

MÉTODO DE COHERENCIA DE RESULTADOS DE CALIBRACIÓN APLICADO EN EL LABORATORIO DE RESISTENCIA DE PLATINO DEL CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA, MÉXICO

David Licea Panduro y Edgar Méndez Lango
Termometría, CENAM
Carretera a Los Cués km 4,5. El Marqués, Qro. C.P. 76241
Tel. (442) 211 05 00 ext. 3412, 3410 Fax 211 0548
e-mail: dlicea@cenam.mx, emendez@cenam.mx

Resumen: Una de las tareas del laboratorio de Resistencia de Platino es la diseminación de la Escala Internacional de Temperatura (EIT-90) en el intervalo de $-190\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $962\text{ }^{\circ}\text{C}$ que comprende 9 puntos fijos de definición. La diseminación se realiza mediante la calibración de Termómetros de Resistencia de Platino (TRP). Para asegurar que las calibraciones se realicen dentro de las incertidumbres declaradas se tienen varios métodos entre los cuales está el uso de TRP de verificación en cada punto fijo y el análisis de coherencia. Se describe el método análisis de coherencia, se presentan resultados de aplicación en la calibración de TRP, se discuten las ventajas de su aplicación y se propone un esquema para su aplicación en calibraciones por comparación.

INTRODUCCIÓN

De acuerdo a la Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT-90) en el intervalo de $-260\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $962\text{ }^{\circ}\text{C}$, la temperatura está definida mediante un termómetro de resistencia de platino (TRP) calibrado en un conjunto determinado de puntos fijos y con funciones de referencia y de desviación dadas.

Los valores experimentales del TRP se manejan en términos del cociente adimensional $W(T_{90})$ definido como:

$$W(T_{90}) = R(T_{90})/R_0$$

Donde $R(T_{90})$ es la resistencia aparente del TRP a temperatura T_{90} y R_0 la resistencia aparente del TRP en el punto triple del agua ($0,01\text{ }^{\circ}\text{C}$).

La funciones de referencia definidas por la EIT-90 [1, ec. 9a y 10a] son de la forma:

$$W_r = f(T_{90})$$

y las funciones de desviaciones [1, ec. 12,13, 14]son de la forma:

$$W - W_r = f(W)$$

Así, la temperatura se obtiene a través de la desviación $W - W_r$ y la función de referencia inversa $T_{90} = f(W_r)$ definida por la EIT-90 [1, ec. 9b y 10b] .

Es decir:

$$R(T_{90}) \rightarrow W(T_{90}) \rightarrow W - W_r = f[W(T_{90})] \rightarrow T_{90} = f(W_r)$$

Para obtener la función de desviación ($W - W_r$) la EIT-90 define los puntos fijos en los cuales se debe calibrar el TRP y así obtener los parámetros que definen esta función. Con los resultados que se obtienen a partir de de la función de desviación no es suficiente para garantizar que la calibración de TRP es correcta; para ello se recurre a la aplicación del método de coherencia de resultados de calibración.

No se incluyen las funciones referencia de manera explícita dado que este método está basado en un comportamiento esperado del cambio “suave” de la resistencia eléctrica del TRP como función de la temperatura, sin importar el modelo utilizado.

CALIBRACIÓN DE UN TRP

Para determinar una temperatura con un TRP es necesario conocer la desviación ($W - W_r$) de este en el intervalo de uso. La EIT-90 tiene definido puntos fijos de temperatura y cada uno de ellos tiene asignado un valor de W_r y para la interpolación entre los puntos fijos también la EIT-90 establece el tipo de función de desviación [$W - W_r = f(W)$].

Por ejemplo para el intervalo desde 0 °C hasta el punto de solidificación del Zinc, la función de desviación es:

$$W - W_r = a(W - 1) + b(W - 1)^2$$

Sí el intervalo de calibración es de 0 °C al punto de fusión de galio o al punto de solidificación del estaño entonces $b = 0$ [1].

El valor de W es propio para cada TRP, de ahí que la calibración de un TRP consiste básicamente en la determinación de W en diferentes puntos fijos para obtener su función de desviación. Es decir, en la calibración de un TRP el mensurando es la función de desviación.

MÉTODO DE COHERENCIA DE RESULTADOS

La incertidumbre con la que se determina la temperatura con un TRP, es la que resulta de la contribución de la incertidumbre de cada una de las mediciones para la obtención la función de desviación.

Para asegurarse que éstos puntos fueron correctamente medidos o bien que el TRP reproduce satisfactoriamente cada una de las mediciones se recurre a una prueba de coherencia de resultados propuesta por Ancsin [2].

Este método consiste en realizar un análisis de la desviación $W - W_r$ que presenta el TRP en los puntos de calibración. Para este análisis se miden todos puntos fijos definidos por la EIT-90 que están dentro del intervalo de calibración del TRP y no únicamente los que indica el EIT-90.

El procedimiento de análisis es el siguiente: Primero se calculan las diferencias $W - W_r$ en los puntos de calibración (tabla 1), luego se calcula una curva suave de polinomio de grado 2 por mínimos cuadrados (gráfica 1) y, finalmente se calculan y grafican las diferencias entre el valor interpolado y el valor experimental (residuales), gráfica 2.

EJEMPLOS

En las siguientes gráficas se muestran ejercicios de aplicación de la prueba de coherencia en casos donde se han escogido aquellos en que la prueba fue útil para la identificación de errores en el

proceso de calibración los termómetros se identifican por su número de serie.

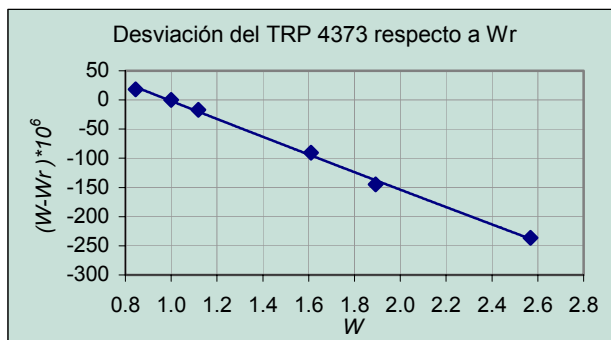
Tabla 1. Valores experimentales de calibración del TRP con número de serie 4373

Punto fijo	W_r [1]	W TRP 4373	$(W - W_r) \cdot 10^6$
HG	0,844 142 11	0,844 160 3	18
H ₂ O	1,000 000 00	1,000 000 0	0
Ga	1,118 138 89	1,118 121 9	-17
In	1,609 801 85	1,609 711 5	-90
Sn	1,892 797 68	1,892 652 7	-145
Zn	2,568 917 30	2,568 680 7	-237

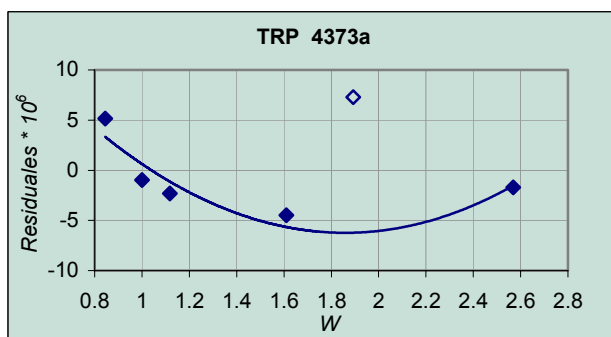
En general se espera que los puntos experimentales estén distribuidos en uno y otro lado de la curva interpolada. Si se diera el caso en que uno de los puntos tuviera un error de medición, entonces el "balance" se pierde.

Para la determinación de cada uno de los valores de W PRT 4373 se utilizó un puente de resistencia con resolución de 0,01 $\mu\Omega/\Omega$.

Gráfica 1.

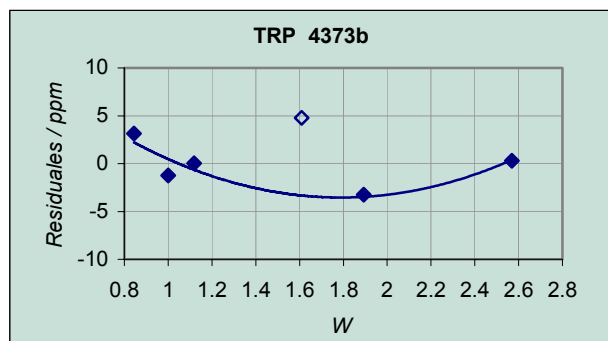


Gráfica 2.



En este ejemplo se observa que el valor medido en el punto del estaño ($W_{Sn} \approx 1,89$) presenta un error de cerca de 4 mK, de acuerdo a la curva que se está ajustando en los demás puntos. Este error puede ser debido a un error experimental o de captura de datos, sin embargo, para este estudio su origen es irrelevante porque lo que se intenta mostrar con estos ejemplos es la manera de identificar un dato erróneo.

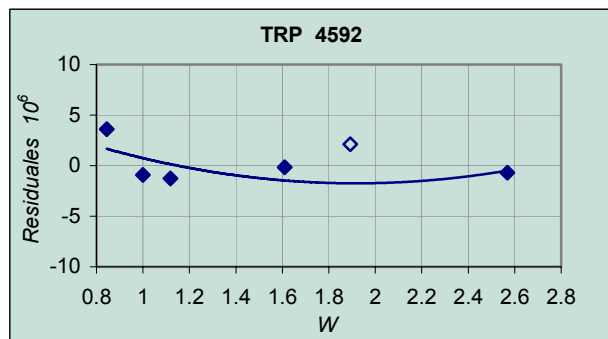
Gráfica 3.



Se repitió la medición en ese punto y, ahora se presenta el mismo análisis pero con el valor corregido de W_{Sn} . En esta ocasión se detecta una desviación en el punto del indio ($W_{In} \approx 1,61$) de cerca de 1 mK, en esta ocasión se repite esta medición y se encuentra el mismo valor, por lo cual solo queda tomar esta desviación como una “no-unicidad” de la misma escala [3].

En la gráfica 4, se presenta un el análisis hecho para el TRP con número de serie 4592.

Gráfica 4.

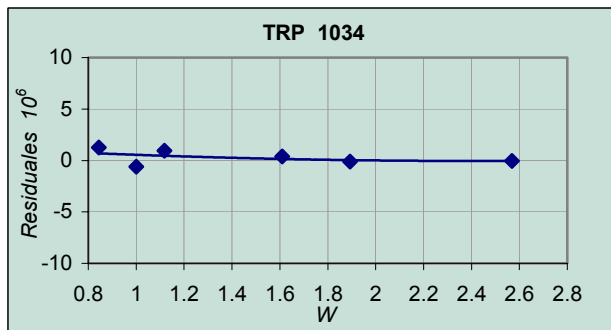


En este ejemplo se observa aparentemente un buen comportamiento pero ahora solo puede sospecharse un error en el punto del estaño, pero este posible error (0,5 mK) queda “cubierto” por la

propia incertidumbre de la reproducción de la EIT-90 [3].

En el siguiente ejercicio, con el TRP 1034 (gráfica 5), se muestra un comportamiento muy uniforme en cada uno de los puntos y, además, las desviaciones a la curva interpolada son menores a 0,4 mK.

Gráfica 5.



VENTAJAS DEL MÉTODO

La aplicación de este método es una manera rápida de evaluar la calibración de un TRP, donde un error en algún punto de calibración o algún problema de reproducibilidad, histéresis o anclaje térmico del TRP es identificado inmediatamente y se pueden tomar decisiones como:

- Repetir la medición en el punto en cuestión
- Revisar historial del TRP
- Degradar la incertidumbre de calibración o
- Rechazar el TRP

APLICACIÓN DEL METODO EN LABORATORIOS SECUNDARIOS

Respecto a los laboratorios secundarios que realizan calibraciones de TRP por comparación se recomienda apoyarse en este método para evaluar los resultados de sus calibraciones.

En su caso un laboratorio secundario puede usar los valores de W_L de su TRP patrón, en lugar de W_r .

OBTENCIÓN DEL W_L

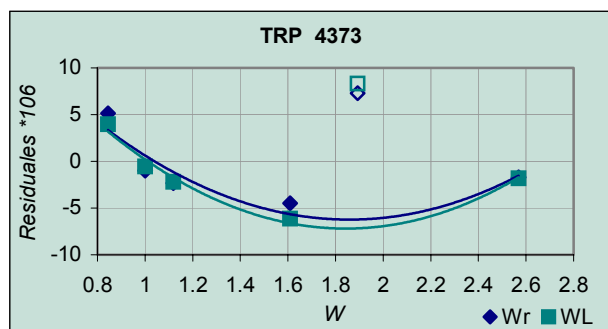
Durante la calibración el TRP patrón de referencia del laboratorio se obtiene valores de R_0 y $R(T)$ en

los puntos de calibración por ejemplo, a 100, 200, 300 y 400 °C para cada punto se tiene un valor de $R(T)$, que con el R_0 se obtiene el W_L .

Por otro lado, se tiene un conjunto similar de valores para el TRP, bajo calibración (TBC), es decir un R^*_0 y un conjunto de $R^*(T)$, los asteriscos son solo para indicar que se trata del TBC. Con esos valores se puede obtener W^* y de ahí $W^* - W_L$ y repetir el proceso.

Como ejemplo presentamos en la gráfica 6 los resultados de calibración del TRP 4373 respecto a W_r y a una W_L , obtenida a partir de un TRP del CENAM, calibrado en los puntos fijos indicados.

Gráfica 6.



Se observa que prácticamente los residuales de W_r y W_L son indistinguibles dentro de la incertidumbre experimental.

REFERENCIAS

- [1] H. Preston-Thomas, *The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)*, Metrologia (1990), **27**, 3-10.
- [2] J. Ancsin, *Concerning the consistency of fixed points of the temperature scale*, Metrologia (1995/96) **32**, 295-300.
- [3] Supplementary Information for the International Temperature Scale of 1990, Bureau International des Poids et Mesures, 1990, pp 10 y 11