

INTERCOMPARACION DE PATRONES DE TEMPERATURA (PARTE I) - 195° C HASTA 1100° C (TERMORRESISTENCIAS Y TERMOCUPLAS)

M. A. Amuso, P. Giorgio, C. T. Lewis, E. Liberman, G. Rangugni, M. Tischler
INTI, CC 157, 1650 San Martín, Buenos Aires

M. A. D. Maciel

INMETRO, Av. Nossa Senhora das Graças, 50, Vila Operaria, Xerem, Duque de Caxias, Brasil

Dentro del marco del Convenio de Cooperación Técnica entre la Argentina y el Brasil, se realizó en el Departamento de Física y Metrología (INTI) una intercomparación de patrones de temperatura mantenidos en el INMETRO (Brasil) y en el INTI (Argentina).

Los termómetros patrones intercomparados incluyeron: una termorresistencia de platino y una termocupla de platino tipo S del INMETRO; dos termorresistencias de platino y cuatro termocuplas de platino tipo S del INTI. Se compararon las termorresistencias entre sí, desde -195° C hasta 400° C y las termocuplas entre sí, desde 300° C hasta 1100° C.

Las termorresistencias fueron intercomparadas empleando un criostato enfriado con nitrógeno líquido (195° C), un baño termostatzado de aceite de siliconas (50° C hasta 150° C) y un baño termostatzado de alúmina fluidizada (200° C hasta 400° C), mientras que las termocuplas se intercompararon en un horno eléctrico tubular (300° C hasta 1100° C).

En base a la exactitud de los instrumentos utilizados, y a la estabilidad y homogeneidad de los baños térmicos, se estimaron las incertidumbres de medición para las termorresistencias, en: $\pm 0.002^\circ\text{C}$ en el criostato, $\pm 0.01^\circ\text{C}$ en el baño de aceite y $\pm 0.05^\circ\text{C}$ en el baño de alúmina fluidizada. Similarmente, la incertidumbre estimada en el caso de las mediciones con termocuplas en el horno eléctrico fue de $\pm 0.5^\circ\text{C}$.

Las diferencias medidas entre los termómetros comparados fueron en general menores que dichas incertidumbres, posiblemente debido a la cancelación de errores sistemáticos, que resulta de emplear los mismos instrumentos de medición, y por ser los termómetros de características similares.

INTRODUCCION

Dentro del marco del Convenio de Cooperación Técnica entre el Brasil y la Argentina, se realizó en el Departamento de Física y Metrología del INTI una comparación entre patrones de medición de temperatura, mantenidos en el INMETRO y en el INTI. La comparación se realizó entre el 18 de noviembre y el 1 de diciembre de 1988.

Los termómetros comparados fueron, por parte del INMETRO, una termorresistencia marca Rosemount modelo 162 CE, N° 1729, calibrada en el PTB (RFA) según certificado 10PTB81 (PTB 3.12-22 530 / 81), y una termocupla de Pt 10% Rh / Pt, también calibrada en el PTB, según certificado 8PTB83 (PTB 3.12-17233 / 83).

Por parte del INTI se compararon dos termorresistencias marca Rosemount modelo 162 CE, N° 1881 y N° 1882, ambas calibradas en el PTB según certificados 15PTB81 (PTB 3.12-1030 / 82) y 16PTB81 (PTB 3.12-1030 / 82), así como cuatro termocuplas de Pt10% Rh / Pt, identificadas con las siglas 3PTB72, 4PTB72, 2PTB83 y 3PTB83, originalmente calibrados en el PTB, pero cuya última

calibración fue realizada en el INTI en mayo de 1988, empleando el método basado en el Termómetro Termoeléctrico de Punto Fijo y los puntos fijos termométricos miniatura del In, Sn, Pb, Zn, Al, Ag-Cu, Ag y Au, desarrollados en el INTI¹.

Se compararon las termorresistencias entre sí y las termocuplas entre sí. Todos los valores de temperatura están referidos a la² IPTS-68.

COMPARACION DE TERMORRESISTENCIAS

Aunque las termorresistencias de platino son capaces de determinar la temperatura con exactitudes de $\pm 0.001^\circ\text{C}$, mediciones de esta calidad solamente pueden realizarse si se cuenta con puntos fijos termométricos apropiados, dado que la exactitud alcanzable depende no solamente de la calidad del termómetro sino también de que el medio en el cual se trabaja (p. ej. horno o baño termostatzado) posea una zona isotérmica constante en el tiempo con una temperatura bien definida.

La calidad de la presente comparación se vio restringida por la carencia de tales puntos fijos, y de-

TRP1729	TRP1881	Trp1882	< G >	A - < G >	B - < G >	C - < G >
52,166	52,171	52,165	52,167	-0,001	0,004	-0,002
99,499	99,495	99,502	99,499	0,000	-0,004	0,004
149,282	149,282	149,277	149,280	0,002	0,002	-0,003
199,740	199,790	199,750	199,760	-0,020	0,030	-0,010
290,030	290,030	290,095	290,052	-0,022	-0,22	0,043
399,045	399,110	398,992	399,049	-0,004	0,061	-0,057
-194,9615	-194,9615		-194,9615	0,0000	0,0000	
-194,8800		-194,8770	-194,8785	-0,0015		0,0015
-194,6870	-194,6860	-194,6865		-0,0005	0,0005	

Tabla 1: Temperaturas (°C) indicadas por las tres termorresistencias y sus diferencias respecto a un promedio común. <G> = promedio general, A - <G> = temperatura indicada por TRP1729 menos <G>, B - <G> = temperatura indicada por TRP1818 menos <G>, C - <G> = temperatura indicada por TRP1882 menos <G>.

finida por la uniformidad y estabilidad de los termostatos empleados. Estos fueron: entre 50°C y 150°C, un baño termostatzado de aceite de siliconas, marca Tamson modelo TCV 70, en el cual se incluyó un ecualizador cilíndrico de aluminio, de aproximadamente 20 cm de altura y 6 cm de diámetro, con orificios paralelos al eje de aproximadamente 11 mm de diámetro, en los cuales se introdujeron las termorresistencias. La profundidad de inmersión en el aceite fue de por lo menos 35 cm. Entre 200°C y 400°C se utilizó un baño de lecho fluidizado de óxido de aluminio, marca Schwing, modelo Termocal TH - 060. Finalmente se realizó una comparación en un baño criostático enfriado con nitrógeno líquido (-195° C). Dicho baño consiste básicamente de un recipiente Dewar, con un bloque ecualizador cilíndrico de cobre de aproximadamente 20 cm de altura y 5 cm de diámetro con dos orificios paralelos al eje, en los cuales se introdujeron las termorresistencias. La profundidad de inmersión de las mismas en el criostato fue casi total.

Los valores de resistencia en 0° C, fueron determinados empleando un baño de hielo picado (agua destilada) en un recipiente Dewar que permitía la inmersión total de las termorresistencias. Estos valores fueron determinados primero antes de comenzar las mediciones, después luego de finalizar la serie de mediciones en 50 °C, 100 °C, 150 °C, 200 °C, 300 °C y 400 °C, y finalmente luego de realizar las mediciones en -195°C.

Para las comparaciones en el baño de aceite y en el criostato, las mediciones de resistencia se realizaron empleando un puente de corriente alterna (puente doble de relación, inductivamente acoplado) marca Tinsley, modelo 5650, y una resistencia patrón, también marca Tinsley, de 25 Ω nominales, tipo 5649A, AC-DC, N° 225,193. Para las medicio-

nes realizadas en el baño de lecho fluidizado se utilizó, para medir la resistencia de los termómetros, un multímetro digital Fluke modelo 8502A, una fuente de corriente estabilizada de 1 mA, construída en el INTI, una resistencia patrón de 1000 Ω nominales, marca General Radio tipo 1440, N° 8634 y una llave selectora. Haciendo circular la corriente a través de todos los resistores en serie, se midió la caída de tensión eléctrica sobre cada uno de ellos, obteniéndose el valor de resistencia correspondiente a cada termorresistencia, como el cociente entre la tensión medida sobre ella y la tensión medida sobre la resistencia patrón.

Los resultados obtenidos durante la intercomparación de las termorresistencias figuran en la tabla 1.

La estimación de errores absolutos de medición es siempre uno de los aspectos más difíciles de la metrología. Se estima una incertidumbre de ± 0.01 °C para las mediciones en el baño de aceite, una incertidumbre de ± 0.05 °C para las mediciones en el baño de lecho fluidizado, y una incertidumbre de ± 0.002°C en el criostato. Sin embargo dado que los termómetros comparados son del mismo tipo y características similares, y siendo que los métodos de medición son idénticos, afectados por iguales errores sistemáticos, es de esperar una mejor incertidumbre relativa, lo que explica la muy buena coincidencia que muestran algunos de los resultados.

COMPARACION DE TERMOCUPLAS

Las cinco termocuplas mencionadas más arriba fueron colocadas en el centro de un horno cilíndrico, de eje horizontal, marca Heraeus modelo Rok / F 4 / 60, controlado por medio de un control electró-

nico on / off. Se empaquetaron las termocuplas de tal manera de acercar lo más posible las juntas de medición y exponerlas a la misma temperatura. La medición de fuerza electromotriz (fem) se realizó empleando un multímetro digital marca Keithley, modelo 195A, capaz de resolver $0,1 \mu\text{V}$. Las señales de cada termocupla fueron conectadas al multímetro a través de un selector electrónico marca Keithley modelo 705, controlado por una microcomputadora, la que seleccionaba cada termocupla y realizaba la medición en forma automática. Las mediciones de fem poseen una exactitud mejor que $\pm 1\mu\text{V}$. La principal limitación a la exactitud de la presente comparación son los gradientes térmicos que existen en el horno, los cuales provocan diferencias de temperatura entre las juntas de medición cuya estimación es muy difícil, siendo además función de la temperatura. Se estima que estas diferencias son menores que $\pm 0,5^\circ\text{C}$, lo que se toma como incertidumbre de la comparación de termocuplas.

Al igual que en el caso de las termorresistencias, el factor limitativo de la exactitud de comparación resulta ser la inhomogeneidad térmica del medio en el cual se realiza.

Los resultados obtenidos durante la intercomparación de las termocuplas figuran en la tabla 2.

CONCLUSIONES

La responsabilidad asignada (generalmente por ley) a las diversas instituciones de metrología de cada país para establecer, mantener y diseminar la escala de temperatura como referencia nacional, implica, entre los diversos aspectos técnicos que hacen a su implementación, la permanente búsqueda de criterios que permitan evaluar los márgenes de error con que la escala está afectada. Sin duda una intercomparación internacional como la aquí presentada, representa uno de los métodos más objetivos (aunque nunca infalibles) de acceder a esa información.

Las diferencias que surgen de las tablas 1 y 2, representan las cotas mínimas de incertidumbre que afectan las implementaciones de la escala de temperatura de ambos países. En términos generales pueden considerarse satisfactorias desde el punto de vista de la mayoría de las aplicaciones científicas, tecnológicas e industriales y comerciales.

REFERENCIAS

1. M. Tischler, C. Anteneodo, Proceedings of the International Symposium of Temperature Measurement in Industry and Science (China Academic Publishers, 1986).
2. H. Preston-Thomas, Metrología 12, 7(1976).

3PTB72	2PTB83	8PTB83	3PTYB83	4PTB72	< G >	A - < G >	B - < G >	C - < G >	D - < G >	E - < G >
333,15	333,35	332,80	332,50	333,60	333,10	0,10	0,30	-0,30	-0,60	0,50
441,00	440,85	440,80	440,70	441,25	440,90	0,10	-0,10	-0,10	-0,20	0,30
570,50	570,50	570,60	570,40	570,75	570,55	-0,05	-0,05	0,05	-0,15	0,20
706,15	706,10	706,00	705,80	706,30	706,10	0,05	0,00	-0,10	-0,30	0,20
915,45	915,60	915,15	915,20	915,60	915,40	-0,05	0,20	-0,25	-0,20	0,20
1117,50	1117,35	1117,20	1117,45	1117,50	1117,40	0,10	-0,05	-0,20	0,05	0,10

Tabla 2: Temperaturas ($^\circ\text{C}$) indicadas por las cinco termocuplas y sus diferencias respecto a un promedio común. <G> = promedio general, A - <G> = temperatura indicada por 3PTB72 menos <G>, B - <G> = temperatura indicada por 2PTB83 menos <G>, C - <G> = temperatura indicada por 8PTB83 menos <G>, D - <G> = temperatura indicada por 3PTB83 menos <G> y E - <G> = temperatura indicada por 4PTB72 menos <G>.