

## **OBJETO**

El objeto del presente PROCESO DE CALIBRACIÓN es definir la pauta utilizada en el software CALIBRO para la calibración de termómetros de columna de líquido de inmersión total, que se deriva de los procesos de calibración T-001, de forma que permitan obtener resultados trazables y homogéneos.

## **CAMPO DE APLICACIÓN**

En la actualidad existen cientos de modelos de termómetros de columna de líquido entre los márgenes de -200 °C a 600 °C. La utilización de este proceso de calibración está indicada para la calibración de instrumentos con márgenes comprendidos entre estos límites utilizando el método de comparación con Resistencias Termométricas de Platino calibradas siguiendo las recomendaciones de la Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT-90)<sup>(2,3)</sup>, en baños de temperatura controlada u otros medios isotérmicos de comparación.

## **EQUIPOS NECESARIOS.**

Los equipos necesarios para la calibración de termómetros de columna de líquido se pueden dividir en tres grupos:

- a) Medios de generación de una temperatura estable y homogénea.
- b) Instrumentos de medida de temperatura con trazabilidad a una Realización de la Escala de Temperatura de 1990.
- c) Equipos auxiliares necesarios para inspeccionar, preparar, realizar la lectura y minimizar posibles errores debidos a la naturaleza del termómetro a calibrar.

Los tipos de instrumentos recomendados para cada grupo, se enumeran en la tabla I.

[www.gesdocal.es](http://www.gesdocal.es)

<b>Grupo</b>	<b>Equipo / material necesario</b>
(a)	<ul style="list-style-type: none"><li>• Baño de hielo (agua desionizada y hielo picado hecho con agua desionizada).</li><li>• Baños de temperatura controlada caracterizados, adecuados al margen de temperatura requerido y de suficiente profundidad para realizar la inmersión total del instrumento a calibrar en su punto más alto así como para asegurar una inmersión adecuada a los patrones de trabajo a utilizar, sin obstáculos que dificulten la lectura a ras del nivel de líquido del baño.</li></ul>
(b)	<ul style="list-style-type: none"><li>• Resistencias termométricas de Platino (RTP) y puente de medida de resistencias o multímetro digital con características técnicas (resolución, linealidad, intensidad aplicada, etc.) adecuadas y con conmutador de entrada.</li><li>• o</li><li>• Termómetros de columna de líquido de referencia.</li></ul>
(c)	<ul style="list-style-type: none"><li>• Sistema óptico para la lectura del termómetro a calibrar.</li><li>• Solenoide con excitación variable en alterna u otro mecanismo mecánico para vibrar el termómetro durante el periodo de lectura.</li><li>• Lente de aumento (x5), quemador de alcohol y anhídrido carbónico.</li></ul>

## **PROCESO DE CALIBRACIÓN**

### **Introducción.**

El principio de funcionamiento de un termómetro de columna de líquido es que la dilatación aparente de un líquido en vidrio produce una cuantía medible (longitud), que es proporcional a la temperatura de estos. En el caso del mercurio, el bulbo contiene aproximadamente 6250 veces el volumen capilar equivalente a 1°C y el diámetro de los capilares se encuentra en el margen de 0,02 mm a 0,4 mm, siendo la sensibilidad máxima de un termómetro de mercurio del orden de 100 mm/°C. Sin embargo, las graduaciones de la escala de un termómetro suelen ser de 0,05 mm a 0,2 mm, por lo que se requiere una separación considerable entre marcas, que a su vez dificulta la interpolación. La relación entre el grosor de las marcas y la separación entre éstas es generalmente del orden de 1:5.

La estabilidad de un termómetro de columna de líquido viene limitada generalmente por el vidrio que introduce inestabilidades que deben de ser consideradas en el uso y la calibración de éstos. El vidrio se encuentra permanentemente en una fase de cambio a largo plazo hacia un estado de "equilibrio" que depende de la temperatura a que se encuentra. Esta deriva, denominada **cambio secular** suele ser más pronunciada durante el primer año de uso del termómetro. Otro cambio que sufre el termómetro y que es generalmente más significativo es la denominada **depresión de cero**. Esta es debida a la histéresis del vidrio que tarda en recuperar sus dimensiones originales después del uso a temperaturas elevadas. De los dos cambios enumerados, el primero se puede registrar a lo largo del tiempo para tener una indicación de la estabilidad del instrumento, y la segunda limitará la incertidumbre de medida en las condiciones de uso, si se desea realizar una lectura a una temperatura inferior a la máxima de uso. El termómetro puede tardar desde unas horas a dos días en recuperar sus dimensiones originales, dependiendo de las condiciones y el tipo de vidrio. Los tipos de vidrio y su temperatura máxima de uso se conoce por la línea de color normalizado (rojo, azul... etc.) que transcurre longitudinalmente la varilla del termómetro. <sup>(4,5,6,7,8)</sup>. Existen otros mecanismos y defectos comunes que afectan al funcionamiento del termómetro, como son la separación y/o inclusión de burbujas en el líquido termométrico, escala irregular, errores de paralelaje en la lectura, defectos de capilaridad, etc. El presente Procedimiento de Calibración ha sido desarrollado para minimizar estos efectos y asegurar una calibración correcta.

### **Operaciones preliminares.**

Se leerá por completo este proceso de calibración antes de proceder a la calibración del termómetro.

Se inspeccionará el termómetro (utilizando la lente de aumento si fuese necesario) para comprobar la falta de los defectos abajo reseñados. En el supuesto de que existiese uno o más de ellos se rechazaría el termómetro sin procederse a su calibración.

Descripción de defectos a inspeccionar:

- El termómetro no se encuentra debidamente identificado con alguna de las siguientes características: FABRICANTE, MODELO Y NÚMERO DE SERIE.

- El vidrio no es el adecuado para la temperatura máxima de uso.
- Las marcas y graduación no son nítidas y regulares.
- Se observan irregularidades en el interior del capilar o pequeñas fisuras en el vidrio que podrían causar problemas en la lectura y la rotura del mismo durante la calibración, respectivamente.

Se inspeccionará el termómetro para comprobar la falta de los defectos comunes que abajo se reseñan. Estos son remediables (con cierto nivel de riesgo de rotura), utilizando calor, frío y vibración según proceda, teniendo la precaución de no solidificar el líquido termométrico ni producir una presión interna excesiva.

Descripción de defectos comunes remediables:

- Columna de líquido partida.
- Presencia de burbujas en la columna de líquido.
- Presencia de líquido en la cámara de dilatación.

Tras la inspección, y en particular para los termómetros de alcohol, se almacenará el termómetro en posición vertical, asegurándose de que la zona alrededor de la cámara de expansión se mantiene a una temperatura ligeramente superior a la temperatura ambiente para evitar la condensación del vapor de alcohol en la cámara.

Si ha habido que someter el termómetro a temperaturas extremas durante el proceso de rectificación de defectos, NO se realizará la calibración del termómetro hasta transcurrido un periodo mínimo de 72 horas.

Antes de proceder a la calibración se conectarán los equipos a utilizar y se observarán los periodos de calentamiento establecidos.

Se realizarán las comprobaciones y ajustes de los equipos que así lo requieran (temperatura de la resistencia patrón de referencia (Rs) del puente de resistencias, ajustes a cero, etc.)

## Calibración.

### IMPORTANTE

- (1) En la calibración de un termómetro de inmersión TOTAL, se realiza la inmersión del bulbo y la práctica totalidad de la columna de líquido, de modo que tan solo aproximadamente 1 mm de la columna sobresalga el nivel de líquido del baño para realizar la lectura. En el caso del mercurio existe el riesgo de destilar el mercurio para temperaturas mayores de 150 °C, por lo que es recomendable mantener el menisco del mercurio unos 30 mm sobre el nivel del baño hasta instantes antes de realizar la lectura.
- (2) Se realizará la calibración para temperaturas en orden creciente para evitar los problemas de la depresión de cero descrita anteriormente.
- (3) Para controlar la estabilidad del instrumento durante la calibración, la primera lectura se realizará en 0°C o en el punto próximo al límite inferior de la escala, según cual sea el menor. Transcurrido un periodo mínimo de 72 horas tras someter el termómetro a la temperatura más alta se repetirá este punto.

(4) La calibración se realizará en al menos cinco puntos distribuidos uniformemente y que deberán cubrir el 80 % de la escala. En ningún momento se deberá exceder la temperatura máxima de uso del termómetro.

Se completará la información, fecha, margen de vida, y otros datos de los patrones, termómetros a calibrar, etc. en los apartados correspondientes en la hoja de datos.

Se colocarán los termómetros a calibrar en el medio isoterma de comparación (baño de temperatura controlada o baño de hielo), debidamente sujetos, en posición vertical y situados entre los dos patrones, manteniendo una separación equidistante dentro de lo posible y asegurándose de que ninguno de los instrumentos se encuentre demasiado próximo a las paredes o el fondo de la zona de calibración donde pueden existir mayores gradientes de temperatura.

Se seleccionará en el controlador de temperatura, la temperatura requerida, ajustando el nivel del líquido si es necesario y la inmersión de los termómetros a calibrar, teniendo en cuenta las advertencias estipuladas al comienzo de este apartado.

Transcurrido un tiempo prudente para la estabilización, que se comprobará con la lectura de los patrones, se ajustará la inmersión de los termómetros si procede y se realizará al menos una vez la secuencia de lectura dada a continuación, manteniendo intervalos de tiempo uniformes, vibrando los termómetros de columna de líquido para minimizar los efectos de la tensión superficial y utilizando un sistema óptico que permita realizar una lectura ortogonal al capilar y a ras del menisco del líquido termométrico, para minimizar el error de paralelaje e interpolar entre divisiones:

- Lectura del primer Patrón ( $P_1$ ).
- Lectura secuencial de los termómetros a calibrar ( $C_1, C_2, C_3, C_4$ ).
- Lectura del segundo Patrón ( $P_2$ ).
- Lectura del segundo Patrón ( $P_2$ ).
- Lectura secuencial de los termómetros a calibrar en sentido inverso ( $C_4, C_3, C_2, C_1$ ).
- Lectura del primer Patrón ( $P_1$ ).

De este modo se habrán obtenido al menos dos lecturas para cada uno de los instrumentos. Se procederá a inspeccionar el acuerdo entre las lecturas de los patrones y el acuerdo entre las lecturas de un mismo instrumento para evaluar si la uniformidad y estabilidad del baño se encuentra dentro de los límites establecidos para el medio isoterma utilizado y consecuentes con el nivel de incertidumbre requerido en la calibración.

Si la uniformidad y estabilidad observada no es aceptable o si se detectan anomalías en las lecturas, se rechazarán todas las lecturas realizadas en la secuencia y se repetirá el ciclo. En caso contrario, se ajustará la inmersión de los termómetros para evitar la destilación del líquido termométrico si procede, y se repetirá el proceso hasta completar el número de puntos requerido.

Transcurrido un periodo mínimo de 72 horas se repetirán las medidas en el punto más bajo de la calibración, según se describe al comienzo de esta

sección, para comprobar la estabilidad de los termómetros durante la calibración.

## **RESULTADOS.**

### **Análisis de resultados.**

Se realizarán las operaciones descritas en este apartado, para cada uno de los grupos de lecturas obtenidas a una temperatura dada.

Se procederá a hallar la media de las lecturas de cada uno de los instrumentos, anotando ésta debajo de la columna correspondiente en la hoja de datos.

Se hallarán las correcciones de los patrones obtenidas en su última calibración y se anotarán en el lugar correspondiente en la hoja de datos y se aplicarán a los correspondientes valores medios hallados en el punto anterior.

Se hallará la media de las lecturas corregidas de los patrones, obtenidas en el punto anterior. Este valor se tomará como **Temperatura de Referencia**, anotándolo en la hoja resumen de cada termómetro calibrado.

Se hallará la media de las lecturas para cada uno de los termómetros a calibrar y se anotarán en la correspondiente columna de **Lectura Instrumento** de la hoja resumen de cada termómetro calibrado.

Para cada valor de temperatura de referencia, se hallará la corrección pertinente restando al valor de la lectura, el correspondiente valor de temperatura de referencia, teniendo cuidado de anotar en todo caso el signo. Los valores obtenidos se escribirán en la columna **Corrección** de la correspondiente hoja resumen de resultados.

Se procederá al cálculo de incertidumbres siguiendo las recomendaciones del siguiente apartado, relleno la correspondiente columna de **Incertidumbre** de la hoja resumen de resultados.

### **Cálculo de incertidumbres.**

El cálculo de incertidumbres se realizará teniendo en cuenta las contribuciones de los patrones, del método de calibración, y del propio instrumento calibrado, para un factor  $k=2$ , siguiendo las recomendaciones del documento 19-1990 de la WECC<sup>(9)</sup>.

En el documento arriba reseñado, todas las magnitudes físicas se tratan como variables aleatorias, incluso las magnitudes de influencia que puedan afectar al valor medido de forma sistemática. Las magnitudes de influencia se diferencian sólo de las magnitudes medidas en que normalmente se dispone de menos información sobre ellas.

La magnitud que se mide depende de un cierto número de magnitudes que incluyen tanto las procedentes de los certificados de calibración de las RTP, la linealidad, repetibilidad y resolución del puente de resistencias; las propias del proceso de calibración, como son el error de paralelaje o la

estabilidad y uniformidad del baño; las del propio instrumento, como son su estabilidad a corto plazo y su resolución; y otras magnitudes de influencia.

En algunos casos, se conocen los valores de estas magnitudes, como por ejemplo la estabilidad y uniformidad del baño o la estabilidad del conjunto de medida, que se obtienen experimentalmente en la caracterización del baño y la comprobación sistemática del sistema de medida a la temperatura del punto triple del agua. Para los valores que no se conocen y no pueden ser obtenidos experimentalmente en el laboratorio, se estima su valor utilizando la experiencia del metrólogo, o información publicada en la literatura científica.

En la práctica se observa que en la medida de la temperatura, no se pueden realizar muchas medidas reiteradas a una temperatura exacta (quizás la excepción sea la calibración en puntos fijos), debido a la naturaleza de la misma. Por otro lado, en un laboratorio de calibración industrial, esto es justificable debido a que existe un compromiso (económico) entre el número de medidas realizadas y el nivel de incertidumbre requerido, sin afectar a la calidad de la medida y que es más que aceptable para la industria en general.

Si solo se conoce un valor de una magnitud, por ejemplo una única medida o el resultado de una medición previa, entonces dicho valor debe tomarse como el valor estimado,  $x_i$ .

Para las magnitudes de influencia en los que se conocen o estiman sus límites superior e inferior  $a_{u,i}$  e  $a_{l,i}$ , como los límites de error del puente o la estabilidad y uniformidad del baño, se pueden tomar como valor más probable:

$$X_i = \frac{1}{2}(a_{u,i} + a_{l,i}) \quad (1)$$

y como varianza:

$$S_{xi}^2 = \frac{1}{12}(a_{u,i} - a_{l,i})^2 \quad (2)$$

Si se llama  $2a_i$ , a la diferencia entre los dos límites anteriores, la ecuación resulta:

$$S_{xi}^2 = \frac{1}{3}a_i^2 \quad (3)$$

Estos valores corresponden a distribuciones rectangulares de las magnitudes de influencia entre sus límites.

En este caso se podrá asumir que las magnitudes son independientes, procediéndose a la suma de las varianzas, normalizadas si procede con el valor del factor  $k$  con que se han obtenido (por ejemplo la incertidumbre de calibración de las RTP).

$$S_y = \sqrt{S_{x1}^2 + S_{x2}^2 + S_{x3}^2 + \dots} \quad (4)$$

La raíz cuadrada positiva de la varianza resultante, es decir, “ la desviación típica”  $S_y$ , es un estimador de la incertidumbre combinada del resultado. El intervalo de incertidumbre se obtiene multiplicando la “desviación típica” por un factor k:

$$U = k \cdot S_y$$

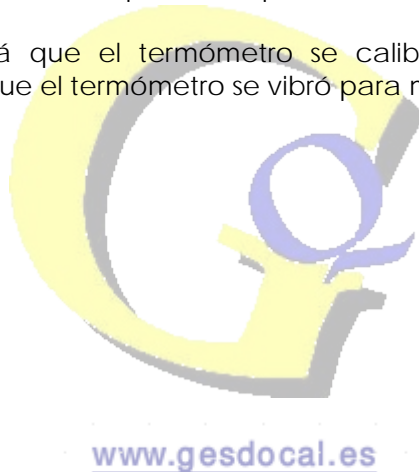
La WECC ha recomendado emplear el factor K=2, que en el caso de una distribución Normal (Gausiana) corresponde a un nivel de confianza de aproximadamente el 95 %.

### Expresión de resultados.

Los resultados de la calibración se expresarán en la forma de una tabla conteniendo los valores obtenidos en forma tabular en este orden: Temperatura de Referencia ( $t_{90}$ ), Lectura Instrumento, Corrección, e Incertidumbre; con sus correspondientes unidades.

Se dará también el valor de la medida de estabilidad, citando que el valor último se tomó tras un periodo superior a 72 horas.

Se indicará que el termómetro se calibró en posición vertical y a inmersión total y que el termómetro se vibró para minimizar los errores debidos a tensión superficial.



Procedimiento de calibración de termómetros de columna de líquido de inmersión total is licensed under a [Creative Commons Reconocimiento-No comercial-Compartir bajo la misma licencia 3.0 España License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/3.0/es/).

Based on a work at [gesdocal.es](http://gesdocal.es).