

Artículo original

## Caracterización del desempeño de una celda de punto fijo de indio (In) y estimación de incertidumbre de medición debido a la repetibilidad de la transición de fase de solidificación

### Characterization of the performance of an Indium (In) fixed-point cell and estimation of the uncertainty measurement due to the phase transition repeatability

Juan David Hernández<sup>1,\*</sup>, Andrés J. Bohórquez<sup>2</sup>, Hector Castro<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Departamento de Física, Universidad Nacional de Colombia, Bogotá, Colombia

<sup>2</sup> Instituto Nacional de Metrología de Colombia, Bogotá D.C., Colombia

#### Resumen

Se diseñó y construyó una celda de punto fijo de indio en el Instituto Nacional de Metrología (INM) como parte de la implementación de un patrón termométrico de la escala internacional de temperatura (EIT-90). Para corroborar el correcto funcionamiento de la celda, se estimó la incertidumbre de medición debida a la repetibilidad de la transición de fase. Se encontró que esta fuente representaba un 1,5 % de la incertidumbre expandida de medición, lo que permite concluir que no se depositaron cantidades importantes de impurezas durante el proceso de fabricación de la celda. Se implementó un algoritmo computacional para determinar de forma automatizada el momento de terminación del proceso de solidificación.

**Palabras clave:** Celda de punto fijo de indio; Repetibilidad de la transición de fase; Curva de solidificación; Patrón termométrico; Termometría.

#### Abstract

We designed and built an indium fixed-point cell at the *Instituto Nacional de Metrología* (INM) as part of the implementation of a thermometric standard of the international temperature scale (ITS-90). To confirm the correct operation of the cell, we estimated the measurement uncertainty due to the repeatability of the phase transition. We found that this uncertainty source represented 1.5% of the expanded measurement uncertainty, which allowed us to conclude that no significant amounts of impurities were deposited during the filling process of the cell. We implemented a computational algorithm to automatically determine the moment when the solidification process ends.

**Keywords:** Indium fixed-point cell; Phase transition repeatability; Solidification curve; Thermometry standard; Thermometry.

#### Introducción

La disseminación de la trazabilidad metrológica a las unidades base del Sistema Internacional de Unidades (SI) constituye un aspecto fundamental en la consolidación de la calidad y el progreso de la economía de un país. En Colombia, el Instituto Nacional de Metrología (INM) tiene la responsabilidad de establecer los patrones de referencia para medición de varias magnitudes físicas, como bien lo establece en su misión: “Coordinar la metrología científica e industrial, desarrollar actividades de ciencia, tecnología e innovación, asegurar la trazabilidad al Sistema Internacional de Unidades (SI) y prestar servicios metrológicos contribuyendo a la confiabilidad de las mediciones, la productividad y competitividad de sectores productivos y el bienestar de los ciudadanos.” (INM, 2019).

**Citación:** Hernández JD, Bohórquez AJ, Castro H. Caracterización del desempeño de una celda de punto fijo de indio y estimación de incertidumbre de medición debido a la repetibilidad de la transición de fase de solidificación. *Revista de la Academia Colombiana de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales*. 47(183):270-280, abril-junio de 2023. doi: <https://doi.org/10.18257/racefyn.1775>

**Editor:** Gabriel Téllez Acosta

**\*Correspondencia:**

Juan David Hernández;  
[judhernandezra@unal.edu.co](mailto:judhernandezra@unal.edu.co)

**Recibido:** 23 de septiembre de 2022

**Aceptado:** 4 de junio de 2023

**Publicado en línea:** 23 de junio de 2023



Este artículo está bajo una licencia de Creative Commons Reconocimiento-NoComercial-Compartir Igual 4.0 Internacional

En particular, la temperatura es una de las magnitudes base más críticas del SI en procesos científicos e industriales; la gran mayoría de resultados de medición y presupuestos de incertidumbre incluyen correcciones o fuentes de incertidumbre por temperatura. En este sentido, la diseminación de la trazabilidad a la unidad base del Kelvin es crucial para el mantenimiento y desarrollo de una sociedad. En el INM, el Laboratorio de Temperatura y Humedad de la Subdirección de Metrología Física se encarga de esta labor.

La rama de la metrología que se encarga del estudio de la temperatura se conoce como termometría. En 1989 el Comité Internacional de Pesas y Medidas adoptó la escala internacional de temperatura (EIT-90) a partir de los denominados “puntos fijos” de temperatura, los cuales se determinan con base en el equilibrio de fases de sustancias puras y de elementos de interpolación, como los termómetros de gas de helio a volumen constante, los termómetros de resistencia de platino (*Standard Platinum Resistance Thermometers*, SPRT) y los termómetros de radiación (Carvajal, 2019). Actualmente la EIT-90 está constituida por 17 puntos fijos (Tabla 1) (Preston-Thomas, 1989).

En la tabla 1 el parámetro de referencia  $W_r(T_{90})$  viene dado por:

$$W_r(T_{90}) = \frac{R_i}{R_{H_2O}} \tag{1}$$

donde  $R_i$  es el valor de la resistencia eléctrica del SPRT en el punto fijo y  $R_{H_2O}$  el valor de la resistencia en el punto triple del agua, es decir que todas las mediciones de resistencia del SPRT son referidas a la resistencia del termómetro en el punto triple del agua. Los valores de referencia de  $W_r(T_{90})$  se definieron en la EIT-90 a partir de 2 SPRT de alta pureza (Pokhodun *et al.*, 2021).

**Tabla 1.** Puntos fijos de los patrones termométricos de la EIT-90. En esta tabla aparecen tres tipos de temperatura de referencia establecidos en la escala: punto de solidificación y fusión de metales de alta pureza (a presión atmosférica), puntos triples (los cuales no dependen de la presión) y rango de temperatura para el termómetro de gas de helio de acuerdo con su curva P-T

Sustancia	Temperatura ( $T_{90}/K$ )	Temperatura ( $t_{90}/^{\circ}C$ )	$W_r(T_{90})$
Punto de presión de vapor del helio	3 a 5	- 270,15 a -268,15	–
Punto triple del hidrógeno	13,8033	- 259,3467	0,00119007
Punto de presión de vapor de $e-H_2$	$\approx 17$	$\approx -256,15$	–
Punto de presión de vapor de $e-H_2$	$\approx 20,3$	$\approx -252,85$	–
Punto triple del neón	24,5561	-248,5939	0,00844974
Punto triple del oxígeno	54,3584	-218,7916	0,09171804
Punto triple del argón	83,8058	-189,3442	0,21585975
Punto triple mercurio	234,3156	-38,8344	0,84414211
Punto triple del agua	273,16	0,01	1,00000000
Punto de fusión del galio	302,9146	29,7646	1,11813889
Punto de solidificación del indio	429,7485	156,5985	1,60980185
Punto de solidificación del estaño	505,1181	231,928	1,89279768
Punto de solidificación del zinc	692,73	419,527	2,56891730
Punto de solidificación del aluminio	933,473	606,323	3,37600860
Punto de solidificación del plata	1234,93	961,78	4,28642053
Punto de solidificación del oro	1337,33	1064,18	–
Punto de solidificación del cobre	1357,77	1084,62	–

El método actual para la reproducción de esta escala se basa en las transiciones de fase hechas a través de sistemas de medición conocidos como “celdas de punto fijo”. Una celda de punto fijo está formada por distintos componentes que garantizan la repetibilidad y reproducibilidad de la transición de fase del elemento que se encuentre en su interior. La medición con una celda de punto fijo conlleva el control de múltiples parámetros que determinan la calidad y la duración de la transición de fase y, de esta manera, la medición de la temperatura de referencia con gran precisión. La presión de referencia para la reproducción de los puntos de fusión y la solidificación de metales corresponde a la presión atmosférica estándar ( $p_0 = 101325 \text{ Pa}$ ). Para transiciones de fase de punto triple, el efecto de la presión sólo es consecuencia de la presión hidrostática del líquido en la parte superior de la celda (Preston-Thomas, 1989).

En el intervalo de temperatura comprendido entre  $t_{90}=156,5986 \text{ °C}$  hasta  $t_{90}=1084,62 \text{ °C}$ , la EIT-90 está constituida por el punto de solidificación de metales de alta pureza. En la **figura 1** se observa la lectura típica de un SPRT durante el proceso de solidificación del indio (Strouse, 2001).

Uno de los factores que más influye en la forma de meseta es la concentración de impurezas en el material de referencia. Esto se debe a que la diferencia de temperatura entre el comienzo y cualquier punto en la curva de solidificación (**Figura 1H**) viene dada por (Strouse, 2001):

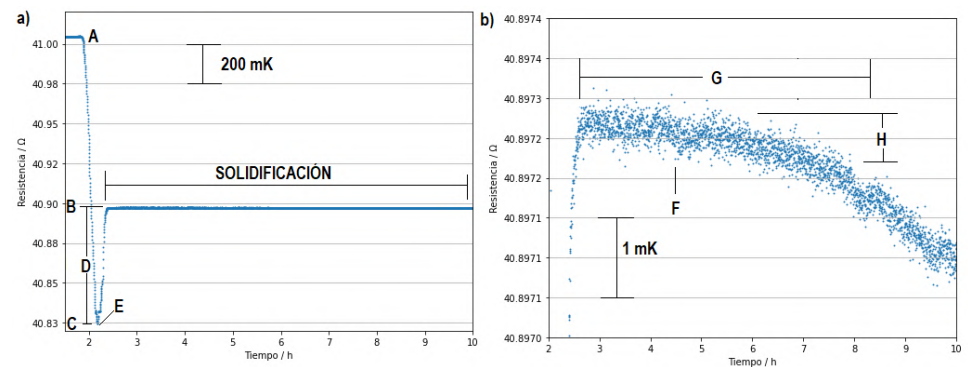
$$T - T_{max} = \frac{c_1}{A} \left(1 - \frac{1}{F}\right) \tag{2}$$

donde  $T_{max}$  es la temperatura del metal justo después de la recalcencia,  $c_1$  es la concentración de impurezas,  $A$  es la constante crioscópica (para el caso del indio  $A_m = 0,002143 \text{ K}^{-1}$ ) y  $F$  es la fracción líquida del material cuando está completamente fundido ( $T = T_{max}$ ) (Strouse, 2001).

La incertidumbre de medición del cambio de temperatura debido a la presencia de impurezas viene dada por:

$$u^2(\Delta T_{imp}) = \frac{1}{3} \left(\frac{c_1}{A}\right)^2 \tag{3}$$

Es importante realizar de manera periódica (por lo menos cada 6 meses) mediciones en las celdas de punto fijo, con el fin de determinar el parámetro de repetibilidad de la transición de fase, este parámetro hace referencia a la variabilidad en el tiempo de la diferencia de temperatura entre el comienzo y el final de la meseta (**Figura 1H**), con el fin de determinar si se han depositado de manera progresiva impurezas en el material de referencia (Strouse, 2008).



**Figura 1.** Proceso de solidificación del indio de alta pureza. **a)** A: Temperatura a la cual se encuentra el indio fundido. B: Temperatura del punto de solidificación. C: Consigna del horno empleada para generar el proceso de solidificación. D: Subenfriamiento del indio fundido. E: Recalcencia. **b)** Ampliación de la curva de solidificación. F: Zona de meseta. G: Solidificación. H: Diferencia de temperatura entre el comienzo y final de la solidificación

La incertidumbre asociada a la repetibilidad de la transición de fase viene dada por:

$$u^2(R_{Rep,PhT}) = \frac{\sum_{i=1}^N (\Delta R_i - \overline{\Delta R})^2}{N-1} \quad (4),$$

donde  $\Delta R_i$  es la diferencia del valor de resistencia al comienzo y el final de la meseta de cada una de las mediciones.

En esta investigación se calculó la incertidumbre asociada con la repetibilidad de la transición de fase de la primera celda de punto fijo de indio diseñada y construida en el Instituto Nacional de Metrología con el fin de determinar si el proceso de llenado y ensamble era satisfactorio.

## Materiales y métodos

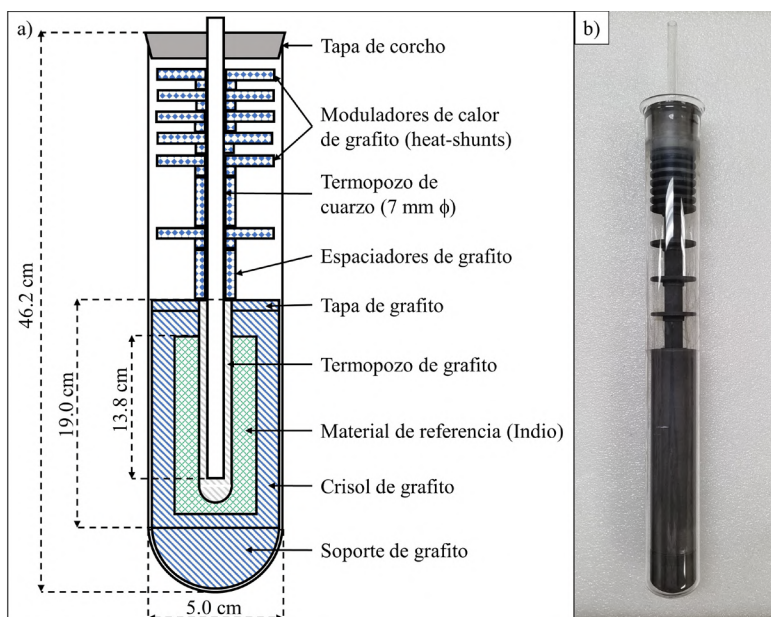
### Diseño y construcción de la celda

El esquema de la celda y el ensamble completo se observan en la **figura 2**.

Las siguientes piezas se diseñaron y luego se construyeron con el apoyo del taller de manufactura del INM: tapa del crisol, espaciadores, moduladores de flujo de calor (*heat shunts*), crisol, soporte y termopozo. Estas piezas se hicieron con grafito de 99,95 % de pureza; la tapa de la celda es de corcho, el termopozo que recubre el termómetro, de borosilicato y la cubierta, de cuarzo.

El volumen disponible para el llenado del crisol se estableció en aproximadamente 77 cm<sup>3</sup>, lo cual permitió incorporar una masa de 500 g de indio de tipo 6N. Se fabricaron cuatro espaciadores y diez moduladores de flujo de calor para disminuir la transferencia de calor entre el crisol y la parte superior de la celda. Primero, la cubierta de cuarzo y las piezas de grafito (crisol, tapa, soporte, termopozo, moduladores de flujo de calor y espaciadores) se sometieron a un recocido a 600 °C durante 24 horas, con el fin de eliminar contaminantes orgánicos y otras impurezas (Strouse, 2001).

Después del recocido, se llenó el crisol empleando un tubo de acero cerrado en un extremo, donde se coloca el crisol de grafito con el material de referencia en su interior. Con ayuda de un aditamento de teflón en la parte superior, se conectó una línea de gas inerte (nitrógeno) a una presión de 20 PSI durante el proceso de llenado, de manera que



**Figura 2. a)** Esquema de la celda de punto fijo de indio. **b)** Ensamble de la celda de punto fijo de indio

se desplazara el oxígeno del ambiente sobre la celda. Por último, se empleó un horno de tubo de calor (*heat pipe*) de alta temperatura, el cual garantiza condiciones uniformes de temperatura a lo largo del eje axial de los tubos de llenado (Lopardo, *et al.*, 2022).

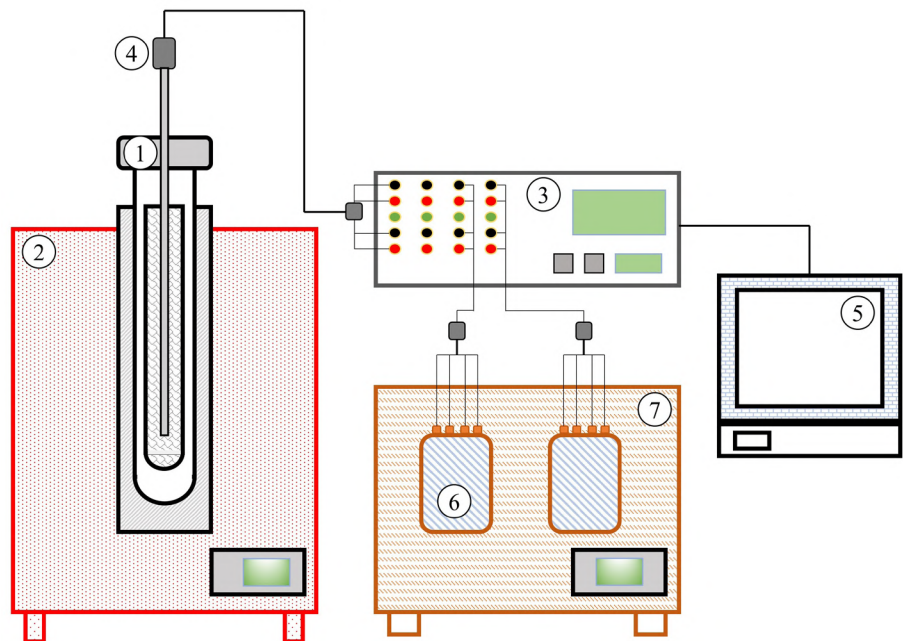
Se hizo un primer llenado del crisol con 375 g de indio en forma de gránulos; el tubo de acero se mantuvo a una temperatura de 170 °C, con el fin de garantizar la completa fundición del material; posteriormente, el sistema se llevó a temperatura ambiente para introducir los 125 g restantes de indio, completar el llenado del crisol y volver a llevar todo el ensamble a una temperatura de 170 °C. La posible existencia de vacancias entre los gránulos se subsanó sumergiendo de forma repetida el termopozo de grafito en el material fundido.

El termopozo de grafito se introdujo dentro del material de referencia únicamente durante el segundo proceso de llenado. Una vez lleno el crisol con una masa total de 500 g de indio en su interior, se llevó el sistema a temperatura ambiente para ensamblarlo con los demás componentes.

### Sistema de medición

El esquema del montaje experimental se muestra en la **figura 3** (Carvajal, 2019). Los datos de resistencia eléctrica se recolectaron mediante el puerto GPIB y se analizaron con el programa LabVIEW 2012 v.12.01 (National Instruments). Los elementos del montaje son los siguientes:

1. Celda de punto fijo de indio
2. Horno de tubo de calor (ISOTECH 17702W)
3. Puente de termometría de precisión MicroK (ISOTECH)
4. Termómetro de resistencia de platino (SPRT) Pt 25.5  $\Omega$  (modelo 670, ISOTECH), calibrado según la norma de la EIT-90 desde el punto triple del agua hasta el punto de fusión del galio
5. Programa para la obtención de datos (LabVIEW 2012 v.12.01)
6. Resistores de referencia (modelo CER6000, WIKA)
7. Baño para el mantenimiento de los resistores de referencia (modelo 455, ISOTECH), el cual emplea aceite siliconado para mantener una temperatura controlada de 23 °C.



**Figura 3.** Esquema del sistema de medición de temperatura en la celda de punto fijo

Para el análisis de los datos se definió la siguiente variable:

$$X = \frac{R_{SPRT}}{R_s} \quad (5)$$

siendo  $R_{SPRT}$  la resistencia medida por el termómetro de platino y  $R_s$  la resistencia de referencia a 23 °C.

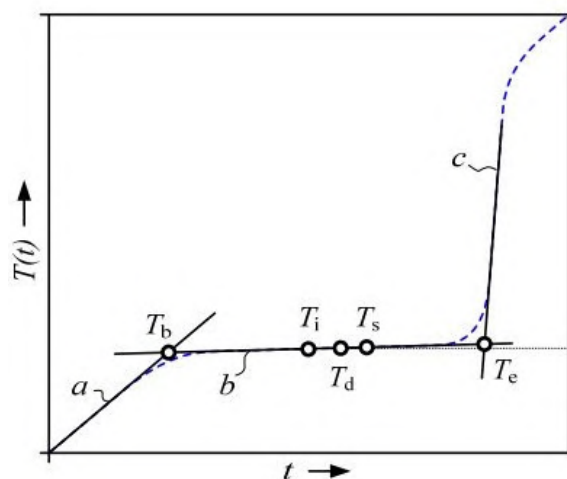
#### **Determinación del comienzo y el final de la meseta**

Para calcular el valor de la resistencia del SPRT durante el proceso de solidificación, primero hay que determinar los puntos de inicio y final de la meseta (**Figura 1G**). El punto inicial de la meseta corresponde al punto donde la temperatura es máxima después del proceso de recalentamiento o nucleación (**Januarius et al., 2010**). Esto se debe a que el indio se encuentra completamente en estado líquido y se asume que cualquier porción del metal en estado líquido se encuentra a una temperatura mayor que la de la fracción sólida (**Pearce et al., 2013**). Existen tres métodos principales para determinar el punto donde finaliza la transición de fase. Usualmente se hace una extrapolación lineal de los puntos que se encuentran antes y después del cambio de concavidad en la curva de solidificación o fusión, donde el intercepto de estas dos líneas marca el final de la transición de fase (**Pearce et al., 2013**), como se observa en el punto  $T_e$  de la **figura 4** (**Krapf & Schalles, 2009**).

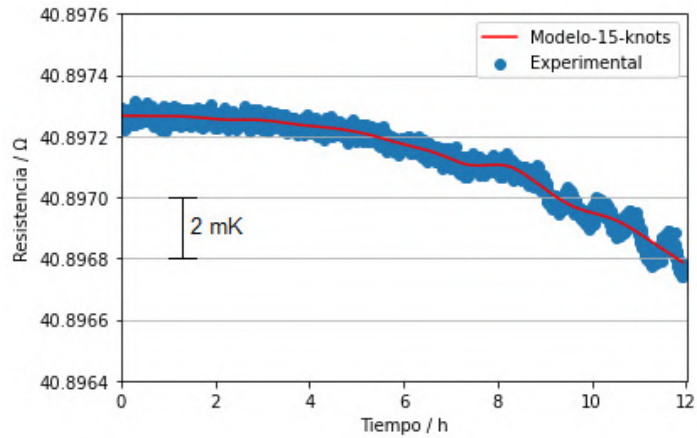
El segundo método consiste en monitorear la potencia consumida por el horno, la cual exhibe un cambio abrupto en el momento en que finaliza la transición de fase dentro de la celda (**Yamazawa et al., 2007**).

El tercer método consiste en graficar la diferencia (residuales) entre una función analítica y los puntos experimentales obtenidos al medir la resistencia mediante el SPRT en función del tiempo. El final de la meseta se puede observar como ruido en la gráfica de los residuales (**Pearce et al., 2013**). La función analítica se construye a partir de una interpolación hecha mediante *splines*, la cual permite encontrar un polinomio que suavice el comportamiento de los datos experimentales y sus derivadas (**de Boor C., 1978**), como se observa en las **figuras 5 y 6**.

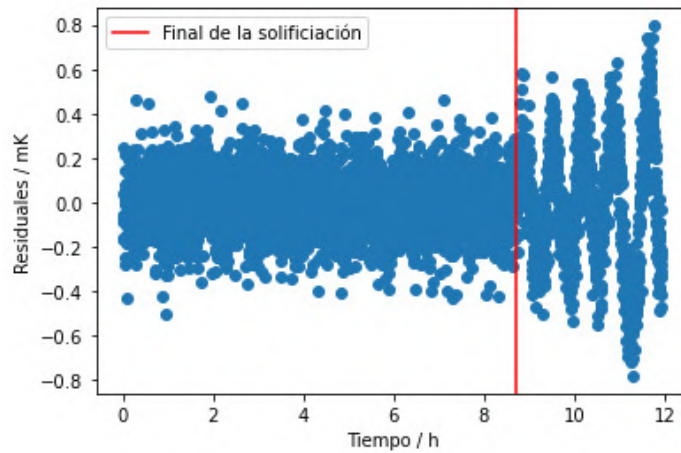
La curva de interpolación se construyó siguiendo el método de **Drudy (2017)**, el cual utiliza la librería Scikit-Learn de Python para obtener una función analítica a partir de una expansión en funciones de base (para este caso se tomaron polinomios de grado 3) del



**Figura 4.** Esquema de una curva de fusión y la estimación de los puntos de inicio y final de la transición de fase.  $T_b$ : inicio de la fusión;  $T_e$ : final de la fusión;  $T_{i,d,s}$ : puntos de corte de un polinomio de grado 3 para determinar el valor de la temperatura de fusión; a: interpolación lineal de los puntos antes de la fusión; b: interpolación lineal de los puntos durante la fusión; c: interpolación lineal de los puntos después de la fusión



**Figura 5.** Interpolación mediante *splines* de una curva de solidificación obtenida a partir de la celda de punto fijo de indio



**Figura 6.** Diferencia entre el valor experimental y la curva construida a partir de la interpolación mediante *splines*. Se observa la presencia de ruido en la gráfica a partir de 8,7 h.

conjunto de datos suministrado. El código depende de un parámetro (*knots*) que define la “suavidad” de la curva de interpolación. Este método permite determinar de manera precisa el final del proceso de solidificación y así establecer la región que contiene la información del valor de temperatura de la transición de fase.

**Modelo matemático**

Una vez se ha delimitado el conjunto de datos que pertenecen a la meseta, se calcula el valor promedio del cociente numérico X (Ecuación 5) durante la meseta y luego se utiliza el siguiente modelo matemático para determinar la resistencia eléctrica del SPRT:

$$R_i = R_s(T_{bath})[X_i(i = 0) + \Delta X_{INL}] + R_{H2O} \frac{dW_{r,i}}{dT} [\Delta T_{hyd} + \Delta T_p + \Delta T_{imp} + \Delta T_{plateau} + \Delta T_{rep,SPRT} + \Delta T_{hf} + \Delta T_{cert} + \Delta T_{iso} + \Delta T_{rep,PhT}] \tag{6}$$

donde  $R_i$  es la resistencia en el punto fijo i;  $R_s$ , el valor de la resistencia patrón a la temperatura del baño ( $T_{bath}$ ); X, el cociente entre la resistencia medida por el SPRT y el resistor patrón a 0 mA;  $\Delta X_{INL}$  representa las no-linealidades integrales;  $R_{H2O}$ , la resistencia

en el punto triple del agua;  $W_r$ , la función de referencia de la ITS-90;  $\Delta T_{hyd}$ , la corrección debida a la presión hidrostática;  $\Delta T_p$ , la corrección debida a la presión en el interior de la celda (**Pokhodun et al.**, ;  $\Delta T_{imp}$ , la corrección debida a las impurezas (**Fellmuth et al.**, 2015);  $\Delta T_{rep,SPRT}$ , la corrección debida a la repetibilidad del SPRT;  $\Delta T_{hf}$ , la corrección debida a la inmersión del SPRT;  $\Delta T_{cert}$ , la corrección debida a la calibración de la celda;  $\Delta T_{iso}$ , la corrección debida a la composición isotópica (**CCT**, 2017), y  $\Delta T_{rep,PhT}$ , la corrección debida a la repetibilidad del cambio de fase.

La determinación de la resistencia conjuntamente con las correcciones conlleva la estimación de la incertidumbre de medición correspondiente, la cual se puede obtener aplicando la siguiente ecuación:

$$u^2(W_i) = \frac{1}{R_{H2O}} [u^2(R_i) + W_{r,i}^2 u^2(R_{H2O})] \quad (7),$$

donde  $u^2(R_i)$  es la incertidumbre asociada al modelo matemático descrito por la Ecuación 6 y viene dada por:

$$\begin{aligned} u^2(R_i) = & u^2(R_s) X_i^2 (i = 0) + R_s^2 u^2(X_i (i = 0)) + R_s^2 u^2(\Delta X_{INL}) \\ & + \left[ R_{H2O} \frac{dW_{r,i}}{dT} \right] [u^2(\Delta T_{hyd}) + u^2(\Delta T_p) + u^2(\Delta T_{imp}) + u^2(\Delta T_{plateau})] \\ & + u^2(\Delta T_{rep,SPRT}) + u^2(\Delta T_{hf}) + u^2(\Delta T_{cert}) + u^2(\Delta T_{iso}) + u^2(\Delta T_{rep,PhT}) \end{aligned} \quad (8).$$

En la Ecuación 8,  $u^2(\Delta T_{rep,PhT})$  corresponde a la incertidumbre de medición debida a la reproducibilidad de la transición de fase, la cual debe ser menor al 5 % de la incertidumbre expandida de medición total para concluir que el proceso de llenado y construcción de la celda fue satisfactorio y que no se depositó una cantidad apreciable de impurezas en el material de referencia (**Carvajal**, 2019; **Strouse**, 2008).

### Análisis estadístico

Para poder evaluar la incertidumbre de medición asociada a la repetibilidad de la transición de fase por medio de la Ecuación 4, los datos no deben estar autocorrelacionados (**Croarkin & Tobias**, 2013b). La autocorrelación se puede evaluar por medio de un *lag plot*, el cual consiste en graficar el valor del dato  $Y_i$  con respecto al dato  $Y_{i-1}$  de un conjunto de datos repartidos en intervalos de tiempo determinados (**Croarkin & Tobias**, 2013a). Se dice que el conjunto de datos no está autocorrelacionado cuando muestra una dispersión aleatoria en el *lag plot*. Sin embargo, es necesario que los datos sigan una distribución normal para poder evaluar la autocorrelación utilizando el *lag plot*. Como el número de datos obtenido del valor de la resistencia del punto de solidificación del indio es bastante reducido (menor a 50), es recomendable utilizar la prueba de normalidad de Shapiro-Wilk (**Shapiro & Wilk**, 1965). El estadístico de Shapiro-Wilk ( $S$ ) viene dado por:

$$S = \frac{\left( \sum_{i=1}^n a_i x_{(i)} \right)^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (9),$$

donde  $x_{(i)}$  es el  $i$ -ésimo dato más pequeño de la muestra y  $\bar{x} = \frac{x_1 + \dots + x_n}{n}$  es el promedio.

Además, las variables  $a_i$  son las componentes del vector, el cual viene dado por:

$$(a_1, \dots, a_n) = \frac{m^T V^{-1}}{(m^T V^{-1} V^{-1} m)^{1/2}} \quad (10),$$

donde las entradas del vector  $m$  corresponden a los valores esperados del estadístico de orden de variables independientes e idénticamente distribuidas en una distribución normal ( $m_i = E[x_{(i)}]$ ) y  $V$  es la matriz de covarianzas del estadístico de orden ( $V_{ij} = E[x_{(i)} - m_i][x_{(j)} - m_j]$ ).

La hipótesis nula en este análisis respondió al hecho de que los datos se distribuyeron normalmente. La hipótesis se rechaza si el valor de  $S$  es muy pequeño ( $S$  oscila entre 0 y 1)



o si  $p$  es menor al nivel de significación (usualmente se toma  $\alpha=0,05$ ) (Shapiro & Wilk, 1965);  $p$  hace referencia a la probabilidad de que al tomar un dato éste se distribuya de forma normal.

### Resultados

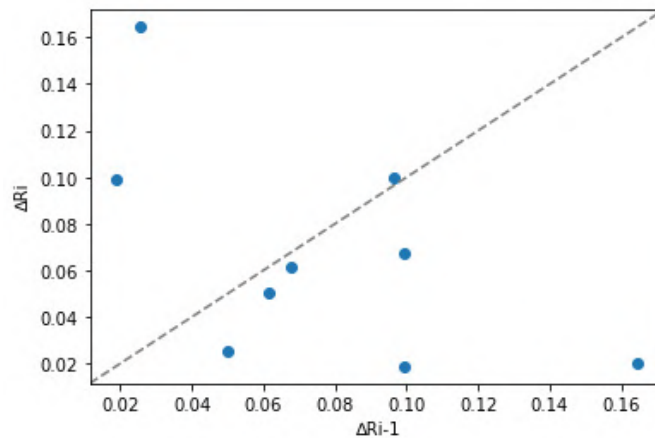
Se realizaron diez curvas de solidificación a lo largo de cuatro meses; el valor promedio de la resistencia durante la meseta después de las correcciones del modelo matemático descrito por la Ecuación 6, y el coeficiente  $W_i$  de las mediciones, se encuentran en la **tabla 2**.

Se utilizó la prueba de normalidad de Shapiro-Wilk para los valores de diferencia de resistencia al comienzo y final de la meseta ( $\Delta R_i$ ) que se observan en la **tabla**; se obtuvo un  $p = 0,3139 > \alpha = 0,05$  y  $W = 0,9134$ ; como el valor de  $W$  fue cercano a 1 y  $p$ , mayor al nivel de significación, se puede asumir que los datos se distribuyeron normalmente. Con estos resultados se pudo emplear el *lag plot* para determinar si existió autocorrelación entre los valores de resistencia (**Figura 7**).

Dado que no se apreció ninguna tendencia en el *lag plot*, se puede concluir que se presentó una dispersión aleatoria, por lo que fue posible calcular la incertidumbre asociada a la repetibilidad de la transición de fase mediante la Ecuación 4. En la **tabla 3** se muestran los valores asociados con cada una de las fuentes de incertidumbre representadas en la Ecuación 8, así como su contribución a la incertidumbre expandida de medición.

**Tabla 2.** Valores registrados de diez mediciones del coeficiente  $W_i$ , resistencia del SPRT y diferencia en la resistencia entre el comienzo y el final de la meseta de la celda de punto fijo de indio fabricada

Medición	Fecha	$W_i$	$R_i (\Omega)$	$\Delta R (m\Omega)$
1	2022-04-05	1,609 604	40,897 048	0,019 848
2	2022-04-12	1,609 605	40,897 074	0,164 473
3	2022-05-13	1,609 608	40,897 150	0,025 465
4	2022-05-18	1,609 607	40,897 124	0,050 103
5	2022-06-22	1,609 611	40,897 226	0,061 390
6	2022-06-23	1,609 612	40,897 252	0,067 604
7	2022-07-07	1,609 612	40,897 252	0,099 373
8	2022-07-22	1,609 611	40,897 226	0,018 783
9	2022-08-03	1,609 613	40,897 277	0,099 503
10	2022-08-04	1,609 611	40,897 226	0,096 300



**Figura 7.** *Lag plot* de los valores registrados en la **Tabla 2** para la diferencia en la resistencia al comienzo y al final de la meseta de diez mediciones distintas realizadas en la celda de punto fijo

**Tabla 3.** Presupuesto de incertidumbre de medición y su respectiva contribución a la incertidumbre expandida de medición

Medición	$u(mK)$	Contribución %
Resistor de referencia	0,32	9,61
Puente de resistencia	0,03	0,90
Autocalentamiento	0,40	12,01
Impurezas	0,01	0,30
Inmersión	0,87	26,13
Repetibilidad del SPRT	0,13	3,90
Corrección de presión hidrostática	0,04	1,20
Zona de meseta	0,42	12,61
Presión del gas	0,19	5,71
Calibración	0,13	3,90
Composición isotópica	0,00	0,00
Repetibilidad de la transición de fase	0,05	1,50
Propagación del punto triple del agua	0,74	22,22

## Discusión

Dado que la contribución a la incertidumbre expandida de medición total debida a la repetibilidad de la transición de fase fue inferior al 5 %, puede concluirse que no se depositaron cantidades significativas de impurezas durante la realización de la celda. No obstante, es necesario hacer curvas de solidificación periódicamente para comprobar que no se han depositado progresivamente impurezas en el material de referencia que se encuentra dentro del crisol de grafito. Por otro parte, la mayor contribución al presupuesto de incertidumbre en la celda construida se debió a la inmersión, pues la profundidad a la cual se introdujo el termómetro SPRT dependió, principalmente, de que la altura del termopozo dentro del crisol no era la óptima. Esta información deberá tenerse presente cuando se diseñen futuras celdas en el INM para asegurar una profundidad óptima del elemento sensor.

El método de interpolación mediante *splines* para determinar el punto final de la curva de solidificación, comparado con el que se basa en el intercepto de interpolaciones lineales (**Figura 4**), tiene mayor precisión, ya que no da lugar a los errores espurios que pueden cometerse en el momento de separar manualmente los puntos ubicados en la meseta. Además, al tener el código implementado, se reduce el tiempo de determinación de los puntos inicial y final de la meseta, los cuales se han venido calculando de forma manual con el método de intercepto de las interpolaciones lineales en el INM. Las perspectivas de este estudio se orientan a hacer una comparación directa de los tres métodos descritos para la determinación del punto final de la curva de solidificación.

## Conclusiones

Se diseñó y construyó una celda de punto fijo de indio en el Instituto Nacional de Metrología, lo cual abre paso a futuras investigaciones referentes a la termometría de contacto.

Se determinó la incertidumbre de medición debida a la repetibilidad de la transición de fase de la celda de punto fijo de indio. Al obtener un valor de la contribución a la incertidumbre expandida de medición menor al 5 %, se pudo concluir que el diseño y el proceso de ensamblaje se hicieron de forma satisfactoria.

Se implementó un algoritmo que permite calcular el punto final del proceso de solidificación, el cual tiene mayor precisión que el método de la intercepción de interpolaciones lineales, además de que reduce el tiempo de cálculo de estos dos puntos en la curva de solidificación.

## Agradecimientos

Este trabajo de investigación se realizó en el marco del proyecto Plan de Fortalecimiento del INM como Centro de Investigación (código 9932100271370), financiado por el Ministerio de Ciencia, Tecnología e Innovación (Minciencias) y realizado conjuntamente entre el INM y la Universidad Nacional de Colombia a través del convenio especial de cooperación 001 de 2020.

## Contribución de los autores

JH: diseño del experimento, llenado de la celda, toma y análisis de datos, programación, análisis de resultados, discusión y conclusiones. AB: diseño del experimento, llenado de la celda, toma de datos, revisión de forma y contenido del manuscrito; HC: análisis de resultados, introducción, revisión de forma y contenido del manuscrito.

## Conflicto de intereses

Los autores declaran no tener conflictos de intereses.

## Referencias

- Carvajal, S. A.** (2019). Desarrollo de un patrón termométrico basado en la solidificación del estaño. Universidad Nacional de Colombia.
- CCT, B.** (2017). Technical annex for the international scale of 1990 (its-90). Editores: Bureau International des Poids et Mesures (BIPM).
- Croarkin, C., Tobias, P.** (2013a). nist/sematech e-handbook of statistical methods, chapter 1.3.3.15. NIST/SEMATECH E-handb. Stat. Methods.
- Croarkin, C., Tobias, P.** (2013b). nist/sematech e-handbook of statistical methods, chapter 7. NIST/SEMATECH E-handb. Stat. Methods.
- de Boor C.** (1978). A practical guide to splines. Springer.
- Drudy, M.** (2017). Basis-expansion. <https://github.com/madrury/basis-expansions.git>. GitHub
- Fellmuth, B., Hill, K., Pearce, J., Peruzzi, A., Steur, P., J.Zhang.** (2015). Fixed points: Influence of impurities. Guide to the Realization of the ITS-90. Editores: Bureau International des Poids et Mesures (BIPM).
- Instituto Nacional de Metrología.** (2019). Misión, visión y creación, objetivo y funciones del INM. <https://inm.gov.co/web/mision-y-vision/> (última revisión 2022-06-20).
- Widiatmo, J.V., Sato, K., Yamazawa, K., Tamba, J., Masaru, A.** (2010). Study on the realization of indium point. *Journal of Control, Measurement, and System Integration*, 3(3), 178-186.
- Krapf, G., Schalles, M.** (2009). Comparison of different methods of fixed-point temperature evaluation. *IMEKO World Congress, (XIX)*, 1509-1513.
- Lopardo, G., Dematteis, R., Steur, P.P.M.** (2022). Characterization of a new zinc fixed-point cell for its-90 realization. Springer US.
- Pearce, J.V., Veltcheva, R.I., Large, M.J.** (2013). Impurity and thermal modelling of SPRT fixed points. In C. W. Meyer (Ed.), *Temperature: its measurement and control in science and industry, AIP Conference Proceedings*, 1552(1), 283-288. <https://doi.org/10.1063/1.4819554>
- Pokhodun, A., Fellmuth, B., Pearce, J., Rusby, R., Steur, P., Tamura, O., Tew, L., White, D.** (2021). *Guide to the realization of the ITS-90 platinum resistance thermometry*. CCT- BIPM.
- Preston-Thomas, H.** (1989). The international temperature scale of 1990 (its-90). *Metrologia*, 27(1), 3-10.
- Shapiro, S. S., Wilk, M. B.** (1965). An analysis of variance test for normality (complete samples). *Biometrika*, 52(3), 541-611.
- Strouse, G.** (2001). Indium freezing-point standard—SRM1745 and indium DCS melting-point standard —SRM2232. *NIST Special Publication*, 260(132).
- Strouse, G.** (2008). Standard platinum resistance thermometer calibrations from the Ar TP to the Ag FP. *NIST Special Publication*, 250(81).
- Yamazawa K., Widiatmo, J. V., Arai, M.** (2007). Thermal analysis of the heater-induced realization of the tin point. *International Journal Thermophysics*, 28(6), 1941.