

Guía Técnica de Trazabilidad Metrológica e Incertidumbre de Medida en la Calibración de Termómetros de Líquido en Vidrio en Baños de Líquido Controlado Térmicamente

México, noviembre de 2012

Derechos reservados ©

PRESENTACIÓN

Para asegurar la uniformidad y validez técnica de la expresión de la trazabilidad metrológica de las mediciones y de la estimación de la incertidumbre de medida de las mismas, la entidad mexicana de acreditación, a. c., solicitó al Centro Nacional de Metrología la revisión y elaboración de Guías Técnicas sobre Trazabilidad Metrológica e Incertidumbre de Medida.

Los Subcomités de evaluación de Laboratorios Acreditados de Calibración y de Ensayo de la entidad mexicana de acreditación se incorporaron a este proyecto transmitiendo sus conocimientos y experiencias relacionados con la trazabilidad metrológica e incertidumbre de medida.

El Centro Nacional de Metrología coordinó la elaboración de las Guías, proponiendo criterios técnicamente sustentados, procurando que las opiniones de los Subcomités fueran apropiadamente consideradas y asegurando la coherencia de las mismas con otros documentos técnicos de referencia.

Las Guías Técnicas de Trazabilidad Metrológica e Incertidumbre de Medida observan lo establecido en documentos de referencia conocidos ampliamente en la comunidad internacional, en los cuales se fundamentan las políticas de Trazabilidad Metrológica e Incertidumbre de Medida de la entidad mexicana de acreditación.

Las Guías aportan criterios técnicos que sirven de apoyo a la aplicación de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006. La coherencia de las Guías con esta norma y con otros documentos de referencia, contribuye a asegurar la confiabilidad y uniformidad de las mediciones que realizan los laboratorios acreditados.

Noviembre de 2011

Dr. Héctor O. Nava Jaimes
Director General
Centro Nacional de Metrología

María Isabel López Martínez
Directora Ejecutiva
entidad mexicana de acreditación, a.c.

GRUPO DE TRABAJO

QUE PARTICIPÓ EN LA ELABORACIÓN DE ESTA GUÍA TÉCNICA

Francisco Javier Cedillo López	Calpro, S.A. de C.V.
José Luis Cravioto Urbina	CIDESI
Víctor Manuel Díaz Vargas	Grupo SIMCA, S.A. de C.V.
Adolfo Escamilla Esquivel	ESFM - IPN
Leonel Lira Cortés	CENAM
Silvia Martínez Martínez	CENAM
Edgar Méndez Lango	CENAM
Hugo Rodríguez Arteaga	CENAM
Roberto L. Villeda R.	Calpro, S.A. de C.V.

ÍNDICE

PRESENTACIÓN.....	2
GRUPO DE TRABAJO	3
1. PROPÓSITO DE LA GUÍA TÉCNICA.....	5
2. ALCANCE DE LA GUÍA TÉCNICA.....	5
3. MENSURANDO	5
4. MÉTODOS Y SISTEMAS DE CALIBRACIÓN	8
5. CONFIRMACIÓN METROLÓGICA.....	14
6. TRAZABILIDAD METROLÓGICA DE LAS MEDICIONES	15
7. INCERTIDUMBRE DE MEDIDA	16
8. VALIDACIÓN DE MÉTODOS.....	20
9. BUENAS PRÁCTICAS DE MEDICIÓN	21
10. REFERENCIAS.....	24
ANEXO A DOCUMENTACIÓN DE LA TRAZABILIDAD METROLÓGICA	26
ANEXO B ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE MEDIDA DE LA CORRECCIÓN POR COLUMNA EMERGENTE.....	27
ANEXO C	32
ANEXO D.....	48
ANEXO E	52

1. PROPÓSITO DE LA GUÍA TÉCNICA

La presente Guía tiene como finalidad orientar en los servicios de calibración de termómetros de líquido en vidrio, sobre:

- a) la estimación de la incertidumbre de medida;
- b) los requisitos para mantener y demostrar la trazabilidad metrológica de las mediciones, y
- c) los criterios para la estimación de incertidumbre de medida y la declaración de la trazabilidad metrológica de las mediciones.

Se describen los elementos básicos de un sistema de calibración de termómetros de líquido en vidrio, se resaltan aspectos de trazabilidad metrológica e incertidumbre de medida. Estos criterios deben ser observados durante la evaluación de un laboratorio de calibración para acreditación.

2. ALCANCE DE LA GUÍA TÉCNICA

Esta guía aplica para la estimación de la incertidumbre de medida y documentación de la trazabilidad metrológica de las mediciones en la calibración de termómetros de líquido en vidrio de:

- inmersión total,
- de inmersión parcial y
- de inmersión total usados a inmersión parcial,

Por el método de comparación en baños de líquido controlados térmicamente, en el intervalo de -80 °C a 300 °C.

3. MENSURANDO

En la calibración de termómetros de líquido en vidrio el mensurado es la “corrección reducida” en la indicación de la temperatura, que se define por:

$$C_R = t_p - (t_{IBC} + c_{em}) \quad (1)$$

Donde

- C_R es la corrección reducida en la indicación de la temperatura
 t_p es el valor de temperatura del patrón de referencia.
 t_{IBC} es el valor de temperatura que indica el termómetro de bajo calibración (IBC)
 c_{em} es la corrección por columna emergente

El valor de la corrección por columna emergente es cero si el termómetro bajo calibración es de inmersión total. En caso de que este tipo de termómetro se use, por cualquier razón, a inmersión parcial, entonces se debe realizar la corrección por columna emergente.

Para evaluar la corrección por columna emergente se consideran dos casos:

- termómetros estandarizados y
- termómetros no estandarizados.

Algunos laboratorios definen su mensurando como el “error de medición” del instrumento bajo calibración. En tal caso, se tiene que ambos mensurandos tiene el mismo valor absoluto pero de signo contrario, es decir:

$$\text{Error de medición} = -C_R \quad (2)$$

Nota: Existen en la literatura otras definiciones de mensurando [10, 12, 15, 16, 18] que, aunque no son considerados en esta Guía, los requisitos para la documentación de la trazabilidad metrológica y su análisis de incertidumbre de medida son muy similares al caso que aquí se presenta.

3.1. Intervalos de medida

Los intervalos de operación de los baños controlados térmicamente, según el líquido de trabajo, se presentan en la tabla 1.

Nota: Estos valores no se deben confundir con:

- los alcances de medición de los termómetros de líquido en vidrio,
- ni con los alcances de calibración de un Laboratorio.

Tabla 1. Intervalos de medición asociados a líquidos comúnmente usados en los baños de temperatura controlada.

Líquido en el baño ¹	Intervalos de medición
Alcohol	De -80 °C a 15 °C
Mezcla de agua con etilenglicol	De -20 °C a 110 °C
Agua	De 0 °C a 80 °C
Aceite mineral	De 50 °C a 120 °C
Aceite de silicón	De 100 °C a 300 °C

¹ Se pueden usar otros líquidos de trabajo con el mismo propósito.

3.2. Incertidumbres de medida esperadas

Para dar una idea sobre los valores mínimos de incertidumbre expandida ($k = 2$) que podrían esperarse en calibraciones bajo condiciones óptimas, se pueden tomar como referencia los declarados por los laboratorios nacionales de metrología que se muestran en la tabla 2.

Tabla 2. Valores de incertidumbre expandida de calibración de algunos laboratorios nacionales de metrología.

Laboratorio	Tipo de termómetro en calibración	Intervalo / °C	Incertidumbre expandida / °C
CENAM [1]	Inmersión parcial	-20 a 100	± 0.03 a ± 0.01
	Inmersión parcial	80 a 160	± 0.05
PTB [25]	Inmersión total (con graduaciones a 0.01 °C)	-30 a 80	± 0.005
		180	± 0.01
	Inmersión total (con graduaciones a 0.1 °C)	250	± 0.03
		400	± 0.05
NIST [26]	Mercurio en vidrio (con graduaciones a 0.1 °C ó 0.2 °C)	550	± 0.08
		0 a 100	± 0.024
	Mercurio en vidrio (con graduaciones a 1 °C ó 2 °C)	0 a 300	± 0.1 a ± 0.5
		300 a 550	± 0.16 a ± 0.3
Líquido orgánico en vidrio	-200 a 0	± 0.5 a ± 0.2	

Nota: Las incertidumbres declaradas en la tabla 2:

- corresponden a las capacidades de medición para calibración de esos laboratorios,
- no son los límites que pueden lograr los mismos laboratorios, en la calibración de este tipo instrumentos,
- se pueden alcanzar por los laboratorios de calibración sí su capacidad de medición es igual o mejor que la de un laboratorio nacional de metrología.

Nota: para asegurar que un laboratorio de calibración tiene capacidad técnica suficiente para realizar un servicio de calibración de un termómetro de líquido en vidrio, la incertidumbre expandida declarada en su alcance de acreditación debe ser menor que un cuarto del valor del error máximo permitido (ϵ), del termómetro a calibrar [14].

$$U_{c_{sistema}} \leq \frac{1}{4} \epsilon \quad (3)$$

Nota: Para el cálculo de la mejor capacidad de medición, el laboratorio debe incluir:

- La estimación del valor de la incertidumbre de medida de su sistema de calibración, que incluye el patrón, los baños, equipos auxiliares, etc. y
- La estimación de incertidumbre de medida del instrumento bajo calibración correspondiente al mejor de los casos, es decir, aquel instrumento con las mejores características que el laboratorio declara poder calibrar.

4. MÉTODOS Y SISTEMAS DE CALIBRACIÓN

El método de calibración considerado en esta Guía es la comparación de la lectura de un termómetro de referencia con la lectura del termómetro bajo calibración, cuando ambos se colocan en un baño de líquido con temperatura controlada.

El sistema de calibración está compuesto por:

- Baños líquidos,
- Patrón de referencia,
- Termómetros auxiliares,
- Equipo para la preparación de la temperatura de referencia a 0 °C y
- Accesorios para el montaje de los termómetros

4.1. Método de calibración

El método de calibración de termómetros de líquido en vidrio por comparación consiste en determinar el valor de la corrección que se debe aplicar al valor de temperatura de la indicación o lectura del termómetro bajo calibración (*IBC*), mediante la comparación de los valores de temperatura indicados por un termómetro patrón y por el *IBC* cuando ambos están en equilibrio térmico dentro de un baño de temperatura controlada (estable e isotérmico).

Notas para el evaluador:

- El laboratorio debe establecer en sus documentos relacionados con el proceso de calibración, el criterio de estabilidad térmica del baño, el cual se debe determinar o definir sobre la base de un estudio de caracterización,
- El estudio de caracterización debe contar con su respaldo técnico [27].
- La declaración de las características de los baños que proporcionan los fabricantes y distribuidores de equipos sólo es aceptable si presenta su respaldo técnico [27].

4.2. Documentos de consulta

- Quinn, T. J.; Temperature; Segunda edición; Academic Press; San Diego, CA, EE. UU. A.; 1990.
- Rahifs, P., Blanke, W. y Fay, E., Termómetros de Vidrio con Líquidos; Reglamentos de Prueba del PTB; Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig; Deutscher Eichverlag, GMBH; Alemania.
- Norma ASTM-E1-03a: “Standard Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers”.
- Norma: ASTM-E77-98(2003): “Standard Test Method for Inspection and Verification of Thermometers”.

- Norma ASTM E563-02: “Standard Practice for Preparation and Use of an Ice Bath as a reference temperature”.
- Norma NOM-008-SCFI-2002: “Sistema General de Unidades de Medida”.
- NOM-011-SCFI-2004 : “Instrumentos de medición – Termómetros de líquido en vidrio para uso general”.
- OIMLR133, Liquid-in-glass thermometers, International Recommendation, 2002.
- Jacquelyn Wise, Liquid-In-Glass Thermometer Calibration Service, NIST-Publication, September 1988.
- BIPM, “Techniques for Approximating The International Temperature Scale of 1990”, July 1997. www.bipm.org

4.3. Procedimientos de calibración

Los procedimientos de calibración del laboratorio solicitante deben:

- cumplir con los requisitos de la sección 5.4 de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006, y
- apegarse a los Apéndices B y C de la norma NOM-011-SCFI-2004 [4].

El contenido mínimo de un procedimiento de calibración se indica en la tabla 3. La columna de la derecha señala la información que se espera contenga cada uno de esos elementos.

Nota: El orden puede variar, pero se espera que el procedimiento tenga secuencia lógica.

Tabla 3. Contenido mínimo recomendado en un procedimiento de calibración.

Elemento	Descripción
1. Título	Indicar el tipo de termómetros contemplados en el procedimiento y el método utilizado. Por ejemplo: “ <i>Calibración de termómetros de líquido en vidrio de inmersión parcial por el método de comparación en un baño líquido</i> ”.
2. Objetivo	Indicar cuál es el resultado que se espera de la aplicación del procedimiento. Por ejemplo “ <i>Determinar los valores de corrección reducida de las indicaciones del termómetro bajo calibración en el intervalo definido por las temperaturas de calibración</i> ”.
3. Alcance	Indicar las características de los termómetros y los intervalos de temperatura en que pueden ser calibrados al ejecutar las instrucciones del procedimiento. Por ejemplo: “ <i>Calibración de termómetros de líquido en vidrio de inmersión parcial, con longitudes totales desde 25 cm hasta 35 cm, desde $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ en baño de mezcla de etilenglicol y agua</i> ”.
4. Descripción del método	Indicar: <ul style="list-style-type: none"> • El tipo de inmersión del termómetro al que aplica el método de calibración.

Elemento	Descripción
	<ul style="list-style-type: none"> • Que se trata de una calibración por comparación contra las temperaturas indicadas por un termómetro patrón y las condiciones que permiten suponer que el termómetro que se calibra se encuentra a la misma temperatura. • El equipo requerido. Identificar al instrumento (si lo hubiera) que en conjunto con el termómetro patrón, indica los valores de la temperatura de calibración.
5. Desarrollo	Conviene mostrar el desarrollo en un diagrama de flujo.
5.1 Inspección y preparación del termómetro que se calibrará	Indicar: <ul style="list-style-type: none"> • Los puntos a inspeccionar del IBC • Los defectos que puede presentar el IBC y • Criterios de aceptación o motivos de rechazo. • Procedimiento de corrección de defectos. Por ejemplo: <i>la reunión de una columna separada.</i> • Las actividades de preparación del IBC, antes iniciar la calibración. Por ejemplo, <i>dar un tiempo de estabilización al termómetro a la temperatura del laboratorio, luego de haber sido transportado y expuesto a temperaturas distintas a las de las condiciones de la calibración.</i>
5.2 Selección de los puntos de calibración	Indicar el criterio para determinar los puntos de calibración y sus valores de temperatura.
5.3 Preparación de la referencia a 0 °C	Indicar: <ul style="list-style-type: none"> • El método para obtener la referencia a 0 °C. Por ejemplo <i>puede ser un baño de hielo, una celda de punto triple de agua, o un baño termostático.</i> • En caso de baño de hielo, la manera de asegurar la calidad del agua y la manera de prevenir la contaminación del hielo durante la preparación. • En el caso de un baño termostático, la manera de medir la temperatura de su líquido para reducir el efecto de las variables de influencia.
5.4 Determinación de la resolución del termómetro	Indicar la manera de definir la resolución del termómetro, diferenciándola de la división mínima, cuando sea necesario. Notas para el evaluador: La resolución y la división mínima no siempre son iguales.
5.5 Elección del equipo de calibración.	Indicar cuál es el patrón de acuerdo al intervalo definido por las temperaturas de calibración y el tipo de fluido que se debe usar en cada sub-intervalo. Por ejemplo <i>“mezcla de etilenglicol y agua para el intervalo de -10 °C a 110 °C y aceite de silicón para el intervalo de 90 °C a 150 °C”.</i>
5.6 Montaje y	Indicar:

Elemento	Descripción
preparación para la toma de datos	<ul style="list-style-type: none"> • los requisitos que se deben cumplir en el montaje en función del tipo de inmersión del termómetro (parcial o total), • los accesorios de montaje, • la manera de reducir y controlar el “error de paralaje” en las lecturas del termómetro bajo calibración.
5.7 Cuando aplique, la corrección por columna emergente	Siempre que exista una columna emergente del fluido termométrico, tanto en el instrumento bajo calibración como en el patrón (si éste fuera de líquido en vidrio), debe indicarse cómo realizar la corrección respectiva.
5.8 Toma de lecturas	Indicar: <ul style="list-style-type: none"> • cuáles lecturas se deben tomar; • el número de lecturas que se toma de cada instrumento: del patrón, de los instrumentos que se calibran y de los termómetros auxiliares, si los hubiera. • Dónde se registran los datos obtenidos.
5.9 Manejo de datos	Indicar el tratamiento que se da a los datos experimentales antes de ser usados como variables de entrada en el modelo del mensurado. Por ejemplo: <ul style="list-style-type: none"> • Cálculo de promedios de lecturas, • Desviaciones estándar, • Estimación de la temperatura promedio de la columna emergente
5.10 Correcciones	Indicar cuáles son las correcciones que se deben aplicar, así como su origen. Por ejemplo: <ul style="list-style-type: none"> • A las lecturas del termómetro patrón que provienen de su informe de calibración. • Cuando el valor de la temperatura promedio de la columna emergente difiere del valor especificado en la tabla que corresponde al termómetro que se calibra (requisito de la norma NOM-011-SCFI-2004 o la ASTM-E1-03A).
6. Estimación de la incertidumbre de medida	Indicar: <ul style="list-style-type: none"> • Las fuentes de incertidumbre de medida • Tipo de incertidumbre de medida de cada una de las fuentes • Tipo de distribución de cada una de las fuentes • Modelo para estimar la incertidumbre combinada • Estimación de la incertidumbre expandida para un nivel de confianza del 95%.
7. Factor de cobertura	Indicar la manera de elegir al factor de cobertura, para obtener un nivel de confianza de al menos 95 %.
8. Resultados	Indicar cuáles serán los resultados que se incluirán en el informe de calibración.

Elemento	Descripción
9. Informe de resultados	Incluir los elementos de la sección 5.10 de la NMX-EC-17025-IMNC-2006 o la justificación de hacerlo de una manera simplificada cuando se trate de calibraciones internas.
10. Referencias; bibliografía	Indicar los documentos que respaldan a las instrucciones contenidas en el procedimiento.
11. Revisiones	Indicar el número, fecha y responsables de la revisión del documento.

4.4. Equipos, instrumentos e instalaciones

4.4.1. Equipos e instrumentos

Los elementos del sistema de medición del laboratorio donde se realicen las calibraciones deben cumplir con los requisitos de la sección 5.3 de la norma NMX-EC-17025-INMC-2006 [21].

El sistema de medición mínimo requerido para la realización de calibraciones de termómetros de líquido en vidrio, debe incluir:

- Un termómetro patrón de referencia (o de trabajo) calibrado. Por lo general se usan termómetros de resistencia de platino con tallos de al menos 30 cm de largo o termómetros de líquido en vidrio construidos bajo las especificaciones de la norma ASTM-E1-03a o equivalente.
- Baños líquidos con caracterización térmica para cada líquido de trabajo y en el intervalo de operación [27].
- Equipo para la preparación de la referencia a 0 °C, con evidencias de su caracterización y de su control metrológico.
- Termómetros auxiliares de líquido en vidrio calibrados para la medición de la temperatura la columna emergente.
- Lupa o microscopio para la inspección del termómetro a ser calibrado, que permita observar la uniformidad del capilar, detectar rebabas de vidrio, gotas del líquido termométrico sobre la pared del capilar, burbujas en el líquido termométrico en la cámara de expansión y capilar, fallas en la impresión de la escala, etcétera y
- Accesorios para el montaje de los termómetros en el baño.

Nota para el evaluador sobre un termómetro de resistencia de platino calibrado:

- Un termómetro de resistencia de platino lo constituye el elemento sensor y el elemento lector.
- La calibración de un termómetro de resistencia de platino es adecuada si ambos se calibran como una sola unidad.

- La calibración del sensor no es suficiente para que el termómetro de resistencia de platino esté calibrado.
- La calibración del lector, por simulación eléctrica, no implica la calibración del termómetro de resistencia de platino.
- Si el elemento lector y el sensor se calibraron por separado, entonces se debe presentar evidencia de que:
 - las características eléctricas de ambos son compatibles,
 - funcionan adecuadamente y
 - las correcciones correspondientes son aplicadas.
- Los intervalos de calibración de los patrones de referencia o de trabajo y de los estudios de caracterización de los baños deben cubrir totalmente los alcances de los servicios de calibración del laboratorio.

4.4.2. Instalaciones

Las condiciones ambientales (temperatura, humedad, presión atmosférica o vibraciones, etc) donde se efectúan las calibraciones deben:

- estar dentro de los límites especificados de operación de los instrumentos asociados con las mediciones y
- cumplir con los requisitos de la sección 5.3 de la norma NMX-EC-17025- IMNC-2006 [21].

4.5. Competencia técnica del personal

El personal que realiza las calibraciones en el laboratorio solicitante debe cumplir con los requisitos de la sección 5.2 de la norma NMX-EC-17025- IMNC-2006 [21].

Entre los requisitos específicos, se deben solicitar al menos los siguientes:

- Educación formal
Carrera técnica afín o experiencia comprobable en calibración de termómetros de líquido en vidrio, mínima de un año.
- Conocimientos básicos sobre:
 - Sistema Internacional de Unidades
 - Vocabulario de términos fundamentales y generales usados en metrología, contenido en la norma NMX-Z-055-IMNC-2009 [8].
 - Estadística básica (calcular el valor promedio y la desviación estándar, conocimiento de las distribuciones de probabilidad normales, rectangulares, etc. y niveles de confianza).
 - Estimación de la incertidumbre en la calibración de termómetros de líquido en vidrio.

- Manejo e interpretación de normas técnicas referente a los termómetros de líquido en vidrio”.
- Distinguir entre “división mínima” y “resolución”.
- Distinguir tipos de termómetros en función de su inmersión.
- Competencia demostrable en:
 - Identificación defectos en los termómetros, como los siguientes: columnas separadas, capilares deformes, presencia de rebabas de vidrio en el capilar, burbujas en el líquido termométrico, imperfecciones en la impresión de la escala, oxidación en el líquido termométrico, etc.
 - Corrección de columna separada y burbujas en el líquido termométrico.
 - Preparación de baños de hielo o referencias a 0 °C.
 - Manejo adecuado de instrumentos y equipos.
 - Minimizar o eliminación del error de paralaje durante la toma de lecturas.

5. CONFIRMACIÓN METROLÓGICA

El laboratorio debe tener un sistema de confirmación metrológica para su sistema de medición que indique el programa de calibración y verificación de sus patrones, la caracterización de sus baños y el control metrológico de aquellos instrumentos de medición que se usen durante la calibración.

Notas para el evaluador sobre la confirmación metrológica:

Este sistema de confirmación metrológica debe estar de acuerdo a lo establecido en la norma NMX-EC-17025-INMC-2006 [21], apartados 5.6.3.1 (Patrones de referencia) y 5.6.3.3 (Verificaciones intermedias).

El sistema debe contener criterios técnicos respecto de equipos o instrumentos de medición utilizados en la calibración:

- Baño líquido: caracterización periódica de uniformidad térmica, criterios de estabilidad y control estadístico.
- Termómetro patrón e instrumentos de medición: calibración y verificación periódica.
- Punto de referencia a 0 °C; caracterización periódica de uniformidad térmica, criterios de estabilidad y control estadístico.

Notas para el evaluador sobre la frecuencia de calibración:

Es costumbre fijar la frecuencia de calibración como función del tiempo, sin embargo, los resultados de la confirmación metrológica deben ser suficientes para determinar la necesidad de la calibración de los patrones y estos ser independientes del tiempo.

En caso de que los patrones de referencia o de trabajo, no cuenten con resultados de confirmación metrológica que permitan determinar la frecuencia de calibración, se recomienda la calibración anual hasta tener datos suficientes para la definición de frecuencia de calibración.

El laboratorio debe tener evidencia técnica documental de los resultados obtenidos de la operación de su sistema de confirmación metrológica.

La información obtenida de la aplicación del sistema de confirmación metrológica debe tomar en cuenta en el análisis de incertidumbre de los servicios de calibración y en la determinación del periodo de calibración de los patrones de referencia.

6. TRAZABILIDAD METROLÓGICA DE LAS MEDICIONES

Los aspectos relacionados con la trazabilidad metrológica de las mediciones deben ser acordes a lo dispuesto en la política de la ema al respecto [6, 7] y cumplir con los requisitos de la sección 5.6 de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 [21].

Trazabilidad metrológica: Propiedad de un resultado de medida por el cual el resultado puede relacionarse con una referencia mediante una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones, cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medida [8].

Patrón de medida: Realización de la definición de una magnitud dada, con un valor determinado y una incertidumbre de medida asociada, tomada como referencia [8].

Nota: Un material de referencia certificado también es un patrón de medida.

Calibración: Operación que bajo condiciones específicas establece, en una primera etapa, una relación entre los valores y sus incertidumbres de medida asociadas obtenidas a partir de los patrones de medida, y las correspondientes indicaciones con sus incertidumbres de medida asociadas y, en una segunda etapa, utiliza esta información para establecer una relación que permita obtener un resultado de medida a partir de una indicación [8].

Verificación: Aportación de evidencia objetiva de que un elemento satisface los requisitos especificados [8].

En el Anexo A de esta Guía se presenta el esquema de una carta de trazabilidad metrológica hacia el patrón nacional de temperatura CNM-PNE-2, para los termómetros patrones, de referencia y de trabajo de los laboratorios de calibración y su disseminación hacia los servicios de calibración. La documentación de la trazabilidad metrológica completa debe indicar los valores de las

incertidumbres de medida de cada uno de los instrumentos que incluye e información de sus informes de calibración.

Nota para el evaluador:

La trazabilidad metrológica a patrones nacionales de los patrones de referencia o de trabajo que utiliza el laboratorio solicitante, se obtiene de las calibraciones y se demuestra por:

- certificados o informes de calibración, cuya vigencia es validada por verificaciones intermedias (entre calibraciones subsecuentes),
- registros en cartas de control de dichos patrones.

Nota para el evaluador:

La trazabilidad metrológica se mantiene si y solo si en el análisis de incertidumbre se consideraron las contribuciones de los patrones, el instrumento bajo calibración, los instrumentos auxiliares, el método, las instalaciones y el metrólogo entre otras.

6.1. Elementos de la trazabilidad metrológica

El laboratorio debe demostrar que los resultados de sus mediciones poseen trazabilidad metrológica a patrones nacionales en los intervalos de medición declarados.

El laboratorio puede mostrar los informes o certificados de calibración de sus patrones de referencia o de trabajo y se recomienda el uso de una carta de trazabilidad metrológica que informe sobre la cadena de comparaciones del conjunto de calibraciones donde se indiquen, las referencias de medición, el valor de la incertidumbre en cada eslabón, el procedimiento de calibración y el organismo responsable de la misma.

Nota para el evaluador:

Durante la evaluación de la trazabilidad metrológica deben examinarse:

- los elementos asociados a cada eslabón de la cadena de comparaciones;
- el eslabón que da trazabilidad metrológica a los patrones de referencia y
- el eslabón que da trazabilidad metrológica a las mediciones que se realizan en el laboratorio.

7. INCERTIDUMBRE DE MEDIDA

Con el propósito de estimar de manera homogénea la incertidumbre de medida en la calibración de termómetros de líquido, se presenta el modelo matemático desarrollado de la “corrección en la calibración de termómetros de líquido en vidrio”, cada elemento de este modelo tiene una incertidumbre de medida asociada (ver tabla 5).

7.1. Componentes de la incertidumbre de medida para la calibración de termómetros de líquido en vidrio

7.1.1. Modelo matemático del mensurando

El modelo matemático para realizar la estimación de la incertidumbre en la calibración de termómetros de líquido en vidrio está dado por la siguiente expresión:

$$C_R = t_p + \delta t_p + \delta t_{DP} - t_{IBC} - C_0 + \delta t_{EP} + \delta t_{GB} + \delta t_{EB} - c_{em} \quad (4)$$

Donde

- C_R es el valor de la corrección reducida.
- t_p es el valor de temperatura del baño de temperatura controlada indicado por el patrón de referencia durante la calibración.
- δt_p es la corrección que se debe aplicar al valor de temperatura indicado por el patrón debido a su calibración.
- δt_{DP} es la corrección que se debe aplicar el valor indicado por el patrón, debido su deriva
- t_{IBC} es el valor de temperatura del baño indicado por el IBC.
- C_0 es la corrección de la indicación del IBC, resultante al medir el punto de referencia a 0° C.
- δt_{EP} es la corrección del “error de paralaje”.
- δt_{GB} es la corrección debida a las diferencias de temperaturas entre el patrón y el IBC, por gradientes de temperatura en el baño liquido.
- δt_{EB} es la corrección debida a las diferencias de temperaturas entre el patrón y el IBC, por inestabilidad del baño.
- c_{em} es la corrección por columna emergente, cuando el líquido del capilar del termómetro no está inmerso totalmente en el liquido del baño y se determina por:

$$c_{em} = k(t_s - t_e) \quad (5)$$

Donde

- n es numero de grados Celsius de la columna emergente;
- k es el coeficiente de dilatación térmica aparente del líquido termométrico respecto al vidrio con el cual está fabricado el IBC.

Si un IBC de inmersión total se calibra a inmersión parcial entonces los valores de t_s y t_e son:

t_s es la temperatura del baño indicada por el instrumento patrón, luego de ser corregida de acuerdo a sus datos de calibración, deriva, etc.

t_e es la temperatura de la columna emergente (c_{em}).

Si el IBC es un termómetro de inmersión estandarizado los valores de las temperaturas t_s y t_e se definen como:

t_s es la temperatura que se especifica en las referencias [4, 18].

t_e es la temperatura de la columna emergente (c_{em}).

Tabla 4. Temperatura de columna emergente.

Tipos de termómetros auxiliares	No. de termómetros	Temperatura de columna emergente
Auxiliares	n	$t_e =$ es el valor promedio de la temperatura indicada por los termómetros auxiliares
Faden	$*n$	$\frac{\sum(t_i)*h_i}{h_{total}}$ Donde: h_i es la longitud del bulbo del termómetro faden. h_{total} es la longitud total de la columna emergente.

*Si el valor de n es 1, entonces no es necesario multiplicar por la altura del bulbo.

7.1.2. Análisis de incertidumbre de medida

En la tabla 5 se presenta una lista de los elementos que regularmente contribuyen a la incertidumbre de calibración.

Nota para el evaluador:

La lista de la tabla 5 no es exhaustiva pero los elementos señalados son los que al menos deben aparecer en el análisis de incertidumbre del laboratorio.

Tabla 5. Se describen los elementos mínimos que contribuyen a la incertidumbre de calibración, su símbolo, su origen, su tipo, su distribución y el valor del coeficiente de sensibilidad.

Descripción	Símbolo	Origen de la incertidumbre	¹ Tipo	¹ Distribución de probabilidad asociada	Valores de los coeficientes de sensibilidad de incertidumbres
Temperatura leída con el patrón	t_p	repetibilidad de las lecturas	A	Normal	1
Corrección para las lecturas del patrón	δt_p	calibración	B	Normal	1
		interpolación	B	rectangular	1
Deriva del termómetro patrón	δt_{DP}	carta de control del patrón	B	rectangular	1
Temperatura leída con el termómetro que se calibra	t_{IBC}	repetibilidad	A	Normal	1
		reproducibilidad	A	Normal	1
		resolución de la escala	B	triangular	1

Descripción	Símbolo	Origen de la incertidumbre	¹ Tipo	¹ Distribución de probabilidad asociada	Valores de los coeficientes de sensibilidad de incertidumbres
Gradientes de temperatura en el baño	δt_{GB}	estudio de caracterización del baño	B	rectangular	1
Estabilidad de la temperatura del baño	δt_{EB}	estudio de caracterización del baño	B	rectangular	1
Error de paralaje	δt_{EP}	análisis del efecto en las lecturas, observador	B	triangular	1
Temperatura del baño de hielo o equipo equivalente	t_0	repetibilidad	A	normal	1
		resolución del termómetro	B	² rectangular	1
Temperatura medida con el termómetro bajo calibración, en una referencia a 0 °C	t_{10}	repetibilidad	A	normal	1
		corrección del termómetro utilizado	B	normal	1
		resolución del termómetro	B	³ triangular	1
Corrección por columna emergente	c_{em}	Columna emergente	B	normal	1

¹ El tipo y la distribución de probabilidad asociada puede variar según el experimento y el criterio y experiencia del metrologo.

² Este tipo de distribución se recomienda para instrumentos digitales [5].

³ Este tipo de distribución se recomienda para instrumentos analógicos [5].

NOTAS:

- Si las correcciones δt_{GB} , δt_{EB} y δt_{EP} tienen valores conocidos para todo el intervalo de temperaturas de calibración, deben usarse para corregir las lecturas obtenidas.
- En el caso de que estas correcciones valgan cero, se debe considerar su contribución en la estimación de la incertidumbre total.

7.2. Estimación de la incertidumbre en la calibración de termómetros de líquido en vidrio

La referencia para la estimación de las incertidumbres, es la NMX-CH-140-IMNC-2002 [5] y como documentos de consulta relacionados con la estimación de la incertidumbre en la calibración de termómetros de líquido en vidrio se citan las referencias [10 y 11].

En el Anexo C se presenta un ejemplo de la estimación de la incertidumbre de la calibración de un termómetro con un nivel de confianza de al menos 68 % con $\sigma = 1$. En el Anexo D, esa incertidumbre es expandida a un nivel de confianza de al menos 95 %.

8. VALIDACIÓN DE MÉTODOS

El laboratorio deberá presentar evidencias de que los métodos utilizados en sus procedimientos cumplen con los requisitos de la sección 5.4 de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 [21] y en su caso debe validarlos, para asegurar que:

- La trazabilidad metrológica de las mediciones se logra y se mantiene,
- Los valores de las incertidumbres de medida y de la calibración son válidos,
- Se han evaluado las variables de influencia de mayor relevancia en el proceso de calibración y el desarrollo de técnicas para evaluarlas, minimizarlas y propagar su incertidumbre de medida.
- Es capaz de obtener resultados coherentes con los valores de referencia, al participar en comparaciones.

Notas para el evaluador: Para considerar los resultados de comparaciones de calibraciones de un mismo instrumento, realizadas independientemente por dos o más laboratorios, como respaldo de validación del método de calibración:

- Las diferencias de sus valores con respecto a los valores de referencia, deben estar dentro de la incertidumbre combinada de la comparación.
- El error normalizado debe ser menor o igual a 1 [22].
- El error normalizado debe calcularse con la incertidumbre nominal con la que el laboratorio está acreditado o con un valor menor; en ningún caso es confiable un valor de error normalizado calculado con un valor de incertidumbre mayor que la nominal propuesta por el laboratorio.

Notas:

- La equivalencia demostrada (QED) [23] es un parámetro más confiable para la evaluación de resultados de comparación.
- Los diagramas de Youden [24] facilitan la inspección visual de la reproducibilidad en calibraciones que un laboratorio realiza.
- La validación de métodos donde no se utilizan baños de líquido controlado térmicamente (por ejemplo hornos de pozo seco), están fuera del alcance de esta Guía.
- La calibración de termómetros de líquido en vidrio en bloque seco no está dentro del alcance de esta Guía.

9. BUENAS PRÁCTICAS DE MEDICIÓN

Se describen algunas recomendaciones prácticas en la calibración de termómetros de líquido en vidrio.

9.1. Del termómetro patrón

- Se recomienda el control de temperatura ambiente del sitio donde se realiza la calibración, ya que una variación de 1°C en la temperatura ambiente puede impactar en un error en la medición de aproximadamente de 0,01 °C al se realizar la calibración de termómetros de inmersión parcial [12].
- El termómetro patrón debe contar con carta o cartas de control en las cuales se registran las verificaciones periódicas en el punto de referencia a 0 °C u otros puntos de control, para garantizar la validez de los resultados de calibración y la trazabilidad metrológica.
- Para asegurar la confiabilidad de las mediciones se recomienda verificar el patrón en el punto de referencia a 0 °C, al inicio y término del proceso de calibración, de tal manera que el valor de la diferencia en temperatura medida en esos momentos no exceda la incertidumbre de calibración del patrón.

$$\Delta t < U_{exp} \quad (6)$$

En caso de que la relación anterior no se cumpla, es necesario, realizar pruebas adicionales para determinar si el patrón es confiable o si se requiere de una nueva calibración.

9.2. Profundidad de inmersión

Es recomendable que el IBC y el patrón se coloquen a una misma profundidad.

Nota. Si el patrón requiere una inmersión mínima para garantizar que la fuga térmica vía su tallo sea despreciable, entonces esa inmersión debe observarse y, en su caso, las correcciones por gradiente en el baño deben realizarse.

Para facilitar la lectura de TLV de inmersión total, su profundidad de inmersión en el baño debe ser tal que la columna de líquido termométrico emerja unos 10 mm (o menos) del nivel del líquido del baño.

Si el baño líquido no posee la profundidad para sumergir el IBC hasta la marca requerida para su medición, entonces se debe colocar a la máxima inmersión posible y realizar la corrección por columna emergente.

Si el termómetro bajo calibración es de inmersión parcial, la profundidad la determina las especificaciones de uso del IBC.

9.3. Uso de termómetros auxiliares.

9.3.1. Termómetros faden

El primer termómetro faden se debe colocar al nivel del líquido del baño. En caso de necesitar otro adicional para cubrir la longitud de la columna emergente, entonces se colocará el segundo termómetro en la marca donde termina el bulbo del primer termómetro auxiliar ver figura 1 [11,13,14,17,18].

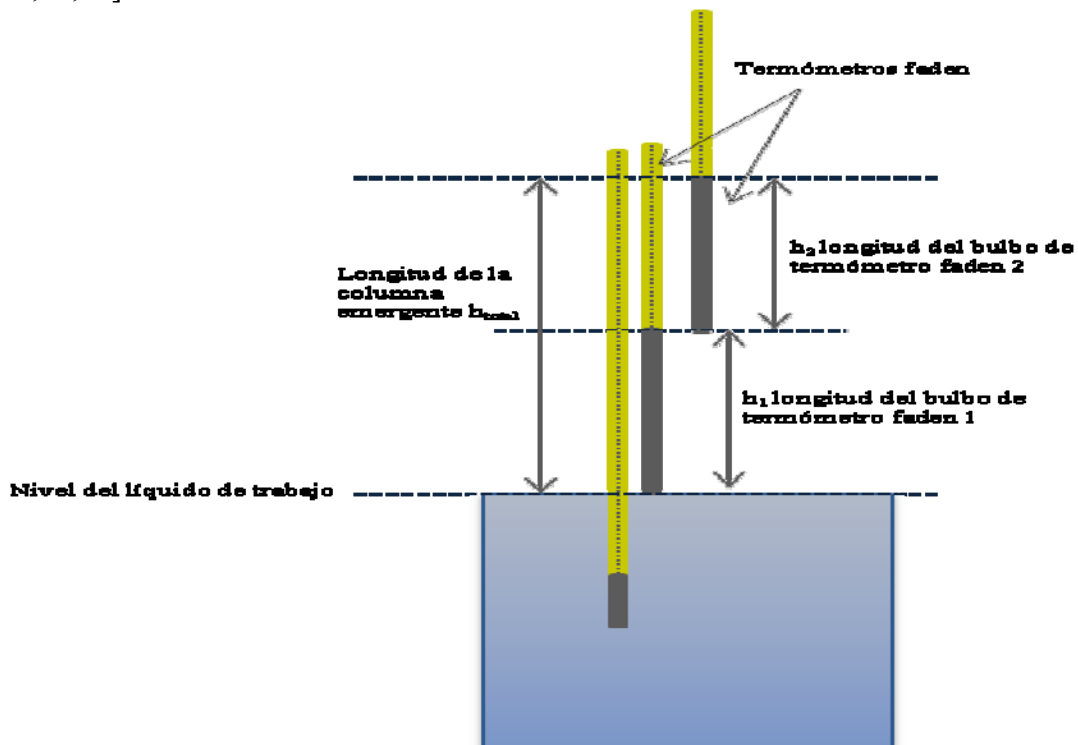


Figura 1. Colocación de termómetros faden para la medición de la temperatura de columna emergente.

9.3.2. Termómetros auxiliares

El número de termómetros auxiliares dependerá de la longitud de la columna emergente. los termómetros se distribuyen uniformemente para que cubran la columna [12]. La tabla 7 es una guía para determinar el número de termómetros auxiliares.

Tabla 7. Número de termómetros auxiliares a utilizar para la medición de la temperatura de la columna emergente. [28]

Longitud de columna emergente / cm	No. de termómetros auxiliares
Hasta 5 cm	1
Hasta 7.5 cm	2
Hasta 10 cm	3
Mayor a 10 cm	4 o más

Nota: Los termómetros auxiliares se colocarán adyacentemente al IBC.

Nota para ambos casos de medición de columna emergente: Si una calibración se hace dentro de una campana extractora de vapores y se requiere medir la temperatura promedio de la columna emergente, entonces el flujo de aire es una variable de influencia que afecta la indicación de los termómetros faden y a los auxiliares. El factor de sensibilidad del resultado de la medición, debido a este efecto, generalmente es despreciable, sin embargo, debe ser cuantificado por el laboratorio y considerado dentro del análisis de incertidumbre.

9.4. Toma de lecturas

- Las mediciones se deben realizar en forma ascendente comenzando con el punto de referencia a 0 °C [12].
- Se deben usar montajes y dispositivos que reduzcan o eliminen el error de paralaje.
- Si no se puede evitar el error de paralaje, entonces debe ser cuantificado para corrección de la lectura [12, 14, 19].

9.5. La confirmación de resultados

Los datos experimentales obtenidos para la calibración pueden ser revisados conforme a valores esperados vía un proceso de confirmación de datos que consiste en:

- Confirmación del punto de referencia a 0 °C.
Comparar el valor absoluto de la diferencia de los valores C_0 , medidos al inicio y al término de la calibración, con la incertidumbre esperada para el IBC. Esta comparación debe cumplir con la siguiente relación:

$$\Delta C_0 = |C_{0_i} - C_{0_f}| \leq u_{esperada} \quad (7)$$

- Pruebas de coherencia de resultados.

Si se realiza un gráfico de correcciones contra temperatura de calibración se espera que los puntos graficados muestren una tendencia definida o puedan ser interpolados con una curva suave. Si alguno de los puntos no sigue la tendencia puede ser indicativo que existe un error

de medición, o un defecto en el IBC y resulta necesario revisar los datos y el IBC y, en su caso, repetir la calibración.

Nota para el evaluador: Para termómetros de líquido en vidrio de precisión es necesario que antes de realizar la calibración, se realice una prueba de estabilidad del bulbo del IBC [12, 14, 19].

10. REFERENCIAS

- [1] <http://www.cenam.mx/calibracion/catalogo.asp>, Página en internet del catálogo de servicios de la División de Termometría del Centro Nacional de Metrología.
- [2] Taller sobre incertidumbres y capacidades de medición y calibración del grupo de trabajo 3 (WG3) del Comité Consultivo de Termometría y EUROMET en el campo de termometría. Berlín, Febrero 2001.
- [3] <http://ts.nist.gov/ts/htdocs/230/233/calibrations/thermodynamic/31010C>, Página en internet del catálogo de servicios de calibración de termómetros de laboratorio y grado industrial, del National Institute for Standards and Technology de los EUA.
- [4] NOM-011-SCFI-2004, Instrumentos de medición - Termómetros de líquido en vidrio para uso general - Especificaciones y métodos de prueba.
- [5] NMX-CH-140-IMNC-2002, Guía para la expresión de la incertidumbre de las mediciones; equivalente al documento Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML, 1995.
- [6] MP-CA006, Trazabilidad de las Mediciones - Política de emα vigente.
- [7] MP-CA005, Incertidumbre de Mediciones - Política de emα vigente.
- [8] NMX-Z-055-IMNC-2009, Vocabulario Internacional de Metrología - Conceptos fundamentales y generales, términos asociados (VIM); equivalente al documento ISO/IEC GUIDE 99:2007 y a la tercera edición del VIM.
- [9] NMX-CC-9000-IMNC-2008, Sistemas de gestión de la calidad - Fundamentos y vocabulario.
- [10] NISTIR 5341, Assessment of Uncertainty in Glass Thermometers Calibrations at the National Institute of Standards and Technology
- [11] URAMET/cg-13/v.01, Calibration of temperature block calibrators, EURAMET July 2007
- [12] W. Schmid y R. Lazos, Guía para estimar la incertidumbre de la medición, www.cenam.mx, 2000.
- [13] Traceability of temperature measurement Platinum Resistance thermometers, thermocouples, Liquid-in-glass and Radiation Thermometers, UKAS-Publication, September 2000.
- [14] OIMLR133, Liquid-in-glass thermometers, International Recommendation, 2002.
- [15] ASTM-E77-98, Standard Test Method for Inspection and Verification of Thermometers, 1998.

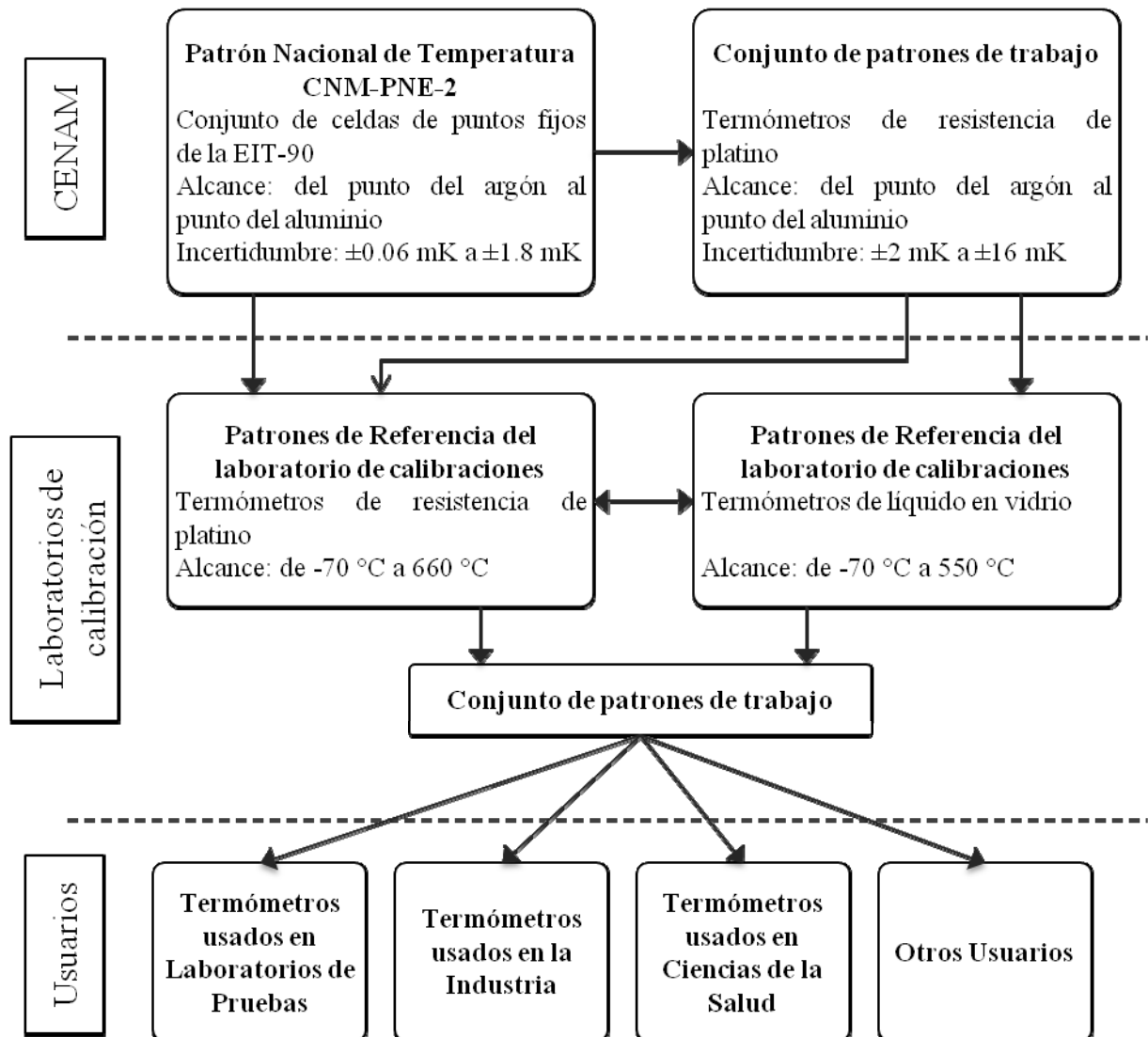
- [16] Jaquelyn A. Wise, A procedure for the Effective Recalibration of Liquid-in-Glass Thermometer, NIST-Publication, 1991.
- [17] BIPM, www.bipm.org “Techniques for Approximating The International Temperature Scale of 1990”, July 1997.
- [18] ASTM-E1-91a, Standard Specification for ASTM Thermometers, 1991.
- [19] ISO-386, Liquid-in-glass laboratory thermometers-Principles of design, construction and use.
- [20] Ley Federal sobre Metrología y Normalización, capítulo 1.
- [21] NMX-EC-17025-IMNC-2006, Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración.
- [22] Wöger, W. PTB-Mitteilungen 109, 24-27 (1999).
- [23] Wood, B. M., R. J. Douglas. IEEE Transactions on Instruments and Measurement 48, 162-165 (1999)
- [24] Youden, W. J. Industrial Quality Control XV, 24-28 (1959)
- [25] Taller sobre incertidumbres y capacidades de medición y calibración del grupo de trabajo 3 (WG3) del Comité Consultivo de Termometría y EUROMET en el campo de la termometría Berlín, Febrero del 2001.
- [26] <http://ts.nist.gov/ts/htdocs/230/233/calibrations/thermodynamic/31010C>, Página de Internet del catálogo de servicios de calibración de termómetros de laboratorio y grado industrial, del National Institute for Standards and Technology de los E.U.A.,.
- [27] Guía Técnica sobre trazabilidad e incertidumbre en la caracterización térmica de baños y hornos con temperatura controlada, CENAM-ema.
- [28] Licea Panduro, D. Comunicación Privada, 2008.

IDENTIFICACIÓN DE CAMBIOS

INCISO	PÁGINA	CAMBIO(S)
3, 6.1 y 7	6, 18 y 20	Se actualizaron las definiciones
10	26	Se actualizaron las referencias
Observaciones:		

ANEXO A Documentación de la trazabilidad metrológica

Esquema de la documentación de la trazabilidad metrológica para las mediciones de temperatura con termómetros de líquido en vidrio:



ANEXO B Estimación de la incertidumbre de medida de la corrección por columna emergente

Ejemplo 1: Estimación de la incertidumbre de la corrección por columna emergente en la calibración de termómetros de líquido en vidrio.

La corrección por columna emergente se determina evaluando la siguiente expresión:

$$c_{em} = kn(t_s - t_e) \quad (B.1)$$

Donde:

- t_s es la temperatura del baño definida por el termómetro patrón, luego de ser corregida de acuerdo a los datos de su calibración y su deriva. Este es el valor de temperatura al que debe llegar el fluido termométrico en el bulbo del termómetro que se calibra.
- t_e es la temperatura promedio de la columna emergente de un termómetro o un conjunto de termómetros auxiliares (ver tabla 4 punto 7.1.1 de esta guía).
- n es el número de indicaciones en grados en la escala del termómetro que se calibra, que estarían incluidos en la longitud de la columna emergente. Se cuentan desde el nivel del líquido del baño hasta el menisco del fluido termométrico.
- k es el coeficiente de expansión diferencial entre el líquido termométrico y el vidrio del tallo del termómetro.

La incertidumbre combinada de la corrección por columna emergente es:

$$u_{c_{em}} = \sqrt{\frac{\partial c_{em}^2}{\partial k} u_k^2 + \frac{\partial c_{em}^2}{\partial n} u_n^2 + \frac{\partial c_{em}^2}{\partial (t_s - t_e)} u_{(t_s - t_e)}^2} \quad (B.2)$$

Calculando las derivadas parciales, obtenemos los coeficientes de sensibilidad para cada uno de los componentes de la incertidumbre de la corrección por columna emergente:

$$u_{c_{em}} = \sqrt{n^2(t_s - t_e)^2 u_k^2 + k^2(t_s - t_e)^2 u_n^2 + n^2 k^2 u_{(t_s - t_e)}^2} \quad (B.3)$$

Donde:

- u_n es la incertidumbre de n .
- u_k es la incertidumbre de k_{ED} . Es práctica general asociarle la desviación estándar de los valores de k_{ED} en un alcance hasta 400 °C. Dicha desviación estándar tiene un valor de $8 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$.
- $u_{(t_s - t_e)}$ es la combinación de las incertidumbres de t_s y t_e . A t_s se asocia la incertidumbre de la calibración del patrón, la incertidumbre de sus lecturas y de la resolución en esas lecturas. A t_e se asocia la incertidumbre (o propagación de las incertidumbres)

del o los termómetros auxiliares, que incluye la de su calibración, la de sus lecturas y la de la resolución de esas lecturas.

$$u_{(t_s - t_e)} = \sqrt{u_{t_s}^2 + u_{t_e}^2} \quad (\text{B.4})$$

Valores para el ejemplo (todas las incertidumbres de medida se encuentran expresadas a un nivel de 1σ):

$$t_1 = 370 \text{ °C} \pm 0.18 \text{ °C}$$

$$t = 120 \text{ °C} \pm 0.29 \text{ °C}$$

$$n = 330 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$$

$$k = 0.000160 \text{ °C} \pm 0.000008 \text{ °C}^{-1}$$

De acuerdo a lo anterior, el valor de la corrección por columna emergente es:

$$c_{em} = 0.00016 \text{ °C}^{-1}(330 \text{ °C})(370 \text{ °C} - 120 \text{ °C}) = 13.2$$

La incertidumbre de $(t_s - t_e)$ es:

$$u_{(t_s - t_e)} = \sqrt{(0.18 \text{ °C})^2 + (0.29 \text{ °C})^2} = \pm 0.34 \text{ °C}$$

Para la incertidumbre de la corrección por columna emergente, se tiene:

$$u_{c_{em}} = \sqrt{\begin{aligned} & [(330 \text{ °C})(370 \text{ °C} - 120 \text{ °C})(0.000008 \text{ °C}^{-1})]^2 + \\ & [(0.00016 \text{ °C}^{-1})(370 \text{ °C} - 120 \text{ °C})(5 \text{ °C})]^2 + \\ & [(330 \text{ °C})(0.00016 \text{ °C}^{-1})(0.34 \text{ °C})]^2 \end{aligned}} = \pm 0.69 \text{ °C}$$

Entonces, la incertidumbre de la corrección por columna emergente sería igual a $\pm 0,69 \text{ °C}$ a un nivel de 1σ .

Ejemplo 2: Determinar una función que permita determinar los valores de los factores de conversión de las incertidumbres de los valores de resistencia medidos a 100 °C ; 200 °C y 300 °C para termómetros que utilizan a la ecuación normalizada de Calendar - Van Dusen como función de interpolación. Luego, úsense esos coeficientes para determinar la incertidumbre debida a la resolución del lector, que es un instrumento digital e igual a 0.01Ω a esos valores de temperatura.

La incertidumbre de la resolución del lector digital es:

$$0.01 \Omega / \sqrt{12} = \pm 0.0029 \Omega \quad (\text{B.5})$$

La ecuación de Callendar - Van Dussen, para la interpolación entre valores de resistencia eléctrica y valores de temperatura en termómetros tipo Pt-100, para valores de temperatura mayores a 0 °C, es la siguiente:

$$R_{(t_{90})} = R_h [1 + A \cdot t_{90} + B \cdot t_{90}^2] \quad (B.6)$$

Con los valores de coeficientes normalizados siguientes (ASTM-E1137-97):

$$\begin{aligned} R_h &= 100 \, \Omega \\ A &= 3.9083 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \\ B &= -5.775 \times 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-2} \end{aligned}$$

El factor de conversión se puede obtener del recíproco de la derivada de la ecuación de Callendar - Van Dussen con respecto a la temperatura:

$$\begin{aligned} \text{Factor de conversión} &= \{\delta R_{(t_{90})} / \delta t_{90}\}^{-1} \\ \delta R_{(t_{90})} / \delta t_{90} &= R_h [A + 2B \cdot t_{90}] \end{aligned} \quad (B.7)$$

Por lo tanto:

$$\text{Factor de conversión} = \delta t_{90} / \delta R_{(t_{90})} = \{R_h [A + 2B \cdot t_{90}]\}^{-1}$$

Introduciendo los valores de A y B, se determinan los factores de conversión a las temperaturas indicadas.

La tabla siguiente presenta los resultados, donde también se ha efectuado la multiplicación con la incertidumbre de la resolución del instrumento lector, para determinar su valor en unidades de temperatura.

t_{90} °C	$R_h [A + 2B \cdot t_{90}]$ Ω/°C	$\{R_h [A + 2B \cdot t_{90}]\}^{-1}$ °C/Ω	$\delta R_{(t_{90})}$ Ω	δt_{90} °C
100	0.379	2.637	0.0029	0.0076
200	0.368	2.719	0.0029	0.0079
300	0.356	2.808	0.0029	0.0081

Nota para el evaluador: El uso de la ecuación de Calendar - Van Dusen genera errores de medición hasta de 8 °C a 400 °C.

Ejemplo 3: Determinar los factores de conversión para las incertidumbres de los valores de resistencia obtenidos a 0 °C; 100 °C y 150 °C para un termómetro patrón, a partir de la tabla entregada con el certificado de calibración del termómetro, que permite la interpolación entre

valores de cocientes de resistencia $W(t_{90})$ y valores de temperatura t_{90} . El valor de R_0 del termómetro, es igual a 100.4765Ω de acuerdo a ese certificado.

Al multiplicar el valor de $W(t_{90})$ por el valor de R_0 se obtiene el valor de la resistencia del termómetro al valor de temperatura correspondiente a $W(t_{90})$:

$$R(t_{90}) = R_0 \cdot W(t_{90}) \quad (\text{B.8})$$

Por tanto, los factores de conversión se pueden obtener de manera aproximada, con la relación siguiente:

$$\text{Factor de conversión} \approx \left[\frac{\Delta R(t_{90})}{\Delta t_{90}} \right]^{-1} = \left[R_0 \frac{\Delta W(t_{90})}{\Delta t_{90}} \right]^{-1} \quad (\text{B.9})$$

Los valores de $\Delta W(t_{90})$ y Δt_{90} se obtienen de valores de $W(t_{90})$ cercanos a los valores de temperatura solicitados. Por ejemplo, para valores cercanos a 0°C que se muestran en la tabla siguiente:

$t_{90} / ^\circ\text{C}$	$W(t_{90})$	$t_{90} / ^\circ\text{C}$	$W(t_{90})$	$t_{90} / ^\circ\text{C}$	$W(t_{90})$
- 2	0.999983	98	1.384895	148	1.576862
0	0.999960	100	1.392631	150	1.584479
2	1.007932	102	1.400362	152	1.592091

Por ejemplo:

$$\left[\frac{\Delta W(0^\circ\text{C})}{\Delta t_{90}} \right] \approx \frac{0.999960 - 0.991983}{0^\circ\text{C} - (-2^\circ\text{C})} = \frac{0.007977}{2^\circ\text{C}} = 0.0039885$$

y

$$\left[\frac{\Delta W(0^\circ\text{C})}{\Delta t_{90}} \right] \approx \frac{1.007932 - 0.999960}{2^\circ\text{C} - 0^\circ\text{C}} = \frac{0.007972}{2^\circ\text{C}} = 0.003986$$

Entonces, introduciendo valores de la tabla en la ecuación del factor de conversión:

$$\begin{aligned} F. \text{ de conv. entre } -2^\circ\text{C y } 0^\circ\text{C} &\approx [100.4765\Omega (0.999960 - 0.991983)/(0^\circ\text{C} - (-2^\circ\text{C}))]^{-1} \\ &= [100.4765\Omega \cdot 0.003989^\circ\text{C}^{-1}]^{-1} = 2.4953^\circ\text{C}/\Omega \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} F. \text{ de conv. entre } 0^\circ\text{C y } 2^\circ\text{C} &\approx [100.4765\Omega (1.007932 - 0.999960)/(2^\circ\text{C} - 0^\circ\text{C})]^{-1} \\ &= [100.4765\Omega \cdot 0.003986^\circ\text{C}^{-1}]^{-1} = 2.4969^\circ\text{C}/\Omega \end{aligned}$$

Promedio de ambos:

Factor de conversión a 0°C ≈ 2.4969 °C/Ω

$$\begin{aligned} F. \text{ de conv. entre } 98^{\circ}\text{C y } 100^{\circ}\text{C} &\approx [100.4765\Omega (1.392631 - 1.384895)/(100^{\circ}\text{C} - 98^{\circ}\text{C})]^{-1} \\ &= [100.4765\Omega \cdot 0.003868^{\circ}\text{C}^{-1}]^{-1} = 2.5731^{\circ}\text{C}/\Omega \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} F. \text{ de conv. entre } 100^{\circ}\text{C y } 102^{\circ}\text{C} &\approx [100.4765\Omega (1.400362 - 1.392631)/(102^{\circ}\text{C} - 100^{\circ}\text{C})]^{-1} \\ &= [100.4765\Omega \cdot 0.003866^{\circ}\text{C}^{-1}]^{-1} = 2.5747^{\circ}\text{C}/\Omega \end{aligned}$$

Promedio de ambos:

Factor de conversión a 100°C ≈ 2.5739 °C/Ω

$$\begin{aligned} F. \text{ de conv. entre } 148^{\circ}\text{C y } 150^{\circ}\text{C} &\approx [100.4765\Omega (1.584479 - 1.576862)/(150^{\circ}\text{C} - 148^{\circ}\text{C})]^{-1} \\ &= [100.4765\Omega \cdot 0.003808^{\circ}\text{C}^{-1}]^{-1} = 2.6133^{\circ}\text{C}/\Omega \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} F. \text{ de conv. entre } 150^{\circ}\text{C y } 152^{\circ}\text{C} &\approx [100.4765\Omega (1.592091 - 1.584479)/(152^{\circ}\text{C} - 150^{\circ}\text{C})]^{-1} \\ &= [100.4765\Omega \cdot 0.003806^{\circ}\text{C}^{-1}]^{-1} = 2.6150^{\circ}\text{C}/\Omega \end{aligned}$$

Promedio de ambos:

Factor de conversión a 100°C ≈ 2.6141 °C/Ω

ANEXO C

Ejemplo 1: Estimación de la incertidumbre combinada en la calibración de un termómetro de líquido en vidrio de inmersión total calibrado a inmersión parcial con un arreglo de cuatro termómetros auxiliares.

Tipo de termómetro:	ASTM 67C, inmersión total, calibrado a inmersión parcial en este ejemplo.
Alcance de medición:	95 °C a 155 °C
Divisiones en la escala:	a cada 0.2 °C
Resolución del instrumento:	0.05 °C
Temperaturas de calibración:	100 °C; 110 °C; 130 °C y 150 °C (de acuerdo con la tabla 3 de la norma ASTM-E1-03a.
Termómetro patrón:	Termómetro de resistencia de platino de 25.5 Ω con tallo de cuarzo de 7 mm de diámetro y 520 mm de longitud, con coeficientes de resistencia $W(302.9146\text{ K}) \geq 1.11807$ y $W(234.3156\text{ K}) \geq 0.844235$.
Resolución del lector del patrón:	0.0001 Ω
Fecha de la calibración:	10 de marzo de 2004.

C.1 Valores de la corrección reducida que se determinarán con la calibración

La corrección reducida a determinar en cada una de las temperaturas de calibración cumple con el siguiente modelo matemático:

$$C_R = t_p + \delta t_p + \delta t_{DP} - t_{IBC} - C_0 + \delta t_{EP} + \delta t_{GP} + \delta t_{EB} - c_{em} \quad (\text{C.1})$$

Aquellas incertidumbres que en la tabla 5 (dada en la sección 7.1.2), que tienen asociada una distribución de probabilidad rectangular, son expresadas en incertidumbre estándar básica dividiendo su valor por la raíz de 12, para su combinación con las incertidumbres de otros componentes.

C.2 Corrección de las lecturas del termómetro patrón

Dado que las temperaturas de calibración se determinan de los valores de resistencia medidos con el patrón mediante interpolación entre valores de $W(t_{90})$ y t_{90} , usando la tabla dada en el informe de calibración, resulta que el valor de corrección de las lecturas del patrón es cero.

Si el termómetro patrón fuera otro termómetro de líquido en vidrio, entonces, el valor de la corrección y la incertidumbre asociada se determina vía informe de calibración.

En este ejemplo, el valor de temperatura interpolado tiene la incertidumbre de la calibración del patrón, que se reporta en una gráfica en el informe de calibración. Por lo general esta

incertidumbre se reporta expandida a un nivel de confianza de al menos 95%, por lo cual, para su combinación tiene que ser dividida con el factor de cobertura para expresarla a un nivel de confianza de al menos 68 % ($\sigma = 1$).

En la tabla C11, la incertidumbre de la calibración se ha trasladado a la incertidumbre de los valores interpolados de las temperaturas obtenidas con el patrón.

C.3 Deriva del termómetro patrón

Las verificaciones periódicas en la celda del punto triple del agua, posteriores a la calibración del termómetro patrón, indican una tendencia de incremento en el valor de la resistencia del termómetro a esa temperatura. Esta tendencia puede ser debida a tensiones mecánicas producidas en el sensor durante el uso del termómetro, a una razón estimada en $0.5 \mu\Omega / \text{día}$. El uso de cartas de control en este punto permite evaluar el valor de la corrección por deriva.

El termómetro patrón usado en este ejemplo no se usa a temperaturas mayores que $250 \text{ }^\circ\text{C}$. Los valores medidos de R_0 en diferentes fechas, se incluyen en la tabla C1. La figura C1, muestra de manera gráfica esa tendencia.

Tabla C1. Mediciones de R_0 del termómetro patrón

Fecha	Valor medido / Ω	Incertidumbre ($k = 1$) / Ω
2003-07-31 (calibración)	100.4765	± 0.0003
2003-09-30	100.4766	± 0.0003
2003-12-01	100.4773	± 0.0003
2004-01-23	100.4771	± 0.0003
2004-02-02	100.4774	± 0.0003
2004-03-04	100.4777	± 0.0003

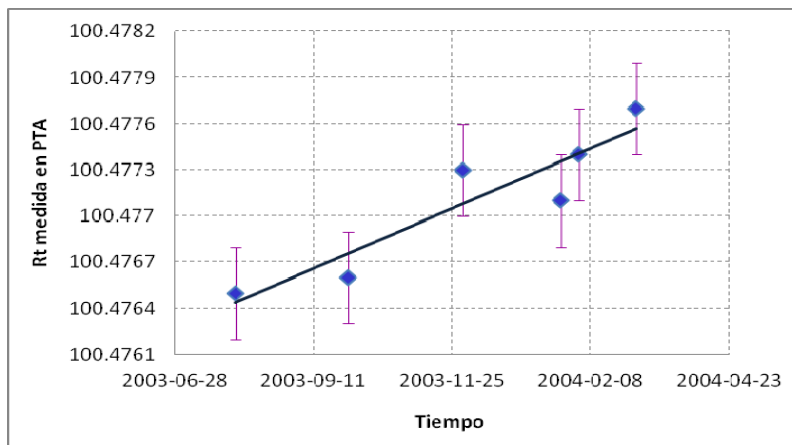


Figura C1. Deriva del termómetro patrón

La deriva del patrón, desde la última calibración al 10 de marzo de 2004, es:

$$\delta R_0 = (0.0000005 \Omega/\text{día})(221 \text{ días}) = 0.0011 \Omega \quad (\text{C.2})$$

Por otra parte, las calibraciones del termómetro patrón demuestran que los valores de los cocientes de resistencias $W(t_{90})$ tienden a conservarse ante cambios del valor de R_0 . Por ello, el modelo a aplicar, para determinar el valor de la deriva a temperaturas diferentes a 0°C y su incertidumbre, es el siguiente:

$$\delta R_{(t_{90})} = W(t_{90})[\delta R_0 \pm u(\delta R)] \quad (\text{C.3})$$

Las variaciones de los valores de temperatura por la deriva de la resistencia del termómetro, se determinan multiplicando estos cambios con los factores de conversión obtenidos de la manera como se indicó en el ejemplo 4 del Anexo B de esta Guía.

En la tabla C2 se presentan los resultados de calcular la deriva a cada una de las temperaturas de calibración.

Tabla C2. Determinación de la deriva del termómetro patrón a las temperaturas de calibración del termómetro 67C

$t_{90} / ^\circ\text{C}$	$W(t_{90})$	$(\delta R(t_{90}) = W(t_{90}) \cdot \delta R_0)$ / Ω	F. conversión = f.c.	$(\delta t_{DP} = F. conv. \cdot \delta R(t_{90}))$ / $^\circ\text{C}$
0	0.999960	0.0011 ± 0.0003	2.4961	0.003 ± 0.001
100	1.392631	0.0015 ± 0.0004	2.5739	0.004 ± 0.001
110	1.431238	0.0016 ± 0.0004	2.5824	0.004 ± 0.001
130	1.508096	0.0017 ± 0.0005	2.5981	0.004 ± 0.001
150	1.584479	0.0017 ± 0.0005	2.6141	0.005 ± 0.001

Nota: La resolución de la instrumentación de algunos laboratorios puede no ser capaz de detectar estos cambios en el patrón de referencia. En tal caso, la carta de control de ese termómetro debe indicar que está trabajando dentro de límites establecidos y puede asignarse un valor a la deriva igual a cero, correspondiendo su incertidumbre a la banda definida por esos límites.

C.4 Gradientes de temperatura en el fluido del baño

Del resultado de la caracterización del baño identifica la región donde las diferencias de temperaturas, en las posiciones en que se colocan los termómetros, se encuentran dentro de $\pm 0,05^\circ\text{C}$. Como el valor de la diferencia instantánea es aleatorio, a la corrección por esta característica del baño se le asigna un valor igual a cero durante la calibración y su efecto es únicamente el que aporta su incertidumbre a las mediciones. Por tanto:

$$\delta t_{GB} = 0^{\circ}\text{C} \pm 0.05^{\circ}\text{C} \quad (\text{C.4})$$

C.5 Estabilidad de la temperatura del fluido en el baño

Si de acuerdo a la caracterización el baño ha alcanzado su estabilidad: las variaciones se encuentran dentro de $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ y si durante la calibración, la incertidumbre asociada con las diferencias de temperatura debidas a la estabilidad es mayor que la combinación de las incertidumbres asociadas con la repetibilidad de las lecturas del termómetro patrón y del IBC, entonces la corrección asociada a esta característica se le asigna un valor nulo y su efecto es el que aporta su incertidumbre.

$$\delta t_{EB} = 0^{\circ}\text{C} \pm 0.1^{\circ}\text{C} \quad (\text{C.5})$$

Nota: Si la resolución del instrumento que se calibra no permitiera determinar la incertidumbre de la repetibilidad de las lecturas ni tampoco la incertidumbre de la estabilidad del baño, se tiene que usar entonces el valor de esta última, obtenida en el estudio de caracterización del baño.

C.6 Error de paralaje

Para reducir el error de paralaje durante la toma de lecturas, se usó un telescopio tipo “catetómetro” colocado a la altura del menisco del fluido termométrico contenido en el capilar. Sin embargo, aún existió la posibilidad de tomar lecturas con desviaciones hasta de 4° fuera de la horizontal ya que, durante la calibración a diferentes valores de temperatura, cambia la altura del menisco y por ende la del catetómetro. Realizando un análisis geométrico, se determina que un ángulo de 4° desvía las lecturas del IBC en un orden de $\pm 0.05^{\circ}\text{C}$, para este caso el termómetro tiene indicaciones mínimas en la escala a cada 0.2°C con separación de 0.65 mm.

Si la posición del catetómetro se puede desviar de la horizontal $\pm 4^{\circ}$, entonces la corrección nuevamente es cero y su contribución es la que aporta su incertidumbre a la medición:

$$\delta t_{EP} = 0^{\circ}\text{C} \pm 0.05^{\circ}\text{C} \quad (\text{C.6})$$

C.7 Resultado de las mediciones

C.7.1 Mediciones de temperatura en un baño de fusión de hielo

En la tabla C3 se muestran los resultados de las mediciones en la temperatura de referencia a 0°C .

Tabla C3. Mediciones en un baño de hielo

Instrumento	Promedio de las lecturas / °C	Desviación estándar de las muestras / °C	Incertidumbre de las lecturas / °C
termómetro bajo calibración	0.1	0.00	0.000
termómetro patrón	0.007	0.0001	0.000

Con los resultados presentados en esa tabla, se obtiene el valor de C_0 :

$$C_0 = t_0 + \delta t_{DP} - t_{IBC} = 0.007^\circ\text{C} + 0.003^\circ\text{C} - 0.1^\circ\text{C} \approx -0.1^\circ\text{C} \quad (\text{C.7})$$

Nota para el evaluador: La resolución de la instrumentación puede no ser la adecuada para obtener resultados como los mostrados en la tabla C3. Sin embargo, ello no debe usarse como justificación para prescindir de la responsabilidad del laboratorio de realizar mediciones a 0 °C de sus patrones de referencia o de trabajo.

C.7.2 Mediciones a las temperaturas de calibración

El termómetro bajo calibración se sumergió en el aceite del baño líquido hasta la marca que indica 95 °C de su escala. Luego se hizo coincidir el centro del sensor del termómetro patrón con el centro del bulbo del termómetro bajo calibración (ya colocado en el baño), en posiciones laterales cercanas, buscando minimizar efectos en las mediciones por los gradientes de temperatura en el baño.

La tabla C4 indica los valores obtenidos al promediar 10 lecturas de cada mensurando a cada una de las temperaturas de calibración y sus incertidumbres, obtenidas al dividir la desviación estándar de cada conjunto de lecturas entre la raíz cuadrada de 10.

Tabla C4. Resultados de las mediciones

Termómetro patrón / °C	Termómetro bajo calibración / °C	Termómetros auxiliares / °C			
		No. 1	No. 2	No. 3	No. 4
99.93 ± 0.00	100.00 ± 0.00	46.52 ± 0.11	---	---	---
109.88 ± 0.00	109.91 ± 0.02	40.22 ± 0.08	30.40 ± 0.15	---	---
129.75 ± 0.01	129.80 ± 0.00	54.39 ± 0.29	35.05 ± 0.27	33.55 ± 0.31	25.37 ± 0.11
150.01 ± 0.01	149.14 ± 0.02	54.26 ± 0.69	44.45 ± 0.30	26.95 ± 0.09	24.29 ± 0.05

C.7.3 Determinación de las temperaturas promedio de la columna emergente

Para esta determinación, junto a la columna emergente del termómetro bajo calibración se colocaron cuatro termómetros auxiliares a las alturas que se indican en la tabla C5, medidas entre el centro de sus bulbos y la interfaz aceite - aire del fluido en el baño. En la misma tabla también

se incluyen el número de indicaciones en la escala del largo de la columna emergente y las temperaturas promedio:

Tabla C5. Características de la colocación de los termómetros auxiliares para la determinación de la temperatura promedio de la columna emergente

Temperaturas de calibración / °C	n / °C	Alturas de los termómetros auxiliares / mm				Temperaturas promedio / °C
		No. 1	No. 2	No. 3	No. 4	
99.93	3.6	8	---	---	---	46.52
109.88	13.5	8	35	---	---	35.31
129.75	33.4	8	40	80	100	37.09
150.01	52.7	8	50	100	150	37.49

Nota: Los valores de “n” presentados en la tabla C5, fueron obtenidos restando en cada lectura el valor de temperatura indicado por el menisco del fluido termométrico en el termómetro bajo calibración y el valor de la posición de la interfaz aceite - aire del fluido en el baño, sobre la escala del mismo termómetro. De la dispersión de los valores obtenidos, puede calcularse una desviación estándar y de ella una incertidumbre de las lecturas que combinada con la incertidumbre de la resolución de la escala del IBC, la incertidumbre de la calibración y la resolución de los termómetros auxiliares, permite estimar la incertidumbre del valor de “n”.

C.8 Cálculo de la corrección por columna emergente

Usando el valor de $k = 0.00016 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ para el coeficiente de expansión diferencial del termómetro bajo calibración, los valores de n, las temperaturas de calibración y las temperaturas promedio de la columna emergente que se dan en las tablas C4 y C5, se calcularon los valores de la corrección por columna emergente a cada una de las temperaturas de calibración, obteniendo los resultados que se muestran en la tabla C6.

Tabla C6. Valores obtenidos para determinar la corrección por columna emergente

Temperaturas de calibración (t_s) / °C	n / °C	Temperaturas promedio de la columna emergente (t_e) / °C	Corrección por columna emergente / °C
99.93	3.6	46.52	0.03
109.88	13.5	35.31	0.16
129.75	33.4	37.09	0.50
150.01	52.7	37.49	0.95

La incertidumbre de la corrección por columna emergente resulta de propagar las incertidumbres de sus componentes a las diferentes temperaturas de calibración, como se presentan en el ejemplo 1 del Anexo B de esta Guía, donde la incertidumbre del coeficiente de expansión diferencial k , la

incertidumbre de “n” y la incertidumbre de las diferencias de temperatura entre el termómetro patrón y la temperatura promedio determinada para la columna emergente se multiplican por sus factores de conversión correspondientes, para luego realizar la propagación.

El valor de la incertidumbre del coeficiente de expansión diferencial se tomó igual a $0.000\ 008\ ^\circ\text{C}^{-1}$ para las temperaturas de calibración. Sin embargo, los diferentes valores de los factores de conversión producen valores distintos de incertidumbre a combinar. Esto puede verse con más claridad en la tabla C7.

Tabla C7. Incertidumbres de “k”

Temperaturas de calibración / $^\circ\text{C}$	$u(k) / ^\circ\text{C}^{-1}$	Factores de conversión / $^\circ\text{C}^2$	F. conversión $\cdot u(k) / ^\circ\text{C}$
99.93	0.000 008	190	0.002
109.88		1046	0.008
129.75		3296	0.026
150.01		6366	0.051

En la tabla C8 se presentan las incertidumbres “n” y sus factores de conversión propagada de:

- las lecturas,
- la resolución de los termómetros auxiliares y
- de la calibración de estos termómetros.

Tabla C8. Incertidumbres de “n”

Temperaturas de calibración / $^\circ\text{C}$	$u(n) / ^\circ\text{C}$	Factores de conversión	F. conv. $\cdot u(n) / ^\circ\text{C}$
99.93	0.16	0.009	0.001
109.88	0.39	0.012	0.005
129.75	0.64	0.016	0.010
150.01	0.85	0.019	0.016

La tabla C9 presenta los valores de incertidumbre de las diferencias de temperatura del patrón y la temperatura promedio de la columna emergente, así como los valores de los factores de conversión a cada temperatura de calibración.

Tabla C9. Incertidumbres de las diferencias entre la temperatura del patrón y la temperatura promedio de la columna emergente

Temperaturas de calibración	$u(t_s - t_e)$	Factores de conversión	F. conversión $\cdot u(t_s - t_e)$
99.93 $^\circ\text{C}$	0.003 $^\circ\text{C}$	0.001	0.000 $^\circ\text{C}$
109.88 $^\circ\text{C}$	0.005 $^\circ\text{C}$	0.002	0.000 $^\circ\text{C}$

Temperaturas de calibración	$u(t_s - t_e)$	Factores de conversión	F. conversión $\cdot u(t_s - t_e)$
129.75 °C	0.011 °C	0.005	0.000 °C
150.01 °C	0.011 °C	0.008	0.000 °C

La incertidumbre de las diferencias dadas en la segunda columna de la tabla, proviene de combinar las incertidumbres tipo A de las lecturas del patrón y de la temperatura promedio de la columna emergente.

C.9 Resultados de la calibración

Los valores de la corrección reducida de este ejemplo, se dan en la tabla C10 en donde se incluyen los valores individuales de cada uno de los elementos que la conforman.

C.10 Estimación de la incertidumbre combinada de la calibración

La tabla C11 presenta los valores de las incertidumbres de cada elemento que resultaron de la calibración y sus factores de conversión.

En la tabla C11, los “valores originales” se refieren a los valores de incertidumbre antes de ser reducidos o ser multiplicados por los factores de conversión correspondientes, según sea el caso. Los “valores reducidos” resultantes son los que se combinan para dar el resultado que aparece al final de la tabla, a un nivel de confianza de al menos 68 % ($\sigma = 1$).

Es práctica general expandir la incertidumbre combinada a un nivel de confianza de al menos 95%. Esto se hace en función del número efectivo de grados de libertad de la calibración. Este tratamiento se describe en el Anexo D de esta Guía.

Tabla C10. Valores de los elementos que conforman a la corrección del termómetro bajo calibración (en °C)

t_p	δt_p	δt_{DP}	t_{IBC}	$(t_s - t_e)$	δt_{EP}	δt_{GB}	δt_{EB}	C_{CE}	C_R
99.93	0.00	0.00	100.00	–	0	0	0	0.03	– 0.10
109.88	0.00	0.00	109.91	–	0	0	0	0.17	– 0.20
129.75	0.00	0.00	129.80	–	0	0	0	0.53	– 0.58
150.01	0.00	0.01	149.14	–	0	0	0	1.02	– 0.15

Tabla C11. Componentes de incertidumbre en la calibración de termómetros de líquido en vidrio (en milésimas de grados Celsius, a menos que se indique otra unidad)

Descripción	Símbolo	Origen de la incertidumbre	Valor original de la incertidumbre				Factores de conversión	Valor reducido de la incertidumbre			
			a 100 °C	a 110 °C	a 130 °C	a 150 °C		a 100 °C	a 110 °C	a 130 °C	a 150 °C
Correcciones para las lecturas del patrón	δt_p	Calibración	0	0	0	0	1	0	0	0	0
		Interpolación	9	10	10	11	1	5	5	5	6
Deriva del termómetro patrón	δt_{DP}	Carta de control del patrón	0.0015 Ω	0.0016 Ω	0.0017 Ω	0.0017 Ω	Ver tabla C2	4	4	4	5
Temperatura del baño de hielo (medida con el termómetro patrón)	t_0	Repetibilidad	0	0	0	0	1	0	0	0	0
		Reproducibilidad	5	5	5	5	1	3	3	3	3
		Corrección del termómetro utilizado	2	2	2	2	1	1	1	1	1
		Resolución del termómetro	1	1	1	1	1	0	0	0	0
Temperatura del baño de hielo (medida con el termómetro bajo calibración)	t_{I0}	Repetibilidad de las lecturas	0	0	0	0	1	0	0	0	0
Temperatura leída con el termómetro patrón		Repetibilidad de las lecturas	2	4	8	8	1	2	4	8	8
Temperatura leída con el termómetro que se calibra	t_{IBC}	Repetibilidad de las lecturas	0	18	0	16	1	0	18	0	16
		Reproducibilidad	20	20	20	20	1	6	6	6	6
		Resolución de las lecturas	50	50	50	50	1	14	14	14	14
Error de paralelaje	δt_{EP}	Análisis geométrico de la situación	50	50	50	50	1	14	14	14	14
Gradientes de temperatura en el baño	δt_{GB}	Estudio de caracterización del baño	50	50	50	50	1	14	14	14	14
Estabilidad de la temperatura del baño	δt_{EB}	Estudio de caracterización del baño	0	0	0	0	1	0	0	0	0
			Véase sección A.5					0	0	0	0
Corrección por columna emergente	C_{CE}	Coefficiente de dilatación diferencial	0.000008 °C ⁻¹				Ver tablas C7, C8 y C9	2	8	26	51
		Número de graduaciones en la columna emergente	107	404	1001	1581		1	5	16	31
		Diferencias de temperaturas del patrón y la promedio de la columna emergente	3	5	11	11		0	0	0	0
Incertidumbre combinada ($k = 1$)								26	33	41	68

Ejemplo 2: Resultados de la calibración de un termómetro de líquido en vidrio de inmersión parcial, por el método de comparación contra un termómetro de resistencia de platino patrón en un baño líquido, utilizando termómetros auxiliares tipo faden.

- **Inspección y registro del IBC.**

Instrumento: Termómetro de líquido en vidrio de mercurio
 Marca: ERTCO
 Modelo: ASTM 2C
 Alcance: 0°C a 300 °C
 División mínima: 1 °C
 No. de serie: 344305
 Profundidad de inmersión: 76 mm

- **Resultado de la inspección**

Bulbo: sin raspadura, sin gotas de aire, sin ruptura.

Capilar: Limpio

Cámara de expansión: Limpia, sin presencia de gotas de líquido termométrico.

Escala: apariencia uniforme, sin defectos.

- **Elección de puntos de calibración:**

Por ser un termómetro ASTM, los puntos de calibración se determinan conforme a la norma ASTM-E1-19^a:

Tabla C12. Puntos de calibración termómetro ASTM 2C

Puntos de calibración / °C	*Temperatura t_s /°C
0	19
75	42
150	61
225	73
300	80

*temperatura de tablas por ser un termómetro ASTM.

Nota: El alcance del laboratorio es de -80 a 250 °C en baños líquido, por tanto, la calibración solo se llevará a cabo hasta 225 °C.

- **Elementos de sistema de calibración.**

En la siguiente tabla se enlistan los elementos del sistema de calibración y la incertidumbre asociada a cada uno.

Tabla C13. Elementos de Sistema de calibración

Descripción	Intervalo o punto de medición	Incertidumbre	Observaciones
Punto de referencia a 0°C, (baño de hielo).	0 °C	5 m°C	La incertidumbre se debe obtener de la caracterización mediante pruebas de reproducibilidad
Baño líquido de agua	10 °C a 80 °C	2 m °C	La incertidumbre se debe obtener de la caracterización de la uniformidad térmica del medio.
Baño líquido de aceite mineral	90 °C a 250 °C	5 m °C	
Termómetro de referencia (sensor - lector), el sensor es de resistencia de platino tipo Pt100 y el lector es un puente termométrico con resolución de 0,1 mΩ en unidades resistencia y 0,1 m°C en temperatura.	-39 °C a 420 °C	0.0025 °C a 75 °C 0.0035°C a 150 °C 0.0037 °C a 225 °C	<ul style="list-style-type: none"> El termómetro de referencia se calibro, por el método de puntos fijos en el intervalo de -39 °C a 420 °C y cuenta con trazabilidad metrológica demostrable al patrón Nacional de Temperatura (CNM-PNE-2). El termómetro de referencia es verificado en el punto de referencia a 0°C al inicio y al final de la calibración.
Dos termómetros auxiliares tipo faden, resolución 1 °C, longitud del bulbo 10,5 cm	0 °C a 100 °C	0.2 °C	Los termómetros se colocan en diferentes alturas para cubrir toda la columna emergente

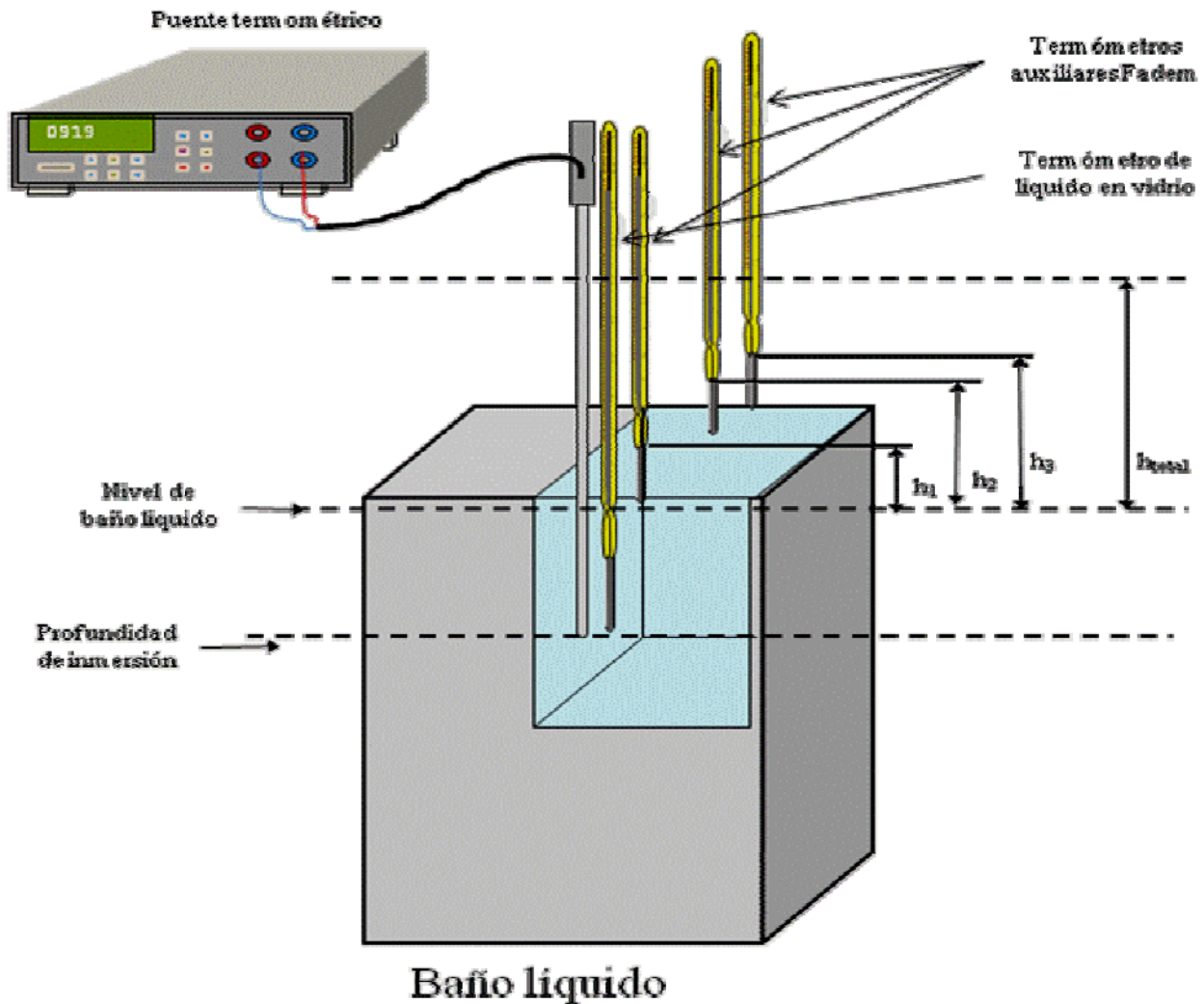
Nota: En este ejemplo, el valor de temperatura interpolado tiene la incertidumbre de la calibración del patrón, que se reporta en una gráfica en el informe de calibración. Por lo general esta incertidumbre se reporta expandida a un nivel de confianza de al menos 95%, por lo cual, para su combinación tiene que ser dividida con el factor de cobertura para expresarla a un nivel de confianza de al menos 68 %.

• **Desarrollo experimental:**

Medición en el punto de referencia a 0 °C, se colocan el IBC y el termómetro patrón a la profundidad de 7.6 cm y después de que ambos alcanzan el equilibrio térmico con la referencia a 0 °C, se toman las lecturas indicadas por ambos, para evaluar la corrección C_0 (ver ejemplo 1 ANEXO C).

• **Medición en cada uno de los puntos de calibración:**

El siguiente diagrama describe el montaje para la medición de los demás puntos de calibración:



Para realizar la corrección por columna emergente se utilizó un arreglo de tres termómetros auxiliares tipo faden con bulbo de 105 mm, el arreglo experimental para cada uno de los puntos de calibración se describe en la siguiente tabla.

Tabla C14. Arreglo experimental en cada punto de calibración.

Punto de calibración / °C	No. de termómetros faden	No. de grados de la columna emergente	Longitud bulbo/mm	Altura de la columna emergente /mm
0	1	30.9	105	*No aplica
75	1	105.9	105	*No aplica
150	2	180.9	105	210
225	2	255.9	105	210

*No aplica ya que cuando se utiliza un solo termómetro faden no es necesario realizar la ponderación de la altura de la columna emergente.

- **Toma de datos de calibración.**

La toma de datos de calibración se realiza en forma ascendente, los datos de las mediciones efectuadas se presentan en la siguiente tabla.

Tabla C15. Datos de calibración

Punto de calibración / °C	Lecturas patrón / Ω	Lectura IBC / °C	No. de lecturas	Auxiliar 0669565 / °C	Auxiliar 0669561 / °C
0	100.4822	- 0.4	4	22.0	No aplica
	100.4822	- 0.4		21.0	
	100.4822	- 0.4		22.0	
	100.4822	- 0.4		21.0	
75	130.239	75.4	4	33.0	*No aplica
	130.2383	75.4		33.0	
	130.2387	75.4		32.0	
	130.2386	75.4		34.0	
150	159.2121	150.2	4	60.0	36,0
	159.2126	150.0		61.0	37,5
	159.2131	150.2		62.0	37,0
	159.2134	150.0		63.0	37,0
225	187.5884	224.8	4	77.0	36,0
	187.5887	224.8		78.0	35,5
	187.5884	224.8		77.5	37,0
	187.5877	224.8		78.0	36,5

- **Tratamiento de datos de calibración.**

Tabla C16. Promedio de los datos de calibración

Punto de calibración / °C	Lecturas patrón / Ω	Lectura IBC / °C	Auxiliar 0669565 / °C	Auxiliar 0669561 / °C
0	100.4822	-0.40	21.5	
75	130.2387	75.40	33.0	
150	159.2126	150.13	61.50	36.88
225	187.5885	224.80	77.63	36.25

- **Cálculo de la temperatura de referencia**

Dado que las temperaturas de calibración se determinan de los valores de resistencia medidos con el patrón, mediante interpolación entre valores de $W(t_{90})$ y t_{90} usando la tabla dada en el informe de calibración, el valor de corrección de las lecturas del patrón es cero.

Los valores de $W(t_{90})$ se obtienen mediante la siguiente expresión:

$$W(t_{90}) = \frac{R_t}{R_0} \quad (C.8)$$

Donde R_t es la resistencia promedio medida en cada punto de calibración y R_0 es el valor de resistencia en el punto triple de agua, obtenido mediante la siguiente expresión:

$$R_0 = R_h + (\Delta t) \left(\frac{dW}{dt} \right) R_h \quad (C.9)$$

R_h es el valor promedio de la resistencia medida en el punto de referencia a 0 °C, y Δt es la diferencia de temperatura entre el punto de fusión del hielo y el punto triple de agua y el cociente $\frac{dW}{dt}$, es el coeficiente de sensibilidad del termómetro de resistencia de platino, para este ejemplo R_0 tiene el siguiente valor:

$$R_0 = 100.4822 + (0.008)(0.004)(100.4822) = 100.4854 \quad (C.10)$$

En la tabla C17 se muestran los valores de $W(t_{90})$ y su correspondencia en temperatura:

Tabla C17. Temperaturas de referencia.

Punto de calibración / °C	$W(t_{90})$	$t_{90} / ^\circ\text{C}$
75	1.296095	75.13
150	1.584435	149.99
225	1.866823	225.03

• Cálculo de la temperatura de la columna emergente

La temperatura de la columna emergente se determina con la siguiente expresión:

$$t_{em} = \frac{\sum h_i * t_i}{h_{total}} \quad (C.11)$$

Las h_i son las longitudes de los bulbos de cada uno de los termómetros faden y h_{total} es la longitud total de la columna emergente. En la tabla C18 se muestran los valores de la temperatura de columna emergente para cada punto de calibración y los valores correspondientes a h_i y h_{total} están dados en la tabla C14.

Tabla C18. Valores de temperatura de columna emergente

Punto de calibración	$t_e / ^\circ\text{C}$
0°C	*21.5
75 °C	*33.0
150 °C	50.39
225 °C	56.94

*Estos valores son el promedio de los valores, debido al uso de un solo termómetro auxiliar

- **Cálculo de la corrección por columna emergente.**

La expresión para obtener el valor correspondiente a la corrección por columna emergente es:

$$c_e = kn(t_{IBC} - t_e) \quad (C.12)$$

Por tratarse de un termómetro ASTM, los valores de t_{IBC} se obtiene de normas, en la tabla 8, se encuentran los valores correspondientes a la columna emergente en cada punto de calibración.

Tabla C19. Corrección por columna emergente

Punto de cal.	$t_{IBC} / ^\circ\text{C}$	$t_e / ^\circ\text{C}$	$n / ^\circ\text{C}$	$*k / ^\circ\text{C}^{-1}$	$c_e / ^\circ\text{C}$	$u_e / ^\circ\text{C}$
0 °C	19	*21.5	27.81	0.00016	-0.01	0.003
75 °C	42	*33.0	102.81		0.15	0.017
150 °C	61	48.91	177.81		0.34	0.023
225 °C	73	56.94	252.81		0.65	0.041

* k es coeficiente de expansión diferencial del termómetro bajo calibración

La incertidumbre de la corrección por columna emergente resulta de propagar las incertidumbres de sus componentes a las diferentes temperaturas de calibración, de la manera que se presentó en el ejemplo Anexo B de esta Guía, donde la incertidumbre del coeficiente de expansión diferencial k es un 2% de su valor y la incertidumbre de “ n ” es el doble de la división mínima del IBC y se le asocia una distribución rectangular.

- **Valores de la corrección que se determinará con la calibración**

La corrección en el informe de calibración, determinada en cada una de las temperaturas de calibración, cumple con el siguiente modelo matemático:

$$C_R = t_P + \delta t_P - t_{IBC} - C_0 + \delta t_{EP} + \delta t_{GB} + \delta t_{EB} - c_{em} \quad (C.13)$$

La determinación de los valores de cada elemento de la ecuación (C.13), se realiza de manera similar a lo descrito en el ejemplo 1. En la siguiente tabla se presentan los valores de corrección que se obtuvieron para este ejemplo:

Tabla C20. Valores de corrección

Temperatura de referencia / °C	Valores del IBC corregidos por $c_e / ^\circ\text{C}$	Corrección / °C
0.00	-0.41	0.41
75.13	75.55	0.42
149.99	150.47	0.45
225.03	225.45	0.42

- **Estimación de la incertidumbre de calibración.**

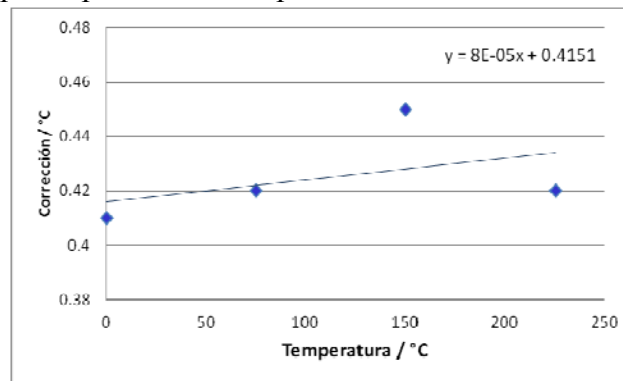
Tabla C21. Valores de las fuentes de incertidumbre con factor de cobertura $k=1$

Punto / °C	Patrón u_p / °C	Referencia a 0°C u_h / °C	Resolución del IBC u_{rol} / °C	Columna emergente u_e / °C	Uniformidad del baño líquido u_B / °C	Dispersión de las lecturas IBC / °C	Incertidumbre combinada u_c / °C
0	*	0.005	0.082	0.003	*	0.0	0.08
75	0.003	0.005	0.082	0.017	0.005	0.0	0.08
150	0.003	0.005	0.082	0.025	0.006	0.06	0.09
225	0.003	0.005	0.082	0.041	0.007	0.0	0.09

*No aplica por que la referencia en 0°C, es el punto de fusión de hielo U_h

- **Pruebas de consistencia de datos de calibración.**

Se realizan mediante el análisis de visual del gráfico de las correcciones contra los valores de temperatura registrados por el patrón en cada punto de calibración.



Del análisis de grafico se puede observar que la tendencia de los resultados de calibración no es lineal, por tanto, es necesario agregar una componente más al presupuesto de incertidumbre, llamada “incertidumbre por inconsistencia de datos de calibración” y su valor se obtiene de la evaluación de la incertidumbre por interpolación al ajustar los datos a una línea de tendencia. En la tabla C22 se muestran los valores de incertidumbre por inconsistencia y el valor de incertidumbre combinada.

Tabla C22. Incertidumbre combinada y por inconsistencia

Punto de calibración / °C	Inco. u_{in} / °C	Incertidumbre combinada u_c / °C
0	0.05	0.10
75	0.05	0.10
150	0.05	0.10
225	0.05	0.11

Anexo D

Ejemplo de la expansión de la incertidumbre combinada en la calibración de un termómetro de líquido en vidrio.

Bajo la suposición de que la incertidumbre combinada tiene asociada una distribución de probabilidad normal, ésta representa un intervalo centrado que contiene al valor verdadero con una probabilidad de al menos 68 %. Sin embargo, en este ejemplo se expresará con una probabilidad mayor, siguiendo la práctica general de expandirla a un nivel de confianza de al menos 95 %. Esto se hará multiplicando la incertidumbre combinada por un factor de cobertura que asegure ese nivel de confianza:

$$U = t_p(v) \cdot uc \quad (D.1)$$

El factor $t_p(v)$ indica los límites del intervalo que corresponde al nivel de confianza de la distribución y su valor siempre es mayor o igual que el factor de cobertura k de una distribución normal, utilizado para la expansión [10].

Los valores de $t_p(v)$ están dados en una tabla de la norma NMX-CH-140-IMNC-2002 [5], en función del número efectivo de grados de libertad de las mediciones y de la fracción p de la distribución t de Student, que corresponde al nivel de confianza. El número de grados de libertad de la incertidumbre de la calibración del termómetro patrón se determina del valor del factor de cobertura utilizado para expandirla y que está declarado en su informe de calibración.

Un factor de cobertura $k = 2$, llevaría a un número infinito de grados de libertad y ello no tiene sentido, por lo cual se puede usar un valor suficientemente grande. En la tabla C11 se usó un valor igual a 70 para los grados de libertad asociados con esta componente de incertidumbre. Para las incertidumbres tipo A, consideradas como las desviaciones estándar de los promedios de las muestras de lecturas, se consideran $n - 1$ grados de libertad, siendo n el número de lecturas.

En algunas incertidumbres tipo B no se puede ver de manera obvia el número de grados de libertad y en estos casos puede ser útil determinarlos con la ecuación siguiente, a partir de la incertidumbre $\Delta u(x_i)$ que pudiera tener la incertidumbre $u(x_i)$:

$$v_i = \left[\frac{u(x_i)}{\Delta u(x_i)} \right]^2 \quad (D.2)$$

Se usó este criterio para calcular los números de grados de libertad de las incertidumbres tipo B siguientes:

- de la deriva del termómetro patrón,
- de la reproducibilidad del valor de la temperatura del baño de hielo con el termómetro patrón,

- de la reproducibilidad de los resultados de la calibración, cuando se lleva a cabo por diferentes metrólogos,
- del error de paralaje;
- de la estabilidad de la temperatura del baño,
- de los gradientes de temperatura en el baño,
- del coeficiente de expansión diferencial del termómetro que se calibra,
- de “*n*”, o sea, el número de indicaciones en la escala, a lo largo de la columna emergente.

Para los resultados mostrados en las tablas D1 y D2, se usó el valor de 12 para el número de grados de libertad en la incertidumbre del coeficiente de expansión diferencial del termómetro que se calibra y para la incertidumbre de “*n*”.

La incertidumbre de las diferencias de temperatura del patrón y la temperatura promedio de la columna emergente, fue considerada como una incertidumbre tipo A con 9 grados de libertad.

Las incertidumbres que tienen distribución rectangular no tienen contribución en la determinación del número efectivo de grados de libertad, porque se tiene confianza total de los límites de su incertidumbre.

Ecuación de Satterthwaite - Welch

El número efectivo de grados de libertad se determina con la siguiente ecuación:

$$v_{ef} = \frac{u_C^4(y)}{\sum_{i=1}^n \frac{u_i^4(y)}{v_i}} \quad (D.3)$$

Donde:

$u_C(y)$ es la incertidumbre combinada, determinada en el Anexo C de esta Guía;

$u_i(y)$ es la incertidumbre de cada uno de los componentes que contribuyen al valor de la incertidumbre combinada;

v_i es el número de grados de libertad de cada uno de los componentes

Las tablas D1 y D2 de este anexo indican los números de grados de libertad de cada componente de incertidumbre, que se usan para la determinación del número efectivo de grados de libertad, del ejemplo de calibración presentado en el Anexo C de esta Guía.

Determinando los valores de $t_p(v)$ que corresponden a los números efectivos de grados de libertad de cada temperatura de calibración, se les usó como los factores de cobertura *k* para la obtención de la expansión de la incertidumbre a un nivel de confianza de al menos 95 %, con los resultados que se muestran en la tabla D3 a partir de los valores de incertidumbre combinada dados en la tabla C11.

Tabla D1. Cálculos para la determinación del número efectivo de grados de libertad de las incertidumbres a 100 °C y 110 °C

Origen de la incertidumbre	a 100 °C			a 110 °C		
	Incertidumbre reducida	Grados de libertad	$[u_i(y)]^4/v_i$	Incertidumbre reducida	Grados de libertad	$[u(x_i)]^4/v_i$
Interpolación de los valores de temperatura con el termómetro patrón	5 mK	70	9	5 mK	70	9
Deriva del termómetro patrón	4 mK	12	21	4 mK	12	21
Repetibilidad de las lecturas en el baño de hielo con el termómetro patrón	0 mK	9	0	0 mK	9	0
Reproducibilidad de las mediciones en baño de hielo con termómetro patrón	3 mK	12	7	3 mK	12	7
Interpolación del valor de temperatura del baño de hielo con termómetro patrón	1 mK	12	0	1 mK	12	0
Resolución del termómetro patrón en la medición de la temperatura del baño de hielo	1 mK	∞	0	1 mK	∞	0
Repetibilidad de las lecturas en el baño de hielo con el instrumento bajo calibración	0 mK	9	0	0 mK	9	0
Repetibilidad de las lecturas de las temperaturas de calibración con el termómetro patrón	2 mK	9	2	4 mK	9	28
Repetibilidad de las lecturas de la temperatura del baño con el instrumento bajo calibración	0 mK	9	0	18 mK	9	11 664
Reproducibilidad de los resultados cuando se obtienen por distintos metrólogos	6 mK	12	108	6 mK	12	108
Resolución de las lecturas con el instrumento bajo calibración	14 mK	∞	0	14 mK	∞	0
Error de paralaje	14 mK	12	3201	14 mK	12	3201
Gradientes de temperatura en el baño	14 mK	12	3201	14 mK	12	3201
Estabilidad de la temperatura del baño	0 mK	12	0	0 mK	12	0
Coefficiente de dilatación diferencial	2 mK	12	1	8 mK	12	341
Número de indicaciones en la columna emergente	1 mK	9	0	5 mK	9	69
Diferencias de la temperatura del patrón y la temperatura promedio de la columna emergente	0 mK	0	0	0 mK	9	0
Incertidumbre combinada a la cuarta potencia	1 761 762	$\sum \left\{ \frac{[u_i(y)]^4}{v_i} \right\}$	6 550	3 080 069	$\sum \left\{ \frac{[u_i(y)]^4}{v_i} \right\}$	18 718

Tabla D2. Cálculos para la determinación del número efectivo de grados de libertad de las incertidumbres a 130 °C y 150 °C

Origen de la incertidumbre	a 130 °C			a 150 °C		
	Incertidumbre reducida	Grados de libertad	$[u_i(y)]^4/v_i$	Incertidumbre reducida	Grados de libertad	$[u(x_i)]^4/v_i$
Interpolación de los valores de temperatura con el termómetro patrón	5 mK	70	9	6 mK	70	19
Deriva del termómetro patrón	4 mK	12	21	5 mK	12	52
Repetibilidad de las lecturas en el baño de hielo con el termómetro patrón	0 mK	9	0	0 mK	9	0
Reproducibilidad de las mediciones en baño de hielo con termómetro patrón	3 mK	12	7	3 mK	12	7
Interpolación del valor de temperatura del baño de hielo con termómetro patrón	1 mK	12	0	1 mK	12	0
Resolución del termómetro patrón en la medición de la temperatura del baño de hielo	1 mK	∞	0	1 mK	∞	0
Repetibilidad de las lecturas en el baño de hielo con el instrumento bajo calibración	0 mK	9	0	0 mK	9	0
Repetibilidad de las lecturas de las temperaturas de calibración con el termómetro patrón	8 mK	9	455	8 mK	9	455
Repetibilidad de las lecturas de la temperatura del baño con el instrumento bajo calibración	0 mK	9	0	16 mK	9	7 282
Reproducibilidad de los resultados cuando se obtienen por distintos metrólogos	6 mK	12	108	6 mK	12	108
Resolución de las lecturas con el instrumento bajo calibración	14 mK	∞	0	14 mK	∞	0
Error de paralaje	14 mK	12	3201	14 mK	12	3201
Gradientes de temperatura en el baño	14 mK	12	3201	14 mK	12	3201
Estabilidad de la temperatura del baño	0 mK	12	0	0 mK	12	0
Coefficiente de dilatación diferencial	26 mK	12	38 081	51 mK	12	563 767
Número de indicaciones en la columna emergente	16 mK	9	7282	31 mK	9	102 613
Diferencias de la temperatura del patrón y la temperatura promedio de la columna emergente	0 mK	0	0	0 mK	9	0
Incertidumbre combinada a la cuarta potencia	5 423 254	$\sum \left\{ \frac{[u_i(y)]^4}{v_i} \right\}$	54 562	27 194 138	$\sum \left\{ \frac{[u_i(y)]^4}{v_i} \right\}$	677 588

Tabla D3. Números efectivos de grados de libertad, factores de cobertura e incertidumbre expandida.

Temperaturas de calibración	$v_{EF} = \frac{(u_C)^4}{\sum \left\{ \frac{[u_i(y)]^4}{v_i} \right\}}$	k	U_E
99.93 °C	269	2.0	0.07 °C
109.88 °C	165	2.0	0.08 °C
129.75 °C	100	2.0	0.10 °C
150.01 °C	40	2.1	0.15 °C

Anexo E

Modelo matemático de la medición al usar el termómetro calibrado.

Durante el uso de un termómetro, después de su calibración, el valor de temperatura obtenido debe ser corregido de la manera siguiente:

$$t_{90} = t_I + C_R + C_0 + C_{CE} \quad (E.1)$$

Donde:

- t_{90} es el valor de temperatura definido de acuerdo con el texto de la Escala Internacional de Temperatura de 1990,
- t_I es el valor de temperatura indicado por el termómetro,
- C_R es la “corrección reducida”, obtenida de los resultados reportados en el informe de calibración del termómetro,
- C_0 es la corrección resultante al medir la temperatura de una referencia a 0 °C, cuando se mide usando la escala auxiliar del termómetro,
- C_{CE} es la corrección por columna emergente cuando el fluido termométrico en el capilar del termómetro no queda totalmente inmerso en el fluido del baño.