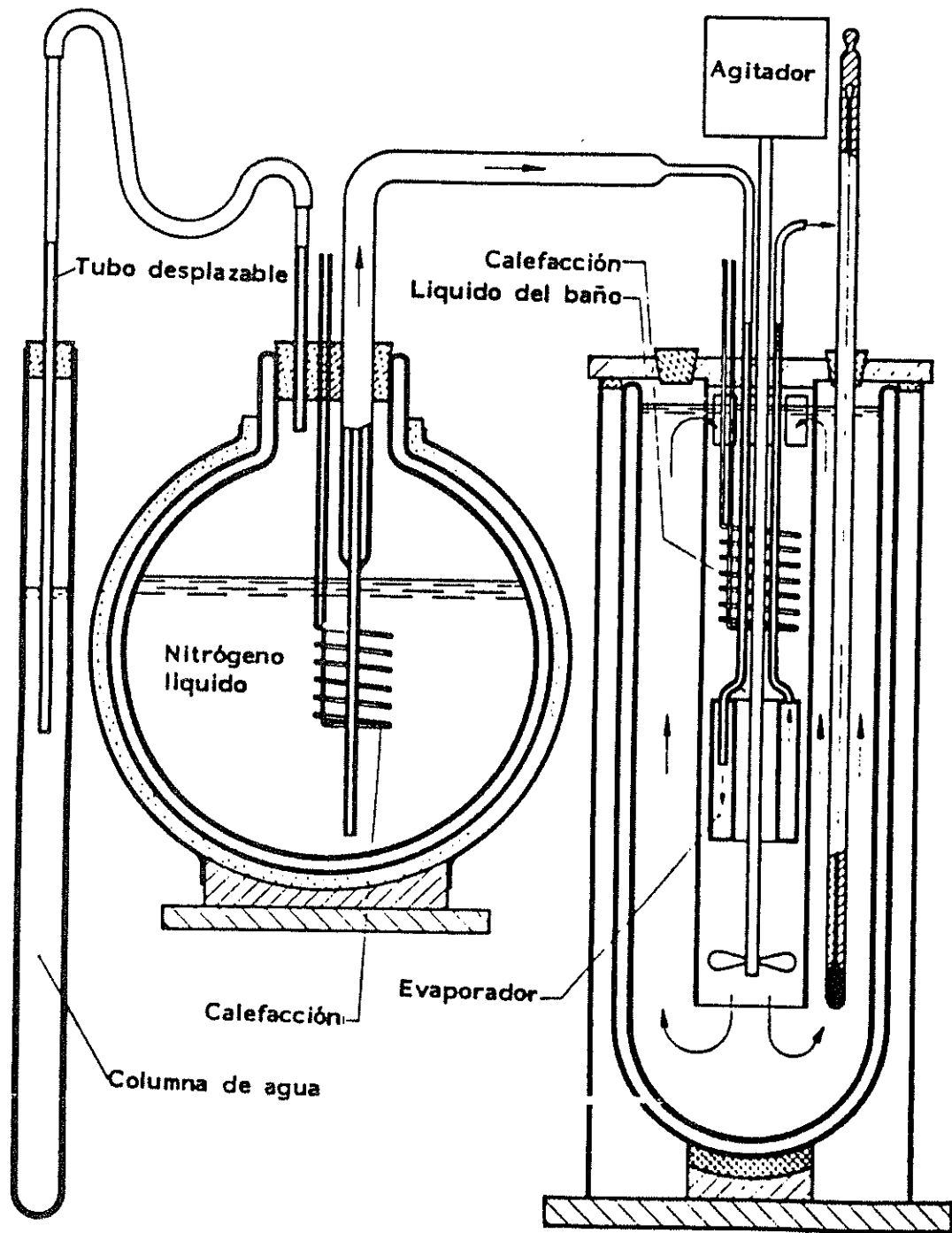


Figura 12
 Baño para bajas
 temperaturas

Figura No. 20
Baño para bajas temperaturas

CAPITULO 3 PRUEBAS Y ENSAYOS

3.1 Pruebas en diversos materiales.

Tres celdas, una de vidrio, una de plástico y una de aluminio fueron probadas y comparadas con una celda de fabricación alemana. La prueba consistió en: congelar la celda por el método de hielo seco (capítulo 2) formar el punto triple, mantener el punto triple por 4 días y tomar lecturas durante ese tiempo.

Para el congelamiento de la celda se utilizó hielo seco (CO_2) comercialmente distribuido en cilindros de 4.54 kilos (10 libras) Se trituró el hielo seco para introducirlo en el pozo de las celdas. Para el congelamiento de cada celda se utilizó un promedio de 1.36 Kilos de hielo seco, en realidad es menor la cantidad que es útil para congelar, pero, debido a la evaporación de éste se consume tal cantidad.

Las celdas de aluminio y la de vidrio fueron las más difíciles de congelar, debido a que el diámetro del pozo se hizo demasiado reducido por lo que hubo que triturar más finamente el hielo seco, el hielo, prácticamente, en polvo se introdujo en el pozo con un embudo y una cuchara y en las celdas de plástico y alemana, solamente con cuchara. El tamaño de los pedazos de hielo fue entre 5 y 10 mm.

El tiempo utilizado para congelar las celdas de aluminio y vidrio, fue en promedio 40 minutos y luego para desprender la capa de hielo un promedio de 15 minutos. La de plástico y la alemana un promedio de 30 minutos para formar la capa y 10 minutos para el desprendimiento. Este último se logró, llenando el pozo con alcohol etílico, el cual por encontrarse a temperatura ambiente ayudó a desprender la capa de hielo, la cual se desprendió haciendo rotar las celdas, sosteniéndolas con una mano y rotándolas con la otra. Las capas de hielo en las celdas de mayor diámetro en el pozo fueron más uniformes que en las de pozo de diámetro pequeño y más fáciles de desprender.

Las celdas congeladas fueron sumergidas en sendos baños Dewar, los cuales contenían hielo triturado. Las celdas fueron cubiertas con hielo. No se utilizó ninguna protección contra la radiación del ambiente, es decir, no se cubrió con ningún paño la celdas, ni con papel aluminio.

Para facilitar la transmisión de calor entre la celda y el termómetro se llenó el pozo de cada celda con alcohol etílico.

Los multímetros utilizados fueron encendidos 4 días antes de congelar las celdas, para lograr estabilidad en la lectura de los termómetros patrones de resistencia de platino.

Después de congeladas e inmersas en los baños Dewar se esperó alrededor de una hora para la estabilización de la lectura de los termómetros. Las temperaturas fueron medidas con termómetros

de resistencia de platino de dos tipos: 2 con cubierta de vidrio y 2 con cubierta de metal, siendo los más exactos los de cubierta de vidrio.

Únicamente en la celda de plástico y la celda alemana fue posible usar termómetros de cubierta de vidrio y no así en las de aluminio y de vidrio, debido a que en el pozo, termométrico de éstas es menor el diámetro que el de dichos termómetros.

Fueron tomadas lecturas de temperatura de cada celda y comparadas con la lectura de una celda alemana. Los termómetros de las celdas de prueba fueron conectadas a un multímetro de varios canales, marca Prema modelo 6031 A y la de fabricación alemana a otro multímetro marca Prema modelo 6047.

Las lecturas fueron así: 10 lecturas en la primera hora, una lectura a la segunda hora, una lectura en la tercera hora y , luego, 3 lecturas más cada 24 horas.

Cada 24 horas se cambió el hielo de los recipientes Dewar y se revisaron las celdas.

El mantener las celdas en contacto directo con hielo causó que el punto triple no se mantuviera de manera constante, debido a que el agua de las celdas se congeló al pasar el tiempo. Por lo cual hubo que hacer girar las celdas para el desprendimiento de hielo cada 24 horas, además de sacarlas por algún tiempo de los baños Dewar para descongelarlas y formar de nuevo el punto triple, lo que restó uniformidad y continuidad en la medición de más de 8 horas.

3.1.1 Plástico.

A continuación se presentan los resultados de las mediciones de la celda de dicho material.

LABORATORIO DE TERMOMETRÍA ICAITI

Fecha. 5-4-1,995.

Método de congelamiento: hielo seco (CO₂)

Material de la celda: **plástico.**

Termómetro PW-EZ 100 No. de Serie 492753 Heraeus. Certificado 197 DKD-K-05601¹.

Multímetro Prema 6031 A.

Canal 1.

TABLA XI

Med/hora	Celda plástica	Celda de referencia	Diferencia	Error
0.00	100.0124	100.0222	0.0098	0.009790
1.00	100.0269	100.0250	0.0019	0.001890
2.00	100.0086	100.0269	0.0183	0.018295
3.00	100.0027	100.0281	0.0254	0.025390

¹ DKD es el Servicio de Calibración Alemán.

4.00	100.0054	100.0296	0.0242	0.024192
5.00	100.0055	100.0307	0.0252	0.025192
6.00	100.0051	100.0307	0.0256	0.025592
7.00	100.0072	100.0306	0.0234	0.023392
8.00	100.0008	100.0305	0.0297	0.029690
9.00	100.0068	100.0304	0.0236	0.023592
1 hora	100.0059	100.0310	0.0251	0.025092
2 horas	100.0025	100.0306	0.0281	0.028091
3 horas	100.0240	100.0279	0.0039	0.003898
24 horas	100.0225	100.0280	0.0055	0.005498
48 horas	100.0472	100.0279	0.0193	0.019294
72 horas	100.0594	100.0121	0.0473	0.047294

Celda de referencia (alemana)

3.1.2 Vidrio.

A continuación se presentan los resultados de la celda de vidrio.

LABORATORIO DE TERMOMETRÍA ICAITI

Fecha. 5-4-1,995.

Método de congelamiento: hielo seco (CO₂)

Material de la celda: **vidrio**

Termómetro PW-EY 4. No de serie 492766 Heraeus. Certificado 240-DKD-K

Multímetro Prema 6031 A.

Canal: local.

TABLA XII

med/hora	Celda de vidrio	Celda de referencia	Diferencia	Error
0.00	100.0383	100.0222	0.0161	0.016096
1.00	100.0361	100.0250	0.0111	0.110972
2.00	100.0382	100.0269	0.0113	0.011296
3.00	100.0383	100.0281	0.0102	0.010197
4.00	100.0384	100.0296	0.0088	0.008797
5.00	100.0384	100.0307	0.0077	0.007697
6.00	100.0387	100.0307	0.0080	0.007997
7.00	100.0383	100.0306	0.0077	0.007697
8.00	100.0381	100.0305	0.0076	0.007597
9.00	100.0383	100.0304	0.0079	0.007897
1 hora	100.0384	100.0310	0.0074	0.007377
2 horas	100.0386	100.0306	0.0080	0.007997
3 horas	100.0355	100.0279	0.0076	0.007597
24 horas	100.0350	100.0280	0.0070	0.006998
48 horas	100.0362	100.0279	0.0083	0.008297
72 horas	100.0232	100.0121	0.0111	0.011098

3.1.3 Aluminio.

A continuación se presentan los resultados de la celda de aluminio.

LABORATORIO DE TERMOMETRIA ICAITI

Fecha. 5-4-1,995.

Método de congelamiento. hielo seco (CO₂)

Material de la celda: **aluminio**.

Termómetro PW-EY 4 Número de serie 492770. Heraeus. Certificado 241 DKD-D

Multímetro Prema 6031 A.

Canal 2

TABLA XIII

med/hora	Celda de aluminio	Celda de referencia	Diferencia	Error
0.00	100.0725	100.0222	0.0503	0.050288
1.00	100.0382	100.0250	0.0132	0.013196
2.00	100.0012	100.0269	0.0257	0.025693
3.00	99.9798	100.0281	0.0483	0.048286
4.00	99.7152	100.0296	0.3144	0.314306
5.00	99.6240	100.0307	0.4067	0.406575
6.00	99.5770	100.0307	0.4537	0.453560
7.00	99.5642	100.0306	0.4664	0.466257
8.00	99.5495	100.0305	0.4810	0.480853
9.00	99.5396	100.0304	0.4935	0.493350
1 hora	99.5270	100.0310	0.5040	0.503843
2 horas	99.9888	100.0306	0.5418	0.541634
3 horas	98.8509	100.0279	1.1770	1.176671
24 horas	99.5392	100.0280	0.4888	0.488663
48 horas	100.0780	100.0279	0.5010	0.500086
72 horas	100.2146	100.0121	0.1914	0.191355

Celda de referencia (alemana).

3.2 Curvas de congelamiento.

Inicialmente se comparan las mediciones de las celdas hechas en ICAITI con la celda de fabricación alemana.

Luego, se presentan las curvas de congelamiento de cada celda en la primera medición y se presenta un análisis de cada gráfica explicando el comportamiento de las celdas.

Para cada caso se muestran cuatro gráficas: la primera es una gráfica general del comportamiento en las 72 horas, la segunda muestra la primera hora después de formado el punto triple, la tercera las primeras 3 horas y en la última los intervalos son de 24 horas.

Como se puede notar, en la gráfica, en la celda de aluminio no se logró el punto triple, debido a la dificultad para introducir el hielo en el pozo, así como la dificultad para conocer el nivel de agua y el grosor de la capa de hielo, lo cual se evidenció al momento de hacer las mediciones. Sólo la celda de aluminio se salió del rango en que permanecieron las otras celdas.

Es de hacer notar la estabilidad de las otras celdas a pesar de que cada día prácticamente se volvía a formar el punto triple, puesto que al dejarlas en el hielo, directamente, se congelaban por completo y había que proceder a efectuar el procedimiento de descongelamiento antes de realizar la medición.

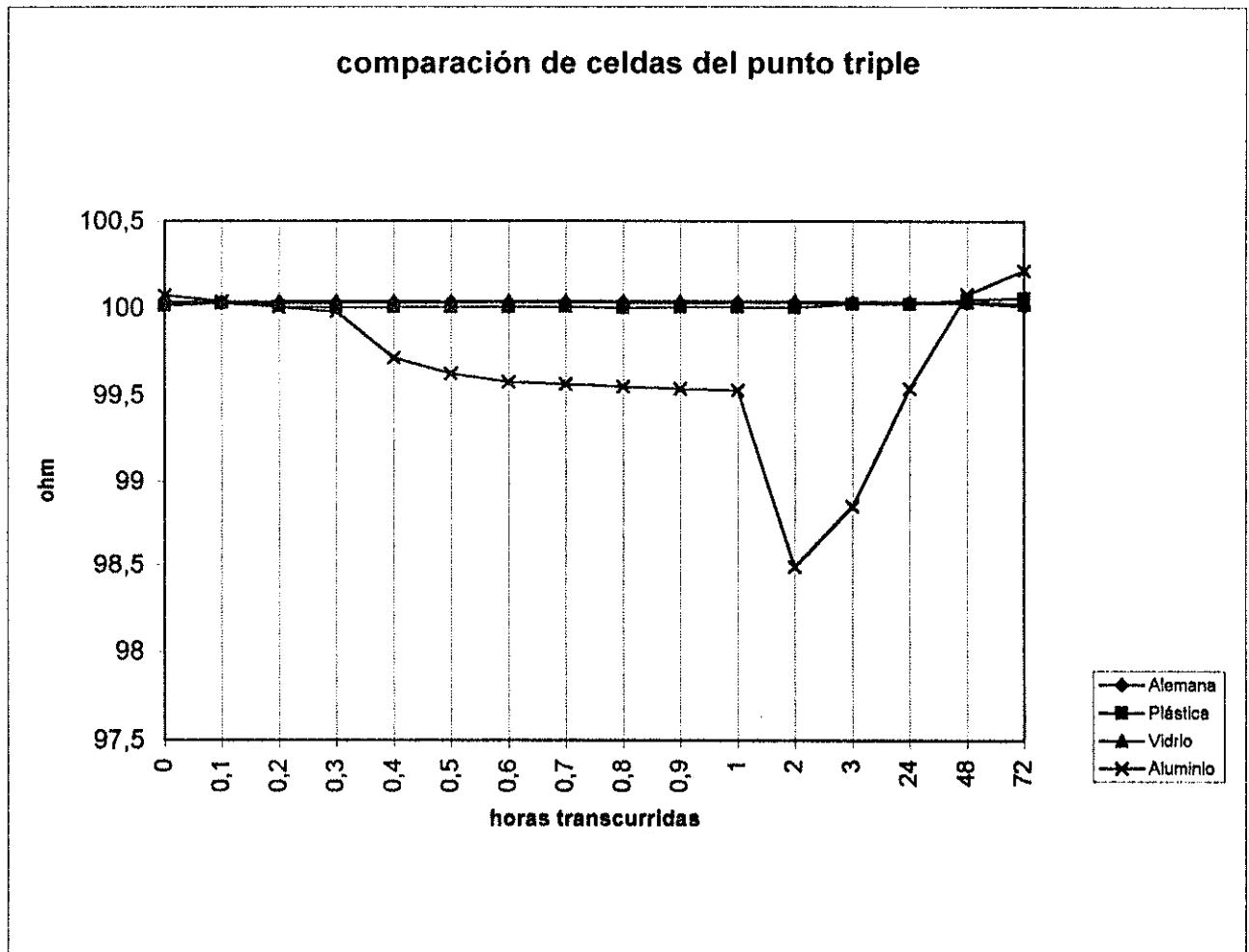


Figura No. 21-A

En esta segunda gráfica se eliminó la celda de aluminio, al mostrar en detalle el comportamiento de las otras celdas, se puede notar que los incrementos en la escala son de 50 mK.

Como se puede ver, la celda de vidrio tiene similar comportamiento que la celda de fabricación alemana. Con un diferencia casi constante a lo largo de la curva de 75 mK, aproximadamente, a partir de la 5ta medición.

También se nota que después de 48 horas las celdas de vidrio y alemana tendieron a congelarse, mientras la celda de plástico tendió a descongelarse o perder el manto de hielo alrededor del pozo.

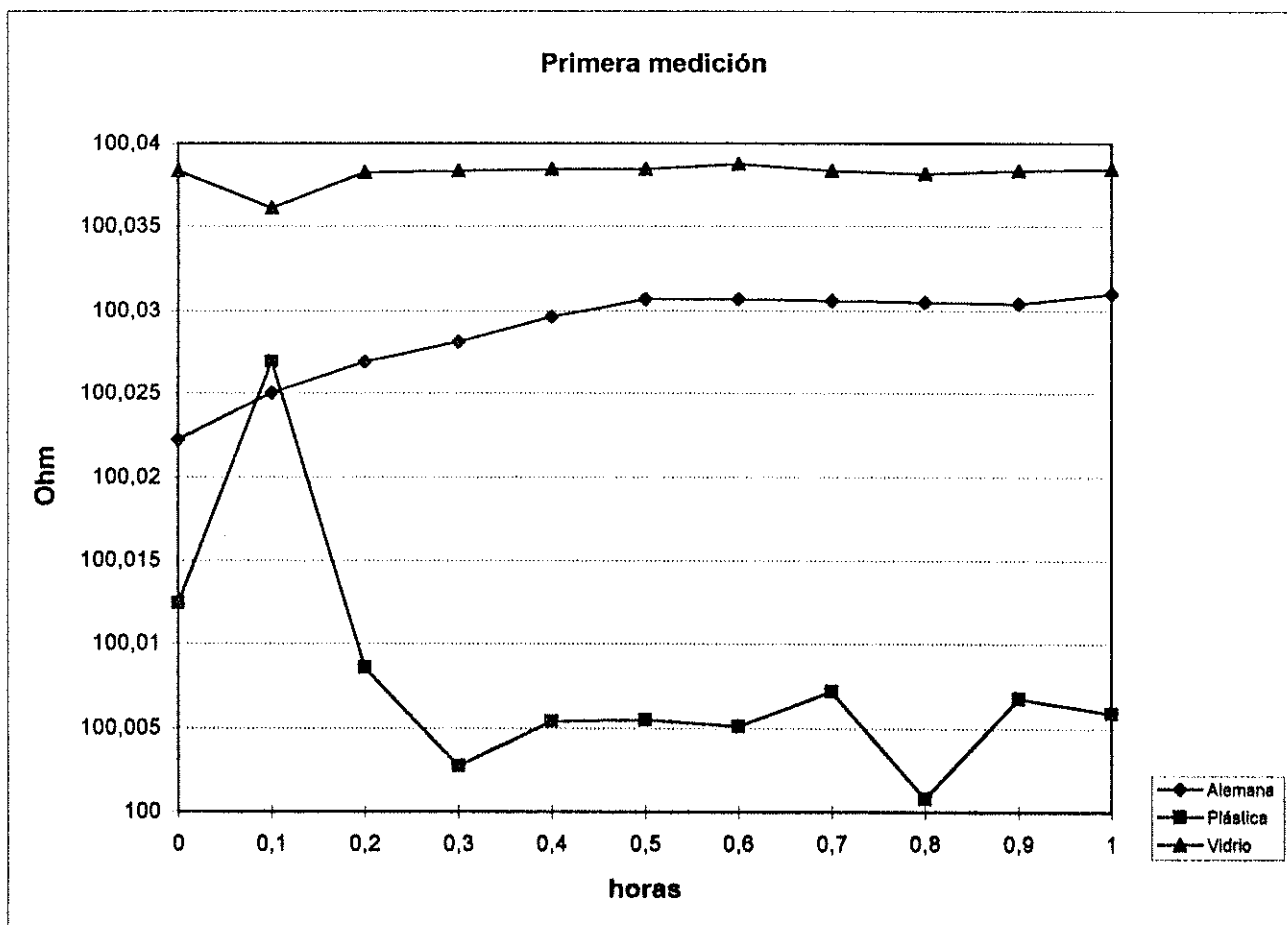


Figura No. 21-B

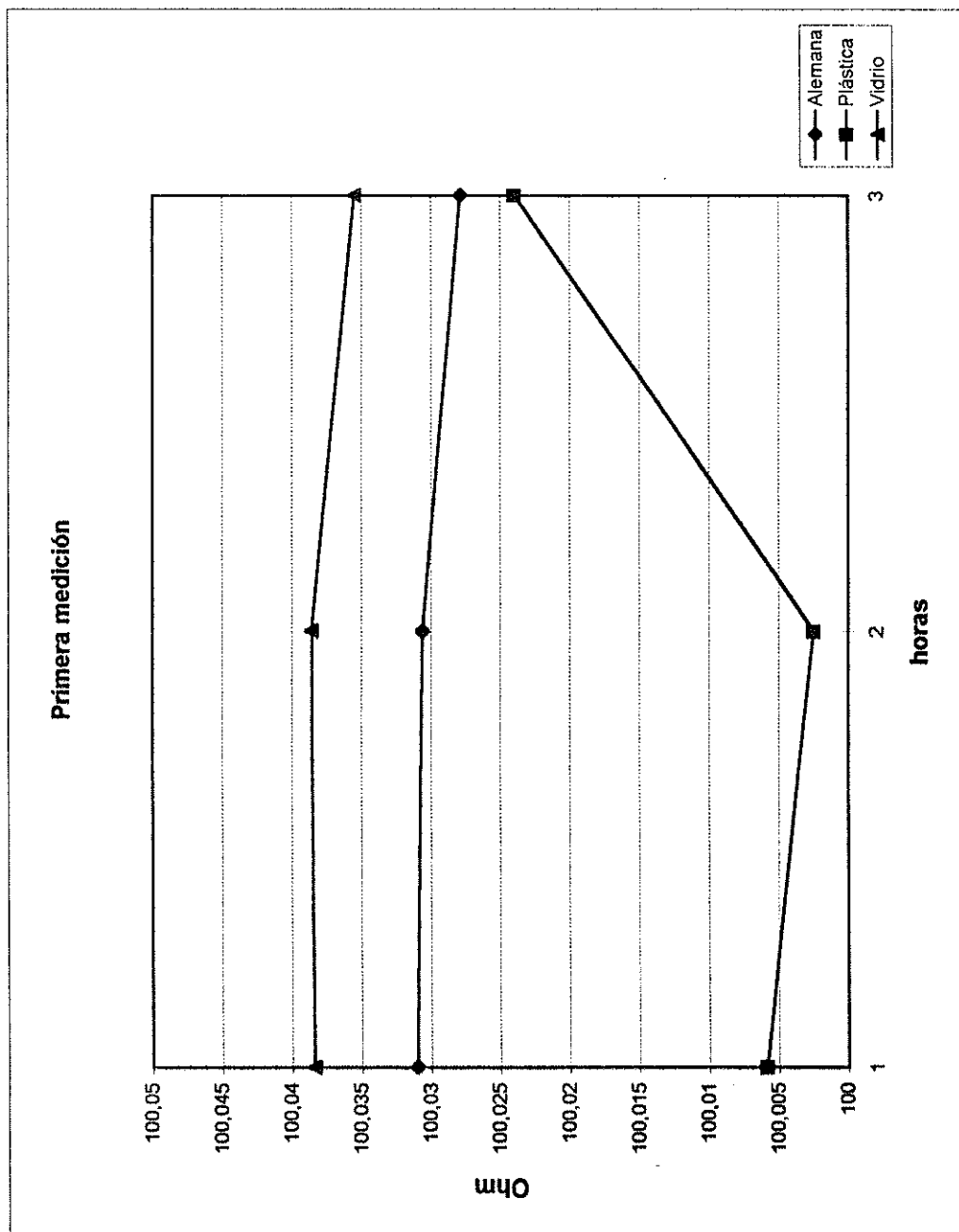


Figura No. 21-C

Primera medición

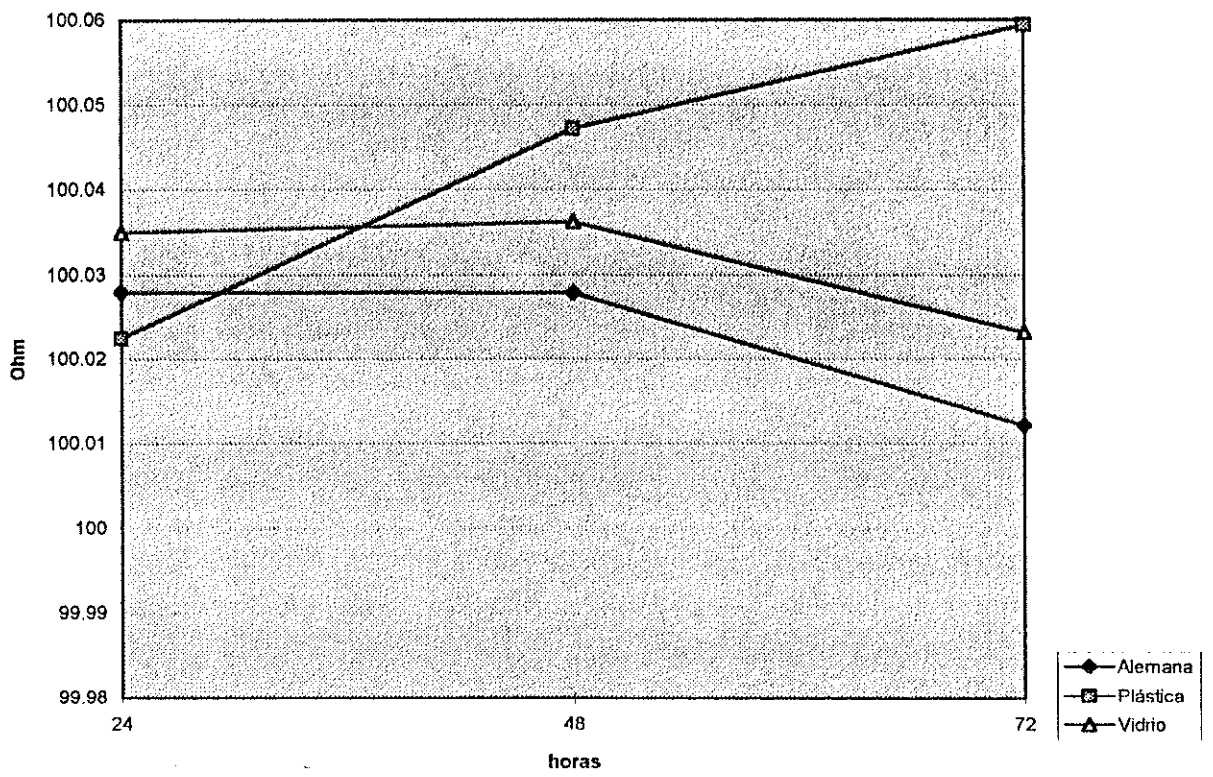


Figura No. 21-D

La celda de plástico mantuvo un comportamiento estable, básicamente, en la parte media entre 0.4 horas y la hora segunda.

A pesar de que a la celda de plástico no se le hizo un vacío tan grande como a las otras dos celdas.

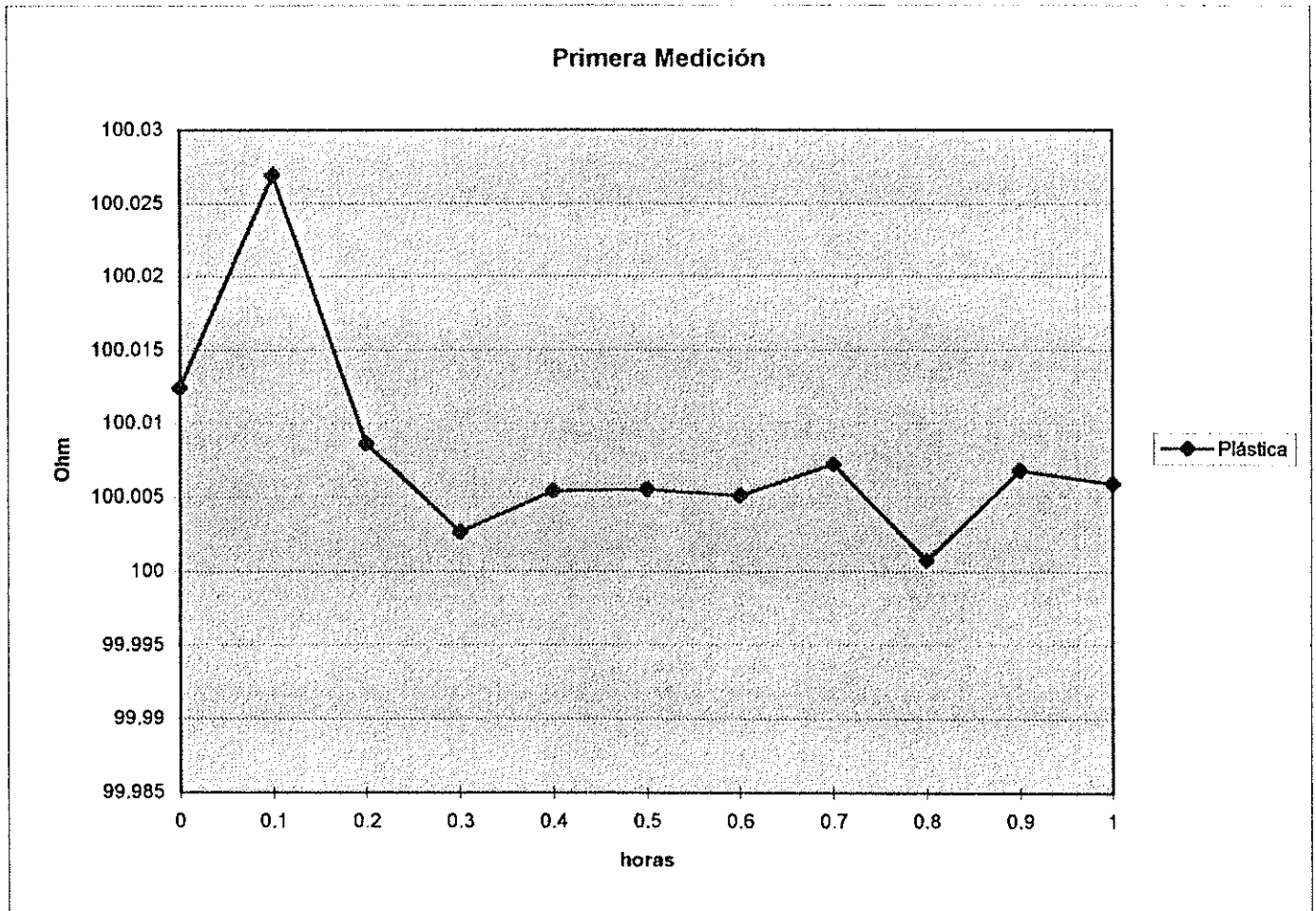


Figura No. 22-A

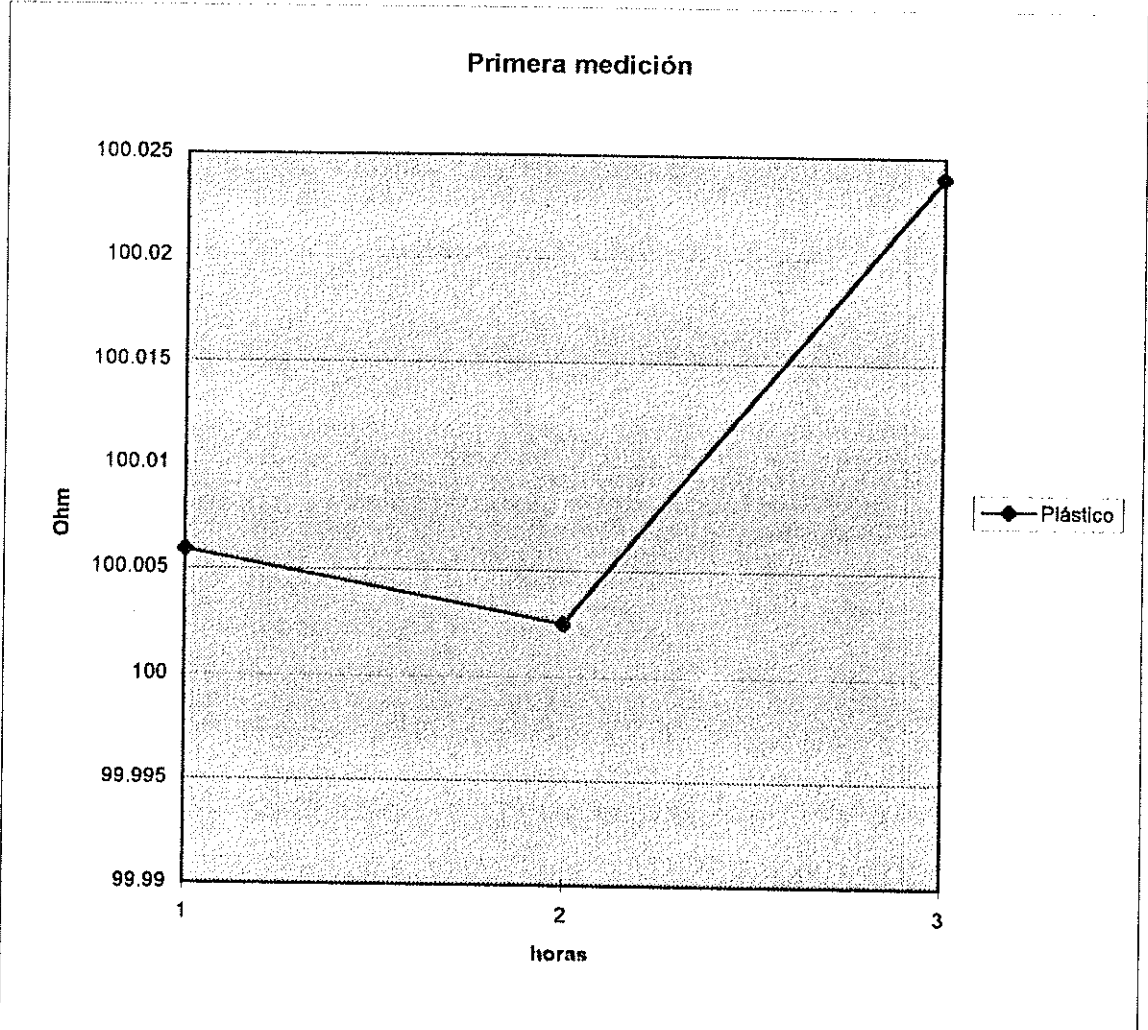


Figura No. 22-B

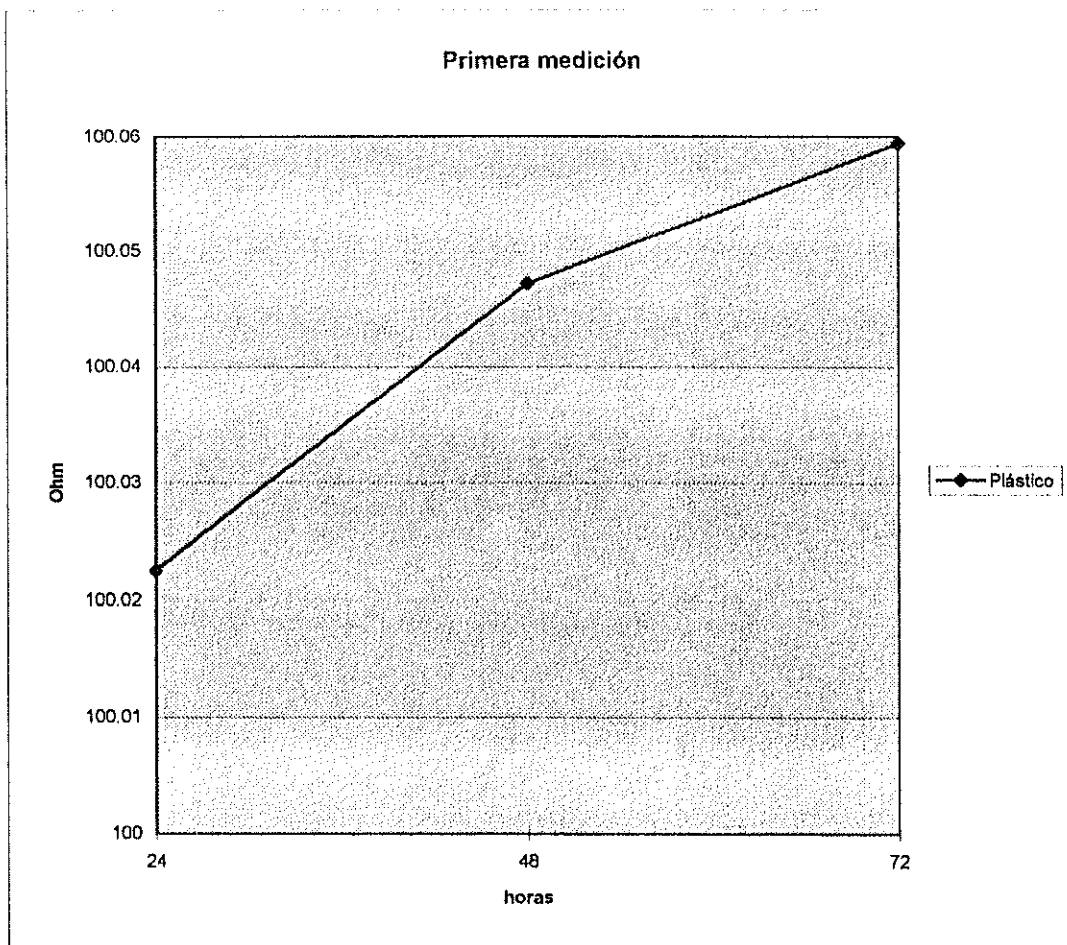


Figura No. 22-C

La celda de vidrio se comportó de una manera estable, solamente en la cuarta medición muestra un pico en el cual se estaba congelando y a partir de la tercera horas donde se comenzo a agrandar la capa de hielo debido a que la celda estaba en contacto directo con el hielo, dentro de un Dewar.

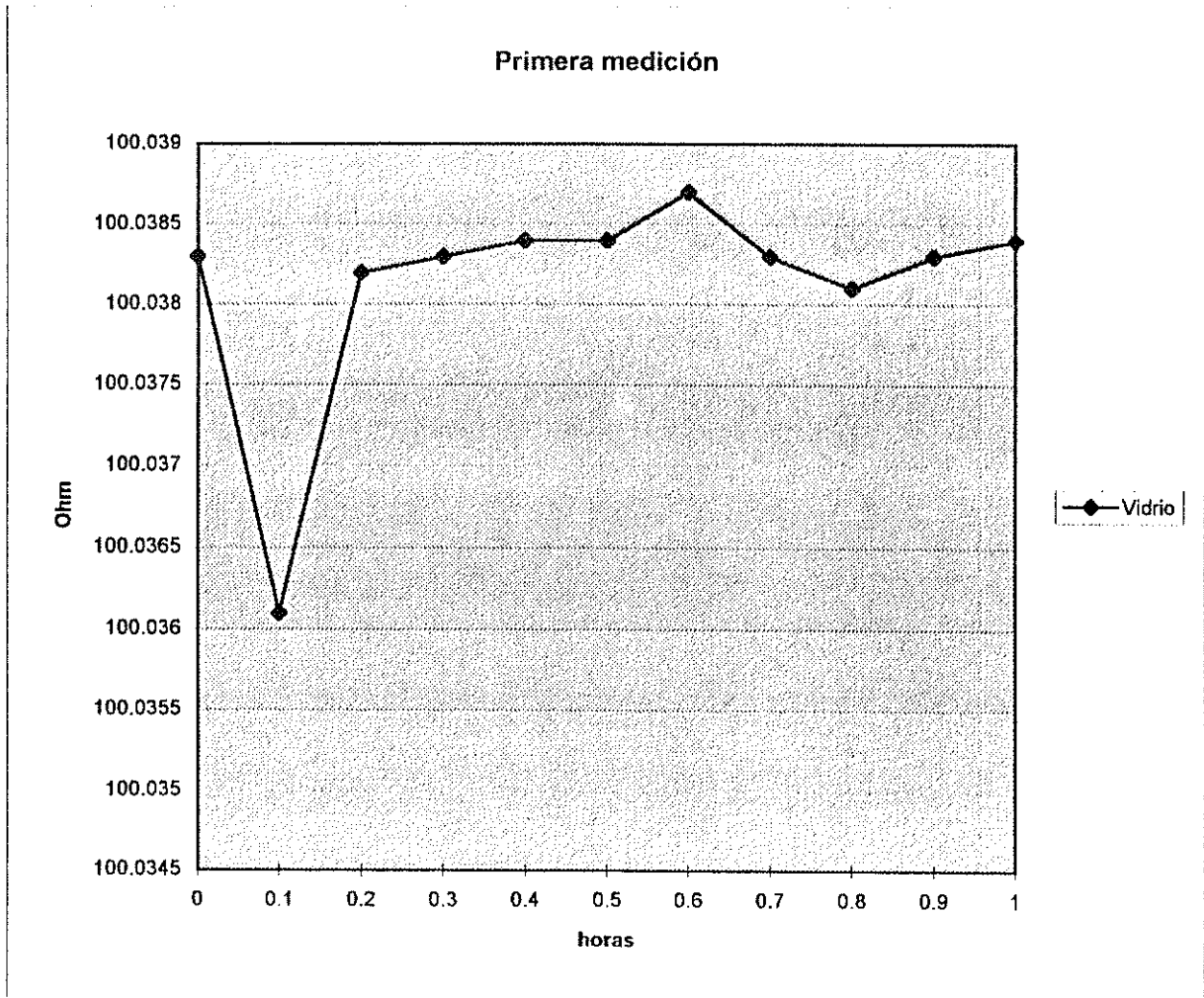


Figura No. 23-A

Primera medición

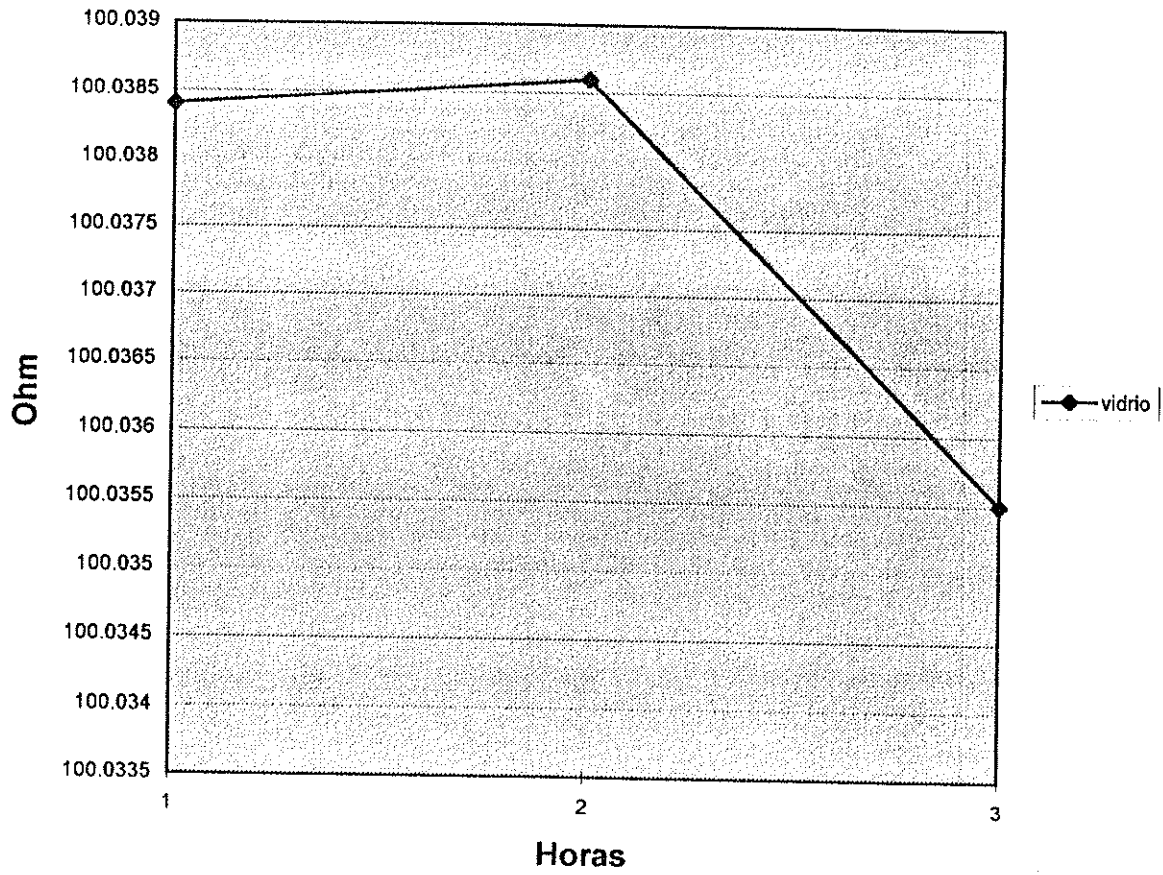


Figura No. 23-B

Primera medición

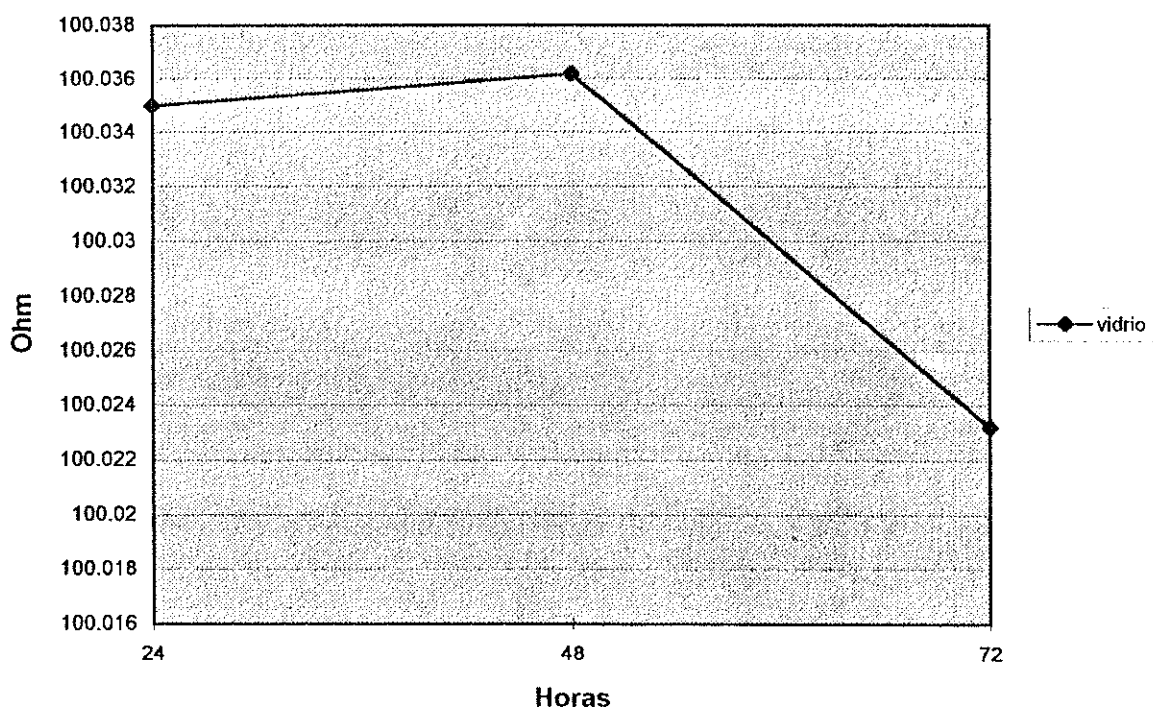


Figura No. 23-C

La celda de aluminio, como se mencionó en la primera gráfica, no logró estabilizarse en el punto tripl, debido a la dificultad para ver la congelación o formación del manto de hielo.

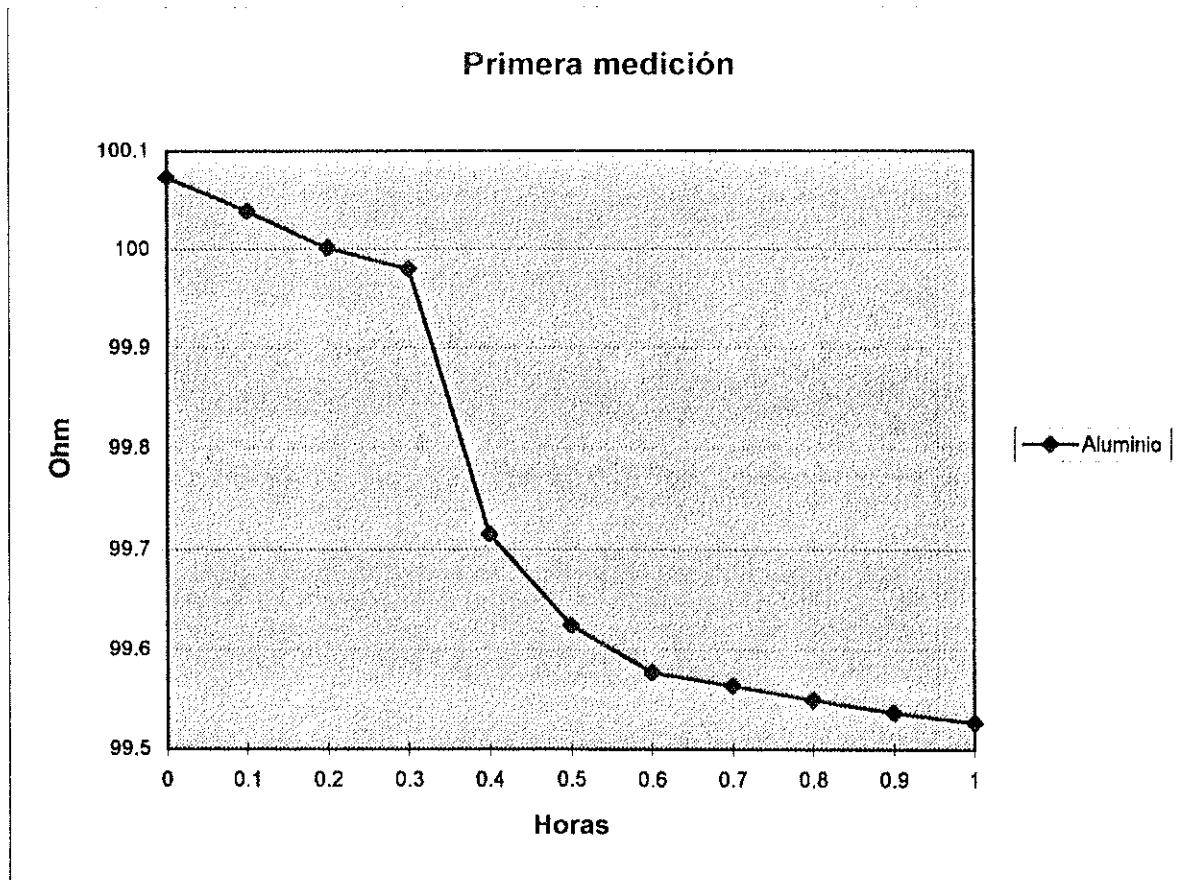


Figura No. 24

Es evidente que todas las celdas, a excepción de la de aluminio, mostraron estabilidad entre 0.3 horas y la hora 2. La celda de vidrio tuvo un comportamiento bastante parecido al de la celda alemana.

3.3 Reproducibilidad de la medición.

Se congelaron nuevamente las celdas, bajo las mismas condiciones de la primera vez para observar la diferencia respecto de las mediciones anteriores. La única variante fue durante el tercer día en el cual se apagaron los multimetros cinco horas, aproximadamente, por falta de energía eléctrica. Pero, fueron encendidos una hora antes de hacer la última lectura. Los resultados se presentan en las siguientes tablas.

Resultados de la celda de plástico.

LABORATORIO DE TERMOMETRÍA ICATH

Fecha. 18-4-1,995.

Método de congelamiento: hielo seco (CO₂)

Material de la celda: **plástico**

Termómetro PW-EZ 100 No. de Serie 492753 Heraeus. Certificado 197 DKD-K-05601

Multímetro Prema 6031 A.

Canal 1.

TABLA XIV

med/hora	Celda de plástico	Celda de referencia	Diferencia	Error
0.00	100.0051	100.0303	0.0252	0.025192
1.00	100.0060	100.0304	0.0244	0.024326
2.00	100.0000	100.0300	0.0300	0.029991
3.00	100.0071	100.0299	0.0183	0.018294
4.00	100.0060	100.0302	0.0242	0.024192
5.00	100.0079	100.0302	0.0223	0.022293
6.00	100.0064	100.0304	0.0240	0.023992
7.00	100.0072	100.0305	0.0233	0.023292
8.00	100.0069	100.0304	0.0235	0.023492
9.00	100.0050	100.0301	0.0251	0.025092
1 hora	100.0071	100.0301	0.0230	0.022993
2 horas	100.0057	100.0302	0.0245	0.024492
3 horas	100.0064	100.0300	0.0236	0.023592
24 horas	100.0062	100.0301	0.0239	0.023892
48 horas	100.0062	100.0329	0.0267	0.026691
72 horas	100.0096	100.0330	0.0234	0.023392

Celda de referencia (alemana).

Resultados de la celda de vidrio.

LABORATORIO DE TERMOMETRIA
ICAITI

Fecha. 18-4-1,995.

Método de congelamiento: hielo seco (CO₂)

Material de la celda: vidrio

Termómetro PW-EY 4. No de serie 492766 Heraeus. Certificado 240-DKD-K

Multímetro Prema 6031 A.

Canal: local.

TABLA XV

med/hora	Celda de vidrio	Celda de referencia	Diferencia	Error
0.00	100.0321	100.0303	0.0181	0.001799
1.00	100.0311	100.0304	0.0007	0.000699
2.00	100.0359	100.0300	0.0059	0.005898
3.00	100.0301	100.0299	0.0002	0.000199
4.00	100.0324	100.0302	0.0022	0.002199
5.00	100.0199	100.0302	0.0103	0.010296
6.00	100.0128	100.0304	0.0176	0.017594
7.00	100.0200	100.0305	0.0105	0.010496
8.00	100.0187	100.0304	0.0117	0.011696
9.00	100.0151	100.0301	0.0150	0.014995
1 hora	100.0287	100.0301	0.0014	0.001399
2 horas	100.0275	100.0302	0.0027	0.002699
3 horas	100.0398	100.0300	0.0098	0.009797
24 horas	100.0263	100.0301	0.0047	0.004698
48 horas	100.0366	100.0329	0.0037	0.003698
72 horas	100.0356	100.0330	0.0026	0.002599

Celda de referencia (alemana).

Resultados de la celda de aluminio.

LABORATORIO DE TERMOMETRÍA
ICAITI

Fecha. 18-4-1,995.

Método de congelamiento: hielo seco (CO₂)

Material de la celda: **aluminio**.

Termómetro PW-EY 4 Número de serie 492770. Heraeus. Certificado 241 DKD-D

Multímetro Prema 6031 A.

Canal 2

TABLA XVI

med/hora	Celda de aluminio	Celda de referencia	Diferencia	Error
0.00	100.0399	100.0303	0.0096	0.009597
1.00	100.0356	100.0304	0.0052	0.005198
2.00	100.0583	100.0300	0.0283	0.028291
3.00	100.0361	100.0299	0.0062	0.006198
4.00	100.0505	100.0302	0.0203	0.020293
5.00	100.0336	100.0302	0.0034	0.003398
6.00	100.0390	100.0304	0.0086	0.008597
7.00	100.0302	100.0305	0.0003	0.000299
8.00	100.0367	100.0304	0.0063	0.006298
9.00	100.0325	100.0301	0.0024	0.002399
1 hora	100.0371	100.0301	0.0070	0.006997
2 horas	100.0334	100.0302	0.0032	0.003199
3 horas	100.0605	100.0300	0.0305	0.030490
24 horas	100.0693	100.0301	0.0392	0.039188
48 horas	100.0418	100.0329	0.0089	0.008897
72 horas	100.8083	100.0330	0.7753	0.775044

Celda de referencia (alemana).

En las siguientes gráficas se puede observar lo siguiente:

1. todas las celdas mostraron mayor estabilidad,
2. las variaciones más altas fueron las de la celda de aluminio,
3. si hay reproducibilidad de la medición.

En esta gráfica se muestra el comportamiento de todas las celdas, siendo notorio que esta vez se logró la estabilidad de ellas, para una escala de 1 K (1000 mK) En la hora 72 la celda de aluminio ya se había descongelado.

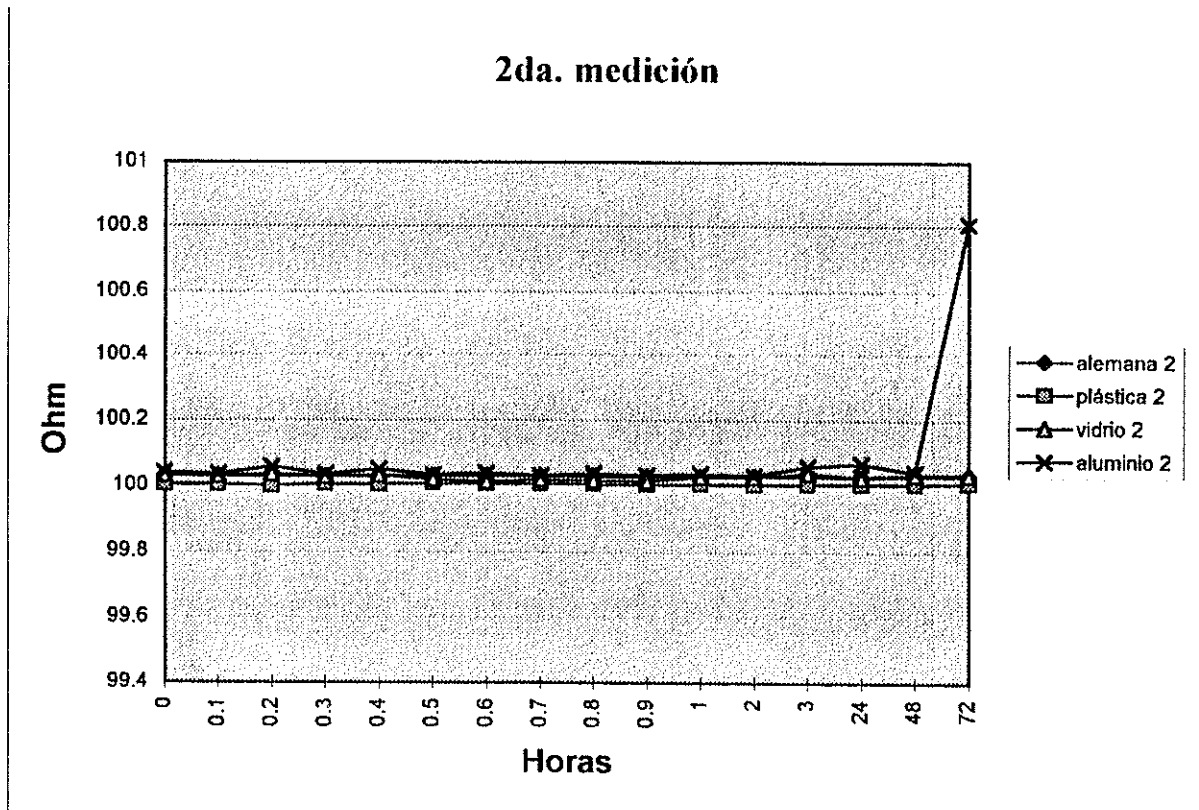


Figura No. 25-A

En esta gráfica no se tomó en cuenta el pico de la celda de aluminio para la medida en la hora 72, para observar mejor con una escala más grande el comportamiento de las celdas (100 mK).

Como se puede ver, la celda de aluminio es la que muestra mayor variación e inestabilidad, teniendo un comportamiento oscilante, el cual en la parte central es menos pronunciado.

De las celdas hechas en ICAITI la que muestra mayor estabilidad es la de plástico.

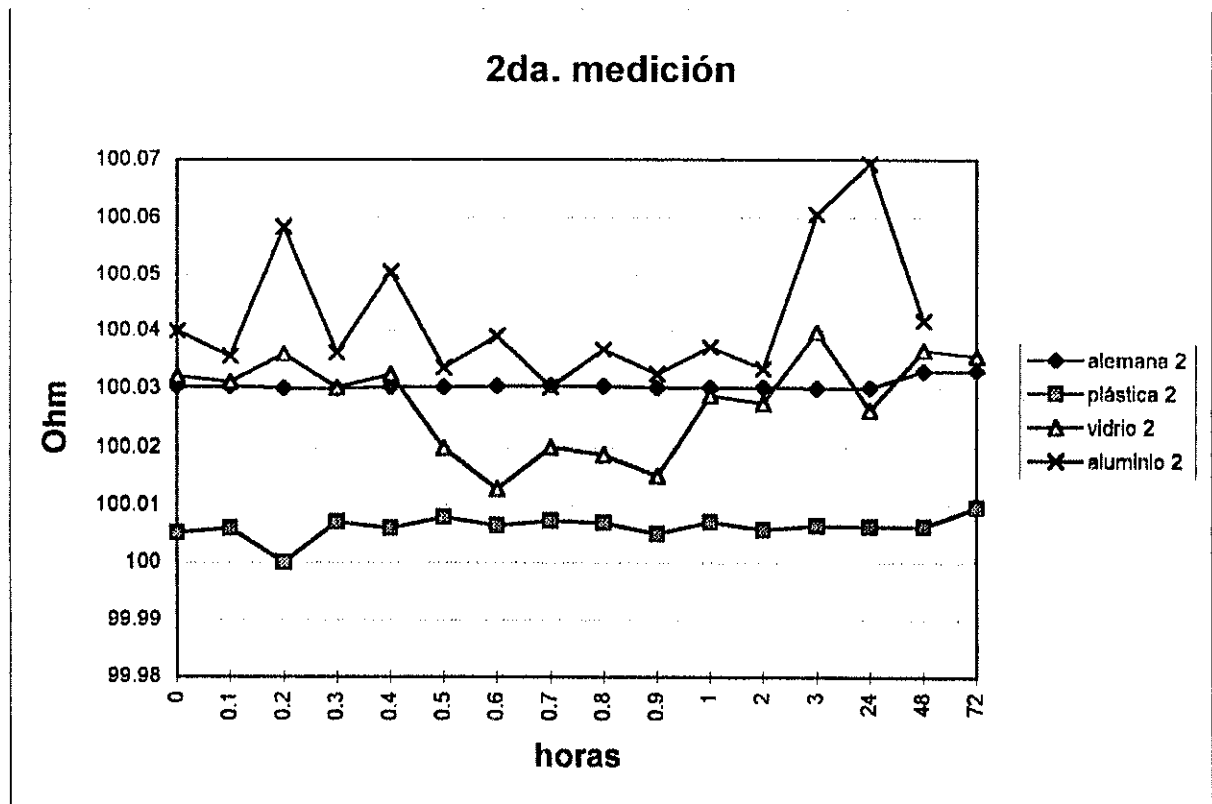


Figura No. 25-B

La celda de plástico también mejoró su estabilidad en la segunda medición. Las variaciones en promedio fueron de 15 mK que comparados con las variaciones de la primera medición de 30 mK, aproximadamente, lo que es una mejora sustancial.

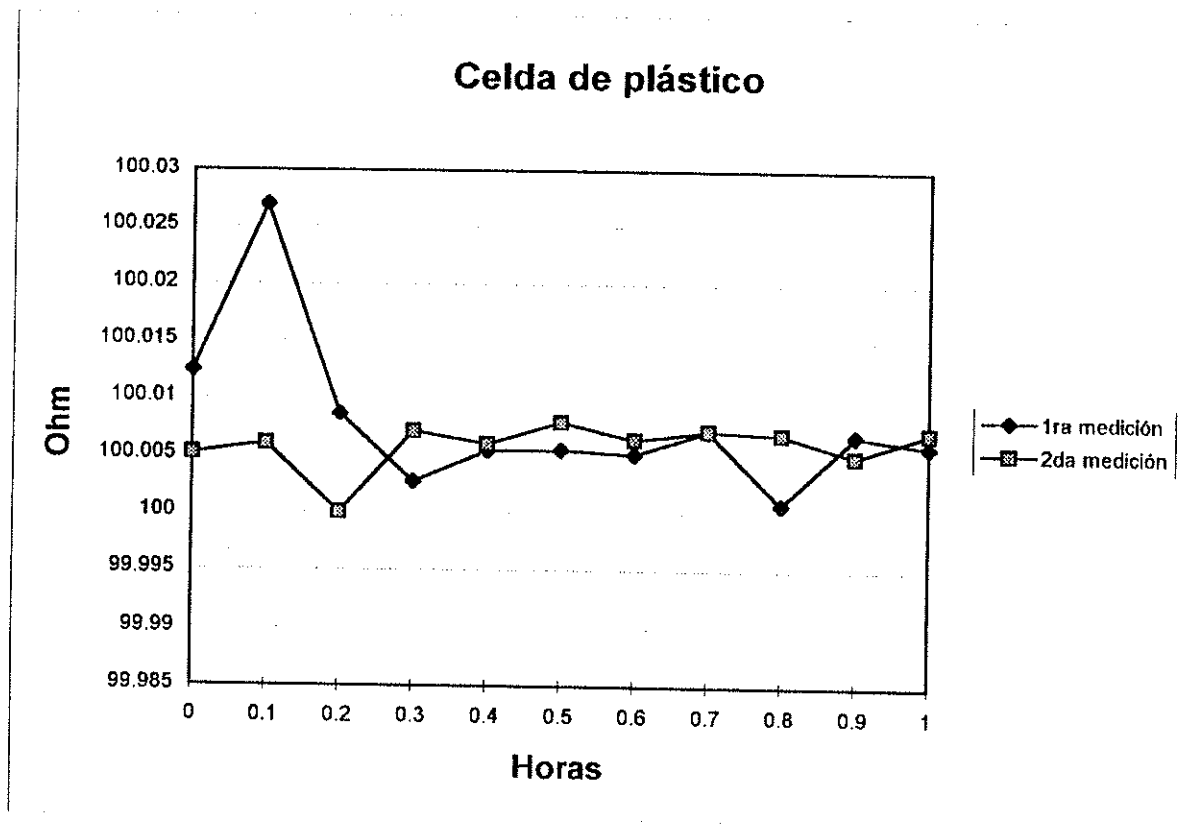


Figura No. 26-A

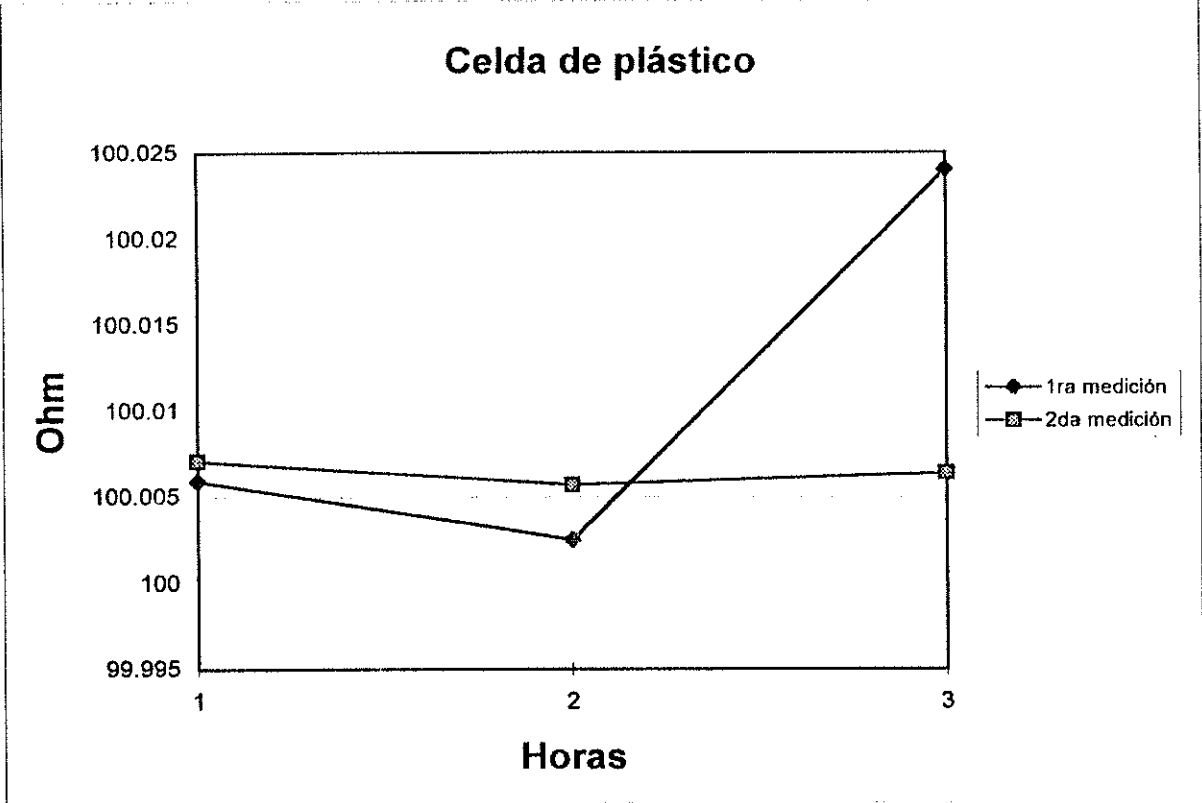


Figura No. 26-B

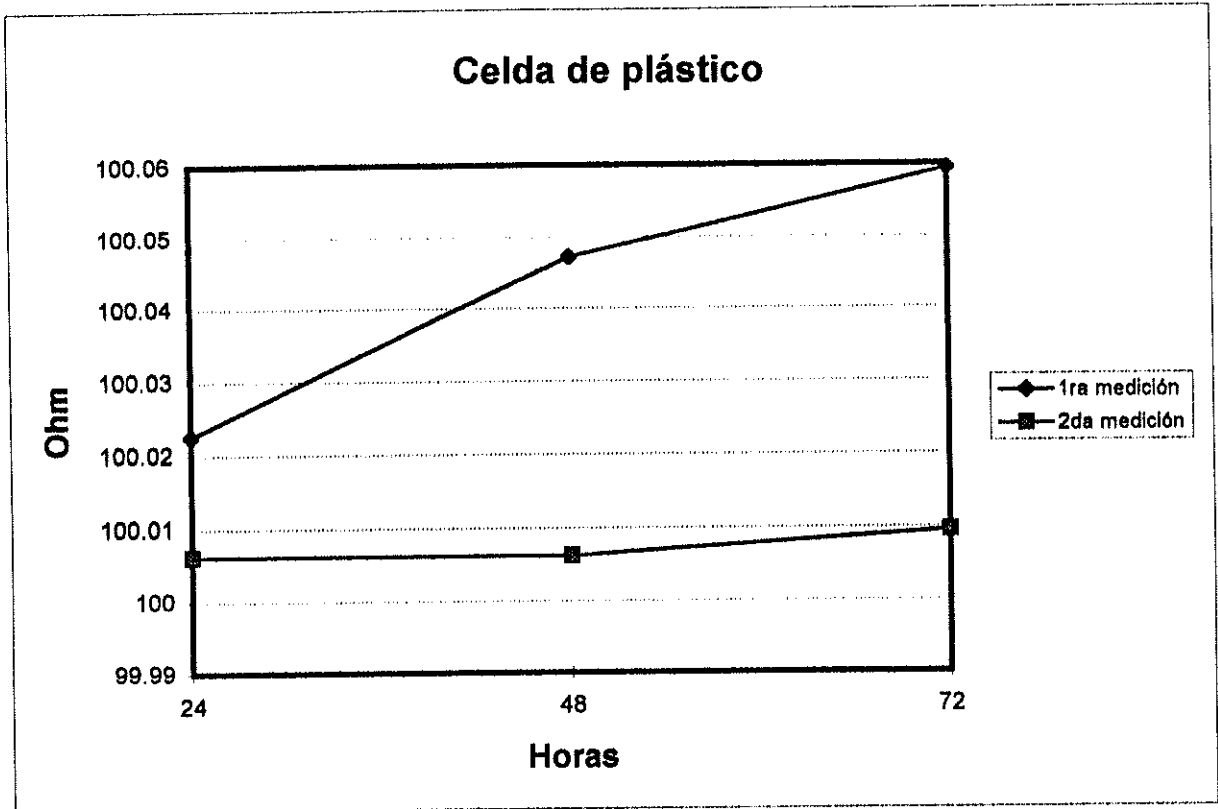


Figura No. 26-C

Esta celda mostró un comportamiento más errático en la segunda prueba con variaciones altas, hasta de 140 mK.

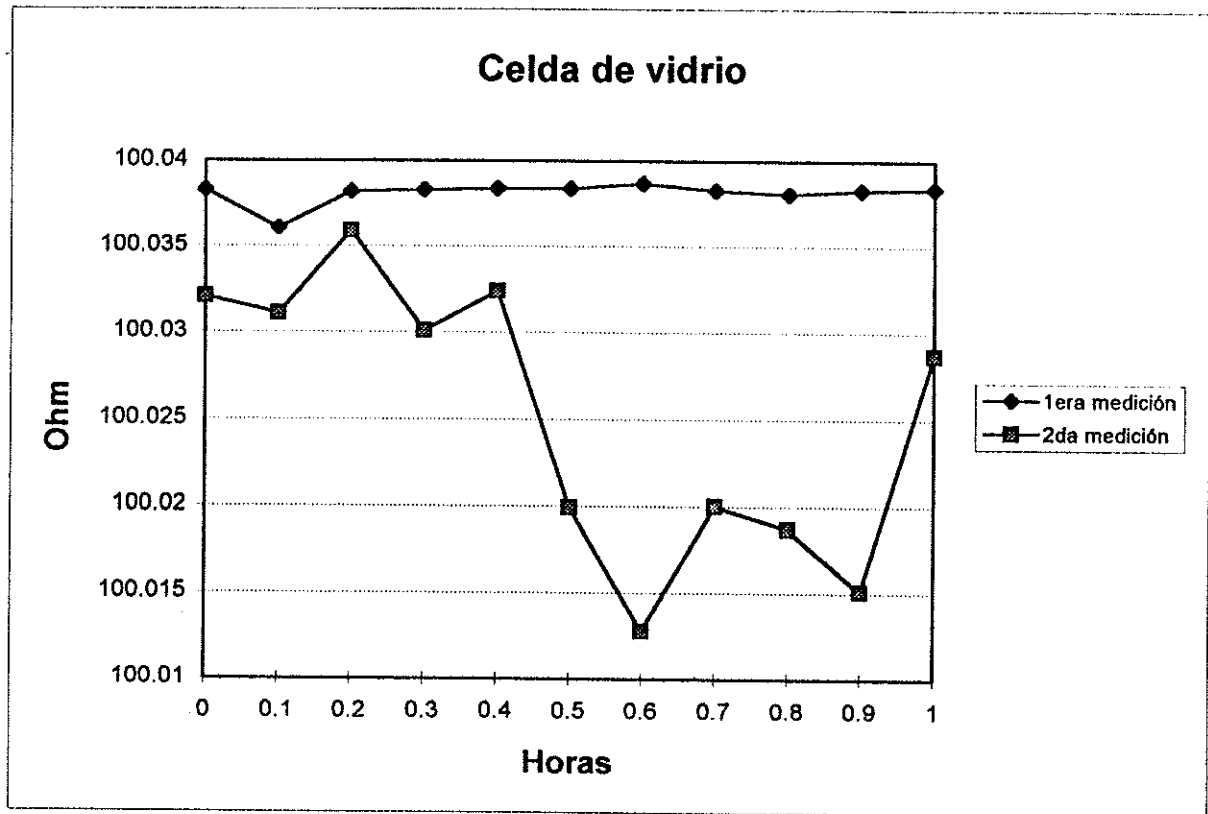


Figura No.27-A

Celda de vidrio

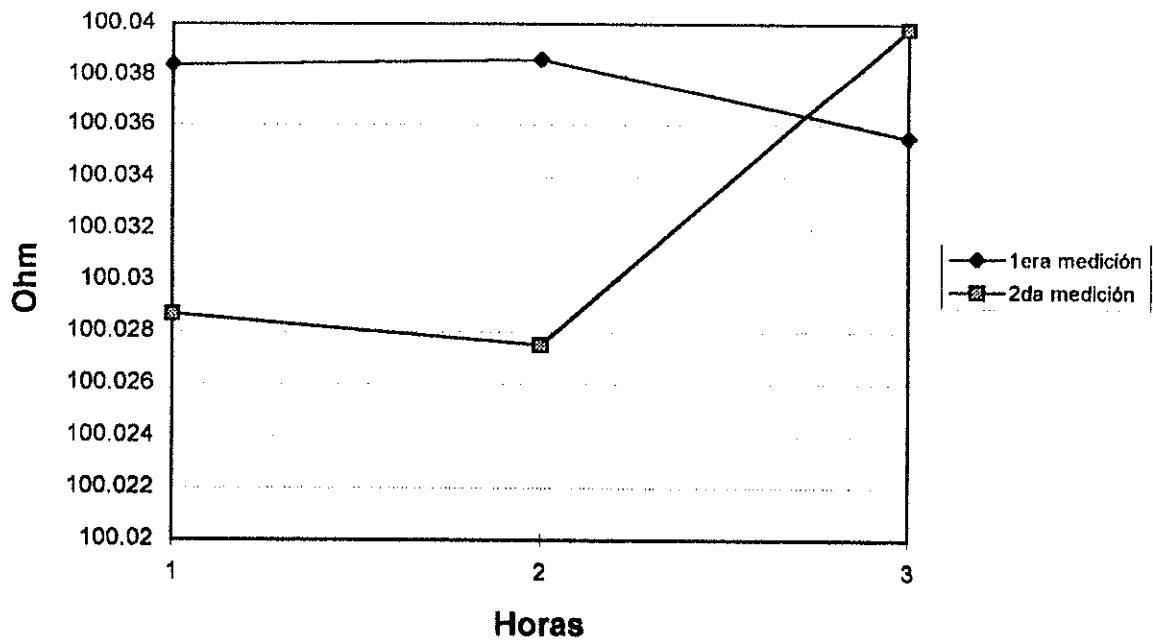


Figura No.27-B

Celda de vidrio

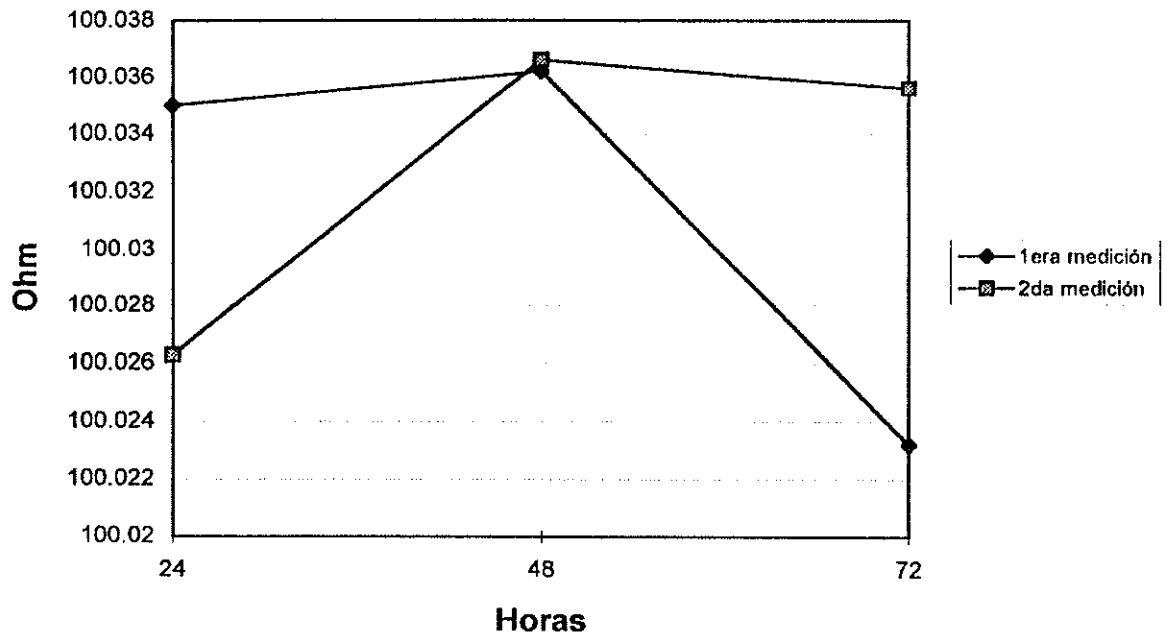


Figura No.27-C

La celda de aluminio en la segunda medición mostró una mejora respecto de la primera medición, las variaciones oscilaron cerca de medio kelvin (500 mK) para esta medición.

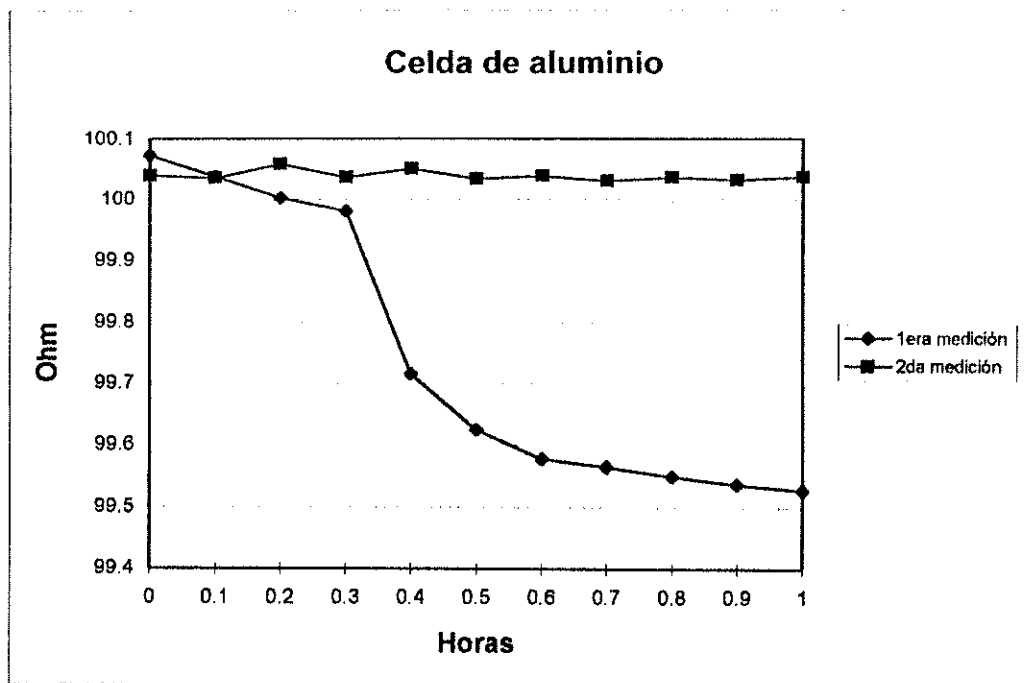


Figura No. 28-A

Celda de aluminio

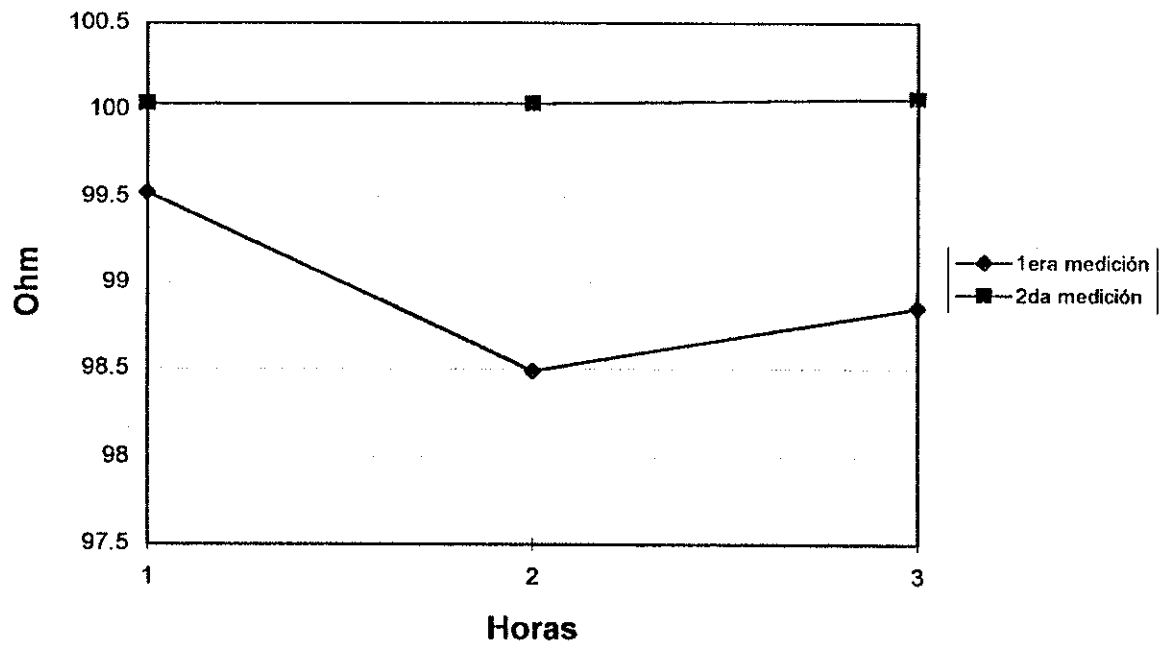


Figura No. 28-B

Celda de aluminio

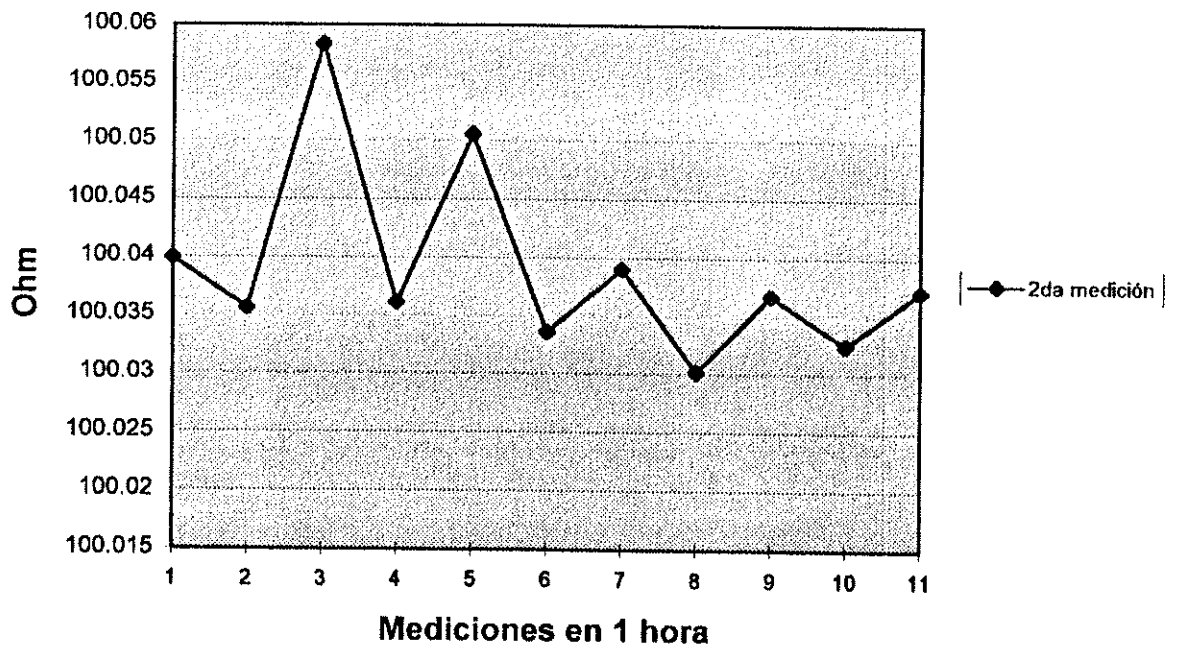


Figura No. 28-C

También la celda alemana muestra una mejora en la segunda medición. Permaneció estable alrededor de 100.0300 Ohmios con una variación de ± 0.2 mK.

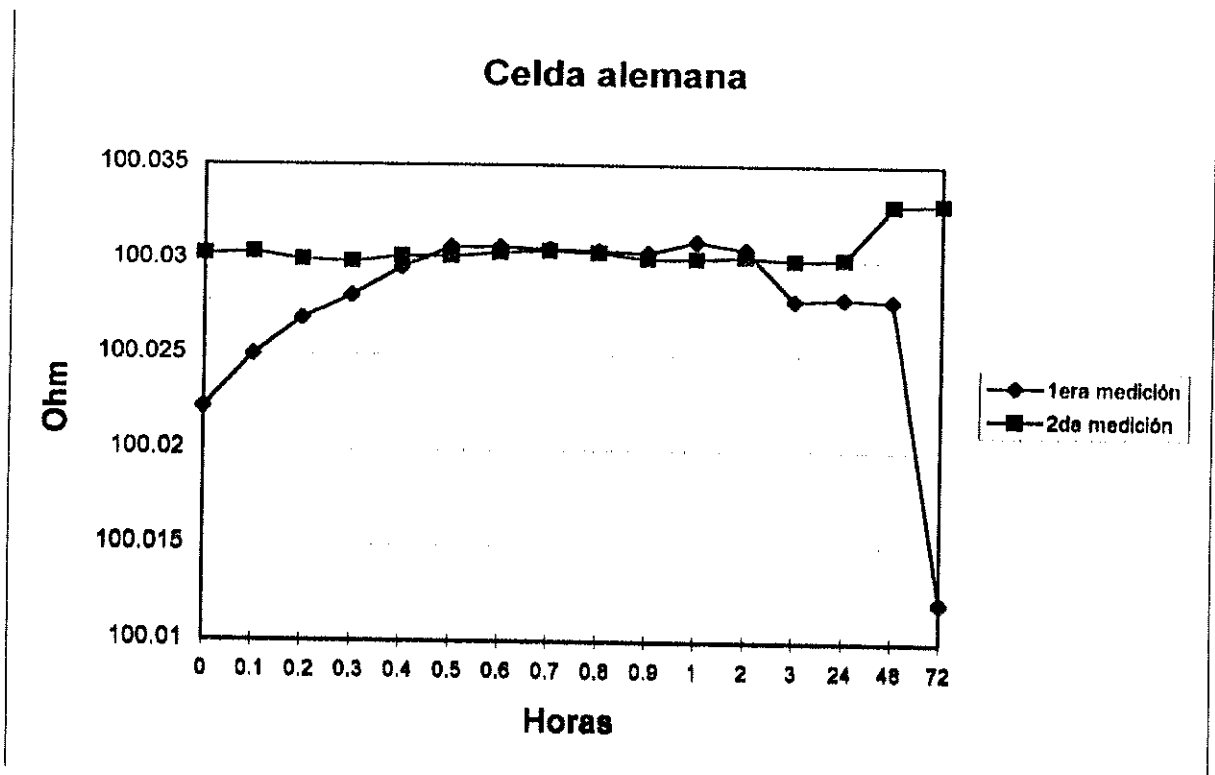


Figura No. 29-A

En estas gráficas se amplía la escala con lo que es más notoria la mejora. Las variaciones estuvieron alrededor de 1 mK entre cada lectura.

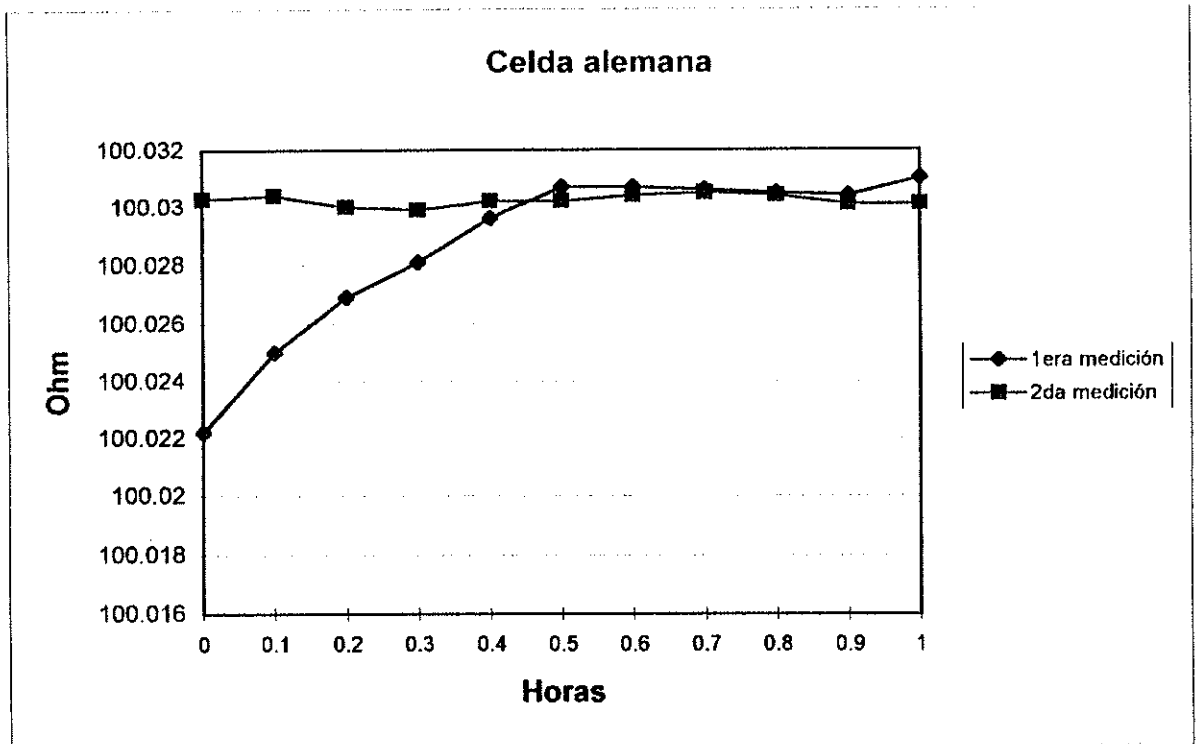


Figura No. 29-B

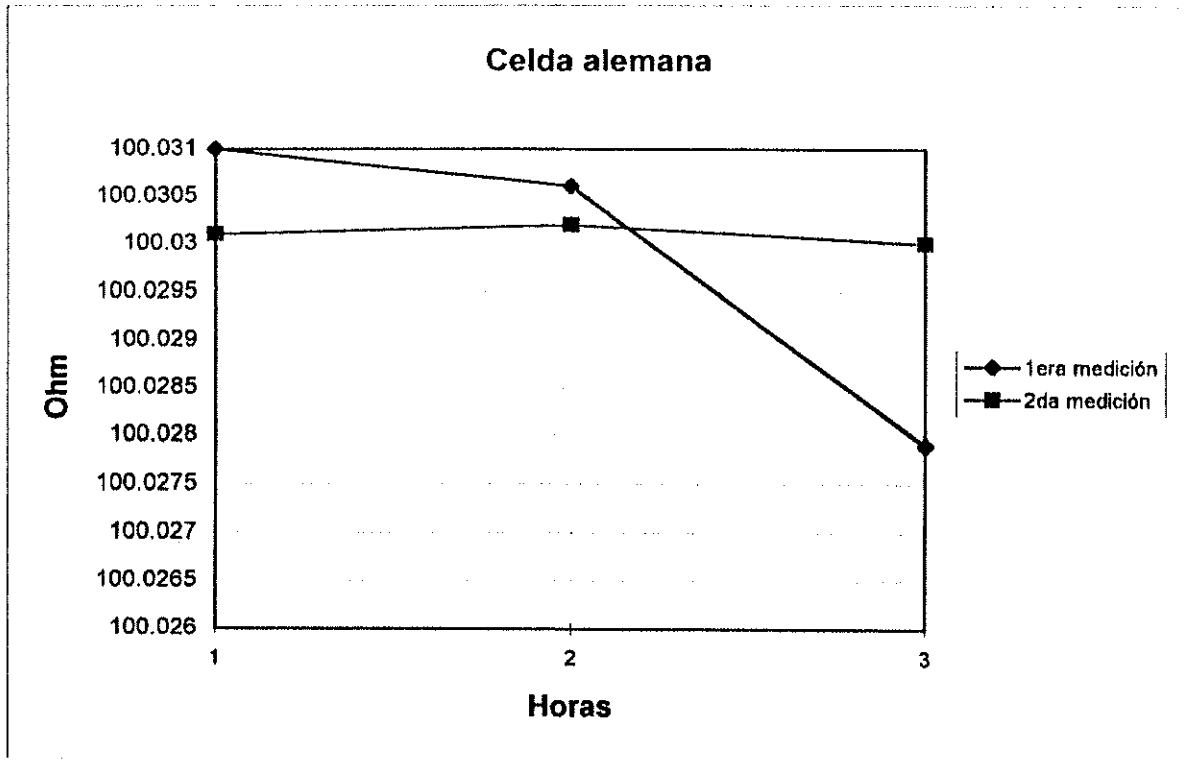


Figura No. 29-C

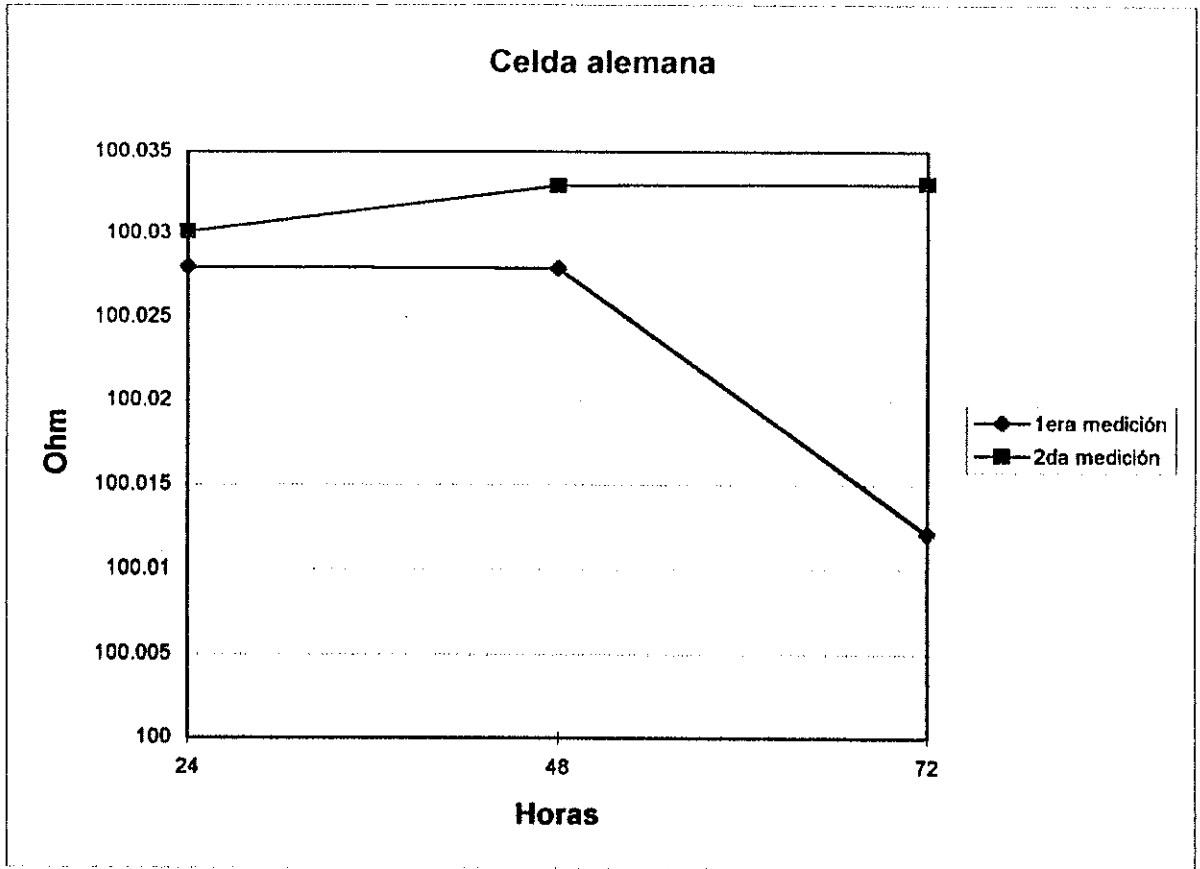


Figura No. 29-D

CAPITULO 4 RESULTADOS

4.1 Exactitud en mediciones. Resultados de las mediciones.

En plástico.

El promedio de la resistencia del termómetro en las 16 mediciones fue:

-en la 1era medición:

$$R(\text{Ohm}) = 100.0145\Omega$$

-en la 2da. medición:

$$R(\text{Ohm}) = 100.0061\Omega$$

El termómetro utilizado al momento de ser certificado marcó en 0.01 °C una resistencia de 99.9939 Ohm por lo que los resultados variaron así:

-en la primera medición, la variación fue de 0.0206 Ohm que en grados centígrados es 0.206 grados centígrados, la lectura entonces fue

$$\underline{0.216\text{ °C} \pm 0.130\text{ °C.}}$$

-en la segunda medición, la variación fue de 0.0122 Ohm que en grados centígrados es 0.122 °C por lo que la temperatura leída fue

$$\underline{0.132\text{ °C} \pm 0.100\text{ °C.}}$$

En vidrio.

El promedio de la resistencia en las 16 mediciones en Ohm fue:

-en la 1era. medición:

$$R(\text{Ohm}) = 100.0367\Omega$$

-en la 2da. medición:

$$R(\text{Ohm}) = 100.0028\Omega$$

El termómetro utilizado, al momento de ser certificado para el punto triple del agua marcó 100.0240 Ohm Por lo que, los resultados son los siguientes:

-en la primera medición, la variación fue 0.0128 Ohm por lo que la lectura fue

$$\underline{0.138\text{ °C} \pm 0.102\text{ °C.}}$$

-en la segunda medición, la variación fue -0.0212 Ohm por lo que la lectura fue

$$\underline{-0.202\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.108\text{ }^{\circ}\text{C.}}$$

En aluminio.

El promedio de la resistencia del termómetro en las 16 mediciones en Ohm fue:

-en la 1era. medición:

$$R(\text{Ohm})= 99.7098\ \Omega$$

-en la 2da. medición:

$$R(\text{Ohm})= 100.0902\ \Omega$$

El termómetro utilizado, al momento de ser certificado, en el punto triple del agua marcó 100.0252 Ohm. Por lo que los resultados son los siguientes:

-en la primera medición, la variación fue de 0.3154 Ohm por lo que la lectura fue:

$$\underline{3.164\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1.704\text{ }^{\circ}\text{C.}}$$

-en la segunda medición, la variación fue de -0.065 Ohm por lo que la lectura fue:

$$\underline{-0.640^{\circ}\text{C} \pm 0.964\text{ }^{\circ}\text{C.}}$$

En la celda de fabricación alemana.

El promedio de la resistencia del termómetro en las 16 mediciones fue:

-en la 1era medición:

$$R(\text{Ohm})= 100.0276\ \Omega$$

-en la 2da. medición:

$$R(\text{Ohm})= 100.0305\ \Omega$$

El termómetro utilizado al momento de ser certificado, marcó en el punto triple del agua, 100.0355 Ohm . Por lo que, los resultados son los siguientes:

-en la primera medición, la variación fue 0.0079 Ohm por lo que la lectura es -0.069 °C.

-en la segunda medición, la variación fue 0.005 Ohm por lo que la lectura es -0.04 °C.

4.2 Variaciones estadísticas.

Las incertezas de las mediciones fueron calculadas, según la *Guía para la expresión de la incertidumbre BIPM/ISO*.

El modelo matemático para cada celda es:

$$R = R' + E + E_t \quad (20)$$

R es la lectura del multímetro.

R' es la resistencia del termómetro.

E es la corrección por el multímetro.

E_t es la corrección por el termómetro.

Se calculó la media aritmética de cada serie de mediciones con la fórmula:

$$x_i = \bar{v}_i = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n v_{ij} \quad (21)$$

plástico

$$x_1 = 100.01448 \Omega$$

$$x_2 = 100.00618 \Omega$$

vidrio

$$x_1 = 100.03675 \Omega$$

$$x_2 = 100.02766 \Omega$$

aluminio.

$$x_1 = 99.70981 \Omega$$

$$x_2 = 100.09018 \Omega$$

La desviación estándar se calculó con la siguiente fórmula:

$$s_{v_i} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum (v_{ij} - \bar{v}_i)^2} \quad (22)$$

Los resultados fueron:

plástico:

$$s_{v_1} = 0.016870 \Omega$$

$$s_{v_2} = 0.001984 \Omega$$

vidrio:

$$s_{v1} = 0.003811 \Omega$$

$$s_{v2} = 0.008107 \Omega$$

aluminio:

$$s_{v1} = 0.340440 \Omega$$

$$s_{v2} = 0.191837 \Omega$$

La desviación estandar de las mediciones dividida \sqrt{n} es lo que se conoce en La guía como incertidumbre tipo A.

Osea:

$$U_A = s(v) = s_{v_n} / \sqrt{n} \quad (23)$$

A esta incertidumbre hay que agregarle la incertidumbre tipo B que viene dada por:

-la incertidumbre del multímetro que es $3 * 10^{-6}$ Ohm con una confianza del 95 % o sea $3 * 10^{-6} / 1.96 = 1.53 * 10^{-6}$ Ohm.

-la incertidumbre del termómetro que es de 0.05 °C que en Ohm sería 0.005 Ohm.

La incertidumbre combinada es:

$$U_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \left[\frac{\partial f}{\partial x_i} \right]^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i) U(x_j) r(x_i, x_j) \quad (24)$$

El coeficiente de correlación es 0.

Por lo que la ecuación (24) queda

$$U_c^2(R) = \left[\frac{\partial R}{\partial R'} \right]^2 u^2(R') + \left[\frac{\partial R}{\partial E} \right]^2 u^2(E) + \left[\frac{\partial R}{\partial E_t} \right]^2 U^2(E_t)$$

$$U_c^2(R) = u^2(R) + u^2(E) + u^2(E_t)$$

$$U_c(R) = \sqrt{u^2(R) + u^2(E) + u^2(E_t)}$$

Así, la incertidumbre combinada para la celda de plástico en la primera medición es:

$$U_c = \sqrt{(0.0042)^2 + (1.53 * 10^{-6})^2 + (0.005)^2}$$

$$U_c = 0.0065 \Omega$$

para la segunda medición es:

$$U_c = \sqrt{(0.0005)^2 + (1.53 \cdot 10^{-6})^2 + (0.005)^2}$$

$$U_c = 0.0050 \Omega$$

Para la celda de vidrio las incertidumbres combinadas son:

1era. medición

$$U_c = \sqrt{(0.0009)^2 + (1.53 \cdot 10^{-6})^2 + (0.005)^2}$$

$$U_c = 0.0051 \Omega$$

2da. medición $U_c = 0.0054 \Omega$

Para la celda de aluminio

1era. medición $U_c = 0.0852 \Omega$

2da. medición $U_c = 0.0482 \Omega$

Tomando un factor de cobertura $K = 2$ se tienen las siguientes incertidumbres.

Medición	plástico.	vidrio	aluminio
1.	0.0130 Ω	0.0102 Ω	0.1704 Ω
2.	0.0100 Ω	0.0108 Ω	0.0964 Ω

4.3 Efectos de los materiales.

4.3.1 Plástico.

Este material fue escogido debido a que conservaría una de las principales propiedades del vidrio, es decir, su transparencia, propiedad ideal para la observación del fenómeno de formación de las 3 fases del agua. Otra ventaja fue la flexibilidad, que estaría haciendo la celda prácticamente irrompible, en caso de caídas o golpes que destruirían una de vidrio y, por último, la facilidad de trabajo, así como, su bajísimo costo, ya que se utilizó un envase de uso comercial y no se hizo ningún molde especial, el envase está hecho de tereftalato de polietileno; para lograr el espacio de la cámara interna donde se coloca el termómetro, se utilizó un tubo de ensayo y se selló con silicona, añadiendo al envase un conducto para conectar a la bomba de vacío durante el llenado.

No se pudo lograr un vacío adecuado en esta celda; el vacío logrado no supera los 700 mm de Hg, siendo insuficiente. Este vacío no fue superado debido a que la presión atmosférica actúa aplastando el envase cuando a éste se le hace vacío.

Otra causa por la cual esta celda difiere de los resultados esperados, se debe a la falta de una limpieza más profunda, esto, debido a que el material en sí tiene la limitante de no resistir temperaturas muy altas, por esto no pudo lavarse el tiempo necesario con vapor de agua bidestilada como las de vidrio.

4.3.2 Vidrio

El vidrio es el material más ampliamente probado para fabricar celdas del punto triple del agua, por lo que la variación en la medición es por causa del material, el cual es, prácticamente, inerte, sino de la construcción y de la limpieza, así como el proceso de llenado.

La construcción evitó que fuera posible introducir un termómetro de mayor exactitud por las razones dadas en el capítulo 2. Debido al diámetro de pozo demasiado pequeño de 9 mm, fue difícil la congelación ya que hubo que triturar demasiado el hielo seco hasta casi volverlo polvo, lo que aumentó el tiempo para congelar la celda debido a que el polvo se evapora más rápido y permanece un período muy corto de tiempo dentro del pozo de la celda.

La limpieza en la celda de vidrio no fue suficiente, al estar llena la celda y agitarla, el agua que se pegaba a las paredes no descendía de forma uniforme, dando la impresión de tener alguna capa aceitosa (grasosa) según, sugiere el trabajo presentado por el IMGC sobre el tema (ver capítulo 2).

Por último, aunque fue la celda a la cual se le formó mayor vacío, no fue suficiente para llegar a la exactitud deseada.

4.3.3 Aluminio.

En la celda de aluminio más resistente en general, se tiene la ventaja de repetir el procedimiento de lavado y llenado cuantas veces se desee. Las desventajas de este material son que, no se puede ver a través de él. Esto dificultó determinar el momento en que se formó la capa de hielo y su desprendimiento, así como, la efectividad de los sellos en las juntas, es decir, no se pudo determinar si el vacío hecho permaneció o si, por las juntas, entró aire, además, también no se pudo determinar el grado de limpieza. Otra desventaja es la formación de óxido de aluminio a largo plazo el cual contamina el agua y hace que las lecturas se alejen de lo deseado. Aunque esto sólo se podrá determinar con el tiempo, cuando se realicen verificaciones y certificaciones de patrones de trabajo en el ICAITI durante los siguientes cinco años.

La desventaja de la formación y desprendimiento de la capa de hielo se puede desvanecer si se toman tiempos para la formación de la capa en las otras celdas, pero, no se tiene la certeza que esté formada.

Según las mediciones realizadas, resulta evidente que la celda de aluminio fue la que más alejada estuvo de las lecturas esperadas.

CAPÍTULO 5 APLICACIONES

5.1 Rango de temperaturas en la industria.

Dependiendo de la clase de industria y de la actividad a la que se dedican se pueden dividir en los siguientes tipos:

-alimenticias.

Generalmente, los procesos varían entre -20 y 200 °C, utilizando temperaturas negativas para enfriadores en baños y tanques mientras las altas temperaturas se utilizan en homogenizado o sello de botes, latas y empaques estériles; asimismo en caso de trabajar con vapor. La exactitud requerida por encima de los 200 °C es irrelevante, de manera que se puede definir este como el rango de uso común en esta rama de la industria;

-farmacéuticas.

Rango entre -20 y 800 °C para la fabricación de sueros, jarabes, etc. utilizan termopares y controles a más altas temperaturas que en la rama alimenticia. También para la producción de pastillas por medio del sinterizado y para control de hornos se utiliza este rango más alto;

-procesos de transformación.

Inyección de PVC, polímeros y fabricación de envases utilizan un rango similar al de las farmacéuticas -20 a 800 °C, controlando hasta el límite superior con exactitud entre 1.5% y 3% los procesos de inyección y extrusión;

-metalurgias.

Las 3 plantas fundidoras de acero que existen en Guatemala trabajan el rango entre -20 y 1800 °C para lo cual se valen de la pirometría y medición de temperatura con laser y ultrasonido.

5.2 Calibración de termómetros patrón o normales.

Termómetros patrón.

Son aquellos que sirven para calibrar los termómetros de trabajo, si estos termómetros tienen algún error este repercutirá en los termómetros que se calibren con ellos, por eso es necesario hacerles correcciones en base a la escala de temperatura.

Calibración.

Los termómetros de líquido en vidrio se calibran generalmente con termómetros de resistencia de platino y termómetros de vidrio, en algunos casos se pueden utilizar los de resistencia por semiconductores o también los termopares.

Los termómetros de platino son utilizados, principalmente, para calibrar termómetros patrones de uso y control, además de termómetros con límites muy estrechos de error.

En cuanto a la precisión, que es la base de los límites de error de calibración, como termómetros patrón se usan, principalmente, termómetros de vidrio con líquido bien estabilizados con los que se puede conseguir una precisión de medida relativamente grande tomando en cuenta las fuentes de error. Para mantener errores de estimación bajos se recomienda utilizar termómetros que tengan un escalón inferior al de las piezas a ensayar entre 1/3 y 1/10 del valor mínimo de la escala. Según el rango, se construyen termómetros de mercurio de -50 hasta 300 °C, los que pueden ser probados en baños de aceite y sales. Entre 300 °C y 800 °C son adecuados los termómetros de resistencia y entre 800 °C y 1200 °C los termopares. Por encima de estos valores se entra en el campo de la pirometría. Por debajo de -50 °C se utilizan los termómetros de gas y las de resistencia de platino.

En general, la escala no debe ser inferior a los siguientes valores:

TABLA XVII

Zona de temperatura °C	Mínimo valor admisible de la escala °C o K
Por debajo de -58	0.5
de -58 hasta -5	0.05
Por encima de -5 hasta 110	0.01
Por encima de 110 hasta 210	0.1
Por encima de 210 hasta 410	0.2
Por encima de 410	0.5

La depresión y el ascenso sobre la indicación, son factores por los cuales debe conocerse el punto crioscópico. Además, se debe conocer la corrección reducida de los termómetros patrones para un número suficiente de puntos en la escala.

Los termómetros patrones deben estar ajustados a inmersión total, siempre con excepciones. Para los termómetros de inmersión parcial, resulta adecuada la utilización de termómetros patrón, también de inmersión parcial ya que en estos casos se corrige la columna en general. Sin embargo, el empleo de estos está reducido por la condición que las piezas a ensayar y los termómetros deben coincidir en cuanto a modelo y dimensiones.

UTILIZACION DE LA CELDA PARA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS.

Para la calibración de termómetros de mercurio, termopares y termómetros digitales o electrónicos que son de uso diario en los procesos de control para la industria, se utilizan diversos patrones. Según se va incrementando la necesidad de mayor exactitud, se utilizan los termómetros de resistencia de platino que funcionan en un rango de 0 a 800 °C los cuales pueden lograr una exactitud de hasta ± 0.02 °C utilizadas conjuntamente con un multímetro de alta precisión de, por lo menos, 6 dígitos después del punto decimal.

Los patrones electrónicos y simuladores para calibración son cada día más exactos, sin embargo, las constantes físicas fundamentales son las que sirven de definición para la escala internacional de temperatura ITS 90 y no ha sido posible superar la estabilidad que brindan para utilizarse como puntos de referencia a lo largo de varias horas. De manera que la celda del punto triple del agua

constituye uno de los puntos más fáciles, baratos y estables de realizar, que proporciona suficiente exactitud de acuerdo a los certificados con que venga acompañada o de acuerdo a las demás celdas patrones con que haya sido comparada. Dentro del esquema de trazabilidad de la temperatura, la celda ocupa el primer lugar como normal de referencia o patrón primario y su exactitud se transmite o se deriva hacia los termómetros de platino Pt-500, Pt-100, Pt-50 y Pt-25 (nomenclatura que indica su resistencia medida en Ω a 0°C) y de éstos, a su vez, existen los que se usan para las calibraciones de aquellos instrumentos que se usan en la industria.

En la práctica común, cada laboratorio de calidad de cualquier empresa que utilice el parámetro de temperatura para sus controles y evaluaciones del proceso productivo de su industria, debería tener termómetros debidamente calibrados y referidos a patrones conocidos. Estos patrones si son de EE. UU. deben estar referidos al NIST, hasta llegar por transferencia de calibraciones a cualquiera de las celdas de punto triple o de solidificación según su rango. Asimismo si bien las celdas de calibración no son de uso diario, ni se deben sacar de su estantería más una vez cada dos años, permanecen como referencia para los patrones que se comparan entre sí una vez al año que son los que sirven para asegurar la exactitud del siguiente grupo que son los patrones de trabajo.

En conclusión, aunque las celdas de calibración no están en relación inmediata con los instrumentos de trabajo en la industria, son estas celdas las que garantizan la precisión y exactitud y la calidad y uniformidad de los termómetros a los cuales se les extiende un certificado de calibración.

Otra de las ventajas evidentes de la celda es no sólo su estabilidad en el punto triple al momento de congelarla y proceder a realizar calibraciones, sino, también, su estabilidad para lograr repetibilidad en sus valores a lo largo de los años, que es el historial de cada celda individual, lo que, a fin de cuentas viene a darle cada año, mayor valor como patrón conocido.

Es por eso que una de estas celdas, después de varios años de trabajo, llevando su historial de datos completo y su relativa variación en el punto de referencia se convierte en un bien invaluable para el laboratorio que la posee.

5.3 Calibración de termómetros de trabajo.

La comprobación o calibración de termómetros abarca el ensayo de constitución y el ensayo metrotécnico.

En el ensayo de constitución se averigua si el termómetro que se va a ensayar cumple con los requisitos que se deben exigir al modelo de construcción y a su constitución.

En el ensayo metrotécnico primero se comprueba si los termómetros tienen una estabilización suficiente, siempre que estas pruebas sean necesarias o estén especificadas.

Luego, sigue la determinación de la corrección de la indicación para un número suficiente de puntos de comprobación.

Con el fin de evitar equivocaciones, se considera útil colocar un número distintivo sobre los termómetros que no lleven ningún número de fábrica, antes de realizar el ensayo. Siempre que sea posible, hay que desmontar los termómetros montados en tableros de instrumentos.

En las pruebas metrotécnicas, las temperaturas se pueden obtener:

- a) con puntos fijos,
- b) con baños líquidos u hornos de bloques metálicos cuya temperatura se mida con termómetros patrones.

La prueba de los puntos fijos se limita, básicamente, al punto crioscópico. Los aparatos de ebullición del agua emplean casi, exclusivamente, para el ensayo de termómetros de ebullición.

El ensayo en baños líquidos o en hornos de bloques metálicos mediante comparación con termómetros patrones ofrece la ventaja de que el ensayo se puede realizar a cualquier temperatura dentro del campo de temperaturas en cuestión.

En la representación de las temperaturas de ensayo en baño líquidos u hornos de bloques metálicos, la temperatura debe variar muy lentamente a un ritmo constante. El ritmo de cambio de la temperatura no debe sobrepasar los siguientes valores:

TABLA XVIII

Zona de temperaturas °C	Máximo ritmo admisible de cambio de temperaturas en °C/min
-200 hasta -58	0.1
por encima de -58 hasta -5	0.05
por encima de -5 hasta 110	0.02
por encima de +110 hasta 310	0.03
por encima de 310	0.05

Los termómetros de mercurio se deben comprobar con temperaturas ascendentes, para que el menisco no cambie su forma notablemente durante la lectura. Esto es especialmente importante para los termómetros con un capilar estrecho o, sea, para los termómetros con valores de la escala de 0.01 hasta, más o menos, 0.02 grados con el objeto de que permanezcan, aproximadamente constantes, las fuerzas capilares que actúan sobre el bulbo y que dependen de la forma del menisco.

Para obtener una clara correspondencia entre las correcciones de indicación y los puntos de ensayo, la temperatura del baño puede diferir de la temperatura de ensayo, durante la comparación del termómetro a examinar con el termómetro patrón como máximo en los siguiente valores:

TABLA XIX

Valor de la escala °C o K	Diferencia máxima admisible con la temperatura de ensayo °C o K
0.01	0.05
0.02	0.1
0.05	0.2
0.1	0.3
0.2 hasta 1	0.5
2 hasta 10	1.0

5.4 Métodos de calibración.

Método de calibración en el PTB.

Cantidad, selección y secuencia de los puntos de ensayo.

Los termómetros se deben comprobar en la cantidad suficiente de puntos de la escala como para que la corrección del indicador se pueda interpolar con la seguridad deseada. Los puntos de ensayo se deben distribuir en la escala con la mayor uniformidad posible.

En la mayoría de los casos es suficiente con que la distancia entre puntos de ensayo vecinos incluya 100 divisiones de la escala. Cuando la interpolación debe tener una precisión de uno hasta dos décimos de la distancia entre las rayas divisorias, se deben reducir las distancias entre puntos de ensayo, vecinos, de 20 a 50 divisiones de escala.

Los termómetros sin escala auxiliar presentados para calibración se comprueban por 1 menos en 3 puntos y, por lo menos, en 2 en el caso de un campo de indicación que cubra menos de 3 grados. Las escalas auxiliares para temperaturas de referencia (p.e. 0 °C, 20 °C, 100 °C) se comprueba a la temperatura de referencia.

La determinación de las correcciones de indicación en los termómetros cuyo campo de indicación contenga el punto crioscópico comienza con el punto crioscópico.

En los termómetros cuyo campo de indicación no contenga el punto crioscópico, el primer punto de ensayo será el más próximo al punto crioscópico.

Por encima del punto crioscópico los puntos de ensayo se deben ordenar en el sentido de temperaturas crecientes.

Tras la prueba en el punto más alto se debe repetir el ensayo en el primer punto. Los termómetros cuyo valor final de la escala no se encuentre por encima de 110 °C se deben mantener por lo menos durante 3 días a temperatura ambiente antes de la repetición del primer punto de ensayo.

Determinación de las correcciones de la indicación.

Para que los termómetros se encuentren en un estado que corresponda todo lo posible a las condiciones de utilización en lo referente a la depresión, se deben cumplir las siguientes directrices cuando son altas las exigencias de precisión en la medida.

- a) Los termómetros cuyo valor final de la escala no esté por encima de 110 °C se deben mantener por lo menos durante tres días a la temperatura ambiente, antes de la determinación de la corrección de la indicación.
- b) Los termómetros cuyo valor final de la escala se encuentre entre 110°C y 210 °C, se deben calentar antes de la determinación de la corrección de la indicación por lo menos durante 5 minutos a la temperatura del valor final de la escala y después se debe enfriar al aire sin corrientes.
- c) En los termómetros cuyo valor final de la escala se encuentre por encima de 210 °C se debe comprobar que existe una suficiente estabilización, antes de determinar la corrección de la indicación.

Para evitar errores de lectura y de otra naturaleza, en el ensayo mediante comparación con termómetros patrones, siempre se deben emplear dos termómetros patrones, que en lo posible deben tener un valor mínimo de la escala menor que el de las piezas a ensayar.

Las piezas a ensayar se deben colocar entre los dos termómetros patrones. Los bulbos de todos los termómetros se deben encontrar a la misma temperatura. Las piezas a ensayar y los termómetros patrones se deben instalar, por lo tanto, en hornos de bloques metálicos cuya temperatura, por lo general, depende marcadamente de la profundidad de inmersión, que debe ser la misma y no muy pequeña 30 cm es un buen promedio. Si a consecuencia de esto, los termómetros sobresalen del horno con diferentes longitudes de la columna, en caso necesario se deben emplear varios termómetros de columna colocados unos junto a otros.

Se pueden comenzar las mediciones cuando se ha mantenido, al menos durante 5 minutos, el bajo ritmo uniforme del cambio necesario de la temperatura.

Los termómetros patrones N_1 , N_2 y las piezas de ensayo P_1 , P_2 ... P_n se leen en el orden

$$N_1 P_1 P_2 \dots P_n N_2 \quad N_2 P_n \dots P_2 P_1 N_1$$
$$N_2 P_n \dots P_2 P_1 N_1 \quad N_1 P_1 P_2 \dots P_n N_2$$

de modo que se obtienen 4 valores para cada termómetro.

Mediante la secuencia indicada para las lecturas se elimina la influencia del ritmo de cambio de las temperaturas del aparato de ensayo, cuando las lecturas se realizan con rapidez a distancias iguales. Si el ritmo de cambio de temperatura sólo se puede mantener con dificultad o es

relativamente grande dentro de los límites admisibles, entonces, no se deben comparar más de tres o cuatro piezas de ensayo en un ciclo de trabajo con los termómetros patrones.

Para las lecturas se deben emplear, en lo posible, dos personas (A,B) de las cuales A se hace cargo de la lectura de la primera línea y B de la segunda línea. Las lecturas se deben anotar en un formulario de informe. En la lectura se deben estimar los veinteavos de las distancias entre las rayas divisorias. Los valores leídos por A serán anotados en el informe por B y viceversa.

Cuando sólo se dispone de una persona para la lectura, el informe de ensayo debe llenarlo un auxiliar.

Inmediatamente después de las lecturas, hay que comprobar en el protocolo si la diferencia entre la cuarta y la primera lectura tiene, aproximadamente, el mismo valor para los distintos termómetros. Si éste es el caso, se calcula para cada termómetro el valor medio de las cuatro lecturas de las indicaciones del termómetro.

Hay que repetir el ensayo si los valores de la diferencia entre la cuarta y la primera lectura difieren en más del doble del ritmo máximo admisible de cambio de temperatura del aparato de prueba, para la zona de temperatura correspondiente. Si la repetición da como resultado una coincidencia satisfactoria de las diferencias, entonces, para el ensayo sólo se considera ésta última lectura. Si la coincidencia no ha mejorado, hay que controlar el ritmo de cambio de temperatura del aparato de ensayo la construcción de los termómetros en los cuales aparezcan irregularidades.

Para la determinación de la temperatura media que rige en la comparación de los termómetros, a los valores medios obtenidos de las indicaciones de los termómetros patrones, se añade en cada caso la corrección reducida K_r , la corrección del punto crioscópico reducida K_o , la corrección de la columna K_f . Por lo tanto, se aplica

$$t = a + K_r + K_o + K_f \quad (25)$$

Los valores de t_{N1} y t_{N2} así calculados por los dos termómetros patrones se pueden diferenciar a lo sumo en la cantidad que indica la tabla XX como incertidumbre de medición para los termómetros patrones. Si se cumple este valor, se considerará temperatura media reinante en la comparación de termómetros el valor medio $(t_{N1} + t_{N2})/2$. Si la diferencia entre t_{N1} y t_{N2} es mayor que lo permitido en lo arriba indicado hay que proceder como en el caso de mediciones repetitivas.

Las correcciones del punto crioscópico K_o de los termómetros patrón se deben determinar en cualquier caso después del primer punto de ensayo y después de cada tres puntos ensayados, al menos, después de cada segmento de 100 grados. Las correcciones del punto crioscópico de los termómetros patrones para los restantes puntos de ensayo se pueden obtener, por lo general, mediante interpolación, para precisiones más elevadas de la medición se deben determinar nuevamente después de cada punto de ensayo.

Si los termómetros patrones se utilizan, sucesivamente, el mismo día para varias comparaciones a la misma temperatura, sin que entre tanto sean expuestos a otra temperatura, entonces, también se pueden utilizar, directamente, las correcciones a la misma temperatura, siempre que no haya fluido líquido termométrico.

Para el cálculo de las correcciones de indicación K de las piezas de ensayo se aplica la relación:

$$K = (t_{N1} + t_{N2})/2 - a - K_f \quad (26)$$

donde significan:

a = valor medio de la indicación de la pieza de ensayo.

K_f = corrección de la columna para la pieza de ensayo.

Antes de la transición a la siguiente temperatura de ensayo hay que comprobar si las piezas de ensayo se mantienen en los límites de error. Las piezas en las que éste no sea el caso, se deben comparar otra vez con los termómetros patrones. Si al hacerlo vuelven a obtener grandes correcciones de indicación, hay que controlar la construcción de las piezas de ensayo, en especial el estado del líquido termométrico.

Método de calibración en el ICAITI.

Instrucciones para calibración de termómetros.

1. Anotar los datos del termómetro a calibrar:

- a) tipo de instrumento de calibración,
- b) tipo de termómetro,
- c) valor de la escala,
- d) rango de la escala,
- e) número de fabricación,
- f) signos de identificación,

2. Revisar termómetros a calibrar; si son de líquido en vidrio que no esté separada la columna de líquido.

3. Seleccionar los termómetros patrón, de acuerdo a la escala y rango.

4. Seleccionar no menos de 6 puntos para ser leídos.

5. Colocar de 6 a 8 termómetros a calibrar en línea recta y 2 termómetros patrón uno al inicio de la línea y otro al final.

6. Los termómetros deben ser colocados en forma vertical.

7. La profundidad de inmersión de los termómetros depende de que tipo sea, se sumerge hasta el punto de lectura si es de inmersión total y hasta la línea de inmersión indicada si son de inmersión parcial.
8. Se lee y anota la presión barométrica.
9. Leer de izquierda a derecha la indicación de cada termómetro iniciando la lectura con el termómetro patrón inicial y leyendo, por último, el patrón final.
10. Una segunda persona lee de derecha a izquierda empezando por el patrón final y terminando con el patrón inicial.
11. Promediar la lectura de las dos personas.
12. Encontrar la indicación real en la lectura del o los patrones, según el certificado de calibración.
13. Hacer correcciones en los termómetros que se están calibrando contra la indicación real de temperatura del patrón.
14. Para el punto cero ($0\text{ }^{\circ}\text{C}$) los termómetros se introducen en un recipiente Dewar con hielo picado.
15. Para termómetros con escala en $^{\circ}\text{F}$ se utilizan las conversiones adecuadas para su calibración.
16. Anotar los resultados en el formato de certificado.
17. Anotar los datos en el libro de registro.

5.4.1 Equipo auxiliar.

Termómetros de columna y termómetros auxiliares.

Para la medición de la temperatura media de la columna emergente hay que emplear en lo posible termómetros de columna con longitudes de bulbo de unos 5, 10 o 20 cm.

Los termómetros de columna se deben ajustar, preferentemente, sumergidos hasta el extremo superior del bulbo. La temperatura de referencia de la columna se debe adaptar a la temperatura ambiente que exista durante el ensayo.

Baños líquidos

Los baños líquidos son utilizados para obtener las temperaturas deseadas para la calibración de termómetros.

Los baños líquidos, básicamente, consisten en un recipiente para el baño, aislado térmicamente, uno o más elementos eléctricos de calefacción y un robusto agitador. Para ensayos por debajo de la temperatura ambiente pueden utilizarse, adicionalmente, refrigeradores. Para evitar influencias sobre el termómetro, los elementos de calefacción y el refrigerador se recubren con una protección contra la radiación. El líquido del baño se debe escoger de acuerdo con las temperaturas de empleo deseadas. Para la inmersión de los termómetros son usados dispositivos con orificios donde se puedan colocar los termómetros, con facilidad para rotación. Para el ajuste de la corriente de calefacción lo mejor es emplear un transformador graduable.

En caso de variaciones en el voltaje debe emplearse un regulador de voltaje. (Fig. 30)

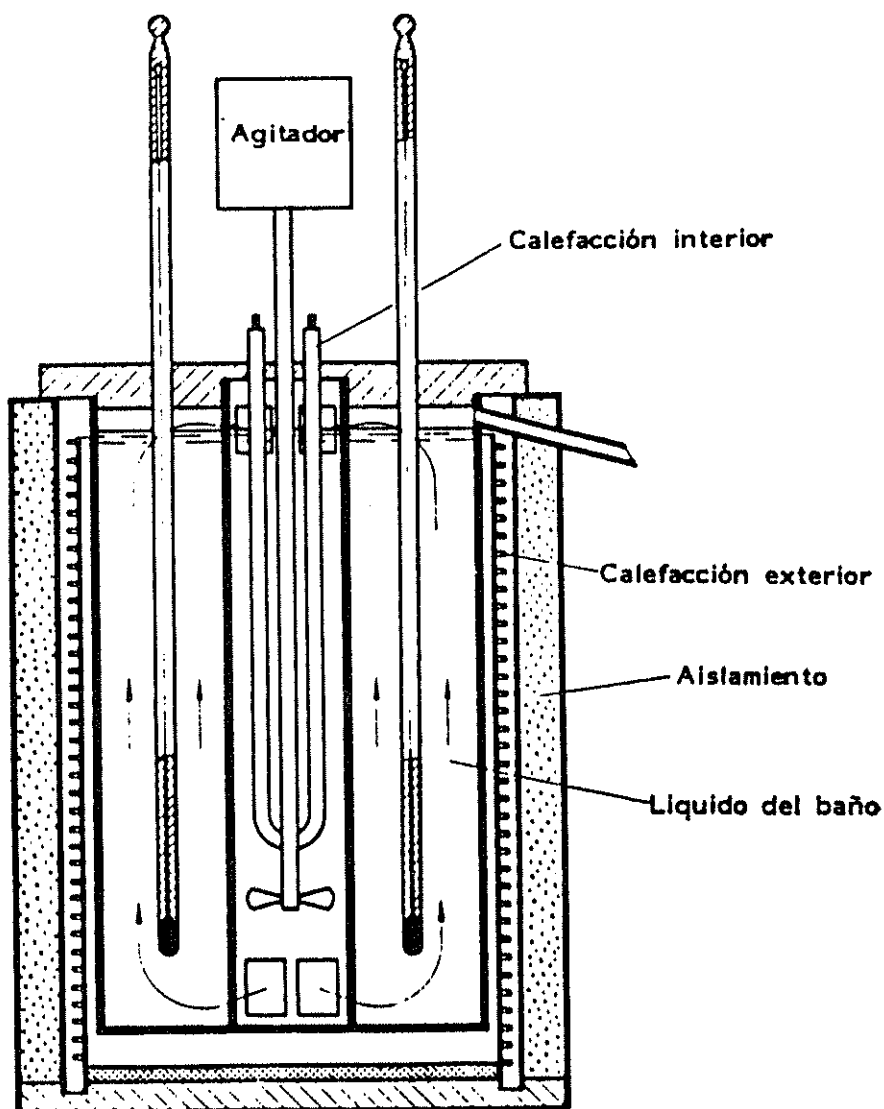


Figura No.30
Baño líquido.

Baño María.

En la zona de temperaturas desde unos 0 °C hasta 99 °C el agua resulta adecuada como líquido de baño. El refrigerador que se requiere para los ensayos por debajo de la temperatura ambiente, a través del cual pasa agua corriente o un líquido enfriado, es oportuno instalarlo en el tubo que contiene el agitador, ya que, así, se garantiza mejor una distribución regular de la temperatura en el ámbito de medida.

Baño de aceite.

Para la zona de temperaturas desde unos 90 °C hasta unos 250 °C, se utilizan como baños líquidos, por ejemplo, aceites minerales y aceites de silicona. Los aceites minerales no deben ser muy espesos. El punto de inflamación, por motivos de seguridad, debe estar por lo menos 50 °C por encima de la temperatura de empleo más alta. Los baños de aceite se deben instalar, en lo posible, en una vitrina con ventilación directa al exterior.

Baño de sal.

Para temperaturas desde unos 180 °C hasta unos 630 °C ha resultado adecuado, como líquido de baño, una mezcla en peso del 55.2 % de nitrato potásico (KNO_3) y un 44.8% de nitrato sódico (NaNO_2) En ese baño, al igual que en baños semejantes, no puede penetrar ninguna sustancia inflamable por el peligro de incendio. Los baños de sal se deben colocar sobre placas de amianto o en cubetas metálicas.

Para la instalación de los termómetros se deben prever tubos de protección con paredes delgadas, cerrados en el extremo inferior, hechos de acero resistente al calor y la corrosión.

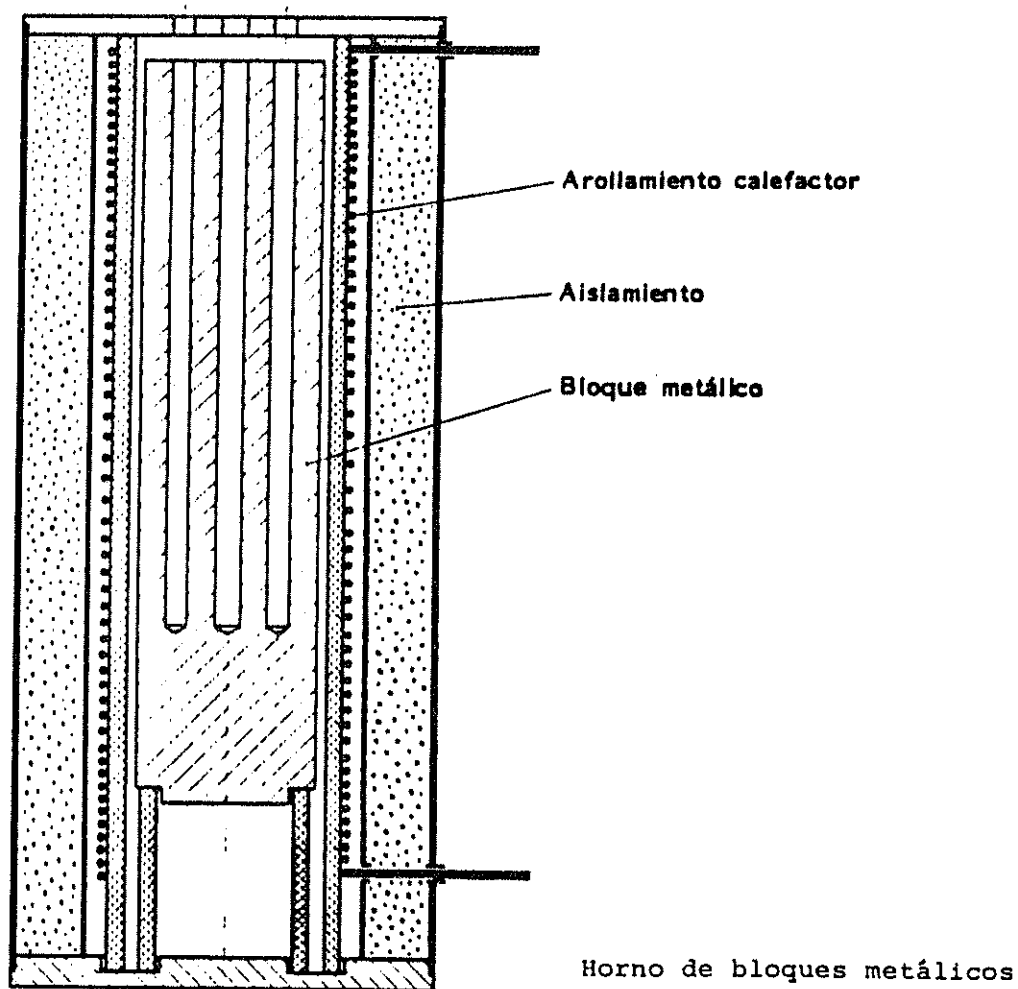
Baños para bajas temperaturas.

Este tipo de baño está descrito en la sección 2.5.

Horno de bloques metálicos.

Para el ensayo de termómetros por encima de 600 °C se utilizan hornos de bloques metálicos calentados eléctricamente, con el bloque en posición vertical según la figura 20. El bloque metálico está provisto de unos 8 orificios, de unos 30 cm de profundidad, para la recepción de termómetros situados equidistantes de las caras externas del bloque y paralelos a su eje. El diámetro del bloque debe ser, por lo menos, de 10 cm y su longitud de unos 40 cm. El diámetro de los agujeros debe ser sólo ligeramente superior al diámetro de los termómetros. Según la temperatura de empleo, el bloque puede estar construido, por ejemplo, de cobre, níquel puro o acero resistente al calor. Para disminuir la influencia de los extremos del bloque en la difusión de la temperatura en el interior del bloque, el alambre de calefacción debería estar arrollado de forma cada vez más compacta hacia los extremos del bloque. Se recomienda instalar calefacciones adicionales, sobre y por debajo del bloque.

Antes del primer empleo de un horno de bloques metálicos para ensayos de termómetros, hay que medir la distribución de la temperatura en el bloque metálico a una temperatura lo más alta posible, también hay que comprobar si existen diferencias de temperatura entre los distintos orificios a las mismas profundidades de inmersión. Para el ensayo sólo se puede utilizar la zona del bloque metálico en la que la temperatura no depende de la profundidad de inmersión ni de la elección especial del agujero. Por lo demás, para el funcionamiento del horno de bloques metálicos se aplican las mismas directrices que para los baños líquidos (Fig. 31).



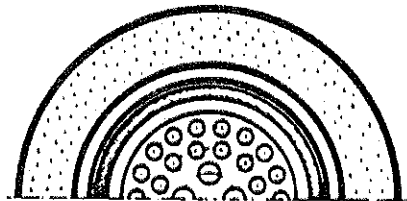
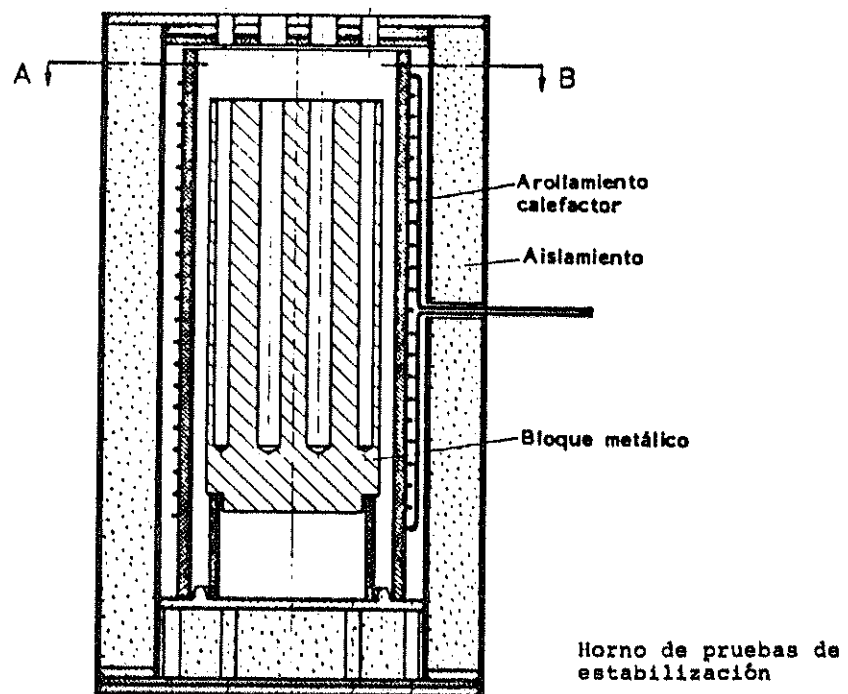
Horno de bloques metálicos
Figura No. 31

Horno para la prueba de estabilización.

Para comprobar que existe suficiente estabilización resulta adecuado un horno de bloques metálicos como se indica en la figura anterior. Por lo general, se recomienda, sin embargo, emplear, para este fin, un horno especial de bloque metálicos de modo más sencillo, preparado para el ensayo simultáneo de un mayor número de termómetros.

El bloque metálico puede estar construido, por ejemplo, de níquel puro una altura de 12 a 15 cm y un diámetro de 10 cm.

Para esta prueba, ya que dura 24 horas a la temperatura final correspondiente al valor final de la escala, hay que mantener constante la temperatura del horno mediante un regulador automático de temperatura. Para esto resultan adecuados, por ejemplo, los reguladores de varilla de dilatación. Para el ajuste de la temperatura del horno hay que emplear termómetros patrones.
(Fig. 32).



Sección A - B

**Horno de pruebas de estabilización
Figura No. 32**

5.4.2 Tolerancia, según la medición a efectuar.

Incertidumbre de la medida

Con la incertidumbre de la medida se abarcan los errores accidentales, así como los errores sistemáticos no mesurables y que, por lo tanto, sólo se pueden estimar.

La incertidumbre de medida del procedimiento de ensayo es determinante para valorar los resultados de los ensayos.

En la tabla XX se dan valores redondeados para la incertidumbre de la medida del procedimiento de ensayo, basados en la experiencia de muchos años en PTB para termómetros de líquido en vidrio ajustados en inmersión total que, además, sólo se pueden cumplir si se cumplen cuidadosamente las directrices dadas en esta norma de ensayo. Los valores del cuadro se aplican para una incertidumbre estadística del 95%.

Cuando se utilizan termómetros de resistencia como termómetros patrones o cuando se miden diferencias de temperatura en una pequeña zona de temperaturas, la incertidumbre de la medida se puede reducir, aproximadamente, a la mitad de los valores dados en la tabla XX.

Para los termómetros ajustados en inmersión parcial, los valores de la tabla XX, según el valor de corrección de la columna pueden aumentar desde 1.5 hasta 2 veces.

Las incertidumbres de medida dadas permiten reconocer los límites hasta los cuales se pueden emplear razonablemente los termómetros de vidrio.

TABLA XX
I. Termómetros con líquido termométrico que no moja
Incertidumbre de la medida en K

Campo de temperatura °C	Valor de la escala en °C o K									
	0.01	0.02	0.05	0.1	0.2	0.5	1	2	5	10
-58 hasta -5				0.05	0.1	0.2	0.3	0.5	1	3
-5 hasta 110	0.01	0.01	0.02	0.02	0.05	0.1	0.2	.5	1	3
110 hasta 210			0.05	0.05	0.1	0.2	0.2	0.5	1	3
210 hasta 310				0.2	0.2	0.2	0.3	1	2	3
310 hasta 410				0.3	0.4	0.5	0.5	1	2	3
410 hasta 510						0.5	0.5	1	2	3
510 hasta 630						1	1	1	2	3

TABLA XX II.
Termómetros con líquido termométrico que moja
Incertidumbre de la medida en K

Campo de temperatura °C	Valor de la escala en °C o K					
	0.2	0.5	1	2	5	10
-200 hasta 58		1	1	1	2	3
-58 hasta -5	0.2	0.2	0.5	1	2	3
-5 hasta 110	0.2	0.2	0.3	0.5	2	3
110 hasta 210		0.5	0.5	1	2	3

Mediciones repetitivas

Si en una medida las temperaturas t_{N1} Y t_{N2} , obtenidas en una medición con los termómetros patrones, se diferencian en un valor mayor que la incertidumbre de la medida dada para los termómetros patrones según la tabla 2, o, si existe cualquier tipo de duda en la fiabilidad de una medida, este deberá repetirse dos veces.

Cuando la diferencia entre las dos mediciones t_{N1} y t_{N2} no sobrepasa la incertidumbre de la medida resultante para los termómetros patrones, según el cuadro 2, para la posterior valoración se utilizarán las mediciones repetidas, despreciando la primera medición y se calculan las correcciones de indicación para las muestras de ensayo.

Si las correcciones de indicación K' o bien K'' de las piezas de ensayo no difieren entre sí en más de la incertidumbre de medida resultante del cuadro 2 para las piezas de ensayo, se aplicará el valor medio $(K' + K'')/2$ como resultado de la medida.

Si la diferencia $t_{N1} - t_{N2}$ es mayor que la correspondiente incertidumbre de la medida según la tabla 2, por lo menos, en una medición repetitiva, hay que comprobar los termómetros patrones y corregir, en lo posible, los defectos encontrados. En ese caso hay que comprobar especialmente la existencia de burbujas de gas, rastros de humedad, separaciones de columna y condensación de líquido. En los termómetros con líquido termométrico que moja se debe, además, comprobar si hay huellas del líquido adherida en la pared del capilar que falseen la indicación del termómetro. Además, se deben determinar de nuevo las correcciones del punto crioscópico de los termómetros patrones. Si tampoco entonces se obtiene una mejor coincidencia, se deben comparar los termómetros patrones con los termómetros patrones de control y, en último caso, se deben emplear otros termómetros patrones.

Si en las medidas repetitivas la diferencia $K'' - k'$ de las correcciones de indicación de una pieza de ensayo es mayor que la incertidumbre de la medida que resulte del cuadro 2 para la pieza de ensayo, mientras que en los termómetros patrones no se sobrepasa la incertidumbre de la medida, según las circunstancias especiales, se rechazará la pieza de ensayo ó se repetirá el ensayo si fuera necesario.

Conclusiones.

1. Se desarrollaron tres celdas de diferentes materiales, siendo éstos: plástico, vidrio y aluminio. De las tres celdas se logró llegar cerca del punto triple con una aproximación hasta de $0.65\text{ }^{\circ}\text{C}$ con la celda de aluminio en la segunda medición.
2. La celda más estable en las dos mediciones fue la de vidrio.
3. El método que se utilizó para mantener el punto triple fue inadecuado, porque la celda estuvo en contacto directo con el el hielo, lo cual provocó que el manto de hielo alrededor del pozo creciera, hasta llegar al extremo de congelar la celda. Esto provocó que la temperatura dentro de la celda no fuese estable.
4. Las dimensiones del pozo termométrico de las celdas de vidrio y aluminio fueron demasiado pequeñas, por lo que resultaron inadecuadas y dificultaron la formación de un manto de hielo uniforme dentro de ellas, esto, debido a la dificultad para introducir el hielo seco dentro del pozo. Además no permitieron el uso de los termómetros de resistencia de platino con cubierta de vidrio, los cuales son más exactos.
5. La celda de plástico mostró ser estable, a pesar de su diseño y construcción sencillas.
6. De las tres celdas, en la que es más fácil controlar los procesos de limpieza, llenado, vacío y sellado es la de vidrio y , por ende, se puede llegar a mejores resultados.
7. Las celdas de plástico y aluminio, tienen limitaciones en cuanto a limpieza. La primera porque no soporta por mucho tiempo las temperaturas altas, además de rayones y otro tipo de daños, los cuales impiden la visibilidad en ella y la segunda, por no verse a través de sus paredes, puede quedar grasa o cualquier impureza oculta.
8. Las celdas, plástico y aluminio, tienen ventajas sobre las de vidrio, en cuanto a resistencia a los golpes, lo que las hace más fáciles de manipular y transportar.
9. No se logró llegar a la exactitud propuesta en los objetivos de 0.02 grados Celsius debido a:
 - a) el proceso de limpieza, el cual fue insuficiente, comparado con lo recomendado en la literatura consultada,

b) que el equipo con el cual se formó el vacío dentro de la celda no tuvo la capacidad necesaria,

c) la dificultad para el sellado de las celdas, principalmente, la de vidrio, la cual tuvo que ser transportada a la Facultad de Farmacia de la Universidad de San Carlos para ser sellada.

En la celda de aluminio no se pudo saber si el vacío permaneció debido a su falta de visibilidad. Además de las muchas juntas, las cuales aumentaban la probabilidad de entrada de aire,

d) el proceso de desgasificación del agua no garantizaba el nivel recomendado por la literatura.

10. Si se logró repetibilidad en las mediciones, lo cual se puede observar en las curvas de congelamiento.

Recomendaciones.

1. Continuar con el desarrollo de la celda del punto triple del agua, tomando como base el presente trabajo.
2. Diseñar y fabricar un baño para mantener las celdas después de formado el punto triple, en el cual no exista contacto entre el hielo y la celda. Para lograr mejores condiciones de estabilidad y permanencia por un tiempo prolongado.
3. Obtener una tina de ultrasonido para una mejor limpieza de las celdas. Lavar las celdas con vapor por nueve horas o más, según la literatura consultada.
4. Utilizar las medidas del pozo termométrico de la celda de plástico, que son las más adecuadas, tanto para la formación del manto de hielo como para la inserción del termómetro.
5. Mejorar el método de sellado de las celdas de aluminio y plástico. Que el laboratorio donde se llene la celda de vidrio cuente con el equipo necesario para sellarla, esto es un quemador, pinzas.
6. Consultar más bibliografía al respecto.

Referencias.

- 1) ICAITI. Fomento de la metrología, normalización y ensayo en el ICAITI. Guatemala, 1,993.
- 2) COGUANOR. Catalogo de normas. Ministerio de economía. Guatemala.
- 3) ICAITI. Norma centroamericana, agua potable. ICAITI 29 001. Guatemala. 1,985.
- 4) MOPU Centro español de metrología. Escala internacional de temperatura. España 1,990.
- 5) COGUANOR. Sistema Internacional de unidades (SI), NGO 4 010 2da. revisión. Guatemala 1,986.
- 6) G. BONGIOVANNY. Et. Al. Costruzione di nuove celle per il punto triplo dell'acqua. Traducción por Noel Prado. ICAITI.
- 7) J.M. FIGUEROA. Et. Al. "Mercury, water and galium fixed points constructed at the thermometry laboratory of the Instituto Politécnico nacional de México". Publicado por la Conferencia Internacional de temperatura. Canada. 1,992.
- 8) J. BOUNHOURE. Et al. Observations of the behaviour of water triple-point cells. BIPM. France. 1,992.
- 9) P. RAHLFS. ET al. Reglamentos de prueba del PTB. Termómetros de vidrio con líquidos. Alemania. 1,983

Bibliografía.

ACOSTA VARELA Jose. Medición de temperatura. Santiago de Cuba
Editorial Oriente.. 1,980.

BIPM. Supplementary information for the International Temperature Scale of 1,990. Sévres. France.

BIPM. Techniques for aproximating the International Temperature Scale of 1,990. Sévres. France.

BIPM/ISO. Guidelines for expression of the uncertainty of measurement in calibrations.

ISO. International vocabulary of basic and general terms in metrology. Second edition. 1993

OIML. Guide to practical temperature measurements. Paris, France. 1,991.

SEARS. Et al. Física universitaria. Mexico Sitesa.. 1,980.

RESNICK & HALLIDAY. Física parte I. Mexico CECSA. 1,980

APÉNDICE A

RESUMEN Y EJEMPLOS DE APLICACIÓN DE LA GUÍA BIPM/ISO PARA EXPRESAR LAS INCERTIDUMBRES DE MEDICIÓN

Sergio López Carmona
Carlos A. Sánchez Fernández

OBJETIVO

Explicar y mostrar la aplicación del método recomendado por la Oficina Internacional de Pesas y Medidas (Bureau International des Poids et Mesures-BIPM) para la determinación de incertidumbres en mediciones y calibraciones que realice esta división.

1. INTRODUCCIÓN

El resultado de una medición es de poca utilidad si no se acompaña de algún indicador de la calidad de esa medición, para dicho propósito se emplea el término incertidumbre.

Tradicionalmente no existía una forma internacionalmente aceptada para el cálculo de las incertidumbres, así pues, diferentes resultados no podían ser comparados con confianza, ya que las formas para determinar y expresar las incertidumbres eran diferentes (una menor incertidumbre no necesariamente correspondía a una mejor medición) Es por esto que en 1978 el Comité Internacional de Pesas y Medidas (CIPM) solicitó al BIPM la elaboración de una serie de recomendaciones que sirvieran de guía para el cálculo y declaración de incertidumbres.

En la actualidad, la mayoría de los organismos de metrología, incluyendo a los laboratorios nacionales de cada país, han adoptado el método recomendado por el BIPM, el cual se explica con amplitud en *Guide to the expression of uncertainty in measurement (La Guía)* [1]¹ que detalla los principios bajo los cuales se basan estas recomendaciones y presenta algunos ejemplos ilustrativos de su aplicación.

Este reporte técnico presenta los antecedentes básicos para el cálculo de incertidumbres de acuerdo a *La Guía* y muestra ejemplos adicionales en el área de metrología eléctrica que pueden ser de utilidad.

¹ Los números entre paréntesis rectangulares indican las referencias al final del documento.

2. PRINCIPIOS BÁSICOS

2.1 Definición de Incertidumbre

INCERTIDUMBRE DE MEDICION. Parámetro asociado con el resultado de una medición, que caracteriza la dispersión de los valores que podrían razonablemente atribuirse al mensurando, [2].

Notas.

1. Este parámetro puede ser, por ejemplo, una desviación estándar (o un múltiplo de ella) o la mitad de un intervalo que tiene un nivel de confianza dado.
2. La incertidumbre de medición comprende, en general, muchos componentes algunos de los cuales pueden evaluarse de la distribución estadística de resultados de una o más series de mediciones y pueden caracterizarse por desviaciones estándar experimentales. Algunos otros componentes, que también pueden caracterizarse a través de desviaciones estándar, se evalúan a partir de distribuciones de probabilidad supuestas basadas en la experiencia u otra información.
3. Se entiende que el resultado de la medición es la mejor estimación del valor del mensurando y que todos los componentes de la incertidumbre, incluyendo aquellos que surgen de efectos sistemáticos tales como componentes asociados con correcciones y patrones de referencia, contribuyen a la dispersión.

En *La Guía* se define el siguiente término para caracterizar la incertidumbre en la medición de una magnitud.

INCERTIDUMBRE ESTANDAR. Es la incertidumbre del resultado de una medición expresada como una desviación estándar [1].

Es decir, cada magnitud medida tendrá una desviación estándar estimada que se utilizará para caracterizar la incertidumbre en la medición de esa magnitud.

2.2 Ley de propagación de incertidumbres

El mensurando Y o sea la magnitud sujeta a medición, en algunos casos no se mide en forma directa, sino que se determina en función de otras magnitudes X_1, X_2, \dots, X_N a través de:

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N)$$

La función f es un modelo del sistema de medición y debe contener todas las magnitudes que puedan contribuir de manera significativa a la incertidumbre del resultado de la medición.

Dado que no es posible conocer exactamente los valores verdaderos de las magnitudes X_1, X_2, \dots, X_N ; en la práctica se emplea:

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_N) \quad (1)$$

donde y es la estimación de Y en función de las x_i que son la correspondiente estimación de X_i .

Estas estimaciones tienen asociadas incertidumbres, lo cual redundará en una incertidumbre en y , de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \left[\frac{\partial f}{\partial x_i} \right]^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i) u(x_j) r(x_i, x_j) \quad (2)$$

donde $u_c(y)$ se define como la incertidumbre estándar combinada del resultado de la medición y ; $u(x_i)$ es la incertidumbre estándar de x_i , y $r(x_i, x_j)$ es el coeficiente de correlación entre x_i y x_j . La deducción de esta expresión se encuentra en el Apéndice A.

2.3 Antecedentes para determinar incertidumbres

Para el cálculo de incertidumbres en base a *La Guía*, a continuación se exponen los diversos aspectos a considerar:

2.3.1 Definición del mensurando

Como primer paso para calcular incertidumbre en un proceso de medición, se tiene que especificar con claridad el mensurando, en donde se incluyan todos los factores de los que depende.

Es recomendable especificar el mensurando en palabras antes de establecer el modelo matemático que lo describe, esto con el fin de ayudar a identificar los diferentes parámetros y/o magnitudes que están involucradas en el proceso de medición. Se debe tener cuidado de especificar correctamente el mensurando, porque de no ser así se pueden cometer errores que conducirían a cálculos de incertidumbre equivocados. Por ejemplo, si se especifica como el mensurando la tensión que un generador aplica sobre una impedancia de carga, se debe considerar si la diferencia de potencial se evalúa sobre:

- a) Una impedancia de carga "acoplada" a la salida, o,
- b) Una impedancia de carga con valor real igual al valor nominal que la del generador.

Las dos definiciones del mensurando, anteriores, resultarían en modelos diferentes, ya que, generalmente, la impedancia real de salida del generador no es exactamente igual a su valor nominal -indicado por el fabricante- y si se conecta una carga como en b), se introduciría un *efecto sistemático* por la diferencia entre los valores reales de las impedancias, por lo que, debe tenerse cuidado al respecto.

2.3.2 Modelo matemático que representa el proceso de medición

Se debe expresar mediante un modelo matemático la relación entre el mensurando y las variables de que depende, esto implica elaborar una lista exhaustiva de los factores que se considere influyen en la medición final y establecer la relación que guardan respecto del mensurando.

Una ecuación de medición no necesariamente tiene que ser compleja, si existen partes de ella que se considere difícil expresarlas claramente, éstas pueden declararse como funciones desconocidas. Por ejemplo, si se mide una diferencia de potencial con un voltmetro, un primer modelo simple del proceso de medición sería:

$$y = z \tag{3}$$

donde y representa la estimación del mensurando y z la lectura del voltmetro. En realidad se presentan errores por efectos sistemáticos ya que el instrumento tiene asociada una incertidumbre en sus lecturas que fue especificada previamente por el fabricante, la ecuación (3) implícitamente incluye el error (o corrección para el error) en z . Así que, en forma explícita, se puede expresar el modelo anterior de la forma:

$$y = z + E \tag{4}$$

en donde z es la medición del voltmetro, es decir, una lectura exacta "sin incertidumbre" y E es la *corrección aditiva* por el efecto sistemático debido a la incertidumbre especificada por el fabricante del equipo. Ahora, dado que no se dispone de información adicional acerca de E y además en el manual del instrumento se declara esta incertidumbre como un intervalo simétrico de valores máximos, entonces, un razonamiento lógico sería suponer una distribución probabilística uniforme (ver 2.3.5) con valor medio igual a "0". Para ciertas aplicaciones el modelo de la ecuación (3) es suficiente, para otras la ecuación (4) sería la forma adecuada de expresar el proceso de medición y a partir de esto calcular la incertidumbre.

2.3.3 Clasificación de componentes de incertidumbre estándar

La incertidumbre del resultado de una medición, por lo general, consiste en varios componentes, los cuales, en *La Guía* se agrupan en dos categorías de acuerdo al método utilizado para estimar sus valores numéricos:

TIPO A. Aquellas cuya incertidumbre estándar se evalúa por medio de análisis estadístico de una serie de observaciones.

TIPO B. Aquellas cuya incertidumbre estándar se evalúa por medios diferentes que un análisis estadístico de una serie de observaciones.

Esta clasificación no es equivalente a los términos "incertidumbre aleatoria" e "incertidumbre sistemática" que, tradicionalmente, se han empleado, ya que ésta se basa en la forma de cómo se han obtenido las incertidumbres.

2.3.4 Evaluación de incertidumbre Tipo A

Sea X_i una magnitud medida, la cual se estima a partir de n observaciones independientes q_k . La mejor estimación x_i de X_i es la media aritmética de las n observaciones q_k , definida como:

$$\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n q_k \quad (5)$$

la varianza estimada de las n observaciones independientes q_k se define como:

$$s^2(q_k) = \frac{\sum_{k=1}^n (q_k - \bar{q})^2}{n-1} \quad (6)$$

Elaborado por el autor de la obra
 Dirección General de Investigación Científica y Tecnológica
 Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología

y la desviación estándar estimada $s(q_k)$ para una cualesquiera de las "n" observaciones individuales es:

$$s(q_k) = \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^n (q_k - \bar{q})^2}{n-1}} \quad (7)$$

la incertidumbre tipo A, que es la desviación estándar estimada de la media \bar{X} , es igual a:

$$U_A = s(\bar{q}) = \frac{s(q_k)}{\sqrt{n}} \quad (8)$$

a) Con frecuencia se piensa que la incertidumbre tipo A por haber sido determinada por métodos estadísticos, se conoce mejor que las tipo B. Sin embargo, esto no es así, ya que cualquier incertidumbre basada sobre una muestra finita de "n" mediciones, tiene en sí misma una incertidumbre estadística implícita que, aún para $n=10$ ésta llega a ser del 24% para una distribución normal. Así que, se debe tener presente que las estimaciones tipo A pueden ser poco confiables si el número de mediciones es pequeño.

Para calcular la incertidumbre sobre la desviación estándar estimada se emplea la siguiente aproximación, [3]:

$$u_{s(q_k)} = \frac{\sigma[s(q_k)]}{s(q_k)} \approx [2(n-1)]^{-\frac{1}{2}} \approx (2\nu)^{-\frac{1}{2}} \quad (9)$$

en donde ν son los grados de libertad.

En la Tabla 1, se muestran las incertidumbres en la desviación estándar estimada en función del número de datos disponibles utilizando la ecuación (9).

TABLA 1

Número de Observaciones	$U_{s(qk)} [\%]$
2	71
3	50
4	41
5	35
10	24
20	16
30	13
50	10

b) En caso de que se disponga de menos de 10 mediciones y si además no se cuenta con alguna estimación basada en la experiencia o datos previos, entonces, el resultado de la ecuación (7) debe multiplicarse por el factor "t" de la Tabla 2 que están basados en la distribución "t" de Student, y aplican para un factor de cobertura $k = 2$, [5].

TABLA 2

Número de Observaciones	t
2	7,0
3	2,3
4	1,7
5	1,4
6	1,3
7	1,3
8	1,2
9	1,2

Obteniendo, finalmente, la incertidumbre tipo A como:

$$U_A = \frac{s(q_k)}{\sqrt{n}} t \quad (10)$$

Si $n \geq 10$ entonces $t \approx 1$.

c) Hasta el momento para el cálculo de la incertidumbre tipo A sólo se ha mencionado la forma de estimar la desviación estándar experimental de un conjunto particular de mediciones y este parámetro indica la variabilidad en el transcurso del día en que fueron tomados dichos datos, sin embargo, si se obtienen más mediciones del mismo patrón o instrumento en días posteriores, posiblemente sería conveniente estimar la variabilidad entre-días, lo que permitiría una evaluación más completa acerca de la variabilidad del proceso de medición, para esto se realiza un análisis de varianza (ANOVA) que a través de la distribución " F " nos permite comparar varianzas dentro-del día y entre-días con el fin de determinar si existe una diferencia estadísticamente significativa entre ellas y calcular una incertidumbre tipo A más representativa del proceso de calibración, para más detalle ver Ref.[1] pp. 83-86.

2.3.5 Evaluación de incertidumbres Tipo B

Una evaluación de incertidumbre estándar Tipo B se basa en el conocimiento que tenga el metrólogo del proceso de medición y toda la información disponible sobre el mismo y los instrumentos empleados en él. Debe estimar la desviación estándar de la variable X , bajo evaluación, utilizando para ello toda la información de que disponga tal como:

- Datos de medición previos,
- Experiencia con el sistema de medición o conocimiento general del mismo,
- Especificaciones del fabricante,
- Datos disponibles de calibraciones y otros reportes
- Incertidumbres asignadas a datos de referencia tomados de manuales, entre otros.

Así, pues, muchas veces el trabajo consiste en convertir una incertidumbre expresada de diferentes maneras (múltiplos de desviaciones estándar, intervalos de confianza, límites de peor caso, etc) en incertidumbre estándar, que corresponda a una desviación estándar de la variable bajo evaluación. A continuación se citan algunos ejemplos:

- a) Si la incertidumbre está expresada como un múltiplo de la desviación estándar :

$$\text{Incertidumbre Expresada} = U_E = h s$$

entonces la incertidumbre estándar debe tomarse como la incertidumbre expresada dividida entre el factor h utilizado:

$$U_B = \frac{U_E}{h} \quad (11)$$

- b) Si la incertidumbre se expresa con un cierto nivel de confianza, entonces, a menos que se especifique otra cosa, se supondrá una *distribución normal* de la variable bajo evaluación y la conversión será:

$$U_B = \frac{U_E}{k} \quad (12)$$

donde el valor del factor de cobertura k para diferentes niveles de confianza se da en la siguiente tabla:

TABLA 3

Nivel de confianza	Factor k
50 %	0,67
68,3 %	1
90 %	1,64
95 %	1,96
95,45 %	2
99 %	2,58
99,73 %	3

Como ejemplo, si en el informe de calibración de un patrón o instrumento de medición se reporta que el valor asignado al mismo se conoce con una confianza del 95%, entonces, se busca la equivalencia en la Tabla 3 que para nuestro caso correspondería a un factor de cobertura $k = 1,96$.

- c) Algunas veces se especifica que la variable bajo evaluación se encuentra dentro de un intervalo de valores máximos (a_+ , a_-). En tales casos se supone una *distribución rectangular*, es decir, una distribución en que la probabilidad de que se encuentre el valor verdadero de la magnitud, es la misma en todo el intervalo considerado, cuyo valor medio es:

$$x_i = \frac{a_+ + a_-}{2}$$

y su incertidumbre estándar es, [3]:

$$U_B = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (13)$$

Cuando la distribución no es simétrica, es decir $|a_+| \neq |a_-|$, entonces, la incertidumbre estándar se calcula como, [1]:

$$U_B = \sqrt{\frac{(a_+ - a_-)^2}{12}} \quad (14)$$

- d) Si se tuvieran datos de que los valores de la magnitud en cuestión alrededor del valor medio son más probables que los valores que se encuentran cerca de los límites que acotan el intervalo especificado, entonces, la suposición de una distribución triangular puede considerarse una mejor elección y para determinar su incertidumbre estándar se emplea la fórmula, [3]:

$$U_B = \frac{a}{\sqrt{6}} \quad (15)$$

donde a es el subintervalo en donde la variable bajo evaluación se encuentra.

Debido a que la confiabilidad en la evaluación de cada componente o variable involucrada en el modelo depende de la "calidad" de la información disponible, se recomienda hasta donde sea posible, se evalúen experimentalmente todos los parámetros de los que depende el mensurando, para que las estimaciones con ellos realizadas se basen en datos observados y no solo en reportes o afirmaciones sin antecedentes.

2.3.6 Determinación de la incertidumbre combinada

La incertidumbre combinada u_C se calcula a partir de la fórmula (2) en donde a las derivadas parciales se les denomina "pesos" o "coeficientes de sensibilidad" los cuales se calculan a partir del modelo que establece la relación entre el mensurando y las variables de las que depende -ecuación (1)-.

2.3.7 Cálculo de la incertidumbre expandida

Para incrementar el nivel de confianza del intervalo dentro del cual se estima se encuentra el valor verdadero del mensurando, se multiplica la incertidumbre combinada por un factor llamado *factor de cobertura* k , a este resultado se le denomina *incertidumbre expandida* U .

Se ha observado que cuando u_C se calcula por tres o más componentes, su distribución tiende a ser "normal" aunque las distribuciones individuales no los sean, así que factores de cobertura de $k=2$ y $k=3$ equivalen a niveles de confianza de 95,45 % y 99,73 % respectivamente. Los principales institutos internacionales de metrología, han seleccionado $k=2$ [4], [5]; por lo que se considera recomendable adoptar este criterio, entonces:

$$U = 2 u_C \quad (16)$$

La selección de un nivel de confianza particular que quiera darse a la expresión de la incertidumbre, condiciona la selección del factor de cobertura, lo que implica evaluar los grados de libertad efectivos de u_C y determinar el valor de k por medio de la distribución "t-Student".

Para muchas situaciones de medición prácticas, generalmente, las siguientes condiciones prevalecen:

- a) La estimación y del mensurando Y se obtiene de iguales estimaciones de x_i de argumentos X_i cuyas distribuciones probabilísticas se conocen con suficiente certeza, tales como la "normal" o "rectangular",
- b) Las incertidumbres estándar $u(x_i)$ de estas estimaciones, las cuales pudieran haber sido obtenidas por evaluaciones tipo A ó B, contribuyen en similares proporciones para la obtención de la incertidumbre combinada $u_C(y)$ de el resultado de la medición y .
- c) Es adecuada la aproximación lineal que implícitamente se indica en la Ley de Propagación de Incertidumbres -ecuación (2)-,
- d) La incertidumbre de $u_C(y)$ es razonablemente pequeña dado que el número de grados de libertad efectivos ν_{ef} es grande, por ejemplo mayor que 10.

Para obtener los v_{ef} se utiliza la ecuación siguiente:

$$v_{ef} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{v_i}} \quad (17)$$

donde $u_c(y)$ es la incertidumbre combinada del resultado de medición y ; $u_i(y)$ es la incertidumbre estándar i -ésima tipo A ó B y v_i son los grados de libertad correspondientes que se utilizaron para el cálculo de $u_i(y)$.

La determinación de $v_i(y)$ de una incertidumbre estándar tipo A es fácilmente reconocible a partir del número de mediciones de que se dispone, en cambio $v_i(y)$ para una incertidumbre estándar tipo B se determina a partir de la ecuación (9), quedando:

$$v_i \approx \frac{1}{2} \frac{\sigma^2(x_i)}{\sigma^2[u(x_i)]} \approx \frac{1}{2} \left[\frac{\sigma(x_i)}{\sigma[u(x_i)]} \right]^2 \approx \frac{1}{2} \frac{1}{\left[\frac{\sigma[u(x_i)]}{\sigma(x_i)} \right]^2} \approx \frac{1}{2} \left[\frac{\Delta u(x_i)}{u(x_i)} \right]^{-2} \quad (18)$$

donde $u(x_i)$ es la incertidumbre del estimado x_i y es igual a $s(\bar{q})$ que, a su vez, es un "estadístico" que estima la desviación estándar de la distribución de probabilidad de \bar{q} ; $\sigma(\bar{q}) = \sigma(x_i)$ la desviación estándar de la distribución de los valores de \bar{q} que se obtendrían si las mediciones se repitiesen un número infinito de veces. Al cociente entre los paréntesis rectangulares se le conoce como la "incertidumbre relativa de $u(x_i)$ " para evaluaciones estándar tipo B y su valor está en función de la información disponible, quedando a juicio del metrologo la estimación de la "confiabilidad" de $u(x_i)$, (ver párrafo G.4.2 de [1]).

Por ejemplo, si en un caso particular se considera que $u(x_i)$ es confiable al 20%, entonces, los grados de libertad de esta incertidumbre estándar relativa tipo B serán, de (17):

$$\frac{\Delta u(x_i)}{u(x_i)} = 0,2 \quad \therefore \quad v_i = \frac{(0,2)^{-2}}{2} \approx 12$$

ya que no pueden existir fracciones de grados de libertad se toma el entero inferior inmediato.

APÉNDICE B

PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
Biblioteca Central

3. PROCEDIMIENTO GENERAL PARA DETERMINAR LAS INCERTIDUMBRES.

- 3.1 Defina el proceso de medición a través de un modelo matemático que exprese la relación entre el mensurando y las magnitudes de las que depende, ecuación (1).
- 3.2 Identifique y aplique todas las correcciones conocidas al modelo.
- 3.3 Elabore una lista de todas las posibles fuentes de incertidumbre asociadas:
 - a) a la toma de mediciones,
 - b) con los valores resultantes de mediciones y/o calibraciones anteriores,
 - c) con las correcciones,
 - d) con las condiciones ambientales,
- 3.4 Calcule el mejor valor del mensurando en cuestión a partir de las mediciones efectuadas y usando la ecuación (5).
- 3.5 Empleando la ecuación (8) ó (10) dependiendo del caso, determine la *incertidumbre tipo A* calculando la desviación estándar experimental de la media en base a las mediciones disponibles. Calcule la incertidumbre por muestreo utilizando la ecuación (9).
- 3.6 Determine las *incertidumbres tipo B* identificando la naturaleza de cada componente con el fin de asignar una distribución a cada uno de ellos y, posteriormente, calcule las desviaciones estándar respectivas en función de la distribución supuesta y apoyándose en las ecuaciones (11), (12), (13), (14) ó (15) según el caso.
- 3.7 Obtenga la *incertidumbre combinada* (u_c) del mensurando aplicando la ley de propagación de incertidumbres -ecuación (2)- al modelo que definió en el paso 3.1, donde las incertidumbres involucradas pueden ser de ambos tipos A y B.
- 3.8 Utilizando la ecuación (16) determine la *incertidumbre expandida* U , multiplicando la incertidumbre combinada por el factor de cobertura $k = 2$; en caso de declarar un nivel de confianza particular, calcule los grados de libertad efectivos (ν_{ef}) con la ecuación (17) estimando los correspondientes para cada incertidumbre tipo B con (18) y los ν de la incertidumbre tipo A con el número de mediciones y determine k con la tabla de la distribución "t-Student" (ref. [1] p. 66).
- 3.9 Reporte el valor medido del mensurando como:

$$Y = \bar{q} \pm U$$

APÉNDICE C

Laboratorio Regional de Metrología
Certificado de verificación de termómetro patrón.

El Instituto Centroamericano de Investigación y Tecnología Industrial -ICAITI- Certifica: que a solicitud del Área de Servicios Analíticos e Información localizada en ICAITI , con base en la Recomendación Internacional OIML sobre medición de temperatura, se verificó un termómetro con las siguientes características:

- a) tipo de instrumento de calibración: columna de líquido en vidrio,
- b) tipo de termómetro: de inmersión parcial,
- c) valor de la escala : 1°C
- d) alcance de indicación: 20°C a 70°C,
- e) número de fabricación: VWR 61069-952,
- f) signos de identificación: 76 MM IMM USA.

Siendo el resultado de la verificación el siguiente:

Indicación del termómetro en °C	Corrección de la indicación en °C	Incertidumbre de la medición ±°C
20.0	0.0	0.5
30.0	+0.5	0.5
40.0	-0.6	0.5
50.0	-0.1	1.0
60.0	-1.0	1.0
70.0	-0.5	1.0

Observaciones.

1. La temperatura indicada por el termómetro se da en la relación siguiente
$$\text{temperatura} = \text{indicación del termómetro} + \text{corrección de la indicación}$$
2. Las correcciones dadas de la indicación son válidas:
 - para posición perpendicular del termómetro,
 - para presión atmosférica de 1 Bar,
 - la calibración fue realizada sumergiendo el termómetro hasta la altura del menisco, excluyendo la cámara de expansión.
 - cuando el termómetro no se utiliza totalmente sumergido, deberá emplearse un termómetro auxiliar de corrección de columna.

El presente certificado es válido por un período de cuatro años a partir de la fecha de emisión, siempre que se conserve sin alteraciones, con firma y sello original.

Guatemala, 26 de mayo de 1,994

Eduardo Bances