



---

**Universidad de Valladolid**

**ESCUELA DE INGENIERÍAS INDUSTRIALES**

**DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA ENERGÉTICA Y FLUIDOMECÁNICA**

**DOCTORAL THESIS**

**“ABSOLUTE RADIATION TEMPERATURE MEASUREMENTS  
USING IMAGING FILTER RADIOMETERS”**

Author: José Manuel Mantilla Amor

Directors: Dr. María José Martín Hernández, Dr. Joaquín Campos Acosta  
Dr. José Juan Segovia Puras

Valladolid, April 2015



# Part 1

English version



# Abstract

Currently, the dissemination of the Kelvin, according to the International Temperature Scale (ITS-90), at high temperatures is realised at the Centro Español de Metrología (CEM) by using the fixed points of Ag and Cu and a standard radiation thermometer. Recently, new alternatives have been proposed by the CCT Working Group 5 that will be included in future revisions of the *Mise-en-Pratique* for the Kelvin (MeP-K). As absolute radiometry is at present able to achieve uncertainties competitive with the ITS-90 above the silver point, or even better, a primary dissemination of the thermodynamic temperatures is a reality, being one of the possible ways to calibrate for radiance responsivity an imaging radiometer (radiance method).

In order to carry out this calibration, IO-CSIC (Spanish Designated Institute for luminous intensity and luminous flux) has collaborated with CEM, allowing traceability to its cryogenic radiometer. In a first step, a monochromator integrating-sphere based spectral comparator facility has been used to calibrate one of the commercial CEM standard radiation thermometers. The radiance of the sphere has been determined using two high precision apertures and a Si trap detector as a transfer standard.

However, the uncertainty of these measurements is high. The reason is because this commercial radiation thermometer has to be spectrally calibrated by using a facility based on a monochromator and a high stability lamp which results in higher uncertainties. In order to reduce them, it could be used a laser based facility instead, but, when calibrating commercial radiation thermometers, interference fringes were detected, resulting in a ripple in the spectral distribution of the radiation thermometer.

In consequence, CEM and IO-CSIC have developed filter radiometers whose design allows the laser based calibration. In this new design, some other considerations have also been taken into account: low size of source effect, high amplifier stability, temperature control system, etc.

The absolutely calibrated standard radiation thermometer and filter radiometers has been used to determine the thermodynamic temperatures of the fixed points of Cu, Co-C, Pt-C and Re-C and the uncertainties have been determined.

This Thesis describes the development of the CEM-IO-CSIC consortium filter radiometers, the set-ups used for its characterization and calibration (including commercial radiation thermometers), the uncertainty budgets and the absolute temperature measurements results.



Table of Contents	
Introduction and Objectives .....	1
Chapter 1 , Radiation Temperature: past, present and future .....	3
1.1 The concept of temperature .....	3
1.2 Temperature measurement principles .....	4
1.3 Primary thermometry and defined temperature scales .....	4
1.4 Brief description of the main primary thermometry methods .....	5
1.4.1 Gas thermometry .....	5
1.4.2 Acoustic gas thermometry.....	5
1.4.3 Noise thermometry .....	6
1.4.4 Magnetic thermometry .....	6
1.4.5 Dielectric constant and refractive Index of gases thermometry .....	6
1.4.6 Total radiation thermometry.....	7
1.5 Historical review of defined International temperature scales.....	7
1.5.1 Normal hydrogen scale.....	8
1.5.2 ITS-27.....	8
1.5.3 The evolution of ITS-27 and its modifications in 1948 .....	9
1.5.4 The 1958 <sup>4</sup> He and 1962 <sup>3</sup> He vapour pressure scales .....	9
1.5.5 IPTS-68 .....	10
1.5.6 PTS-76.....	10
1.5.7 ITS-90.....	10
1.6 ITS-XX.....	13
1.6.1 Future definition of the kelvin .....	14
1.7 Radiation thermometry nowadays .....	14
1.7.1 MePK HT [Machin, 2012a].....	14
1.7.1.1 Absolute primary radiometric thermometry ( $n=0$ ).....	15
1.7.1.2 Relative primary radiometric thermometry ( $n\geq 1$ ) .....	15
1.7.1.2.1 Extrapolation using one fixed point .....	16
1.7.1.2.2 Interpolation between two fixed points .....	16

1.7.1.2.3 Interpolation between three fixed points .....	17
1.7.1.2.4 Least squares approach .....	17
1.8 Radiation Temperature measurement: Black Body Radiation, Planck's Law and Absolute Temperature.....	18
1.8.1 Thermal radiation fundamentals .....	18
1.8.1.1 Heat transfer .....	18
1.8.1.2 Thermal radiation .....	18
1.8.2 The quantum theory of electromagnetic radiation .....	18
1.8.2.1 Theory of photons.....	18
1.8.2.2 Electromagnetic radiation in equilibrium inside a regular enclosure .....	19
1.8.2.3 Radiation inside an arbitrary enclosure.....	21
1.8.2.4 Radiation emitted by a body at temperature, <b>T</b> .....	22
1.9 Metal Carbon High Temperature Fixed Points.....	25
1.9.1 Introduction.....	25
1.9.2 Binary eutectic alloy systems .....	26
1.9.3 Metal-Carbon Fixed point black bodies .....	28
Chapter 2 State of the art in absolute primary radiometry for thermometry .....	29
2.1 Basis of absolute primary radiometric thermometry [Machin, 2012a].....	29
2.2 Filter radiometers .....	30
2.3 Methods for absolute primary radiometry in thermometry [Machin, 2012a] .....	30
2.3.1 Non-imaging methods.....	31
2.3.1.1 The power method:.....	31
2.3.1.2 The irradiance method .....	31
2.3.2 Imaging methods.....	32
2.3.2.1 The hybrid method.....	32
2.3.2.2 The radiance method .....	32
2.4 justification of CEm's choice: The radiance method.....	33
2.5 Realisation and dissemination of thermodynamic temperature above the silver point using the radiance method.....	34
2.5.1 Spectral radiance absolute calibration .....	34



2.5.1.1	Determination of the absolute spectral responsivity of the transfer standard, traceability to the cryogenic radiometer [Zwinkels, 2010].....	36
2.5.1.2	Transfer standards: Trap detectors.....	37
2.5.1.3	Apertures diameter and distance calibration.....	38
2.5.2	Secondary characterizations of a filter radiometer.....	39
2.5.2.1	Radiant source uniformity.....	39
2.5.2.2	Out of band transmission.....	39
2.5.2.3	Size of the source effect .....	39
2.5.2.4	Amplifier calibration .....	40
2.5.2.5	Filter radiometer's linearity .....	40
2.5.3	Radiation temperature determination .....	41
2.5.3.1	Iterative process.....	41
2.5.3.2	Sakuma-Hattori approximation [Saunders, 2003] .....	42
Chapter 3	Experimental desings and setups .....	43
3.1	CEM IO-CSIC radiancemeter.....	43
3.1.1	Requirements.....	43
3.1.2	Radiancemeter's overview .....	44
3.1.3	Trap detector design.....	45
3.1.4	Radiancemeter characterization .....	48
3.1.4.1	Trap detector absolute responsivity calibration against IO's cryogenic radiometer, traceability to the watt.....	48
3.1.4.2	Spatial uniformity .....	49
3.1.4.3	Geometrical factor determination.....	49
3.1.4.3.1	Apertures diameter determination .....	49
3.1.4.3.2	Co-alignment of apertures.....	50
3.1.4.3.3	Angular alignment of apertures .....	50
3.1.4.3.4	Distance measurement .....	51
3.1.5	Trap acceptance angle issues .....	52
3.2	FiRa1 design [Hernanz, 2011].....	54
3.2.1	Focusing lens.....	55

3.2.2 Field stop.....	56
3.2.3 Collimating lens.....	56
3.2.4 Lyot stop.....	56
3.2.5 Interference filter.....	56
3.2.6 Photodetector.....	58
3.2.7 Preamplifier.....	58
3.2.8 FiRa1 performance issues.....	59
3.3 FiRa2 Design [Dury, 2013b].....	62
3.3.1 Design requirements for FiRa2.....	62
3.3.1.1 Accuracy requirements.....	63
3.3.1.2 HTFP cell measurement requirements.....	63
3.3.1.2.1 Source radiance levels.....	63
3.3.1.2.2 Geometry stability.....	63
3.3.1.2.3 Source and furnace geometry.....	63
3.3.1.2.4 Alignment options.....	63
3.3.1.2.5 Size-of-source effect.....	64
3.3.1.2.6 Dimensions.....	64
3.3.1.2.7 Temperature stabilisation.....	64
3.3.2 Design of the new radiometer.....	64
3.3.2.1 Radiance-defining geometry.....	65
3.3.2.2 Ideal geometry.....	65
3.3.2.3 Engineering tolerances and stability.....	66
3.3.2.4 FiRa2 main features.....	66
3.3.2.5 Aperture design and choice.....	67
3.3.2.6 Choice of front lens.....	67
3.3.2.7 Magnifying system.....	68
3.3.2.8 Choice of objective lens: Achromats.....	68
3.3.2.9 Choice of collimating lens.....	68
3.3.2.10 Protection, access and cleaning.....	68
3.3.2.11 Size-of-source effect optics.....	69

3.3.2.12 Interference Filter .....	70
3.3.2.13 Detector.....	70
3.3.2.14 Amplifier .....	70
3.3.2.15 Aligning the radiometer .....	71
3.3.2.16 Radiometer Case .....	71
3.3.2.17 Connectors .....	72
3.4 Calibration facilities .....	74
3.4.1 Relative spectral radiance calibration facility [Mantilla, 2014] .....	74
3.4.1.1 Convolution effects in spectral responsivity determination.....	75
3.4.1.2 Wavelength measurement.....	80
3.4.2 Absolute spectral radiance responsivity facilities .....	81
3.4.2.1 Incoherent sources [Mantilla, 2014] .....	81
3.4.2.2 Coherent sources.....	82
3.5 Characterization systems.....	88
3.5.1 SSE facility.....	88
3.5.2 Linearity Facility.....	89
3.6 Absolute Radiation Temperature determination, Chino ® furnace and HTRF's .....	91
Chapter 4 radiation thermometers characterization Results and fixed points temperature measurments .....	97
4.1 Characterization of the Lamp based facilities.....	97
4.1.1 Monochromator calibrations.....	97
4.1.2 Integrating Sphere spatial uniformity .....	100
4.1.3 Integrating Sphere angular uniformity .....	101
4.1.4 Stability of Xe lamp .....	102
4.2 Characterization of the laser based facilities.....	103
4.2.1 Sphere spatial uniformity .....	103
4.2.2 Stability .....	103
4.3 LP2 Calibration and associated Uncertainties.....	104
4.3.1 Relative spectral radiance responsivity calibration .....	104
4.3.2 Absolute spectral radiance responsivity calibration.....	105

4.3.3 Out of band transmission.....	107
4.3.4 Size of the source effect .....	107
4.3.5 Linearity .....	108
4.3.6 Uncertainty budget for absolute temperature measurements.....	109
4.4 FiRa1 Characterization .....	113
4.4.1 Relative spectral radiance responsivity calibration. ....	113
4.4.2 Absolute spectral radiance responsivity calibration at 650 nm .....	114
4.4.3 Absolute spectral radiance responsivity calibration at 800 nm .....	115
4.4.4 Out of band transmission.....	116
4.4.5 Size of the source effect .....	117
4.4.6 Amplifier gain.....	118
4.5 FiRa2 Characterization .....	120
4.5.1 Size of the source effect .....	120
4.5.2 Linearity .....	120
4.5.3 Out of band transmission.....	121
4.6 FiRa2 Calibration, Uncertainties.....	122
4.6.1 Relative spectral radiance responsivity calibration .....	122
4.6.2 Absolute spectral radiance responsivity calibration .....	123
4.6.3 Uncertainties .....	125
4.7 HTFP's measurements.....	126
4.7.1 Point of inflection [Woolliams, 2012b].....	126
4.7.2 HTFP's measurements with FiRa2.....	127
4.7.3 InK WP1 HTFP thermodynamic temperature determination using LP2 .....	130
4.8 Sumary .....	136
Chapter 5 Final conclusions .....	137
Bibliography .....	141
Annex 1 ITS-90 realization at CEM .....	151
Annex 2 list of figures.....	157
Annex 3 list of tables.....	163

# INTRODUCTION AND OBJECTIVES

Recent technical advances in temperature metrology, the advent of the developing *mise en pratique* for the definition of the kelvin (MeP-K) and the proposed kelvin redefinition in terms of the Boltzmann constant provide a unique opportunity to fundamentally change the practice of temperature measurement.

One of the main radiation thermometry goals nowadays is to support the development of primary thermometry techniques for the realization and dissemination of thermodynamic temperatures at high temperatures ( $>1300\text{K}$ ) to contribute in the development of a new and extended temperature scale, the ITS-XX and to support the (MeP-K). In relation to this, the European Metrology Research Program (EMRP) has founded the project "Implementing the new Kelvin (InK)". The aim of this project is to make a step change improvement in primary thermometry over six orders of magnitude from  $0.0009\text{ K}$  to  $3000\text{ K}$ .

This will effect a paradigm shift in the practice of thermometry. At these extremes thermodynamic temperature will be, for the first time directly realized and disseminated, instead of one of the defined scales.

Between these temperature extremes new values of  $T - T_{90}$  with the lowest uncertainties ( $<1\text{ mK}$ ) are required in the short term to provide ultra-reliable  $T - T_{90}$  data for the MeP-K and in a longer term to develop the primary thermometry techniques needed to progressively supplant defined scales in the next decade [Machin, 2014].

The InK project is divided into four technical work packages (WPs) and one on impact. The four work packages aims are: to determine the thermodynamic temperatures of a set of high-temperature fixed points (WP1), to test different dissemination routes for thermodynamic temperature at high temperatures (WP2), to determine the world's lowest uncertainty values for  $T - T_{90}$  (WP3), and to improve primary thermometry at temperatures below  $1\text{ K}$  (WP4).

In order to participate in the InK project Centro Español de Metrología, CEM, the Spanish NMI, made a collaboration agreement with the Optics Institute of the Spanish Superior Research Council (IO-CSIC). This thesis is the product of the work undertaken among the CEM and IO-CSIC collaboration agreement for the participation on WP1.

InK project's WP1, led by NPL, has partners LNE-Cnam, PTB, Centro Español de Metrología (CEM), Spain, Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC), Spain, National Institute of Metrology of Australia (NMIA), National Institute of Metrology (NIM), China, *Physikalisch-Technische Bundesanstalt* (PTB), Germany, and All-Russian Research Institute of Optical and Physical Measurements (VNIIOFI), Russia. In addition, important confirmatory measurements will be provided by the National Institute of Standards and Technology (NIST), USA and the National Research Council (NRC), Canada whilst the Korean Research Institute of Standards and Science (KRISS) will provide supplementary measurements to improve our understanding of the uncertainties.

InK's WP1 is focused on the radiation temperature range, from  $1300\text{ K}$  to  $3000\text{ K}$ , thermodynamic temperatures will be assigned to a set of selected high temperature fixed point blackbodies: Cu, Co-C, Pt-C and Re-C. NMIs worldwide, mentioned above, will contribute to this important task by implementing different radiometric methods involving

radiometers, spectroradiometers, photometers and radiation thermometers traceable to electrical-substitution absolute radiometers (cryogenic radiometers) the primary standards for radiometric quantities which relate radiant watt with electric watt. Beyond their differences these methods rely on common radiometric bases which need to be thoroughly analysed and understood [Woolliams, 2012a].

Four fixed points of each material have been chosen from a set manufactured and tested as part of the CCT-WG5 research programme into HTFPs [Machin, 2007; Yamada, 2013]. These fixed points are being measured by the participants of WP1. NPL and PTB will measure all four fixed points of each material, and other participants will measure two fixed points of each type. Measurements began in February 2013 and are anticipated to be complete in March 2015. A report, to CCT-WG5, will be produced giving the thermodynamic temperature of the fixed-point transitions for all four materials, by September 2015.

Specifically, for the three eutectic fixed points, both the point-of-inflection on the melting curve and the liquidus point of the pure eutectic under equilibrium conditions will be determined along with their associated uncertainties. Participants will measure the radiance of the fixed-point cell cavity using filter radiometry (absolute primary radiometric thermometry). Corrections (or uncertainty values) for the temperature drop and emissivity of the cells, within the furnace environment, will be determined through thermal modeling [Castro, 2011b, 2014]. The cells have been constructed using high purity metal and carbon. The metals have had their impurity contents measured, and an uncertainty associated with the cell impurity, and if possible a correction, will be calculated [Bloembergen, 2011]

The main objectives of the CEM/IO-CSIC collaboration agreement and, subsequently, of this thesis are:

- The absolute calibration using the radiance method of commercial radiation thermometers with imaging system with traceability to the Spanish primary radiation standard, the IO's cryogenic radiometer, using lamp-monochromator based systems.
- The analysis and reduction of the uncertainties associated with the lamp-monochromator based instrument's calibration to achieve lower uncertainty values than the provided by the ITS-90.
- The construction and characterization of two non commercial filter radiometers.
- The calibration of those filter radiometers using laser based radiation sources.
- The thermodynamic temperature determination of Cu, Co-C, Pt-C and Re-C high temperature fixed points using commercial and non-commercial radiometers.
- The comparison of the calculated absolute temperatures compared with the ITS-90 values obtained as well as their respective associated uncertainties.

# CHAPTER 1 , RADIATION TEMPERATURE: PAST, PRESENT AND FUTURE

## 1.1 THE CONCEPT OF TEMPERATURE

Among the seven fundamental quantities of the International System of Units (SI), four of them: mass, length, time and temperature, are so intimately connected to human existence that, at first sight, it is surprising that until the eighteenth century did not exist knowledge about any one of them. The greatest difficulty associated with the concept of temperature should be not only that it is an intensive magnitude but also is an intensive magnitude which is not directly related to an extensive magnitude easily perceived by the senses. Probably therein lays the difficulty in understanding what temperature is. For example, pressure, an intensive magnitude, is easily understandable because it manifests "something" related to the force. Pressure is an example of an intensive magnitude over which it is possible to make quantitative estimates. Density is other example of an intensive magnitude directly perceived and easily understandable [del Campo, 2008].

Although temperature is also perceived by the senses, it is more elusive. Subjective sensations can make us say "this object is warmer or colder than that other". But this claim can be dangerous if we don't act carefully. For example if you touch a piece of wood, a piece of polystyrene and a copper rod, all at room temperature, the thermal sensation is completely different. This is due to the close relationship between heat and temperature. Both phenomena are interrelated; however, they are different concepts.

Heat is the total energy of molecular motion in a substance while temperature is a measure of the average energy of molecular motion in a substance. Heat energy depends on the speed of the particles, the number of particles (the size or mass), and the type of particles in an object. Temperature does not depend on the size or type of object. For example, the temperature of a small cup of water might be the same as the temperature of a large tub of water, but the tub of water has more heat because it has more water and thus more total thermal energy [Bejan, 2006].

Heat is what will increase or decrease temperature. If we add heat, temperature will become higher. If we remove heat, the systems temperature will become lower. Higher temperatures mean that the molecules are moving, vibrating and rotating with more energy.

The zeroth principle of thermodynamics, named for having been made after the first and the second principles, refers to what happens to the bodies that are in thermal contact and is the basis of thermometry: "If two systems are, separately, in thermal equilibrium with a third, then they are in thermal equilibrium with each other."

This means that if we take two objects which have the same temperature and put them in contact, there will be no overall transfer of energy between them because the average energies of the particles in each object are the same. But if the temperature of one object is higher than that of the other object, there will be a transfer of energy from the hotter to the colder object until both objects reach the same temperature.

In conclusion, temperature is not energy, but a measure of it. Heat is energy.

## 1.2 TEMPERATURE MEASUREMENT PRINCIPLES

Temperature cannot be measured in the same manner than other key variables, such as length. Once settled the size of the unit of temperature, it can't be labelled as a "unit interval" and used to measure temperature in the same way than meter in length measurements. This means that it can't be used in an additive process whereby the temperature value is determined from the amount of "unit intervals" contained. Temperature values can only be determined by comparing two temperatures, one of which is the reference and the observed one, in accordance with the zeroth principle of thermodynamics, when there is heat flow or not and in which direction it goes. To assign a numerical value to each temperature, measured values should be sorted at first place, i.e. to establish a scale in which the heat flow goes always in the same direction and then assign a sign to the flow, as has been discussed above. Accordingly, we can say that temperature is simply an ordered quantity.

Although by this method it's possible to assign a numerical value to a temperature difference, there is no way to assure that a temperature value,  $T_1$ , is closer to another one,  $T_2$ , or to a third value,  $T_3$ , even if it is decided to take the interval  $[T_1, T_2]$  as a unit, as neither temperature intervals nor relationships can be compared by heat flow measurements. In other words, the metric of absolute temperature space  $\{T\}$  must be supplemented by other physical quantity whose analytical relationship with temperature can be established and whose metric is known.

To relate the temperature with some other physical quantity, it is necessary to define the normalization constants. These definitions are necessary for temperature measurements but leave freedom of choice for the size of the unit and the zero position. These are the two degrees of freedom characteristic of any linear scale, i.e. a scale that has the same metric space is taken to represent the measuring instrument. Because temperature is defined in space of heat (energy), the lowest point on the temperature scale is zero (which can be approximated asymptotically) and not minus infinity [Pavese, 2012].

## 1.3 PRIMARY THERMOMETRY AND DEFINED TEMPERATURE SCALES

At present, temperature can be measured using two basic procedures: primary thermometry and defined temperature scales.

Primary thermometry is performed using a primary thermometer based on a well-understood physical system, for which the equation of state describing the relation between thermodynamic temperature  $T$  and other independent quantities can be written down explicitly without unknown or significantly temperature-dependent constants. Thermodynamic temperature can be obtained by measuring the independent quantities. The temperature scales associated to primary thermometry are called thermodynamic temperature scales. The basic problem in the construction of the thermodynamic temperature scales is to find theoretical equations of physics where temperature appears related to another measurable quantity and can be materialized in a real system (thermometer) with the required accuracy.

Primary thermometers are complex and expensive systems, very time consuming and, in general, with repeatability and reproducibility lower than the thermometers used in day to



day life like resistance thermometers or thermocouples. Primary thermometry is divided into two groups: Absolute primary thermometry and relative primary thermometry.

Absolute primary thermometry measures thermodynamic temperature directly in terms of the definition of the base unit, the kelvin.

Relative primary thermometry measures thermodynamic temperature indirectly using a specified equation of state, with one or more key parameter values determined from temperature fixed points. For this kind of thermometers, the knowledge of the measured property is not sufficient to allow direct calculation of temperature. They have to be calibrated against a primary thermometer or at a number of fixed points belonging to a defined temperature scale.

Unlike primary thermometry, defined temperature scales assign temperature values, which have been determined by primary thermometry, to a series of naturally occurring and highly reproducible states (e.g., freezing and triple points of pure substances), specify the interpolating or extrapolating instruments for a particular subrange of temperature and define any necessary interpolating or extrapolating equations. The defined scales are highly prescriptive and define new temperature quantities  $T_{XX}$  (scale temperatures) that provide close approximations to the thermodynamic temperature  $T$  and have the same unit as  $T$ , i.e., the kelvin.

There exist also temperature approximations where fixed points, interpolating or extrapolating instruments, and interpolating or extrapolating equations are different from those specified in defined scales, but any differences from a scale are sufficiently well understood [Fischer, 2012].

## 1.4 BRIEF DESCRIPTION OF THE MAIN PRIMARY THERMOMETRY METHODS

### 1.4.1 Gas thermometry

The state equation for a real gas responds to the called virial expansion:

$$PV = NRT \left( 1 + B(T) \frac{N}{V} + C(T) \left( \frac{N}{V} \right)^2 + \dots \right) \quad (1.1)$$

Where  $P$  is pressure,  $V$  is the volume,  $N$  is the amount of gas in moles,  $R$  is the gas constant and  $T$  is the temperature.  $B(T)$  and  $C(T)$  are called first and second virial coefficients. The justification for the expression of the deviations of a real gas behaviour of the ideal gas as virial expansion is directly related to the intermolecular forces [Quinn, 1990].

### 1.4.2 Acoustic gas thermometry

Primary acoustic gas thermometry (AGT) exploits the relationship between the speed of sound,  $u$ , in an ideal gas in the limit of zero frequency and the thermodynamic temperature,  $T$ , of the gas:

$$u^2 = \frac{\gamma kT}{m} \quad (1.2)$$

Where  $k$  is the Boltzmann constant which relates energy at the individual particle level with temperature,  $m$  is the average molecular mass of the gas, and  $\gamma$  is the ratio of the heat capacity of the gas at constant pressure to its heat capacity at constant volume. For ideal monatomic gasses,  $\gamma = 5/3$  [Fischer, 2007].

### 1.4.3 Noise thermometry

Based on Johnson noise principle, which correlates the thermal agitation of electrons in an electric resistor  $R$ , the value of the mean square voltage  $\overline{V^2}$  of a resistor  $R$  for low frequencies, in which measurements are made and where quantum effects can be neglected since  $h\nu \ll kT$ , can be estimated as:

$$\overline{V^2} \approx 4kTR\Delta\nu \quad (1.3)$$

Where  $k$  is the Boltzmann constant,  $h$  is the Planck constant and  $\nu$  is the frequency.

[Fischer, 2007].

### 1.4.4 Magnetic thermometry

The paramagnetic susceptibility,  $\chi$ , of many materials containing transition elements and rare earth elements, follow very nearly the Curie law:

$$\chi = \frac{C}{T} \quad (1.4)$$

Where  $C$  is the Curie constant. This method has its place in primary thermometry for its special role as interpolation and, in some cases, extrapolation thermometer. [Bedford, 1997].

### 1.4.5 Dielectric constant and refractive Index of gases thermometry

This is one of the newest interpolation methods. It's based on the relationship between the dielectric constant of a gas and its temperature. For an ideal gas, this relationship can be expressed as it follows:

$$P = \frac{R}{\alpha} \left( \frac{\epsilon_r - 1}{\epsilon_r + 2} \right) T \quad (1.5)$$

Where  $P$  is the pressure,  $R$  is the universal constant of gases,  $\alpha$  is the molar polarisability,  $\epsilon_r$  is the dielectric constant of gases and  $T$  is the gas temperature. Therefore, for a given polarisability, this method relies on measuring the dielectric constant of the gas for different temperatures. The thermometric magnitude is an intensive property of the gas, independent of the amount of gas present during the measurement. However, the molar polarisability must be measured to be known because it cannot be deduced theoretically.

Refractive Index of gases thermometry is much related with dielectric constant thermometry. For an ideal gas and at very high frequencies we have:

$$P = \frac{R}{\alpha} \left( \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \right) T \quad (1.6)$$

These kinds of thermometers face the same difficulties than dielectric constant thermometers.

[Fischer, 2007].

### 1.4.6 Total radiation thermometry

Total Radiation Thermometry is based on Stephan-Boltzmann's equation which relates the total energy radiated per surface unit by a black body, exitance ( $M$ ), with an internal temperature  $T$ :

$$M(T) = \varepsilon n^2 \sigma T^4 \quad (1.7)$$

Where  $n$  is the refractive index of the medium into which the blackbody is emitting,  $\varepsilon$  is the total emissivity of the blackbody and  $\sigma$  is the Stefan-Boltzmann constant.  $\sigma$  depends only on the universal constants  $k$ ,  $h$  and  $c$ .

The relationship between the total exitance of a black body at a given temperature  $T$  and that of a black body at the temperature of the triple point of water  $T_{TPW}$  is:

$$\frac{M(T)}{M(T_{TPW})} = \left( \frac{T}{T_{TPW}} \right)^4 \quad (1.8)$$

In order to determine the total radiance,  $L$ , of the body and for practical reasons, it is necessary to perform measurements over a particular solid angle instead of over the whole hemisphere. Because of this, an aperture system between the black body and the detector must be placed, so:

$$M(T) = L'(T)g \quad (1.9)$$

Where  $g$  is a geometrical factor related to the aperture. If  $g$  is constant and independent of temperature:

$$\frac{M(T)}{M(T_{TPW})} = \frac{L'(T)}{L'(T_{TPW})} = \left( \frac{T}{T_{TPW}} \right)^4 \quad (1.10)$$

[Quinn, 1990].

## 1.5 HISTORICAL REVIEW OF DEFINED INTERNATIONAL TEMPERATURE SCALES

As seen before, direct measurements of thermodynamic temperature require a primary thermometer based on a well-understood physical system whose temperature can be derived from measurements of other quantities. Unfortunately, primary thermometry can be complicated, time consuming, and hence is rarely used as a practical means of disseminating the kelvin. As a practical alternative, the International Temperature Scales (ITS's) provide internationally accepted procedures for both realizing and disseminating temperature in a straightforward and reproducible manner.

Practical temperature scales such as Fahrenheit, Celsius and Reaumur began to develop in the mid-eighteenth century. These scales were based in fixed points refined by technological developments occurred during that century.

Nowadays practical scales are required as well because primary thermometers are still difficult to operate with and they aren't as precise as commonly used thermometers. On the other hand, measurements via primary thermometers have a more fundamental sense.

The general pretended characteristics for International Temperature Scales and the reasons for their evolution are [BIPM, 2015]

- Easiness of realization and maintenance.
- Provide temperature values as close to thermodynamic temperatures as possible.
- Superior reproducibility than the uncertainty of the correspondent thermodynamic scale.
- Increase the definition range in order to satisfy the technological needs of the time in which they were developed.

### 1.5.1 Normal hydrogen scale

During the end of the nineteenth century, Chappuis worked to relate the readings of the very best mercury-in-glass thermometers to absolute (i.e. thermodynamic) temperatures. In the first part of his study he considered in detail the constant-volume gas thermometer, using, in turn, hydrogen, nitrogen and carbon dioxide as the working fluids. The estimated uncertainty of his measurements was better than one-hundredth of a degree over most of the range studied. The CIPM adopted the constant-volume hydrogen scale (called the normal hydrogen scale), based upon fixed points at the ice point (0 °C) and the steam point (100 °C) as the practical scale for international metrology. This decision was ratified by the 1st CGPM in 1889.[BIPM, 2015].

### 1.5.2 ITS-27

Many freezing and boiling points were measured during the last two decades of the nineteenth century. Callendar gave a detailed review of gas thermometry at the 1899 meeting of the British Association for the Advancement of Science (BAAS), when he made a proposal for a practical temperature scale. He proposed a platinum resistance thermometer to be adopted as the defining instrument of the scale, and that it will be calibrated at the freezing point of water and the boiling points of water and sulphur. Further, he proposed that a particular batch of platinum wire be selected from which the thermometers defining the scale be manufactured. It was his intention that such a scale be called the British Association Scale of Temperature and that it be related to the ideal temperature scale through chosen gas thermometer measurements of the sulphur point. It is not clear why the British Association did not take up his proposals.

The *Physikalisch-Technische Reichanstalt* (PTR, later to become the PTB), Berlin, addressed a circular letter to the BIPM, the National Physical Laboratory (NPL), Teddington, and the Bureau of Standards (BS, which in 1934 become the National Bureau of Standards, NBS, and in 1986 the National Institute of Standards and Technology, NIST), Washington, suggesting that the thermodynamic scale be adopted as the International Temperature Scale, and that a practical realization of it be the 1899 proposal of Callendar. Both the NPL and the BS agreed, the constants of the platinum were specified, and it was proposed that above the upper limit (1100 °C) the scale be defined in terms of the optical pyrometer.

At the 5th CGPM, every encouragement was given to this initiative and a Resolution was adopted, asking the Directors of the three laboratories to meet with the aim of coming to a

firm agreement on such a scale. The planned meeting did not take place, however, owing to the outbreak of the First World War.

By the time discussions resumed, the three national laboratories had put into operation a platinum resistance thermometer scale covering the range from  $-38\text{ }^{\circ}\text{C}$ , the freezing point of mercury, to  $444.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ , the boiling point of sulphur, using a quadratic interpolation formula. During the course of a visit to the NPL and the PTR by a representative of the BS, the basis of an international scale was agreed upon. It was to consist of a platinum resistance thermometer to cover the range of  $-38.81\text{ }^{\circ}\text{C}$  up to  $650\text{ }^{\circ}\text{C}$ , calibrated at  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  and the boiling point of sulphur at  $444.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Between  $650\text{ }^{\circ}\text{C}$  and  $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$  the scale was to be defined by a Pt-10 % Rh/Pt thermocouple calibrated at the freezing points of zinc, antimony, silver and gold and using a cubic interpolation formula. Above the gold point,  $1063\text{ }^{\circ}\text{C}$ , an optical pyrometer was proposed.

The 7th CGPM adopted the International Temperature Scale of 1927, which differed very little from the draft of 1925. It was planned to hold an International Thermometry Conference in 1928, at which the question of the status of the International Temperature Scale would be examined in more detail. This Conference, however, did not take place [BIPM, 2015].

### 1.5.3 The evolution of ITS-27 and its modifications in 1948

The CIPM established a Consultative Committee on Thermometry and Calorimetry to advise it on matters concerned with these subjects. Since then, it has been the Consultative Committee on Thermometry (CCT) that has largely taken the initiative in matters concerned with the evolution of the International Temperature Scale.

The first revision of the ITS took place in 1948. In this revision, the only change below  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  was the disappearance of the extrapolation below the oxygen point, to  $-190\text{ }^{\circ}\text{C}$ , which had been found to be unreliable. The IPTS-48 extended down only to  $-182.97\text{ }^{\circ}\text{C}$ . The link between the resistance thermometer and the thermocouple was changed from  $660\text{ }^{\circ}\text{C}$  to the freezing point of antimony,  $630.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ , and the temperature assigned to the silver point was increased slightly, from  $960.5\text{ }^{\circ}\text{C}$  to  $960.8\text{ }^{\circ}\text{C}$ . It was also decided to drop the name "degree Centigrade" for the unit and replace it by degree Celsius [BIPM, 2015].

### 1.5.4 The 1958 $^4\text{He}$ and 1962 $^3\text{He}$ vapour pressure scales

The CIPM adopted a table of  $^4\text{He}$  vapour pressure against temperature data, proposed to it by the CCT. The Table was based upon gas thermometry data smoothed by magnetic thermometry and, below  $2.2\text{ K}$ , by thermodynamic calculations. It covered the range from  $0.5\text{ K}$  to  $5.23\text{ K}$  and became known as the 1958  $^4\text{He}$  Scale, temperatures measured on it being denoted by  $T_{58}$ .

Shortly after the adoption of the 1958  $^4\text{He}$  Scale, a further proposal was made in respect of a vapour pressure scale for  $^3\text{He}$ . This was based upon comparison of the vapour pressures of  $^3\text{He}$  with the 1958  $^4\text{He}$  Scale above  $0.9\text{ K}$ , and with thermodynamic calculations below  $0.9\text{ K}$ . The Scale was accepted by the CIPM and became known as the 1962  $^3\text{He}$  Scale, temperatures measured on it being denoted by  $T_{62}$  [BIPM, 2015].

### 1.5.5 IPTS-68

During 1968 the second revision of the Temperature Scale took place, and resolved the curious situation that thermodynamic temperatures were defined in quite a different way from International Practical Temperatures. In the IPTS-68, both thermodynamic and practical units were defined to be identical and equal to  $1/273.16$  of the thermodynamic temperature of the triple point of water. This definition is the unit itself and it was renamed "the kelvin" in place of "degree Kelvin" and designated "K" in place of "°K". In outline the IPTS-68 was made up of four parts:

(a) Between 13.81 K and 273.15 K.

(b) 0 °C to 630.74 °C.

(c) 630.74 °C to 1064.43 °C.

(d) Above 1064.43 °C.

In part (a) the Scale was defined in terms of a set of six low-temperature fixed points together with a reference function. In the range (b) the Scale was defined in terms of the old Callendar quadratic equation, but modified to take account of new gas thermometry values for the fixed points. In part (c) the defining instrument was the Pt-10 % Rh/Pt thermocouple, calibrated at 630.74 °C and the freezing points of silver and gold, and using a quadratic interpolation formula. Part (d) was defined in terms of the radiation emitted by a black body and described by Planck's equation. [BIPM, 2015].

### 1.5.6 PTS-76

In 1976 the CIPM approved a new low-temperature scale called the 1976 Provisional 0.5 K to 30 K Temperature Scale, or EPT-76. Its purpose was to provide a unified Scale upon which temperature measurements could be made in this range, pending the revision and downward extension of the IPTS-68. It was defined in terms of the temperatures assigned to eleven fixed points within the range 0.5 K to 30 K, together with the differences between  $T_{76}$  and the following existing scales: IPTS-68; the  $^4\text{He}$ -1958 and  $^3\text{He}$ -1962 vapour pressure scales; NPL-75 and the NBS version of IPTS-68 which was defined by difference from NBS-55. In contrast to IPTS-68, the EPT-76 could thus be realized in a number of ways; either by using one of the above scales and the tabulated differences given in the text of EPT-76 or by using a thermodynamic interpolating thermometer, such as a gas thermometer or magnetic thermometer, calibrated at one or more of the specified reference points of EPT-76. [BIPM, 2015].

### 1.5.7 ITS-90

The International Temperature Scale of 1990 was adopted by the International Committee of Weights and Measures at its meeting in 1989, in accordance with the request embodied in Resolution 7 of the 18th General Conference of Weights and Measures of 1987. This scale supersedes the International Practical Temperature Scale of 1968 (amended edition of 1975) and the 1976 Provisional 0.5 K to 30 K Temperature Scale. [BIPM, 2015].

ITS-90 differs from previous scales in a number of important respects:

- It uses the triple point of water (273.16 K), rather than the freezing point of water (273.15 K), as a defining point.
- It extends to lower temperatures: 0.65 K instead of 13.8 K.
- It is in closer agreement with thermodynamic temperatures.
- It has improved continuity and precision.
- It has a number of overlapping ranges and sub-ranges.
- In certain ranges it has alternative but substantially equivalent definitions.
- It includes the helium vapour pressure scales.
- It includes an interpolating gas thermometer as one of the defining instruments.
- The range of the platinum resistance thermometer as defining instrument has been extended from 630 °C up to the silver point, 962 °C.
- The Pt/10 % Rh-Pt thermocouple is no longer a defining instrument of the scale.
- The range based upon the Planck radiation law begins at the silver point instead of at the gold point, but options exist for using any one of the silver, gold or copper points as reference points for this part of the scale.

Temperatures measured according to the ITS-90 are denoted by  $T_{90}$  (K) or  $t_{90}$  (°C).

Above the freezing point of silver, 1234.93 K the temperature  $T_{90}$  is defined by the equation

$$\frac{L_{\lambda}(T_{90})}{L_{\lambda}[T_{90}(X)]} = \frac{\exp(c_2[\lambda T_{90}(X)]^{-1}) - 1}{\exp(c_2(\lambda T_{90})^{-1}) - 1} \quad (1.11)$$

Where  $T_{90}(X)$  refers to any of the silver  $T_{90}(Ag) = 1234.93$  K, the gold  $T_{90}(Au) = 1337.33$  K, or the copper  $T_{90}(Cu) = 1357.77$  K freezing points and in which  $L_{\lambda}(T_{90})$  and  $L_{\lambda}[T_{90}(X)]$  are the spectral concentrations of the radiance of a blackbody at the wavelength (in vacuo)  $\lambda$  at  $T_{90}$  and at  $T_{90}(X)$  respectively. The text of the scale neither recommends a method by which, nor restricts the wavelength at which, the ratio of radiances is to be experimentally determined [Preston-Thomas, 1990].

The only requirements embodied in equation 1.11 are that the instrument used, a radiation thermometer, be effectively monochromatic and that at least the reference source at the temperature  $T_{90}(X)$  to be a black body. A monochromatic radiation thermometer consists of an optical system that includes a wavelength limiting device and focuses an image of a source of radiation onto a photodetector.

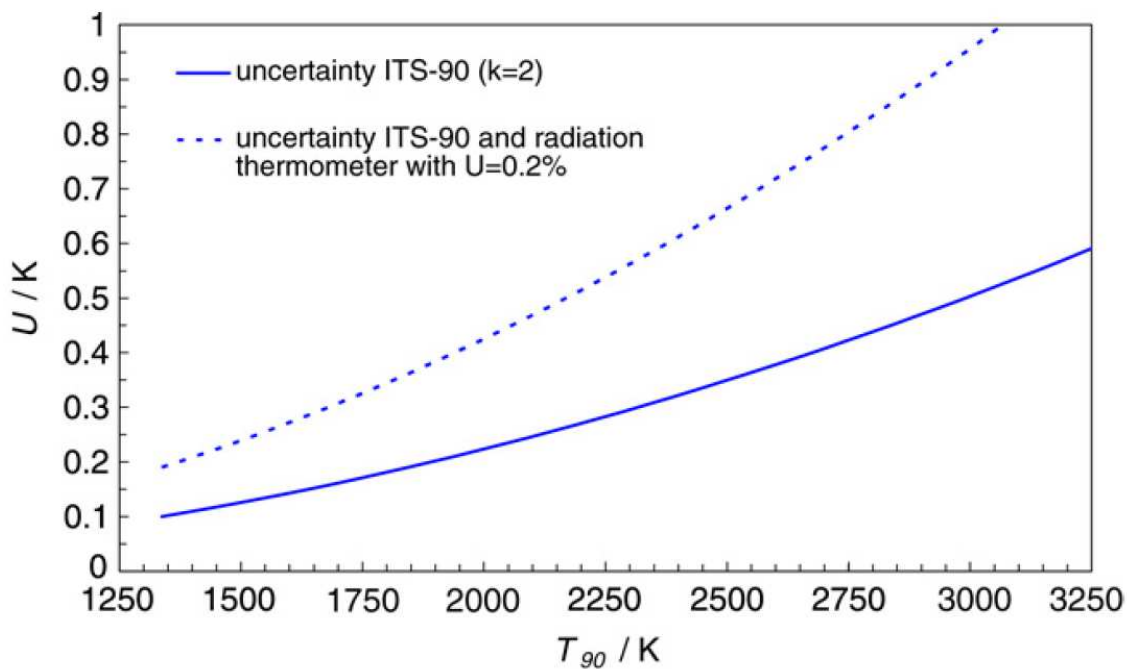
As seen, temperatures measured according to the ITS-90 are only approximations, though rather good ones, of the thermodynamic temperature  $T$ . Although any possible difference between  $T$  and  $T_{90}$  is very small, and at the moment not significant for most industrial and scientific applications, in the temperature range from 13.8033 K to 1234.93 K the standard uncertainty of the ITS-90 with respect to the thermodynamic temperature extends to 40 mK at the freezing point of silver. For temperatures above the freezing point of silver, the uncertainty increases quite rapidly. This is because, as seen, above this temperature, due to

the lack of stable and reproducible fixed-points, the ITS-90 is based on extrapolation and the uncertainty in the realisation of the reference temperature of the silver, gold or copper fixed points with respect to the true thermodynamic temperature propagates according to [Hartmann, 2009]:

$$u(T_{90,therm}) = \left( \frac{T_{90}}{T_{90,ref}} \right)^2 u(T_{90,ref,therm}) \quad (1.12)$$

With the expanded uncertainty in the realisation of the thermodynamic temperature of the gold fixed-point of 100 mK then equation 1.12 gives the theoretical limit of the uncertainty measurement according the ITS-90 and is shown in Figure 1.1. It can be seen that the base uncertainty limit of the ITS-90 expands from 100 mK at the gold fixed-point to 600 mK at 3250 K.

This principle uncertainty limit is further increased by the additional uncertainty contribution introduced by the radiation thermometer necessary to perform the measurements. As a rule of thumb an expanded uncertainty of 0.2% for a typical high quality radiation thermometer will increase the uncertainty in temperature measurement to more than 1500 mK at high temperatures about 3250 K. This situation can be significantly improved if the non-contact high-temperature part of the ITS can be put on the same footing as the contact thermometer-based low temperature part of the ITS-90, i.e. based on interpolation instead of extrapolation. The novel high-temperature fixed points with well-known thermodynamic temperatures and a reproducibility and stability on the order of 100 mK will radically improve practical temperature measurements above the freezing point of copper.



**Fig. 1.1:** Theoretical (solid line) and practical limits when using a radiation thermometer with an expanded uncertainty of 0.2% (dotted line) of the uncertainty of temperatures measured according to the International Temperature Scale from 1990 [Hartmann, 2009].

Recent technical advances in temperature metrology, the advent of the developing *Mise en Pratique* for the definition of the kelvin (*MeP-K*) and the proposed kelvin redefinition in terms of the Boltzmann constant ( $\sim 2018$ ) provide a unique opportunity to fundamentally change the practice of temperature measurement [Machin, 2014].



## 1.6 ITS-XX

The kelvin, along with the ampere, kilogram, and the mole are likely to be redefined in terms of fundamental constants, in line with *Conférence Générale des Poids et Mesures* resolution 1 (2011), sometime before 2020. In advance of, and to support the redefinition, a *mise en pratique* of the definition of the kelvin (*MeP-K*), a guide for the realization of the kelvin, was adopted by the CCT. The Euramet Metrology Research Programme project “Implementing the new kelvin (InK)” coordinates research activity in this field with the objective of improving primary thermometry over the range from 0.0009 K to >3000 K. [Machin, 2014].

The *MeP-K* provides or makes reference to the information needed to perform a practical measurement of temperature, in accordance with the International System of Units (SI), at the highest level of accuracy. In its present form, the *MeP-K* consists of four sections:

1. Text of the ITS-90.
2. Technical annex for the ITS-90.
3. Text of the PLTS-2000.
4. Estimates of the differences  $T - T_{90}$ .

As envisioned by the CCT, in the near future the *MeP-K* will serve as a reference for:

- Introduction, giving the new definition of the base unit kelvin, the rationale for the change, and the effect of the new definition on the realisation of the kelvin.
- Nomenclature, defining fundamental terms of thermometry to support an unambiguous taxonomy of methods in the *MeP-K*.
- Text of the ITS-90
- Text of the PLTS-2000
- A technical annex of supporting information for the realization of the ITS-90 and PLTS-2000
- Primary thermometry, describing the realisation of the kelvin with primary thermometers based on fundamental laws of thermodynamics and statistical mechanics for direct measurements of thermodynamic temperature. Accurate thermodynamic temperature values require not only accurate measurements of the independent quantities, but also sufficient understanding of the system to enable a quantitative assessment of departures from the ideal model in order to apply appropriate corrections.
- Assessments of the uncertainties of the ITS-90, PLTS-2000 and measurements made by primary thermometry.

## 1.6.1 Future definition of the kelvin

The future definition of the kelvin will have its origin in statistical mechanics where thermodynamic temperature is defined through the relation between the entropy and energy of a physical system. The natural unit of thermodynamic temperature in this relation is energy (joules in the SI). While, in principle, a separate base unit for temperature is not required, it is nevertheless a quantity of a distinctly different kind, and for practical and historical reasons the kelvin will continue to be a base unit of the SI.

The unit of the SI base quantity thermodynamic temperature, symbol  $T$ , is the kelvin, symbol K. The explicit-constant definition of the kelvin, adopted at the 2X<sup>th</sup> meeting of the General Conference on Weights and Measures (CGPM) in 201X, Resolution X, will be as follows:

The kelvin, symbol K, is the SI unit of thermodynamic temperature; its magnitude is set by fixing the numerical value of the Boltzmann constant to be equal to exactly  $1.380\ 65X \times 10^{-23}$  when it is expressed in the SI base units  $\text{s}^{-2} \text{m}^2 \text{kg K}^{-1}$ , which is equal to  $\text{J K}^{-1}$ .

Thus one has the exact relation  $k = 1.380\ 65X \times 10^{-23} \text{ J/K}$ . The effect of this definition is that the kelvin is equal to the change of thermodynamic temperature  $T$  that results in a change of thermal energy  $k \cdot T$  by  $1.380\ 65X \times 10^{-23}$  [Machin, 2010b].

## 1.7 RADIATION THERMOMETRY NOWADAYS

### 1.7.1 MePK HT [Machin, 2012a]

CCT WG 5 "Radiation Thermometry" develops a document to facilitate the implementation of thermodynamic temperature measurements at temperatures above the silver fixed point (961.78 °C), the MePK-HT. Three thermodynamic temperature measurement methods, all relying on absolute spectral-band radiometry, are proposed. To make these techniques more accessible for the broader thermometry community, each of these methods will be described in detail in an accompanying paper to the MeP-K.

The basic equation for primary spectral radiometric thermometry is Planck's law which describes the electromagnetic radiation emitted by a black body in thermal equilibrium at a definite temperature [Planck, 1901].

Methods for primary radiation thermometry can be divided in two groups: absolute primary radiation thermometry and relative primary radiation thermometry.

Absolute primary thermometry measures thermodynamic temperature directly in terms of the definition of the base unit, the kelvin, i.e., from the defined numerical value of the Boltzmann constant. No reference is made to any temperature fixed point ( $n = 0$ ,  $n =$  number of points) and all other parameters specified in the equation of state are measured or otherwise determined.

Relative primary thermometry measures thermodynamic temperature indirectly using a specified equation of state, with one or more key-parameter values determined from temperature fixed points ( $n > 0$ ), for which values for the thermodynamic temperature  $T$  and their uncertainties are known a priori from previous absolute or relative primary thermometry.

### 1.7.1.1 Absolute primary radiometric thermometry ( $n=0$ )

Absolute primary radiometric thermometry requires an accurate determination of the optical power, emitted over a known spectral band per surface unit and known solid angle, by an isothermal cavity of known emissivity. Measurement of the power requires a radiometer, comprising a detector and spectral filter, with known absolute spectral responsivity. The optical system typically includes two co-aligned circular apertures separated by a known distance to define the solid angle, and may additionally include lenses or mirrors. The refractive index of the medium in which the measurement is made must also be known. All measurements of the quantities involved must be traceable to the corresponding units of the SI, in particular, the watt and the metre.

Uncertainties of around 0.1 K ( $k = 1$ ) at 2800 K could be possible with absolute primary radiometric thermometry. This method is described in more detail in the next chapter.

### 1.7.1.2 Relative primary radiometric thermometry ( $n \geq 1$ )

For relative primary radiometric thermometry, the absolute spectral responsivity of the radiometer is not required, nor is quantification of the geometric factors defining the solid angle. Instead, the optical power is measured relative to optical power measurements made of one or more fixed-point blackbodies, each with known thermodynamic temperature.

Fixed point values are required to implement this approach. One or more of the fixed points could be those of the current International Temperature Scale of 1990, ITS-90 (Ag, Au or Cu), but used with the most recent recommended thermodynamic temperature values.

The measurement equation for the radiometer signal,  $S(T)$ , is the following:

$$S(T) = G \int_0^{\infty} \varepsilon(\lambda, T) R(\lambda) L_b(\lambda, T) d\lambda \quad (1.13)$$

The terms in the equation are:  $G$ , a geometric factor associated with the actual form of primary radiometry,  $\varepsilon(\lambda, T)$ , the emissivity of the blackbody radiator,  $R(\lambda)$ , the spectral responsivity,  $L_b(\lambda, T)$ , the Planck function (spectral radiance) and  $T$ , the thermodynamic temperature.

Other fixed points that could be used are the high-temperature fixed points (HTFP) whose temperatures are assigned by primary radiometry, as those shown in Figure 1.1.

HTFP	Thermodynamic temperature, °C	Uncertainty ( $k = 2$ ), °C
Co-C	1324.0	0.6
Pd-C	1491.7	0.7
Pt-C	1737.9	0.6
Re-C	2474.2	1.0

**Table 1.1:** Current thermodynamic temperature values for different HTFP cells and their associated uncertainties. These values are expected to be recalculated more accurately [Machin, 2012b].

Because of the integral over the spectral range to account for the finite bandwidth of the radiometer, equation 1.13 is not well suited to interpolation or least-squares fitting ( $n > 1$ ). To overcome this difficulty, the radiometer signal must be approximated by an analytic equation with a number of adjustable parameters, a mathematical model for predicting the amount of thermal radiation, radiometric flux or radiometric power emitted from a perfect blackbody or received by a thermal radiation detector.

The Planck version of the Sakuma–Hattori equation 1.14, which involves only a small approximation for small bandwidths, is recommended for this purpose [Sakuma, 1997].

$$S(T_R) = \frac{C}{\exp\left(\frac{c'_2}{AT_R + B}\right)} \quad (1.14)$$

Where  $c'_2 = \frac{c_2}{n} = \frac{hc}{kn}$ ,  $k$  is the Boltzmann constant,  $h$  is the Planck constant,  $c$  is the speed of light in a vacuum,  $n$  is the refractive index of the gas in the optical path,  $A$ ,  $B$  and  $C$  are related to the radiometer's spectral responsivity,  $R(\lambda)$ , and  $T_R$  is the radiance temperature of the source. Note that equation 1.14 retains the same Planckian thermodynamic basis as equation 1.13, but approximates the integral over the radiometer's bandwidth by an analytic function. One important condition is that the bandwidth of the radiometer must be narrow compared to the centre wavelength,  $\frac{\Delta\lambda}{\lambda} \ll 1$

The interpolation and extrapolation is greatly simplified with the use of a well-understood parametric approximation of the integral expression of the optical power which eliminates the need to iteratively solve the integral equation describing the measured optical power.

Relative primary radiometric thermometry gives uncertainties that are only slightly higher than absolute primary radiometric thermometry.

There are four recognisable approaches to relative primary thermometry depending on the number of fixed points employed:

#### 1.7.1.2.1 Extrapolation using one fixed point

This  $n=1$  scheme is equivalent to the ITS-90 formalism, but uses a current thermodynamic temperature of the fixed point (as well as knowledge of the relative spectral responsivity) to extrapolate to other thermodynamic temperatures. However, the choice of the fixed point is not restricted to the Ag, Au or Cu point, as in the ITS-90. The uncertainty associated with the thermodynamic temperature of the fixed point must be taken into account in the uncertainty analysis.

#### 1.7.1.2.2 Interpolation between two fixed points

Two fixed points ( $n=2$ ) are the minimum required for interpolation. If the two fixed points are as far from each other as practically feasible (e.g., the Ag point and the highest available HTFP), the scheme combines extension in range with a very low uncertainty. Some extrapolation beyond the calibration points may also be acceptable. For example the scheme can be implemented over the range from about 1000 K to 3300 K. Only a crude knowledge of the relative spectral responsivity function is required. The uncertainties associated with interpolation and extrapolation will clearly depend on the temperatures of the calibration points used and their associated uncertainties.

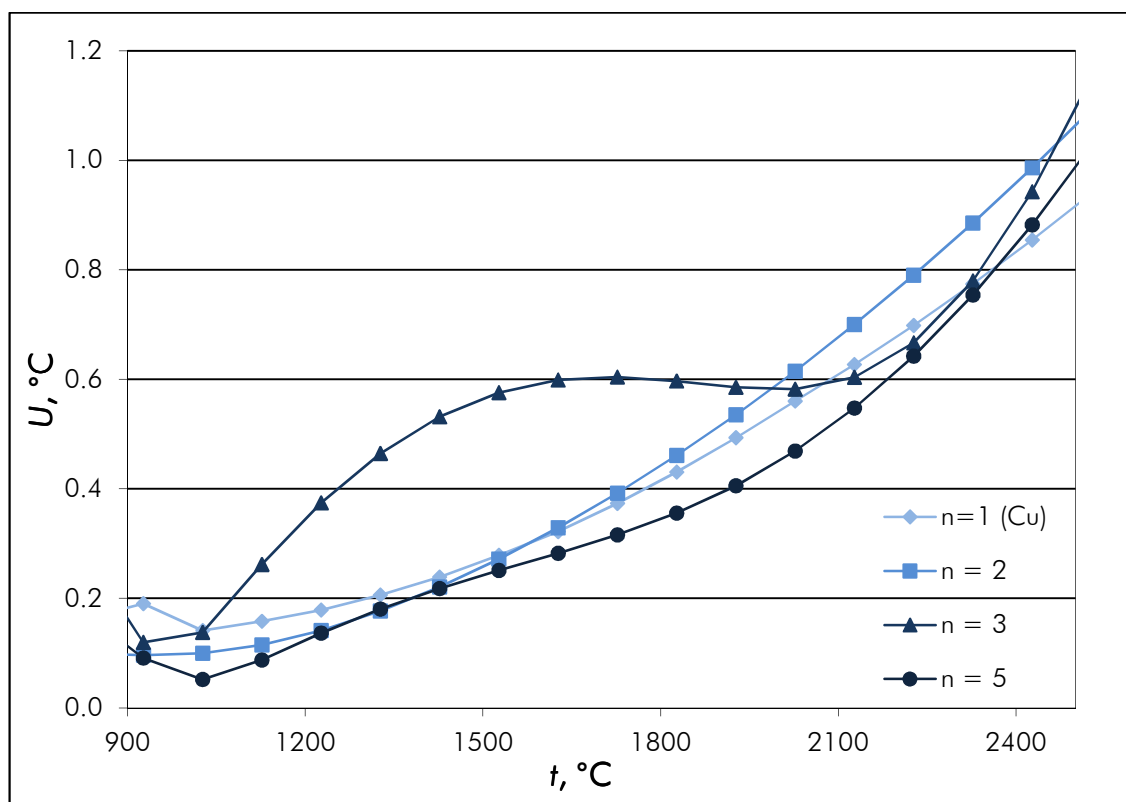
### 1.7.1.2.3 Interpolation between three fixed points

An alternative option is a three-point interpolation scheme ( $n = 3$ ) using one pure metal fixed point and two HTFPs, or alternatively three HTFPs. One advantage of this approach is that knowledge of the spectral responsivity function is no longer needed. A disadvantage is that the uncertainty tends to have slight oscillations between the interpolating points. In this case extrapolation beyond the interpolating end points is not recommended because of the rapid increase in uncertainty.

### 1.7.1.2.4 Least squares approach

Using more than three fixed points allows  $T_R$  to be realised by least-squares fitting of equation 1.14 to the measured  $(T_R, S)$  pairs. Because the uncertainty components associated with the calibration of the radiometer are generally reduced approximately by a factor of  $\sqrt{(n/3)}$ , where  $n$  is the number of fixed points, the total uncertainty is reduced as the number of fixed points increases. However, the uncertainty associated with measuring the unknown temperature is the same as for the three-point interpolation scheme, so the total uncertainty may not be significantly lower than that of the three-point scheme. A particular advantage is that the redundancy of HTFPs in a least-squares scheme provides additional security in realisation of temperatures. Extrapolation beyond the extreme end points is again not recommended.

Figure 1.2 shows the uncertainties achieved with each of these methods using the same linear pyrometer IKE LP2 at CEM [Martín, 2013]:



**Figure 1.2:** Comparison of the uncertainties associated to the different relative primary radiometry methods using the same linear pyrometer IKE LP2 at CEM [Martín, 2013].

# 1.8 RADIATION TEMPERATURE MEASUREMENT: BLACK BODY RADIATION, PLANCK'S LAW AND ABSOLUTE TEMPERATURE

## 1.8.1 Thermal radiation fundamentals

### 1.8.1.1 Heat transfer

Heat transfer is a discipline of thermal engineering that concerns the generation, use, conversion, and exchange of thermal energy and heat between physical systems. Heat transfer is classified into various mechanisms, such as thermal conduction, thermal convection, thermal radiation, and transfer of energy by phase changes. Since this thesis is framed in the field of radiation and the subject of heat treatment and temperature was commented already along this chapter, from now we will focus only on the mechanism of radiation as a method of heat exchange. [Lienhard, 2010].

### 1.8.1.2 Thermal radiation

Thermal radiation is energy emitted as electromagnetic waves by all matter with a temperature above absolute zero. Thermal radiation propagates without the presence of matter through the vacuum of space.

Thermal radiation is a direct result of the random movements of atoms and molecules in matter. Since these atoms and molecules are composed of charged particles (protons and electrons), their movement results in the emission of electromagnetic radiation, which carries energy away from the surface.

Thermal radiation, generated and emitted by every hot body, has been the first source of artificial light used for lightning when the Sun's light is not available. The origin of thermal radiation is the thermal movement of the charged elementary modules that matter is built of. The oppositely charged particles moving with respect to each other are forming elementary antennas, so-called dipoles. Such moving dipoles emit electromagnetic radiation, which is called thermal radiation. At high temperatures the human eye can see this emitted thermal radiation as emitted light. [Hartmann, 2009].

## 1.8.2 The quantum theory of electromagnetic radiation

### 1.8.2.1 Theory of photons

In 1905, Einstein made the radical proposal that light consisted of energy packs called photons. Each photon carries energy. According to this quantum interpretation, electromagnetic radiation consists of particle-like discrete bundles of energy called photons or quanta. Each photon has an energy  $E$  that depends only on the frequency  $\nu$  of the radiation and it's given by

$$E = h\nu = h\frac{c}{\lambda} \quad (1.15)$$

Where  $h = 6.626 \times 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}$  is Planck's constant and  $c = 299792458 \text{ m / s}$  is the speed of light in vacuum.

Since photons travel at the speed of light, they must, according to relativity theory, have zero rest mass; hence their energy is entirely kinetic. If a photon exists, then it moves at the speed of light,  $c$ ; if it ceases to move with speed  $c$ , it ceases to exist. For  $m = 0$ , the relativistic momentum-energy relation becomes  $E = pc$ . Thus, each photon has a momentum of

$$p = \frac{E}{c} = \frac{h\nu}{c} = \frac{h}{\lambda} \quad (1.16)$$

From the quantum point of view, a beam of electromagnetic energy is composed of photons travelling at the speed  $c$ . The intensity of the beam will be proportional to the number of photons travelling at the speed  $c$ . The intensity of the beam will be proportional to the number of photons crossing a unit area per unit time. Hence, if the beam is monochromatic (of one frequency), the intensity  $I$  will be given by

$$I = (\text{energy of the photon}) \times \frac{\text{number of photons}}{\text{area} \times \text{time}} \quad (1.17)$$

Einstein made this proposal to account for several unexplained features associated with the photoelectric effect. This is a process that involves the emission of electrons from a metal when light strikes the surface. [Gautreau, 1999]

### 1.8.2.2 Electromagnetic radiation in equilibrium inside a regular enclosure

Electromagnetic radiation consists of a collection of photons (photons must be considered as indistinguishable particles) whose statistical properties depend on the absolute temperature  $T$  and on the volume  $V$  of the enclosure in which the electric and magnetic fields exist. In this situation, photons are continuously absorbed and emitted again by the walls. Due to this mechanism, the radiation, i.e. the total amount of photons inside the enclosure, depends on the temperature of the walls.

The state,  $s$ , of each photon can be studied by the module and direction of its amount of motion and by the polarization direction of the electrical field's associated to the photon. The existing radiation field in thermal equilibrium inside the enclosure can be absolutely defined if the average number of photons,  $\bar{n}_e$ , on each of the possible states is known. The result of the calculation of this number is the Planck's distribution:

$$\bar{n}_e = \frac{1}{e^{\beta \epsilon_s} - 1} \quad (1.18)$$

Where  $\epsilon_s$  is the photon's energy on the state  $s$ .

To be more specific with this result, the state of each photon must be taken in more detail. Because it is related with electromagnetic radiation, the electrical field  $\epsilon$  satisfies the wave equation:

$$\nabla^2 \epsilon = \frac{1}{c^2} \frac{\delta^2 \epsilon}{\delta t^2} \quad (1.19)$$

This is satisfied by plane wave solutions of the form

$$\epsilon = A e^{i(\kappa \cdot r - \omega t)} = \epsilon_0(r) e^{-\omega t} \quad (1.20)$$

Where  $A$  is any constant, provided that the wave vector  $\kappa$  satisfies the condition

$$\kappa = \frac{\omega}{c}, \quad \kappa \equiv |\kappa| \quad (1.21)$$

If the electromagnetic wave is regarded as quantized, then the associated photon is described as a relativistic particle of energy  $\varepsilon$  and momentum  $p$  given by the relations

$$\begin{cases} \varepsilon = \hbar\omega \\ p = \hbar\kappa \end{cases} \quad (1.22)$$

Since an electromagnetic wave satisfies the Maxwell equation  $\nabla \cdot \varepsilon = 0$ , it follows by 1.20 that  $\kappa \cdot \varepsilon = 0$ , i.e., that  $\varepsilon$  is transverse to the direction of propagation determined by the vector  $\kappa$ . This means that, for each  $\kappa$ , there are two possible photons corresponding to the two possible directions of polarization of electric field  $\varepsilon$ .

Only a certain discrete values of  $\kappa$  are allowed depending on the boundary conditions. Let us consider the enclosure as a parallelepiped with edges  $l_x, l_y, l_z$  in length. We suppose that the smallest of these lengths, call it  $l_l$  is so large that  $l_l \gg \lambda$  where  $\lambda = 2\pi/\kappa$  is the longest wavelength of significance in discussion. Then we can neglect effects occurring near the walls of the container and can describe the situation in terms of simple travelling waves of the form 1.20. To eliminate wall effects it is only necessary to proceed by imposing the periodic boundary conditions.

Let  $f(\kappa)d^3\kappa$  = the mean number of photons per unit volume, with one specified direction of polarization, whose vector lies between  $\kappa$  and  $\kappa + d\kappa$ . There are  $(2\pi)^{-3}d^2\kappa$  photon states of this kind per unit volume. Each of these has an energy  $\varepsilon = \hbar\omega = \hbar c\kappa$ . Since the mean number of photons with one definite value of  $\kappa$  in this range is given by

$$f(\kappa)d^3\kappa = \frac{1}{e^{\beta\hbar\omega}-1} \frac{d^3\kappa}{(2\pi)^3} \quad (1.23)$$

Let us find the mean number of photons per unit volume of both directions of polarization and with angular frequency in the range between  $\omega$  and  $\omega + d\omega$ . This is giving by summing 1.23 over all the volume of  $\kappa$  space contained within the spherical shell of radius  $\kappa = \omega/c$  and  $\kappa + d\kappa = (\omega + d\omega)/c$  and multiplying by 2 to include both directions of polarization:

$$2f(\kappa)(4\pi\kappa^2 d\kappa) = \frac{8\pi}{(2\pi c)^3} \frac{\omega^2 d\omega}{e^{\beta\hbar\omega}-1} \quad (1.24)$$

Let  $\bar{u}(\omega; T)d\omega$  denote the mean energy per unit volume of photons of both directions of polarization in the frequency range between  $\omega$  and  $\omega + d\omega$ . Since each photon of this type has an energy  $\hbar\omega$ , one obtains

$$\bar{u}(\omega; T)d\omega = [2f(\kappa)(4\pi\kappa^2 d\kappa)](\hbar\omega) = \frac{8\pi\hbar}{c^3} f(\kappa)\omega^3 d\omega \quad (1.25)$$

Or

$$\bar{u}(\omega; T)d\omega = \frac{\hbar}{\pi^2 c^3} \frac{\omega^3 d\omega}{e^{\beta\hbar\omega}-1} \quad (1.26)$$

Note that the dimensionless parameter of the problem is the ratio of photon energy to thermal energy

$$\eta \equiv \beta\hbar\omega = \frac{\hbar\omega}{kT} \quad (1.27)$$



Thus one can write  $\bar{u}$  in terms of  $\eta$  as

$$\bar{u}(\omega; T)d\omega = \frac{\hbar}{\pi^2 c^3} \left(\frac{kT}{\hbar}\right)^4 \frac{\eta^3 d\eta}{e^\eta - 1} \quad (1.28)$$

The mean total energy density  $\bar{u}_0$  in all frequencies is given by

$$\bar{u}_0(T) = \int_0^\infty \bar{u}(T; \omega)d\omega \quad (1.29)$$

By 1.25 this becomes

$$\bar{u}_0(T) = \frac{\hbar}{\pi^2 c^3} \left(\frac{kT}{\hbar}\right)^4 \int_0^\infty \frac{\eta^3 d\eta}{e^\eta - 1} = \frac{\pi^2}{15} \frac{(kT)^4}{(ch)^3} \quad (1.30)$$

The definite integral here is just some constant. Hence one is left with the result that

$$\bar{u}_0(T) \propto T^4 \quad (1.31)$$

This statement is called the Stefan-Bolzman law [Reif, 1965].

### 1.8.2.3 Radiation inside an arbitrary enclosure

Consider an enclosure like the one in Figure 1.3 which has an arbitrary shape and which may contain several bodies within it. Its walls may consist of any material and are maintained at an absolute temperature  $T$ . The enclosure thus acts as a heat reservoir. From general arguments of statistical thermodynamics it is known that the equilibrium situation of greatest probability, or entropy, is the one where the radiation, as well as the bodies inside the enclosure, are all characterized by the same temperature  $T$ .

The nature of the radiation field existing at this temperature  $T$  inside the enclosure can be described in terms of  $f_\alpha(\kappa, r)d^3\kappa$  = the mean number of photons per unit volume at the point  $r$ , with the wave vector between  $\kappa$  and  $\kappa + d\kappa$  and with polarization specified by the index  $\alpha$ .

It is assumed that the dimensions of the enclosure are large compared to the wavelengths  $\lambda = 2\pi\kappa^{-1}$  of interest.

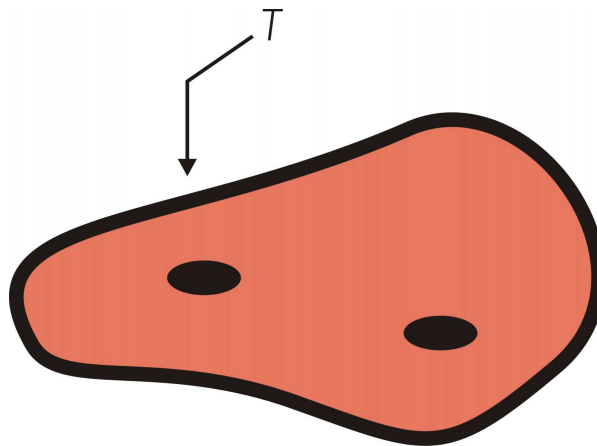


Figure 1.3: Radiation in equilibrium inside an arbitrary cavity.

If the enclosure is in equilibrium, one can immediately make several general statements about  $f$ :

1.  $f$  is independent of  $r$ ; i.e. the radiation field is homogeneous.
2.  $f$  is independent of the direction of  $\kappa$ , but depends only on  $|\kappa|$ ; i.e. the radiation field is isotropic.
3.  $f$  is independent on the direction of polarization of the radiation; i.e. the radiation field in the enclosure is unpolarized.
4.  $f$  does not depend on the shape nor volume of the enclosure, nor on the material of which it is made, nor on the bodies it may contain.

Thus we arrive at the result that in thermal equilibrium  $f_\alpha(\kappa)$  depends only on the temperature  $T$  of the enclosure. In particular it also follows that  $f$  is the same for an arbitrary cavity as it is for the rectangular parallelepiped used for simplicity in the previous section. [Reif, 1965]

#### 1.8.2.4 Radiation emitted by a body at temperature, $T$

The study of thermal equilibrium inside an enclosure can serve as a basis for the study of the determination of the electromagnetic radiation emitted by a body which remains at an absolute temperature. The body emits certain amount of power, or energy per unit time,  $\phi_e(\omega)d\omega$  in the frequency range between  $\omega$  and  $\omega + d\omega$ . This is not exactly an equilibrium situation; there is a continuous radiation energy transfer, a difficult problem to solve. The method of approach consists of investigating the conditions that must prevail to maintain in an equilibrium situation a radiating body inside an enclosure containing radiation at this temperature  $T$ . This problem can be resolved using the “detailed balance” argument: if the body is to remain in equilibrium, then each process of emission by the body must be balanced by an inverse process of absorption of incident radiation. The justification of detailed balance principle rests on the Schrödinger equation of quantum mechanics and Maxwell’s equations of electromagnetic theory, the fundamental laws of microscopic physics. The radiation incident on the body in an equilibrium situation is easily calculated if it is considered as an ideal gas of photons.

The emissivity of a radiating body can be defined as  $\phi_e(\kappa, \alpha)d\omega d\Omega =$  the power per unit area of the body, emitted with polarization  $\alpha$  into a range about  $\kappa$  (i.e., into an angular frequency range between  $\omega$  and  $\omega + d\omega$ , and into the solid angle  $d\Omega$  about the direction  $\kappa$ ). Emissivity depends on the nature of the body and on its temperature.

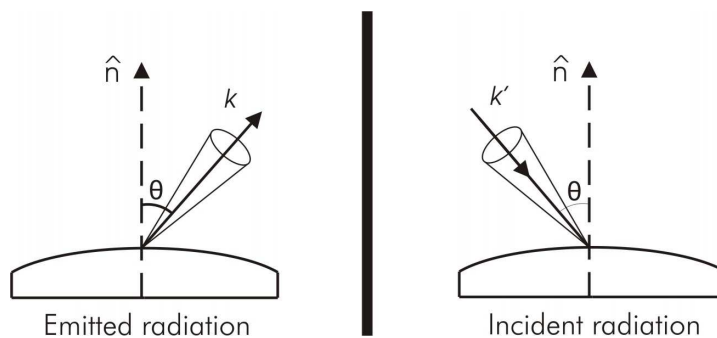


Figure 1.4: Diagram of emission and absorption of radiation by a body.

To describe the process of radiation absorption of a body, let us consider a radiation flux of polarization  $\alpha$  and with a wave vector in a small range about  $\kappa'$  (i.e., with angular frequency in the range between  $\omega$  and  $\omega + d\omega$  and propagating in a direction lying within the solid-angle range  $d\Omega$  about  $\kappa'$ ). Suppose that radiation of this type is incident on the body so that power  $\phi_i(\kappa', \alpha)d\omega d\Omega$  is incident per unit area of the body. The absorptivity is the fraction  $a(\kappa', \alpha)$  of this radiation absorbed by the body. By conservation of energy, the rest of the incident power is then reflected into various directions if we assume the body to be sufficiently thick that none of the incident radiation is transmitted through it. The absorptivity depends on the nature of the body and its temperature,  $T$ . It describes the properties of the body as an absorber of radiation.

The body emits radiation and absorbs a fraction of the incident radiation. In equilibrium conditions, where the temperature of the body is the same of its enclosure, the energy of the body must remain unchanged. Hence emission and absorption processes must balance so that **power radiated by the body is equal to the power absorbed by it** for any particular element of area of the body, for any particular direction of polarization and for any frequency range.

The principle of detailed balance can also be applied to estimate the radiation emitted by a body. On a unit area of this body radiation power  $\phi_i(\kappa, \alpha)$  is incident per unit frequency and solid angle range about the vector  $\kappa$ ; a fraction  $a(\kappa, \alpha)$  of this is absorbed, the rest is reflected. The reverse process occurs with equal probability. In this process an amount of power  $\phi_e(-\kappa, \alpha)$  is emitted by this area of the body per unit frequency and solid angle range about the direction  $-\kappa$ . By equating the powers involved in these two processes, one obtains

$$\phi_e(-\kappa, \alpha) = a(\kappa, \alpha)\phi_i(\kappa, \alpha) \quad (1.32)$$

$$\frac{\phi_e(-\kappa, \alpha)}{a(\kappa, \alpha)} = \phi_i(\kappa, \alpha) \quad (1.33)$$

Quantities on the left side of 1.33 equation depend only on the nature of the body and on its temperature. The incident power, the quantity on the right side of equation 1.33, depends only on the temperature of the equilibrium radiation field inside the enclosure. There exists, therefore, a very close connection between the emissivity and the absorptivity of a body. "A good emitter of radiation is a good absorber of radiation and *vice versa*" (qualitative statement of "Krichhoff's law").

A particularly simple case arises if  $a(\kappa, \alpha)=1$  for all polarizations, frequencies, and directions of the incident radiation. A body having this property is a perfect absorber of radiation and is called a "black body". For a black body

$$\phi_e(-\kappa, \alpha) = \phi_i(\kappa, \alpha) \quad (1.34)$$

The best approximation to a black body is a small hole in the wall of some enclosure. Any radiation incident on this hole from outside gets trapped inside the enclosure with negligible probability of escaping through the hole as a result of several reflections, so it can be considered as a perfect absorber. The emissivity of the hole, i.e. the "effusion" of photons through the hole, is easy to calculate in terms of the mean number  $f(\kappa)d^3\kappa$  of photons per unit volume and of a given polarization.  $c dt \cos \theta d^3\kappa$ ; photons of this kind strike a unit area of the body in time  $dt$ . Since each photon carries energy  $\hbar\omega$  one obtains

$\phi_i(\kappa, \alpha) d\omega d\Omega = (\hbar\omega)(c \cos \theta f(\kappa) d^3\kappa$  Expressing the volume element  $d^3\kappa$  in spherical coordinates and using the relation  $\kappa = \omega/c$  one has  $d^3\kappa = \kappa^2 d\kappa d\Omega = \frac{\omega^2}{c^2} d\omega d\Omega$ . Hence

$$\phi_i(\kappa, \alpha) = \frac{\hbar\omega^3}{c^2} f(\kappa) \cos \theta \quad (1.35)$$

This is independent of the direction of polarization  $\alpha$  since  $f$  does not depend on it, but does depend on the angle  $\theta$  of the direction of incidence with respect to the normal of the surface, see figure 1.4. From 1.33 one thus obtain for the power emitted by a body in the direction  $\kappa' = -\kappa$

$$\phi_e(\kappa', \alpha) d\omega d\Omega = a(-\kappa', \alpha) \frac{\hbar\omega^3}{c^2} f(\kappa) \cos \theta d\omega d\Omega \quad (1.36)$$

If the body absorbs isotropically so that  $a(-\kappa', \alpha)$  is independent of the direction of  $\kappa'$  this shows that the power emitted is proportional to  $\cos \theta$ , where  $\theta$  is the angle between the direction of emission and the normal of the surface. This result is known as "Lambert's Law".

To find the total power  $\phi_e(\omega) d\omega$  emitted per unit area into the frequency range between  $\omega$  and  $\omega + d\omega$  for both directions of polarization, equation 1.36 must be integrated over all possible directions of emission. This means to integrate over all solid angles in the polar angle range  $0 < \theta < \pi/2$  and azimuthal angle range  $0 < \varphi < 2\pi$  and multiply by 2 to include both directions of polarization. Since  $d\Omega = \sin \theta d\theta d\varphi$  and assuming for simplicity that the absorptivity  $a = a(\omega)$  is independent of the direction and polarization of the incident radiation, one obtains

$$\phi_e(\omega) d\omega = 2 \int_{\Omega} \phi_e(\kappa', \alpha) d\omega d\Omega = a(\omega) \frac{2\hbar\omega^3}{c^2} f(\kappa) d\omega \left( 2\pi \int_0^{\pi/2} \cos \theta \sin \theta d\theta \right) \quad (1.37)$$

Or

$$\phi_e(\omega) d\omega = a(\omega) \frac{2\hbar\omega^3}{c^2} f(\kappa) d\omega \quad (1.38)$$

Here the right side is proportional to  $(\hbar\omega) f(\kappa) d^3\kappa$ , i.e. to the mean radiation energy density  $\bar{u}(\omega) d\omega$  inside an enclosure. Thus it can be expressed explicitly in terms of  $\bar{u}(\omega)$  by 1.35 to yield the simple result

$$\phi_e(\omega) d\omega = a(\omega) \left[ \frac{1}{4} c \bar{u}(\omega) d\omega \right] \quad (1.39)$$

Using the equilibrium relation 1.22 for  $f(\kappa)$ , or equivalently, the relation 1.29, one obtains

$$\phi_e(\omega) d\omega = a(\omega) \frac{\hbar}{4\pi^2 c^2} \frac{\omega^3 d\omega}{e^{\beta\hbar\omega} - 1} \quad (1.40)$$

For a black body  $a(\omega) = 1$ , and this becomes the famous **Planck's law** for the spectral distribution of black-body radiation.

The total power  $\phi_e^{(0)}$  emitted per unit area of the body is obtained by integrating 1.40 over all frequencies. If  $a(\omega)$  has a constant value  $a$  in the range where  $\phi_e(\omega)$  is not negligibly small, then the integral is the same as that encountered in obtaining 1.30. Thus one gets simply

$$\phi_e^{(0)} = a \left( \frac{1}{4} c \bar{u}_0 \right) = a(\sigma T^4) \quad (1.41)$$

Where

$$\sigma \equiv \frac{\pi^2 k^4}{60 c^2 \hbar^3} \quad (1.42)$$

The relation 1.41 is called the Stefan-Boltzmann's law and the coefficient  $\sigma$  is the Stefan-Boltzmann constant. Its numerical value is  $\sigma = 1.3806488 \times 10^{-23} \text{ J K}^{-1}$  [Reif, 1965]

## 1.9 METAL CARBON HIGH TEMPERATURE FIXED POINTS.

### 1.9.1 Introduction

Fixed point black bodies perform an important role in radiation thermometry. This reliable and reproducible radiation sources are essential to perform accurate measurements.

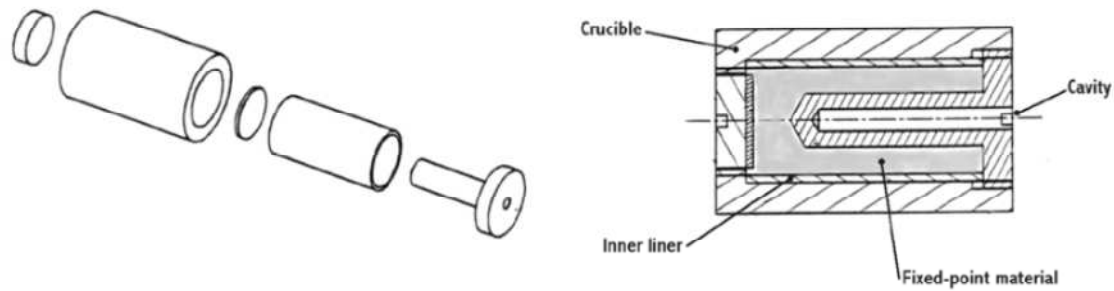
A fixed point black body consist on a crucible with a black body cavity surrounded by the fixed point material, see Figure 1.5. During the solidification of a pure substance, temperature remains stable until all of the material becomes solid and, if it doesn't get contaminated with .impurities, this solidifying temperature remains the same along time. ITS-90 uses Ag, Au and Cu over 960 °C, as reference fixed points. Above the copper point (1084.62 °C) no pure substances have been found suitable to be used as a fixed point material.

To reduce the temperature uncertainty above the Cu freezing point, it would be desirable to have an interpolation scale for a new temperature scale rather than the current extrapolation method used in the ITS-90. Furthermore, the temperature scale realized by the ITS-90 technique is non-unique, because different reference fixed-point blackbodies are allowed. Therefore, additional high-temperature fixed-point blackbodies with high reproducibility are highly desirable to be implemented in a future temperature scale.

In 1996 the Comité Consultatif de Thermométrie (CCT) recommended National Measurement Institutes (NMIs) work towards developing high temperature fixed points above 2300 K having a reproducibility better than 0.1 K [Preston-Thomas, 1990]. There is an increasing need of improved accuracy measurements at high temperatures, in aerospace, nuclear, metals and material industries for instance. Because of these requirements several attempts have been made to construct high temperature fixed points above the copper point, which until recently was the highest temperature reliable fixed-point [Woolliams, 2006].

Studies have been performed on pure metal fixed points such as the freezing point of nickel (1728 K), cobalt (1768 K), iron (1811 K), palladium (1828 K), platinum (2041.3 K), rhodium (2236 K), iridium (2719 K), molybdenum (2895 K) and tungsten (3687 K). These have all been recommended as secondary reference points above the freezing point of copper[Wark, 1999]. However the problem of constructing these fixed points is that graphite cannot be used as the crucible material since it would diffuse in the pure metal contaminating it and thus modifying the transition temperature. To avoid this contamination problem alumina crucibles have been used [Shaw, 1753]. However, alumina crucibles are too fragile for long term practical use and if used for radiation thermometry they have the intrinsic problem of a much lower emissivity than those made with graphite [Bedford, 2003], leading to large corrections required to the radiometric temperature.

During a quite long time, the copper point seemed to be the upper temperature limit until Yosiro Yamada from the NMIJ in Japan conceived and developed eutectic metal-carbon fixed points.[Yamada, 2002].



**Figure 1.5:** High temperature black body fixed point scheme.

### 1.9.2 Binary eutectic alloy systems

A phase in a material, in micro structural terms, is a region which differs from another in structure and / or in composition. Phase diagrams, like the one shown in Figure 1.6 are graphical representations, in different temperatures, pressures and compositions, of the phases present in a material system. Most of phase diagrams have been developed using equilibrium conditions, scientists and engineers use them to understand and predict materials behaviour[Smith, 1993]. Remarkable information which can be obtained from a phase diagram lies in the possibility of:

- Showing the present phases at different compositions and temperatures in slow cooling conditions (equilibrium).
- Showing the solubility in solid and equilibrium state of one element, or a component in another.
- Showing the solidification starting temperature and range for an alloy cooled down in equilibrium conditions.
- Showing the melting temperatures for different phases.

Gibbs' phase rule was proposed by Josiah Willard Gibbs in his landmark paper titled On the Equilibrium of Heterogeneous Substances, published from 1875 to 1878. It is based on thermo dynamical considerations and allows to calculate the number of phases coexisting in equilibrium for any system [Gibbs, 1961]. The rule is the equality:

$$F + P = C + 2 \quad (1.43)$$

Where  $F$  is the number of degrees of freedom,  $C$  is the number of components and  $P$  is the number of phases in thermodynamic equilibrium with each other.

The number of degrees of freedom is the number of independent intensive variables, i. e. the largest number of properties such as temperature or pressure that can be varied simultaneously and arbitrarily without affecting one another. An example of one-component system is a system involving one pure chemical, while two-component systems, such as mixtures of water and ethanol, have two chemically independent components, and so on. Typical phases are solids, liquids and gases.

Many binary alloy systems have components with limited solubility in solid state. The regions with restricted solubility on each side of the diagram are designed as alpha and beta phases and they are known as terminal solid solutions because they appear on the extremes of the diagram. In this kind of simple binary systems there is an specific composition known as the eutectic composition which solidifies at the lowest temperature, the eutectic temperature. [Smith, 1993].

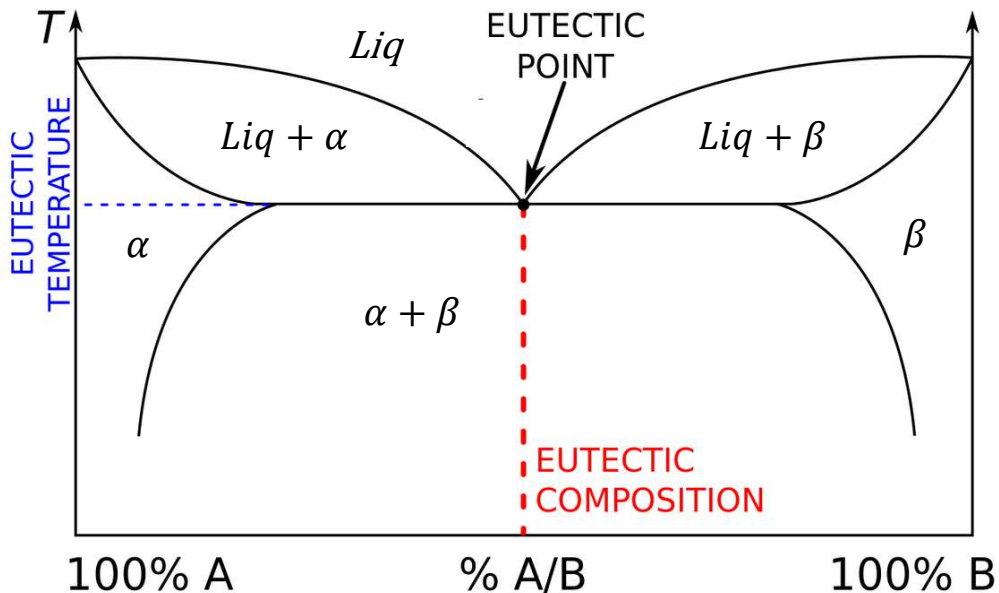


Figure 1.6: Eutectic binary alloy phase diagram.

The word eutectic comes from the Greek *eutektos* that means easily melted. During the eutectic reaction three phases exist and they are in equilibrium, while the eutectic reaction is progressing, the liquid phase is in equilibrium with the solid phases. Eutectics are formed from alloys by an unvarying polyphase solidification reaction:



In the eutectic point, there are three phases present (solid  $\alpha$ , solid  $\beta$  and liquid, *Liq*), the two solid phases grow simultaneously from the liquid phase. The eutectic reaction is called invariant reaction because it takes place in equilibrium conditions; the alloy's composition can't be changed and, at constant pressure, it defines a unique temperature. At constant pressure, the eutectic point is fixed and has no degrees of freedom. This can be demonstrated using Gibbs phase rule, equation 1.44: there are three phases and two components; hence there are 0 degrees of freedom.

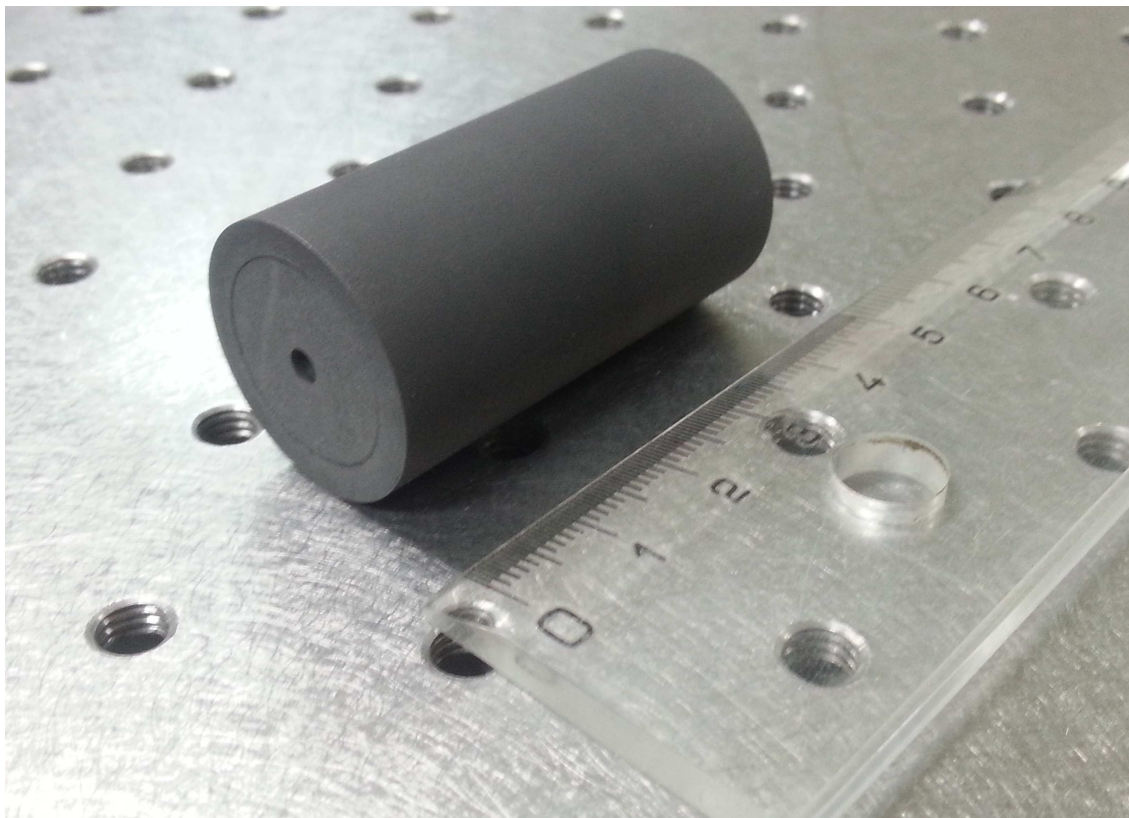
Regardless of the starting composition of the alloy there will always be a melt and freeze feature at this eutectic temperature.

In a real alloy there is often some solid solubility of the two species; this leads to a slightly more complicated phase diagram. In M-C systems some carbon dissolves in the metal. The eutectic reaction is between a metal rich phase and carbon. As long as the solid solubility of the carbon in the metal is exceeded, the eutectic temperature will be realized.

Phase diagrams of the systems that have MC–C reactions are more complex, but the part related to the eutectic transition is functionally the same as for the simpler M–C system. In these cases the eutectic reaction is between a metal carbide compound and pure carbon.

### 1.9.3 Metal-Carbon Fixed point black bodies

Metal-carbon (M-C) eutectics, metal-carbide-carbon eutectics (MC-C) and metal-carbide carbon peritectics M(C)-C allow the use of graphite crucibles, as the one shown in Figure 1.7. These new fixed points consist in the use of metals that have a eutectic reaction with carbon, the resulting eutectic alloy is the fixed point material. The usage of such materials avoids the contamination problem when using graphite crucibles because graphite is one of their components, and thus enables the use of graphite to construct high temperature crucibles. The advantages of using graphite crucibles are their much better robustness and higher emissivity compared to alumina crucibles. Moreover there is a significant intrinsic advantage through using M-C fixed points in graphite crucibles. First, the M-C eutectic transition temperature is independent of the amount of carbon present in the alloy, provided that the solid solubility of carbon in the metal is exceeded. Even this latter condition is not true if realised in a graphite crucible for the metal dissolves graphite from the crucible itself until it attains the eutectic composition. Similarly, when the concentration of carbon in the alloy is hypereutectic (i.e. too high a concentration of graphite to be at the eutectic composition), primary graphite will form (i.e. will be precipitated) during freezing until the remaining liquid reaches the eutectic composition along the *liquidus* line. At this point the transition will occur at the eutectic temperature. The precipitated graphite has no noticeable effect on the measured transition temperature. Binary eutectics are formed from two materials that have limited solid solubility in each other [Castro, 2011a].



**Figure 1.7:** CHINO ® industries high temperature fixed point black body with a 3 mm diameter aperture



# CHAPTER 2 STATE OF THE ART IN ABSOLUTE PRIMARY RADIOMETRY FOR THERMOMETRY

## 2.1 BASIS OF ABSOLUTE PRIMARY RADIOMETRIC THERMOMETRY [MACHIN, 2012A]

The determination of thermodynamic temperatures through absolute primary (spectral) radiometric thermometry requires the following:

- A blackbody with a known (high) spectral emissivity.
- A measurement of the spectral radiance of the blackbody traceable to the units of the SI.

Primary radiometric thermometry is based directly on Planck's equation 2.1. The spectral radiance of an ideal blackbody,  $L_{b,\lambda}(\lambda, T)$ , that is the power emitted per unit area per solid angle, is given by Planck's law:

$$L_{b,\lambda}(\lambda, T) = \left(\frac{2hc^2}{\lambda^5}\right) \frac{1}{\exp\left(\frac{hc}{\lambda kT}\right) - 1} \quad (2.1)$$

Where  $T$  is the thermodynamic temperature,  $k$  is the Boltzmann's constant,  $h$  is the Planck's constant,  $c$  is the speed of light in vacuo, and  $\lambda$  is the wavelength in vacuo. The unit of the spectral radiance is  $\text{W m}^{-2}\text{sr}^{-1} \text{nm}^{-1}$ .

The implementation of absolute primary radiometric thermometry requires that the quantities involved are traceable to the units of the SI. Hence, the power measurement must be traceable to the definition of the watt; wavelength, area and distance to the definition of the metre.

The spectral power is determined by using a detector of known spectral responsivity in a particular wavelength band and in a defined solid angle.

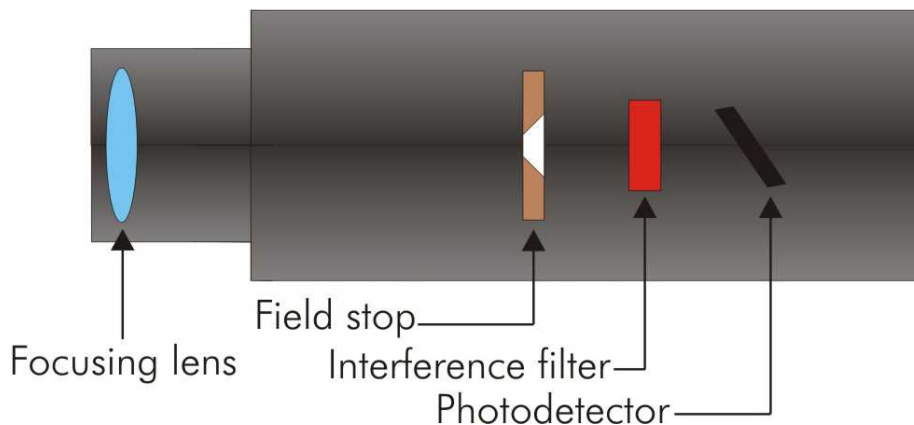
Different practical implementations of absolute primary radiometric thermometry are possible, but all require the following common calibration infrastructure:

- Usually a trap detector calibrated at distinct wavelengths from a laser or monochromator is used as a reference detector, whose spectral responsivity is derived from a cryogenic electrical substitution radiometer and a continuous spectral power responsivity scale, obtained by interpolating with a physical model. This provides power traceability to the watt.
- Facility for the calibration of the spectral responsivity, of the filter radiometer by comparison with the trap detector. This requires a monochromatic source, tuneable across the bandwidth of the filter radiometer, which is often achieved by using a tuneable laser illuminating an integrating sphere or, alternatively, a monochromator-based source. The wavelength determination of the laser, or the wavelength scale calibration of the monochromator, provides traceability to the metre. For a spectral radiance responsivity calibration, the source must also be Lambertian.
- Set up with two precision circular apertures with known diameter and separation to perform the radiance responsivity calibration. The areas of these apertures and separation distance provide traceability to the metre.

## 2.2 FILTER RADIOMETERS

In principle, there are a number of different filter radiometer implementations but in practice the filter radiometer, as can be seen in Figure 2.1, is comprised of a detector, a spectrally selective filter and a geometric/optical system with at least one defining aperture; in addition, at least one lens has to be added for imaging systems. The filter blocks most of the incoming light and it only let pass a short spectral range of wavelengths around its nominal wavelength value which is called the filter's bandpass region. The passing wavelength range is just a few nanometers. This simplifies ulterior calculations from the measurements made with the radiometer.

Filter radiometry is at the heart of optical radiation measurement. It is the tool that provides the traceable link from the cryogenic radiometer to the 'real world' of polychromatic sources. The filter radiometer measures the optical power emitted by a source within a particular spectral band and specific geometry.



**Figure 2.1:** Schematic of a filter radiometer with imaging system.

Filter radiometers have many applications, some requiring absolute calibration - traceable to a primary spectral responsivity scale while others simply relative calibration.

Filter radiometers are used to measure the radiance of a blackbody source in one particular wavelength band. This measurement, through Planck's law, determines the blackbody's temperature and hence spectral output at all wavelengths.

As a filtered detector determining the temperature of a blackbody source, an imaging filter radiometer is identical to a radiation thermometer [filter-radiometry @ [www.npl.co.uk](http://www.npl.co.uk)].

## 2.3 METHODS FOR ABSOLUTE PRIMARY RADIOMETRY IN THERMOMETRY [MACHIN, 2012A]

There are different practical implementations of primary spectral-band radiometers to measure radiance. Each method involves a different approach to the realisation of a primary thermometry scale. The four most relevant of these methods are summarized below.

## 2.3.1 Non-imaging methods

### 2.3.1.1 The power method:

In this method the radiometer is calibrated for spectral power responsivity,  $R_{\Phi}(\lambda)$ , and its photocurrent is

$$i = \int R_{\Phi}(\lambda)\Phi_{\lambda}(\lambda)d\lambda \quad (2.2)$$

The power responsivity is determined by calibration against a source that underfills the radiometer. To use it for thermometry, the radiometer has to be fit in a geometric system with two apertures to measure the radiance of the blackbody (see Figure 2.2). For this method the uniformity of the detector is very important.

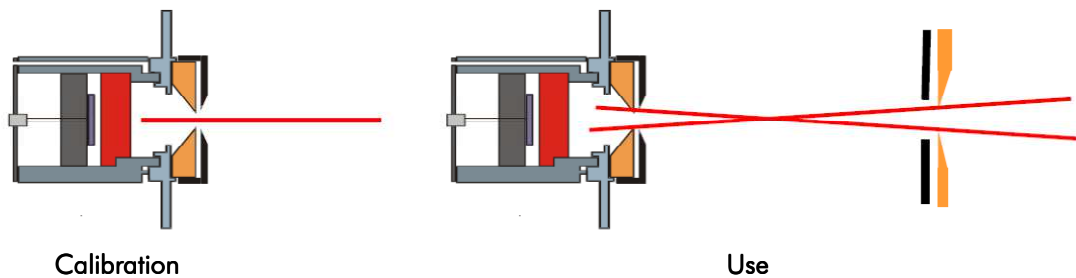


Figure 2.2: The power method scheme.

### 2.3.1.2 The irradiance method

If the radiometer is calibrated for spectral irradiance responsivity,  $R_E(\lambda)$ , the photocurrent measured by the radiometer is

$$i = \int R_E(\lambda)E_{\lambda}(\lambda)d\lambda \quad (2.3)$$

The spectral irradiance responsivity of the filter radiometer with mounted aperture is determined against a calibrated trap detector together with a calibrated entrance aperture, defining the effective area of the trap detector. In addition, a uniform irradiance has to be produced on the radiometer's entrance. The aperture is overfilled during the calibration and in use for this method (see Figure 2.3).

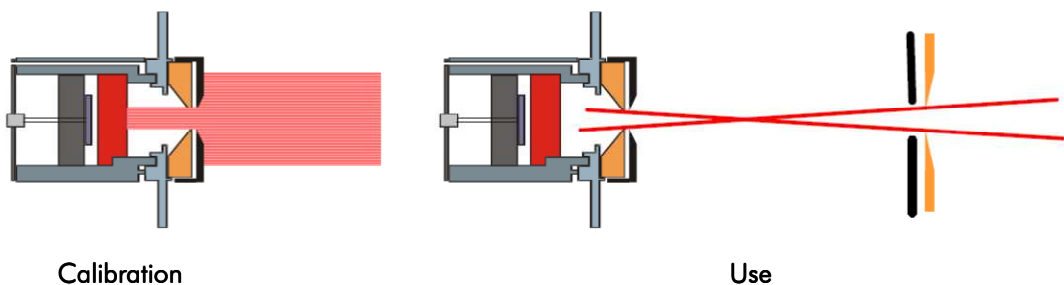


Figure 2.3: The irradiance method scheme.

## 2.3.2 Imaging methods

Imaging methods are usually related to measure radiation sources (black bodies) with small aperture diameter and they involve the use of focusing lenses. The source area of interest is imaged within the radiometer.

### 2.3.2.1 The hybrid method

The irradiance approach can be applied to smaller blackbody cavities, by introducing a single lens as shown in Figure 2.4. The calibration is usually performed "in parts", with the irradiance responsivity of the filter radiometer and the transmittance of the lens determined separately. Again, an additional aperture is added to the lens to form the geometric system for radiance measurements.

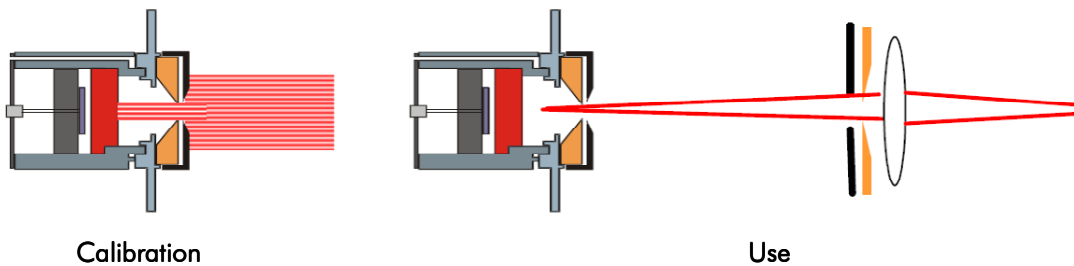


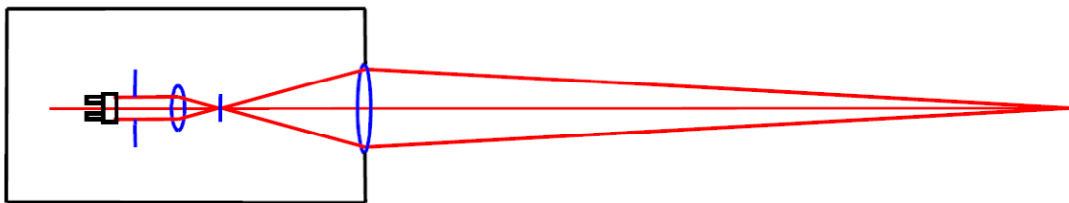
Figure 2.4: The hybrid method scheme.

### 2.3.2.2 The radiance method

If the radiometer is calibrated for spectral radiance responsivity,  $R_L(\lambda)$ , the photocurrent measured by the radiometer is

$$i = \int R_L(\lambda)L_\lambda(\lambda)d\lambda \quad (2.4)$$

The calibration of such a system is by comparison with a source of known radiance. The instrument can then determine the blackbody radiance directly. The configuration of the radiometer in this method is the same in calibration as in use.



Calibration and Use

Figure 2.5: The radiance method scheme.

Depending on local requirements and constraints, each laboratory selects the best approach to spectral band radiometry in order to create a primary thermometry scale. In the following table the methods chosen by the main laboratories across the world to calculate absolute thermodynamic temperatures of HFTP's and the uncertainties achieved that have been published to date are listed.

Laboratory	Method	Uncertainty from Co-C to Re-C with $k = 2$
NPL (UK)	Hybrid	0.3 °C – 0.8 °C [Woolliams, 2012a]
NIM (China)	Hybrid	0.3 °C – 0.9 °C [Yuan, 2013]
VNIIOFI (Russia)	Irradiance	0.4 °C – 0.95 °C [Gavrilov, 2013]
PTB (Germany)	Irradiance	0.2 °C – 0.6 °C [Woolliams, 2012a]
	Radiance	0.2 °C - 1 °C [Keawprasert, 2011b]
LNE-INM/CNAM (France)	Spectroradiometer	0.45 °C – 1.4 °C [Woolliams, 2012a]
NMIA (Australia)	Spectrophotometer	0.25 °C – 0.7 °C [Woolliams, 2012a]
NRC (Canada)	Irradiance	0.4 °C – 0.95 °C [Todd, 2013]

**Table 2.1:** State of the art in spectral band radiometry for absolute thermometry.

## 2.4 JUSTIFICATION OF CEM'S CHOICE: THE RADIANCE METHOD

Due to the limited performance of the available high-temperature furnaces, the temperature gradient in the cavity heating the high-temperature fixed points is quite steep. Proper application of fixed points, on the other hand, requires a homogeneous temperature distribution over the length of the fixed-point cell to ensure homogenous melting and freezing of the fixed-point material. Consequently, fixed-point cells with small dimensions are less sensitive to temperature gradients inside a furnace cavity and are therefore widely used as temperature fixed-points in radiation thermometry. [Anhalt, 2009].

To be as close as possible to the theoretical concept of black body with emissivity values near the unity, fixed point's cavities must have small apertures. The reduced dimensions of HTFP cells force their apertures to have small dimensions too, with diameters between 3 mm and 6 mm; indeed, InK project cells have 3 mm aperture diameters. The measurement of cells with such small apertures requires lens-based radiation thermometers. Then the most direct approach to absolute radiation thermometry is an appropriately designed imaging radiometer based on a silicon filter radiometer.

In this situation, there exist two possibilities at CEM: Using a commercial radiation thermometer (LP2) owned by CEM and developing a non-commercial filter radiometer. If using LP2, the absolute spectral radiance responsivity calibration has to be made in radiance mode due to its complex optical design including a telescope and a Lyot stop.

Regarding non commercial filter radiometers developed at CEM, they could be designed and/or configured for being calibrated in irradiance mode or the hybrid method, but there are a series of inconveniences and lacks that made us discard these methods such as

- The difficulty on placing a precision aperture in front of the high temperature furnace and refrigerate it properly in order to maintain the precision aperture at the same temperature its diameter was measured, so that measuring errors related to a change in aperture's geometry are avoided.
- The lack of big aperture black body sources suitable for being measured in the Chino ® furnace at CEM.

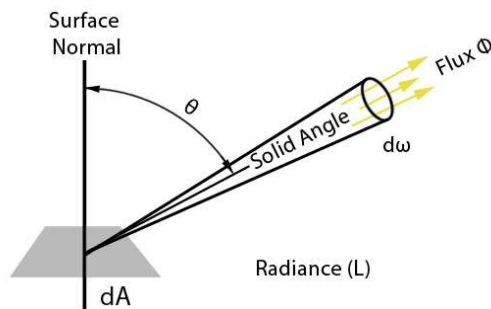
- Irradiance mode could be a straightforward method in case the laboratory owns two high temperature furnaces as, for instance PTB does, but the method gets quite tricky in a laboratory that owns two fixed points with different aperture diameters but both of them must be measured at the same high temperature furnace like, for instance, in the case of NRC.

Furthermore, radiance mode calibrated radiation thermometers have been shown to provide the lowest uncertainties associated both to their calibration as well as to thermodynamic temperature measurements performed using them, so it was decided to calibrate the non commercial radiometers developed at CEM following the radiance method too.

## 2.5 REALISATION AND DISSEMINATION OF THERMODYNAMIC TEMPERATURE ABOVE THE SILVER POINT USING THE RADIANCE METHOD

### 2.5.1 Spectral radiance absolute calibration

Radiance is the flux of radiant power per unit solid angle and per unit projected area of radiating surface. In SI units, It is expressed in watts per square meter per steradian ( $\text{W}\cdot\text{sr}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ ), see Figure 2.6. A filter radiometer calibrated in absolute radiance responsivity can measure the absolute radiance emitted by a black body and, applying Planck's law, calculate its thermodynamic temperature. The absolute calibration in radiance mode process of a filter radiometer consists on measuring the current detected by the radiometer when it is in front of a radiation source of known radiance [Yoon, 2006].

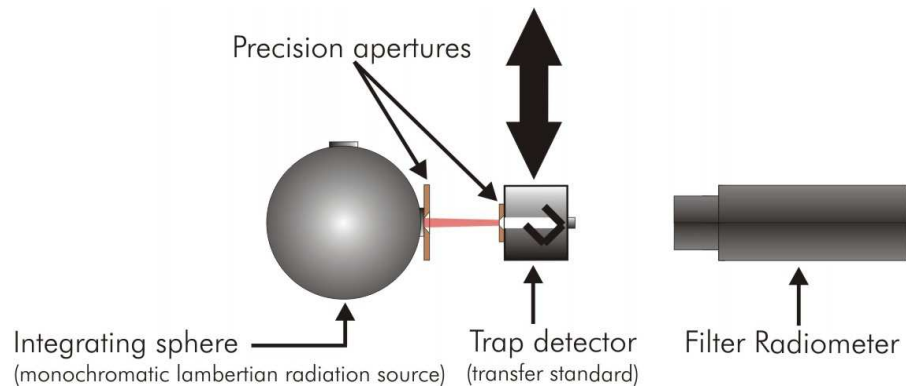


**Figure 2.6:** Radiance describes how much light is arriving at a point from an extended source in a specific direction.

The calibration of the filter radiometer must be traceable to the primary standards employed to materialize the calibration units: the radiant watt and the meter.

To obtain traceability to the radiant watt, during the calibration, the signal from the radiation source is measured with the filter radiometer and also with a transfer standard called trap detector. The trap detector is previously calibrated against an electrical substitution cryogenic radiometer (usually refer to as cryogenic radiometer simply), a primary standard for the measurement of optical radiant power. The solid angle emitting from the radiant source is delimited by two precision apertures. One of them is placed at the exit of the radiating source and the other one at the entrance of the trap detector. Traceability to the meter is achieved from the calibration of the diameter of the apertures and from the measurement of

the distance between them. In Figure 2.7 a simplified scheme for the absolute radiance calibration of a filter radiometer can be seen.



**Figure 2.7:** Simplified absolute radiance calibration scheme of a filter radiometer.

Since filter radiometers and transfer standards don't have the same responsivity for the whole radiation spectrum, the calibration must be performed at discrete wavelengths across its bandpass region to determine their absolute spectral radiance responsivity for each of these wavelengths. In SI units, spectral radiance is measured in watts per square meter per steradian per nanometer ( $\text{W}\cdot\text{sr}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{nm}^{-1}$ ). This means that the radiation source for the filter radiometer's absolute calibration must be monochromatic. Two different systems can be used as monochromatic sources: laser-based systems and monochromator-based systems.

Lambert's cosine law says that the radiant intensity or luminous intensity observed from an ideal diffusely reflecting surface or ideal diffuse radiator is directly proportional to the cosine of the angle  $\theta$  between the observer's line of sight and the surface normal [Fowles, 1975]. A surface which obeys Lambert's law is said to be Lambertian. Such a surface has the same radiance when viewed from any angle. To simplify calculations, the radiation source for the filter radiometer's absolute calibration should be Lambertian.

The radiation source for the absolute calibration of the filter radiometer should be an integrating sphere, an optical component consisting of a hollow spherical cavity with its interior covered with a diffuse white reflective coating, with small holes as entrance and exit ports. Integrating spheres provide quasi-Lambertian radiation.

To minimize experimental errors, the spectral calibration is usually carried out in two steps, firstly the relative spectral responsivity along the spectral range defined by the radiation thermometer's filter is determined and then the absolute spectral radiance responsivity calibration of the instrument is measured at least for one wavelength close to its central wave length (CWL), on the flattest area of the spectral responsivity curve of the filter radiometer in order to reduce the wavelength uncertainty effect.

During the calibration, the calculated spectral radiance is compared with the photocurrent generated at the radiation thermometer to determine the absolute spectral radiance responsivity of the radiation thermometer according to the following equation [Mantilla, 2014]:

$$R_{RT}^L(\lambda) = G \frac{I_{ph,RT}}{I_{ph,trap}} \frac{R_{trap}^p(\lambda_0)}{A_{trap,det}} R(\lambda) \quad (2.5)$$

In the equation above,  $G$  is the geometric factor:

$$G = \frac{2\pi r_1^2}{r_1^2 + r_2^2 + d^2 + \sqrt{(r_1^2 + r_2^2 + d^2)^2 - 4 \cdot r_1^2 \cdot r_2^2}} \quad (2.6)$$

Where  $r_1$  is the radius of the aperture at the sphere,  $r_2$  is the radius of the the trap detector's aperture,  $d$  is the distance between apertures,  $I_{ph,RT}$  and  $I_{ph,trap}$  are the photocurrents obtained from the radiation thermometer and the trap detector, respectively, and  $R_{trap}^{\phi}(\lambda_0)$  is the spectral responsivity of the trap detector at the wavelength the absolute calibration is done ( $\lambda_0$ ),  $A_{trap\_det}$  is the detector aperture area, and  $R(\lambda)$  is the relative responsivity of the radiation thermometer.

### 2.5.1.1 Determination of the absolute spectral responsivity of the transfer standard, traceability to the cryogenic radiometer [Zwinkels, 2010]

One of the basis for the traceability of all optical radiation standards is the cryogenic radiometer. It uses the electrical substitution technique, whereby the heat produced by optical power incident on an absorbing cavity is compared with the electrical power required to heat the cavity to the same temperature.

The operating principle of a cryogenic radiometer is the same as that of any electrical substitution radiometer but with the advantage that operation at low temperatures reduces all the uncertainties of the parameters limiting the accuracy of working at room temperature

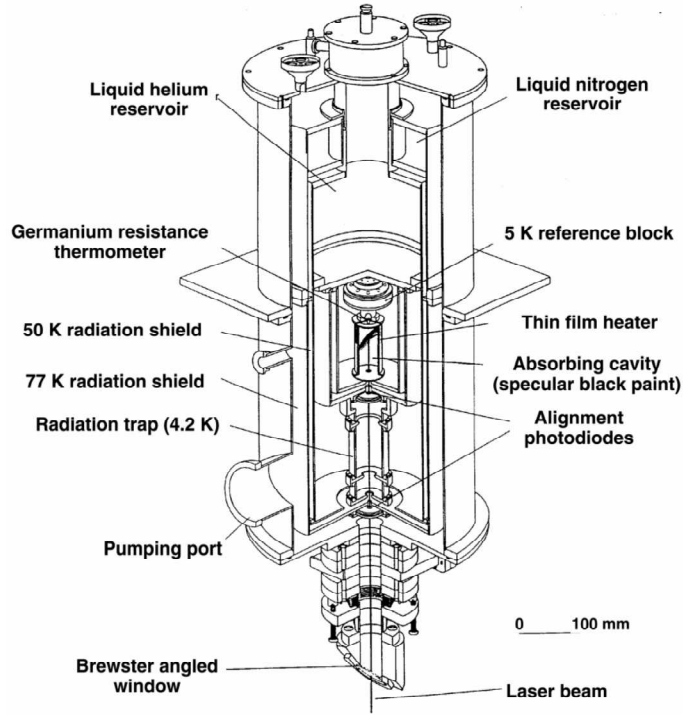
Since vacuum is needed in the absorbing radiation cavity to work at such low temperatures, a window has to be placed at the entrance aperture of the cavity and because of that such radiometers use to utilize polarized laser radiation from outside the cavity as a convenient monochromatic source of radiation, the measurement of transmittance of the window is required. The window is placed inclined at Brewster's angle respect to the optical path to minimize reflectance. However, there are notable exceptions to this; for example, at NRC the radiometer has been optimized for operation with a monochromator and the transfer standard photodiodes are contained within the same vacuum chamber, removing the need for measurements of window transmittance [Boivin, 1995].

The cryogenic radiometer measures the radiant power contained within a nominally monochromatic beam of radiation. Uncertainties < 0.01% are now reported for radiant flux measurements made with this device.

Efforts have also been made to link the Boltzmann's constant with absolute radiometry by measuring the total radiance (or exitance) of a blackbody cavity radiator at the triple-point temperature of water (which is exactly known by the definition of the kelvin) [Fox, 1990; Martin, 1998].

Figure 2.8 shows an scheme of N.I.S.T's high accuracy cryogenic radiometer as an example of such devices.





**Figure 2.8:** *N.I.S.T. high accuracy cryogenic radiometer scheme.*

Cryogenic radiometers provide a reference for transfer standards, instruments easier to operate with, such as trap detectors silicon photodiode-based devices. These first level calibrations can provide expanded uncertainties as low as 0.008% [Goebel, 1997]. Internal quantum efficiency models have been developed for the purpose of interpolating the calibration results between the laser wavelengths [Gentile, 1996; Kübarsepp, 2000; Werner, 2000]. As a result, trap detector responsivities, and thus the photon-to-electron conversion efficiencies, can be determined with expanded uncertainties of around 0.02% in optimal conditions [Werner, 2000; Campos, 2001].

### 2.5.1.2 Transfer standards: Trap detectors

Silicon photodiode as photon-to-electron converter of high quality are convenient detectors of visible light. They are sensitive, their spatial responsivity is uniform and the response is linear with respect to intensity of radiant flux. Silicon photodiodes are also fast detectors and their responsivity changes very little over extended periods of time. The spectral responsivity of a silicon photodiode can be modeled by [Zwinkels, 2010].

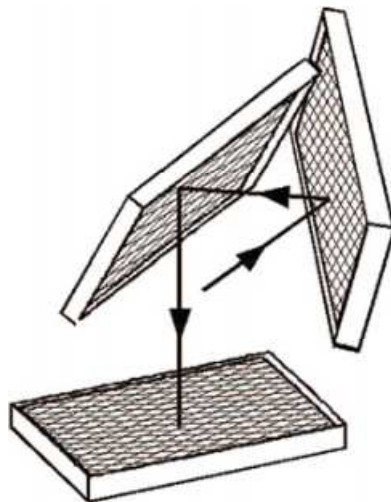
$$R(\lambda) = n \frac{e\lambda}{hc} [1 - \rho(\lambda)] [1 - \delta(\lambda)] \quad (2.7)$$

Where  $n$  is the refractive index of air for wavelengths  $\lambda$  in air. The correction factors are related to reflectance  $\rho(\lambda)$  of the detector and to relative losses/gains  $\delta(\lambda)$  of the charge carriers in the photodiode. The latter correction factor determines the internal quantum efficiency of the photodiode whereas the external quantum efficiency also includes photon losses due to reflection.

The responsivity,  $n \frac{e\lambda}{hc}$ , in equation 2.7 corresponds to an ideal detector, where each of the incoming photons produces one electron-hole pair to be measured in an external electrical circuit. This type of detector would operate as an ideal photon to electron converter with

unity conversion efficiency. If an ideal photon-to-electron converter were available, the problem of measuring the flux of (monochromatic) photons could be converted to a potentially simpler problem of measuring electric current. Furthermore, counting of single photons would then be equivalent to counting of single electrons.

In a practical photodiode, recombination of the electron-hole pairs reduces the responsivity as compared with an ideal device. In 1980, a series of papers was published to determine the recombination losses in the Si-SiO<sub>2</sub> interface by self-calibration techniques [Geist, 1980a, 1980b; Zalewski, 1980]. When combined with reflectance data, these measurements allowed the spectral responsivity  $R(\lambda)$  of the silicon photodiode to be determined within 0.1% uncertainty at the longer visible wavelengths [Geist, 1980].



**Figure 2.9.** Schematic structure of a trap detector. The planes of incidence of the two upper photodiodes are perpendicular, making the reflectance out of the detector insensitive to the polarization state of the incoming light beam.

A convenient way to eliminate the specular reflection losses is to arrange several photodiodes in a so called trap configuration, where radiation reflected by every element is sensed by the following one (being negligible the radiation leaving the device after 5 reflections), and to measure the combined photocurrent of all diodes

Trap detectors are an almost ideal radiometric transfer standard capable of transferring the absolute radiant flux scale from the cryogenic radiometer to the user with an uncertainty of less than 0,02 % across the whole visible spectrum [Fox, 1990].

The most important property of the trap detector is its near unity internal quantum efficiency without the need for the application of any reverse bias voltage [Fox, 1991].

### 2.5.1.3 Apertures diameter and distance calibration

Traceability to the Spanish national standard meter is achieved by calibrating the diameter and the distance between the precision apertures that conform the solid angle during the absolute radiance responsivity calibration of the filter radiometer. This three values conform the geometrical factor  $G$  from the expresion 2.5 calculated by equation 2.6

Although contact methods could be applied if the measuring probe touches gently the aperture edge, diameters are preferably determined using non contact methods.

Distance between apertures can be measured using measuring gauges, measuring sticks, analogic or electronic calibres, micrometers or any other length measuring device calibrated and traceable to length national standards; however, interferometry is the best choice regarding its low associated uncertainty.

## 2.5.2 Secondary characterizations of a filter radiometer

The absolute spectral radiance responsivity calibration of the filter radiometer will be enough to calculate thermodynamic temperatures. However, for the complete determination of the uncertainty budget associated to this measurement, secondary measurements must be performed.

### 2.5.2.1 Radiant source uniformity

The integrating sphere used for the filter radiometer's absolute calibration is supposed to be Lambertian and, hence, spatially and angularly uniform. However, in practice, integrating spheres aren't 100% uniform. Their homogeneity must be measured and added to the uncertainty budget.

The spatial homogeneity of the radiating source is measured by scanning the measuring spot of the filter radiometer across the opening and recording the obtained photocurrent. The non-uniformity of the source is the maximum difference observed, measured in percentage.

### 2.5.2.2 Out of band transmission

Transmittance outside the bandpass region of selective filters is several orders of magnitude lower but it doesn't have exactly a zero value. A small fraction of this out of band radiation passes through the radiometer's selective filter and is detected by the silicon photodiode. This is the so called out of band transmission (OOB). Hence, the signal measured by a filter radiometer is the sum of the signal corresponding to the band-pass region and the corresponding to the out of band region. On the other hand, for the HTFPs absolute temperature determination, only the pass-band region is taken into account. Therefore, the percentage of the signal measured by the filter radiometer corresponding to the OOB transmission must be quantified to apply corrections to the temperature calculation.

Out of band transmission is measured performing relative spectral responsivity calibrations of the filter radiometer in a wide wavelength range, from ultra violet range to the near infrared. For time saving reasons, the sampling step for this type of calibrations is several nanometers.

### 2.5.2.3 Size of the source effect

The size of source effect (SSE) quantifies the dependence of the radiometer or radiation thermometer measured signal on the environment surrounding the target area. The SSE results from the diffraction and scattering of radiation and from the optical imperfections and aberrations within the optical system of radiation thermometers and contributes to the uncertainty in temperature measurements [Hao, 2011; Lu, 2011].

The SSE of radiation thermometers is generally determined using indirect methods, using a central obscuration, and direct methods, without central obscuration. Applying the indirect method, SSE is calculated using the following equation [Dury, 2014]:

$$\sigma(d, d_0) = \frac{v(L, d) - v(L, d_0)}{v(L)} \quad (2.10)$$

Where  $d$  is the diameter of the uniform radiance source,  $d_0$  the diameter of the central obscuration and  $L$  the radiance of the source. The signal measured while viewing the unobstructed radiance source is  $v(L)$ , the signal measured while viewing the central obscuration with the diameter of the radiance source,  $d$ , is  $v(L, d)$ , and the signal measured with the diameter of the variable aperture at the diameter of the central obscuration,  $d_0$ , is  $v(L, d_0)$ . If stray radiation during the measurements is not present then the signal  $v(L, d_0)$  should be equal to the signal with the radiance source turned off [Yoon, 2005].

SSE is a contribution factor to the uncertainty budget associated to the absolute temperature determination but, if it is sufficiently low, there will be no need to make corrections because of it.

#### 2.5.2.4 Amplifier calibration

The sensitive element of the filter radiometer, the silicon photo detector, generates a weak photo current that must be amplified before it is sent to the digital voltmeter (DVM) used to measure the signal. The amplification of the photocurrent avoids signal losses because of the impedance of the cable connection and makes it less sensitive to the influence of the surrounding electromagnetic radiation. Typical photocurrent input signals are at the nanoampere range. The amplifier converts then into volts.

The amplifier requires several gain ratios because the intensity of the photocurrent gets different levels depending on the intensity of the radiant source measured. All of these gains must be calibrated with enough accuracy to determine the photocurrent that corresponds to the readings in the DVM, they will be employed for the accurate conversion from the volts indicated by the DVM to the amperes generated by the silicon photo detector.

#### 2.5.2.5 Filter radiometer's linearity

For the correct determination of thermodynamic temperatures from the signal measured by a filter radiometer, the instrument must have a linear behaviour across its working dynamic range. This involves that the relation between the photocurrent generated and the radiance of the source must remain proportional from the lowest signal detected, normally from the source used for the instrument calibration, to values above the highest temperature intended to be measured, the Re-C HTPF [Saunders, 2011]. The amplifier is an important component of the radiometer involved in its linearity but also the stability of the optical system can contribute. Therefore, it is advisable to study the filter radiometer linearity as a whole. One of the different existing techniques to measure linearity is beam flux addition [Sanders, 1972; Yoon, 2008]. In this technique, the radiometer measures the signal from two different radiation sources with the same nominal radiance value,  $S_1$  and  $S_2$ , separately and then the signal from both of them simultaneously,  $S_{1+2}$ . The filter radiometer linearity, can be expressed as,

$$Lin = \frac{S_{1+2} - dc}{S_1 - dc + S_2 - dc} \quad (2.12)$$

Where  $dc$  is the radiometer's dark current, the signal generated in absence of radiation. In an ideal case, linearity should be 1. Non-linearity,  $NLin$  is the deviation of the filter radiometer to the ideal behaviour,

$$NLin = 1 - Lin \quad (2.13)$$

Non-linearity is an essential characteristic of a filter radiometer. It is desirable to have low *NLin* values to avoid applying corrections to the measurements and just including it in the uncertainty budget.

### 2.5.3 Radiation temperature determination

Once the radiometer is calibrated in absolute spectral radiance responsivity,  $R_{RT}^L(\lambda)$ ; thermodynamic temperature of fixed points can be obtained from the photocurrent values measured using the expression:

$$I_{ph} = \int R_{RT}^L(\lambda)L(\lambda, T)d\lambda \quad (2.14)$$

Where  $I_{ph}$  is the photocurrent measured at each fixed point and  $L(\lambda, T)$  is the spectral radiance given by Planck's law at temperature  $T$ .

Thermodynamic temperature can be calculated from equation 2.14 by two different methods: the iterative process and the Sakuma-Hattori approximation

#### 2.5.3.1 Iterative process

An iterative process is an algorithm which involves repeated use of the same formula or steps. Typically, the process begins with a starting value which is plugged into the formula. The result is then taken as the new starting point that is then introduced into the formula again. The process continues to repeat.

In this case, an initial random temperature,  $T_0$ , is introduced in Planck's law equation,  $L(\lambda, T) = \frac{c_1}{\lambda^2} \frac{1}{e^{\left(\frac{c_2}{\lambda T}\right)} - 1}$  and a radiance value is calculated for each of the wavelengths of the filter radiometer's band pass region with the same integration step  $\Delta\lambda$ , the instrument was calibrated in spectral radiance responsivity.

After this, a numerical integration method, such as Simpson's rule, is applied to resolve the integral  $\int L(\lambda)S_{RT}^L(\lambda)d\lambda$  and these values obtained are tested in expression 2.14

If  $T_0$  produces an error under the tolerance established it will be the result of the iterative process and it will be considered as the measured thermodynamic temperature.

If the error is greater than the tolerance,  $L(\lambda_c, T)$  will be calculated from equation 2.14 to get a new temperature,  $T_p$ , to repeat the process using the expression

$$T_p = \frac{c_2}{\lambda_c} \frac{1}{\log\left(\frac{c_1}{\lambda_c^5 L(\lambda_c, T)}\right) - 1} \quad (2.15)$$

The process is repeated until the error value is under the tolerance limit [Campos, 2013].

### 2.5.3.2 Sakuma-Hattori approximation [Saunders, 2003]

Alternatively, the signal in equation 2.14 may be approximated by an algebraic interpolation equation in terms of several adjustable parameters. Since Radiation thermometry is firmly grounded in thermodynamics via Planck's law, it is possible to develop non-empirical interpolation equations whose parameters are related directly to the radiometric characteristics of the thermometer itself.

For sufficiently narrow bandwidths an interpolation equation is totally characterized by two quantities, the mean wavelength,  $\lambda_0$ , and the variance of the spectral responsivity,  $\sigma^2$ .

One way to achieve this, as was first suggested by Coates [Coates, 1977], is to expand the Planck function as a Taylor series about some wavelength,  $\lambda_0$ . If  $\lambda_0$  is chosen to be the mean wavelength of the spectral responsivity,

$$\lambda_0 = \frac{\int \lambda S_{RT}^L(\lambda) d\lambda}{\int S_{RT}^L d\lambda} \quad (2.16)$$

Using the Wien approximation to Planck's law the variance can be calculated as

$$\sigma^2 = \frac{\int (\lambda - \lambda_0)^2 S_{RT}^L(\lambda) d\lambda}{\int S_{RT}^L d\lambda} \quad (2.17)$$

Sakuma-Hattori equation is one of the interpolation equations for radiation thermometers that can be generated by choosing a functional form for the relationship between effective wavelength and temperature [Sakuma, 1997]:

$$S = a_1 \exp\left(\frac{-c_2}{a_2 T + a_3}\right) \quad (2.18)$$

Where:

$$a_1 = c_1 \int_0^\infty \frac{R_{RT}^L(\lambda)}{\lambda^5} d\lambda \quad (2.19)$$

$$a_2 = \lambda_0 \left[1 - 6 \left(\frac{\sigma}{\lambda_0}\right)^2\right] \quad (2.20)$$

$$a_3 = \frac{c_2}{2} \left(\frac{\sigma}{\lambda_0}\right)^2 \quad (2.21)$$

For sufficiently narrow bandwidths the Planck version of the Sakuma-Hattori equation can be written as,

$$S = \frac{a_1}{\exp\left[c_2/\lambda_0 \left(1 - \frac{6\sigma^2}{\lambda_0^2}\right) T + \frac{c_2\sigma^2}{2\lambda_0^2}\right] - 1} \quad (2.22)$$

One advantage that this equation has over most of the other interpolation equations is that it can be inverted to give  $T$  directly in terms of  $S$ .

# CHAPTER 3 EXPERIMENTAL DESINGS AND SETUPS

## 3.1 CEM IO-CSIC RADIANCEMETER

### 3.1.1 Requirements

As seen in the previous chapter, the absolute radiance responsivity calibration of a radiometer requires a monochromatic, Lambertian radiation source, two precision apertures to determine the geometrical factor and a radiometric transfer standard traceable to a primary cryogenic radiometer. to measure the optical power.

At the early stages of this research, the initial attempts to calibrate the absolute radiance responsivity of a standard thermometer where taken using two apertures and a trap detector from IO-CSIC. One aperture was attached to the sphere and the other one to the trap detector. The distance between the apertures was measured using a precision length bar.

This system turned out to be difficult to operate with because the repositioning of the optical elements between measurements was performed by eye. Consequently, the results had low repeatability. Attached to this, uncertainties related to the determination of the effective areas of both apertures and to their relative position were also quite large so the uncertainty associated to the absolute radiance responsivity with this configuration was unacceptable.

The working team soon came to the conclusion that, to improve the absolute thermometry capability, it was essential to develop a new reference standard for the measurement of the radiance emitted by the calibration source. The proposed solution was to develop a new device: The CEM IO-CSIC radiancemeter, a fixed system containing the two precision apertures and the transfer standard with the fundamental requirements of being compact, geometrically and spectrally stable with time, repetitive and easily calibrated with low uncertainties.

To reduce uncertainties associated to the effective areas, new precision apertures were required. The structure of the edges is the most important feature to ensure that the apertures can be used in precise radiometry to ensure an effective optical area independent of the angular distribution of the incoming radiation. For imperfect apertures the collected radiation after the aperture is strongly dependent on the distance between aperture and detector. To obtain a nearly perfect edge structure the land of the aperture must be as thin as possible, in the order of 10  $\mu\text{m}$  to 20  $\mu\text{m}$  and as steep as possible. Such an edge is not easily obtainable [Hartmann, 2009].

Another important factor related to the aperture area is its roundness, the most contributing factor to the uncertainty associated to the calibration of the apertures. Diamond turned brass apertures have demonstrated to satisfy sharpness and roundness requirements.

Two diamond turned brass apertures from Symons Mirror Technology Ltd. were purchased, one to be placed at the integrating sphere exit with a nominal diameter of 10 mm and another one with 3 mm diameter to limit the incoming radiation to the spectral response standard. Aelio Arce from CEM's length division measured their effective diameters applying viewing methods.

The basic idea for the radiancemeter was to have the three elements: Apertures and trap detector, on a single ophthomechanical mount and maintain the geometry fixed to improve repeatability. A specific housing for the 10 mm aperture would be designed and the new trap detector would have a specific housing at the front for the 3 mm aperture. To reduce uncertainties the radiancemeter had to be compact and easy to carry so distance between apertures could be calibrated with high accuracy by CEM's length division using a three-axis Mitutoyo ® Ultra Quick Vision coordinate measuring machine, see Figures 3.7 and 3.8, before and after radiometric calibrations to ensure the distance remained stable. To carry this out, the radiancemeter system must be small enough to fit in the coordinate measuring machine.

A temperature controlling system would be also required to maintain the apertures near 20.5 °C, the temperature at which dimensional calibrations are performed and avoid changes in the geometry between dimensional calibrations and radiometric measurements.

For the radiance of the source determination, it was planned to place the radiancemeter just in front the radiating sphere with both centers of the precision apertures in the same optical axis than the radiance solid angle from the sphere. The filter radiometer under test would be placed behind the radiancemeter through the same optical axis. During calibration procedure the trap detector would have to be separated manually from the radiancemeter's main structure to measure the signal from the filter radiometer. Therefore, a kinematic system with high repeatability will be required to put on and take off the trap detector from the optical path.

### **3.1.2 Radiancemeter's overview**

The whole structure is mounted in a PRL-12 Precision Dovetail Rail provided by Newport Corporation ® ,see Figure 3.1. It is an easy to use 12 inch rail compatible with PRC Series Carriers where the remaining components are mounted. The rail/carrier system is designed to provide maximum versatility in minimum table space. It is made from precision-machined anodized aluminium for excellent linearity and smooth carrier translation. The compatible PRC Series carriers are also easy to use and may be removed or installed at any point on the PRL-12 rail. According to manufacturer's specifications, the aluminium carriers ride on extra-hard polymer pads, selected for low friction, resistance to cold flow, and long life. The overall nominal height of a carrier mounted on to a rail is 31.9 mm. Convenient thumb-adjust lock knobs securely clamp the carriers in place anywhere on the rail.

For the 10 mm aperture, a refrigerated housing with a water jacket was designed and made from precision-machined anodized aluminium. The housing has two plates, also made from anodized aluminium, to cover the highly reflective precision aperture and reduce stray light during radiance measurements. These aperture covers reveal a small amount of the brass aperture. The plates can be easily removed for dimensional measurements loosening the four M5 screws that hold them. Temperature is controlled with a thermistor and the set point of the thermostatic bath that pumps the water through the system is adjusted to maintain the aperture at 20.5 °C, its calibration temperature. The aperture housing is attached to the PRC-3M carrier using a post and a post holder system from Newport Corporation ®.





**Figure 3.1:** CEM Radiance meter with the apertures uncovered for distance calibration.

To attach the trap detector to the rail, a M-BK-3 magnetic kinetic base from Newport Corporation ® is used. According to manufacturer's specifications, the system of kinematic bases has magnetically coupled top and bottom plates, providing repeatability of less than 100  $\mu$ rad. The A kinematic base has a 76.2 x 76.2 mm top and bottom plates. Kinematic bases allow to mount, remove, and replace optical components with very high repeatability. Three polished steel balls in the bottom plate register with a hardened cone, groove, and flat in the top plate so the two plates relocate precisely every time. These bases are especially timesaving in setups where reference elements such as the trap detector must occasionally be inserted in an optical path.

### 3.1.3 Trap detector design

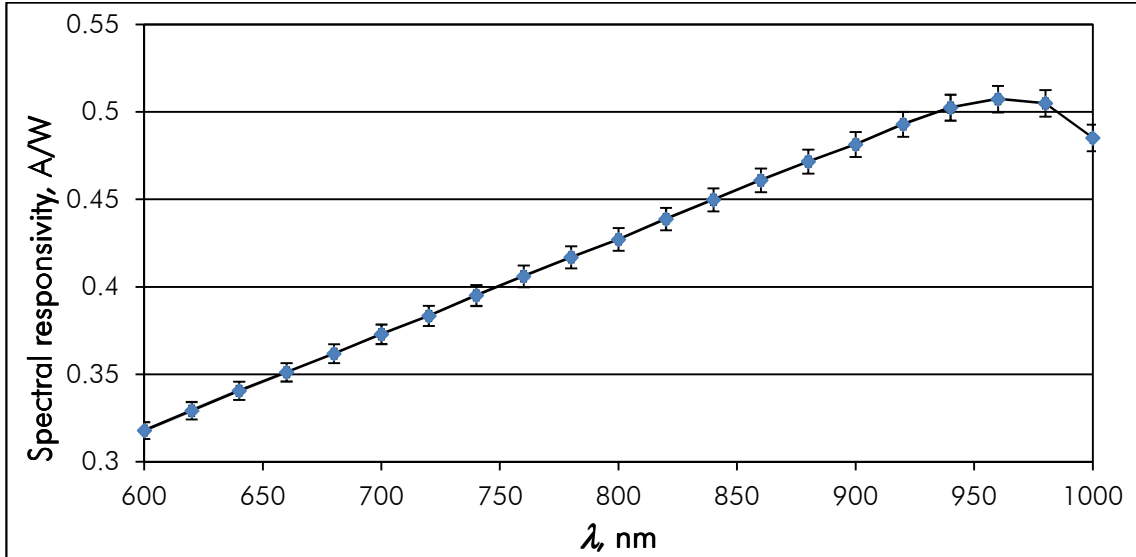
Regarding the radiometric measurements, detectors based on silicon photodiodes are the most common secondary standards for measurement of optical power in the wavelength range 200 nm to 1000 nm. The requirements of the ideal spectral response standard are:

- A uniform response across its active area.
- High signal-to-noise ratio.
- Good linearity.
- A short time constant.
- A spectral responsivity stable with time.
- An independently known, and preferably flat, spectral response [Fox, 1991].

All of these requirements were taken into account during the design process of CEM's transfer standard, a trap detector named CEM-01 containing three photodiodes arranged in such a way that the incoming radiation is reflected five times between the photodiodes'

surfaces. The detector should have uniform spectral and spatial responsivity across its surface.

The photodiodes chosen for CEM-01 are three unsealed Hamamatsu ® S1337-11 detectors with active areas of 10 mm x 10 mm. These photodiodes have demonstrated to have a linear spectral responsivity at least between 600 nm and 940 nm as shown in Figure 3.2



**Figure 3.2:** Spectral responsivity curve for a Hamamatsu ® S1337-11 detector.

An unsealed product is an unprotected item having no window material or similar enclosure and where the chip forming the photosensitive area is exposed to air. Unlike ordinary packaged products, the chips on these unsealed products are not protected by an external enclosure and so require special care to prevent physical breakage or contamination.

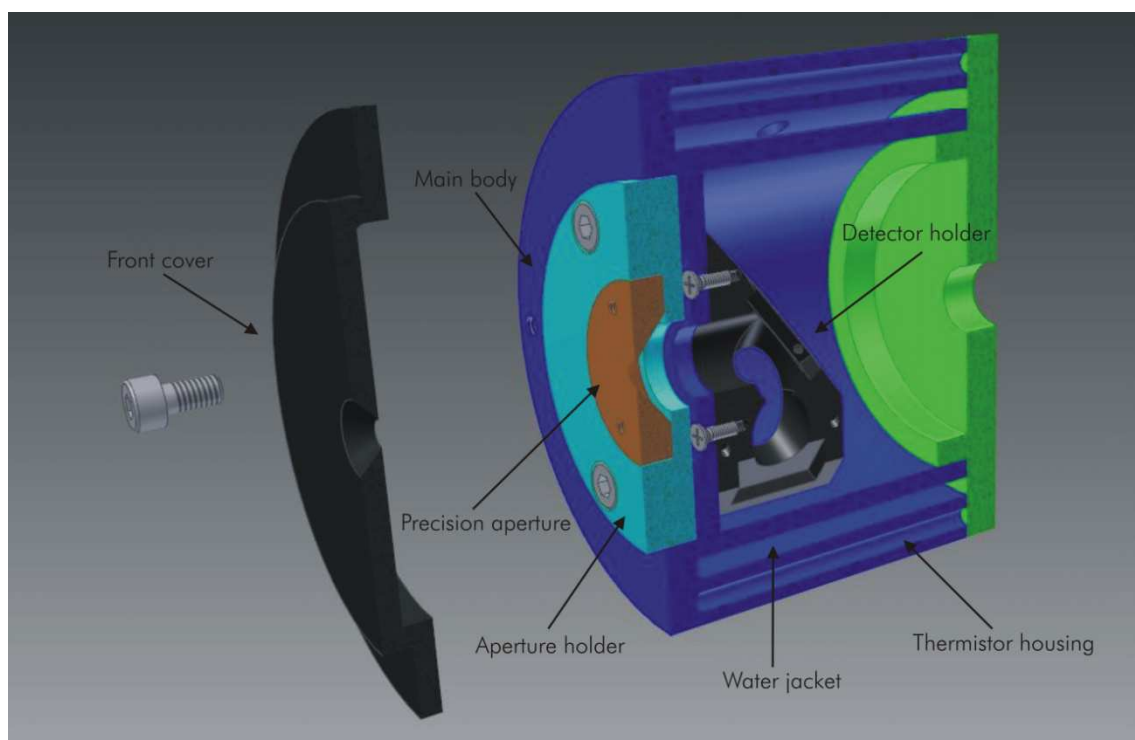
The absence of window reduces detector’s reflectivity and, consequently, increases its quantum efficiency which, for a transfer standard, must be close to the unity [Campos, 1998].. However, the direct contact of the photodetector’s active surface with ambient humidity may cause drifts in its responsivity. To prevent this, the trap detector will be stored in a desiccator any time it isn’t in use



**Figure 3.3:** Detectors holder.

Condensation may form on the chip surface in environments subject to sharp or sudden fluctuations in temperature. CEM-01's water jacket is expected to avoid such fluctuations. These three photodiodes will be mounted in a holder with a light trap configuration, see Figure 3.3 and electrically connected in parallel with an overall shunt resistance of 0.6 G $\Omega$ . The detector should produce a minimal dark current. According to the datasheets for Hamamatsu ® S1337-11 detectors, a typical dark current of 200 pA is to be expected.

The detectors holder, shown in Figure 3.3 is attached to the trap detector's main body with two M2 screws. The main body is machined in anodized aluminium. It has an external diameter of 76 mm and a 50 mm diameter internal cavity for the detectors holder. Within its walls there is a cavity for the water jacket and two housings for temperature monitoring thermistors. Figure 3.4 shows a computer simulated sectioned view of CEM-01 trap detector:



**Figure 3.4:** CEM 01 trap detector scheme.

The 3 mm precision aperture can be mounted with three M2.5 screws on its holder. Likewise, the aperture holder is secured to the body using three M4 Allen screws.

A front cover protects the precision aperture and reduces its visible area in order to reduce stray light reflected from the aperture. The front cover reveals a small amount of the brass aperture on the trap. With the front cover on, the total length of CEM-01 is 70 mm.

CEM-01 has been designed centered. To facilitate alignment procedures, the center of the precision aperture and the detector holder input are coaxial to the main body axis.

The three Hamamatsu ® S1337-11 photodiodes are electrically connected in parallel to a female BNC plug at the rear side of the trap detector.

Figure 3.5 shows CEM-01's separate parts before they were assembled:



Figure 3.5: CEM 01 components before their final assembly.

### 3.1.4 Radiancemeter characterization

#### 3.1.4.1 Trap detector absolute responsivity calibration against IO's cryogenic radiometer, traceability to the watt

Cryogenic radiometry is the most accurate technique available nowadays that can be used to realize the optical power scale. A cryogenic radiometer utilizes the principle of electrical substitution that allows the radiant power to be measured in absolute units [Martin, 1985; Varpula, 1989; Hoyt, 1991]. The cryogenic radiometer measures the difference in the electrical heating power needed to keep an electrical bridge in balance when the radiant power is absorbed in a cavity respect to the power needed in the absence of that radiation. The change in electrical heating power can be measured accurately by electrical meters that have traceable calibration to national standards [Lassila, 1997].

CEM-01 absolute spectral responsivity calibration against IO-CSIC primary cryogenic radiometer was performed at 647.1 nm using a Krypton-ion laser with a dual Brewster windows tube; model Innova I 301C from Coherent Inc. The laser power used in the calibration was 250  $\mu$ W, approximately. The measured absolute responsivity is shown in table 3.1:

$S_{trap}^{\Phi}(647.1)$ [A/W]	$U (k=2)$ [A/W]
0.52026	0.00027

Table 3.1: CEM 01 trap detector's absolute spectral responsivity at 647.1 nm.

This value will be used later for the absolute spectral responsivity calibration of filter radiometers with small in-band regions around 650 nm. For wavelengths in the 600 nm to 700 nm spectral range, the trap detector responsivity is approximated linearly using the expression

$$S_{trap}^{\Phi}(\lambda) = \frac{n \lambda}{1.2395} \quad (3.1)$$

Where  $n$  is the trap detector quantum efficiency and  $\lambda$  is the wavelength expressed in micrometers.

### 3.1.4.2 Spatial uniformity

The spatial uniformity response of the trap detector was measured across the precision aperture area at 647.1 nm using a power stabilized Kr laser with a 200  $\mu\text{m}$  diameter spot and 0.25 mm step. Results are shown in Figure 3.6; the numerical value for CEM-01's spatial uniformity is 0.21%. This value was calculated from the standard deviation of measurement values within a diameter of 3 mm around the center of the aperture.

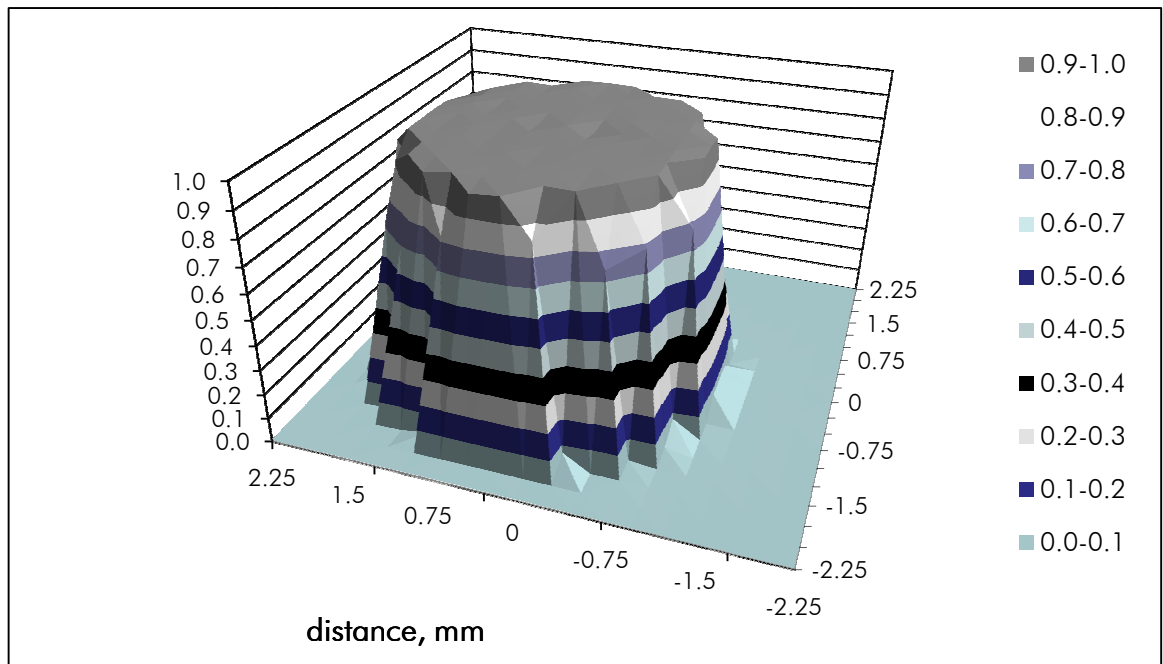


Figure 3.6: CEM-01 spatial uniformity at 647.1 nm.

### 3.1.4.3 Geometrical factor determination

For an accurate determination of the geometrical factor and, hence, for a correct measurement of the radiance emitted by the integrating sphere, the following parameters need to remain stable:

- The diameters of the apertures that form the geometry configuration.
- The distance between the apertures.
- The angle of each aperture respect to the optical axis.
- The perpendicular displacement of the apertures.

#### 3.1.4.3.1 Apertures diameter determination

The diameter of the precision apertures is measured by CEM length division in a Mitutoyo ® 3 axis Ultra Quick Vision measuring machine traceable to the definition of the meter.

The diameters are determined by the visual system of the Ultra Quick Vision machine, see Figures 3.7 and 3.8. The aperture is illuminated from the bottom and a camera which position is referenced to the X-Y translation system of the measuring machine takes pictures across the aperture's edge. these pictures are analysed in a gray scale histogram where pixels with the same saturation value are counted. The pixels with a grey value halfway

between 100% black and 100% white are considered to belong to the edge of the aperture. Following this procedure, 360 of these points are determined across the aperture and they are adjusted to a circumference by a least squares fitting process. The diameter of that circumference is the measured value for the effective diameter of the precision apertures. The roundness error is the most contributing factor associated to this measurement so it's really important to have apertures machined with high accuracy.

The calibration results are shown in the tables below:

$r_1$ [mm]	$U (k=2)$ [mm]
9.918	0.003

**Table 3.2:** Diameter of the precision aperture placed at the sphere's exit port during radiometer's absolute radiance responsivity calibration.

$r_2$ [mm]	$U (k=2)$ [mm]
2.925	0.004

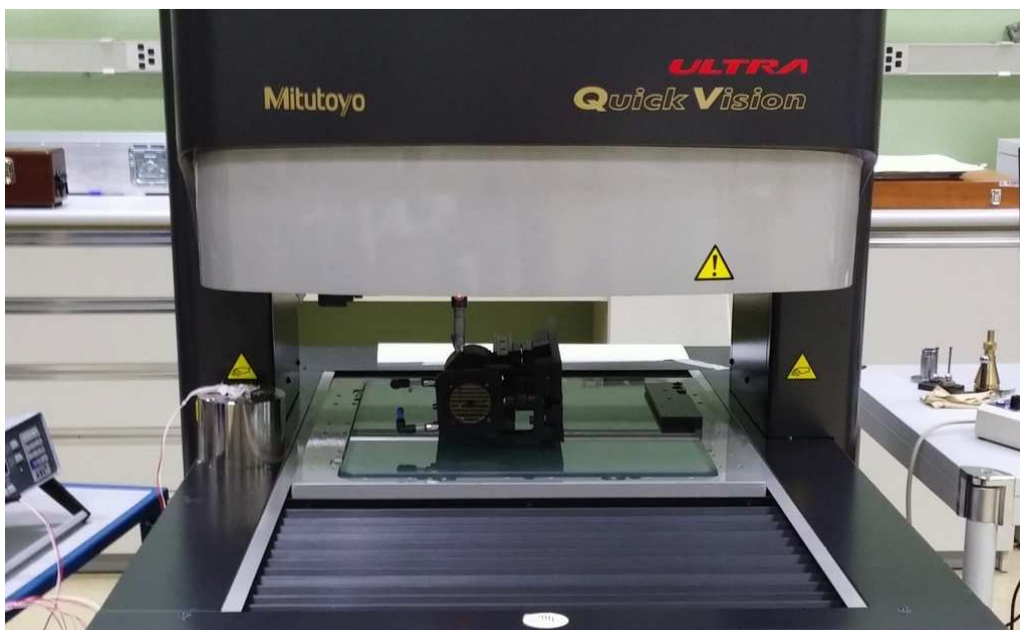
**Table 3.3:** Diameter of the precision aperture placed in front of the trap detector during radiometer's absolute radiance responsivity calibration.

#### 3.1.4.3.2 Co-alignment of apertures

Once calibrated, the apertures are mounted on the radiancemeter and aligned by using two lasers, one from each direction, that are themselves co-aligned.

#### 3.1.4.3.3 Angular alignment of apertures

The apertures are aligned to be parallel with each other and perpendicular to the optical axis by back reflecting a laser beam.



**Figure 3.7.** Front view of CEM's three axis coordinate measuring machine measuring distance between CEM radiance meter's precision apertures.

### 3.1.4.3.4 Distance measurement

CEM's length division Mitutoyo® Ultra Quick Vision coordinate measuring machine, shown in Figure 3.7, counts with a non contact vision module and with a contact system based on a Revishaw® TP-200 touch-trigger probe shown in Figure 3.8. Both systems are referenced to the scales the machine has for each axis. The touch-trigger probe has a 3 mm diameter ruby ball tip.

In first place, the surface of the 3 mm aperture is touched by the probe at several points. The coordinates of these points are recorded by with a software package and the reference plane is created. Similarly, several points close to the edge are measured from the surface of the 10 mm aperture. Finally some points are again measured near the edge of the 3 mm aperture. After applying a correction due to the probe radius, the angle and the distance between the apertures is determined from the coordinates of the recorded data. Angle between apertures is under 0.05 ° and the nominal distance is 107 mm.

The distance value obtained during calibration is shown in the following table:

$d$ [mm]	$U (k=2)$ [mm]
106.918	0.032

**Table 3.4:** Distance between precision apertures during radiometer's absolute radiance responsivity calibration.

The main sources of systematic errors for these measurements are those coming from the axis scales and from the probe's ball tip diameter. The determination of this errors achieved taking measurements of a standard step gauge in the same area and in the same dimensional range the calibration takes place. The step gauge is a special length standard consisting of a rigid base with a number of pattern blocks in its axis of symmetry or neutral axis. With this, it is verified that the combined error from the scales and from the probe is less than the value provided by the manufactured and this value is added linearly to the expanded uncertainty.

The principle of length measurement by interferometry is the comparison of a mechanical length against a known wavelength of light. This may be expressed in a simple equation:

$$l = (N + f)\lambda \quad (3.2)$$

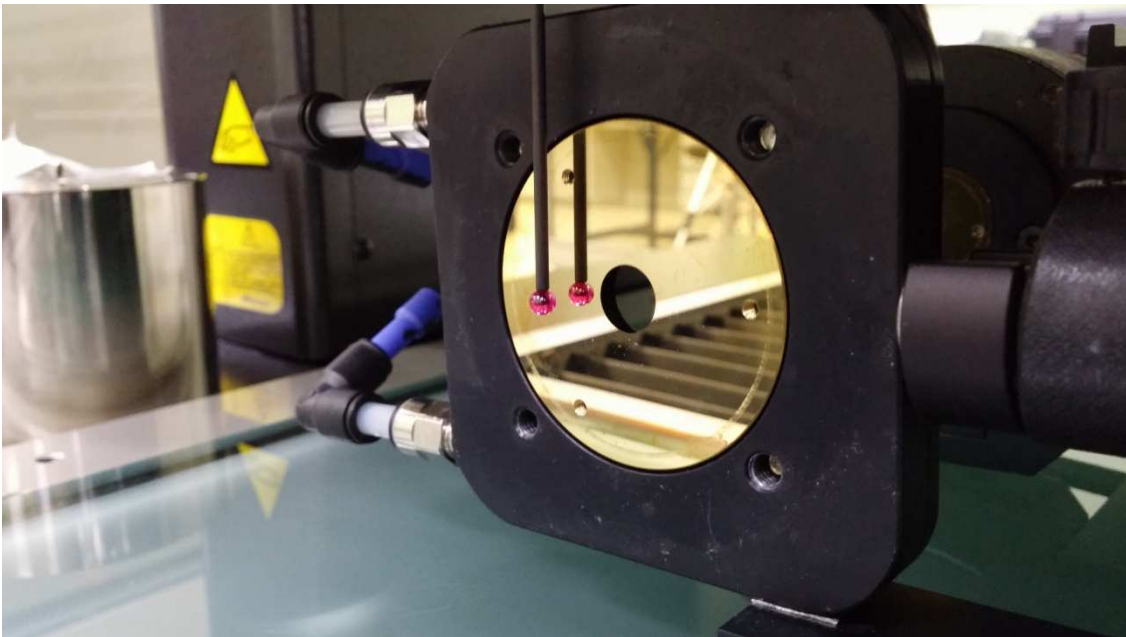
Where  $l$  is the length being measured,  $\lambda$  is the wavelength,  $N$  is an integer and  $f$  is a fraction ( $0 < f < 1$ ). Commonly the optical components are arranged such that the light beam measures exactly double the required length (i.e. it is a double-pass system), in which case the measurement units, 'fringes', are half-wavelengths.

$$l = (N + f)\frac{\lambda}{2} \quad (3.3)$$

i.e. one interference fringe corresponds to a distance or length equal to  $\lambda / 2$  . By using a light source for which  $\lambda$  is known, measurement of  $N$  and  $f$  leads directly to a value for  $l$ . The step gauge is calibrated in an interferometric comparator model CEM-TEK 1200®. The step block is placed in the neutral axis of the comparator and a contact probe is used to

measure the blocks from the step gauge. The probe is moved through the axis and the distance it travels is measured using a laser by interferometry techniques. To determine the diameter of the probe's ball tip, a 10 mm gauge block is used. This block is previously calibrated by direct interferometry in a Twyman–Green interferometer.

Traceability is achieved by calibrating both lasers, the one from the interferometric comparator and the one from the Twyman–Green interferometer, against the Spanish national standard for the practical implementation of the SI unit of length, the metre, an Iodine stabilized He-Ne laser. The system comprises a cavity within which is a plasma tube and iodine cell. The plasma tube provides gain over a frequency region of around 1 GHz and the iodine cell introduces a loss since there is a Doppler-limited absorption coincident with the neon transition. However, when the laser is tuned to the centre of an iodine hyperfine transition, there is a small reduction in absorption, and this causes a slight increase in the output power of the laser.



**Figure 3.8:** CEM-01 radiance meter inside the Mitutoyo ® 3 axis Ultra Quick Vision measuring machine during the distance between apertures measurement.

### 3.1.5 Trap acceptance angle issues

If the photodiodes are electrically connected in parallel and their short circuit current on exposure to optical radiation is measured, the responsivity  $R$  will be given by

$$R(\lambda) = \frac{\varepsilon \times \lambda}{k} (1 - \prod_{i=1}^n \rho_i) \quad (3.4)$$

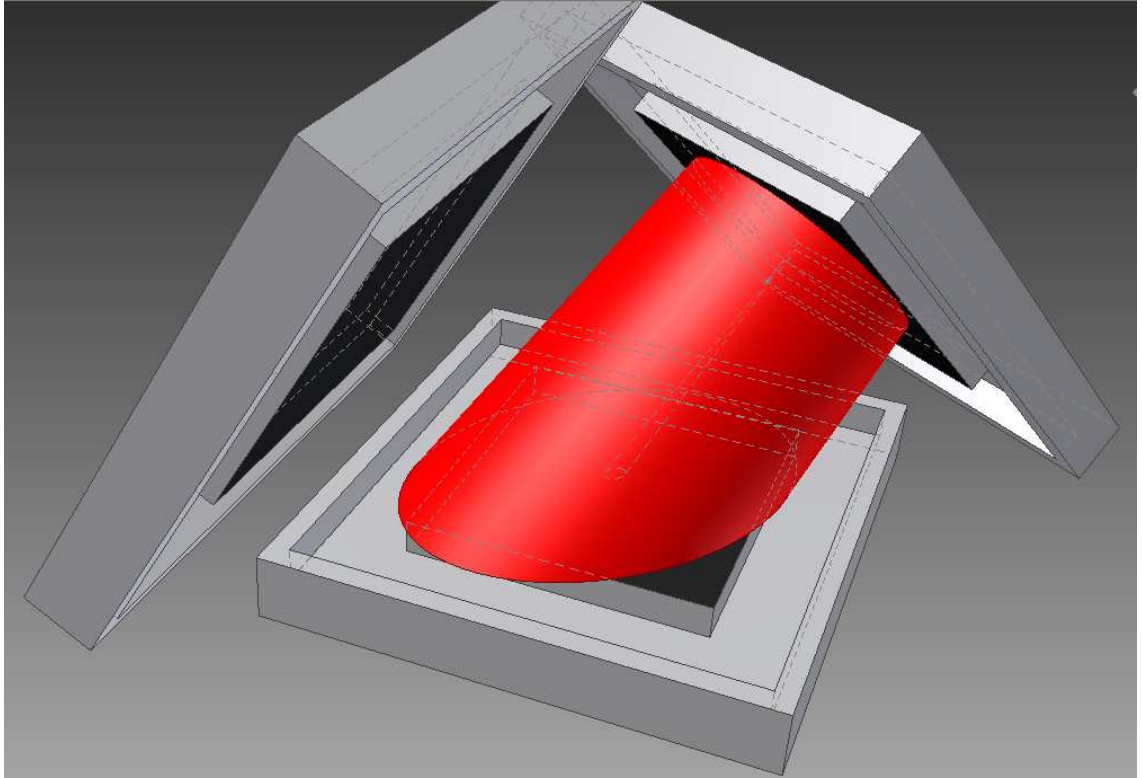
Where  $\varepsilon$  is the internal quantum efficiency of the photodiodes, assumed to be the same for all of them,  $\lambda$  is the wavelength,  $\rho_i$  is the reflectance of photodetector  $i$ , and  $n$  is the number of reflections occurring in the trap. The number of reflections in a typical trap detector is either five or six, which means that the fraction of light escaping detection is less than 0.5 % [Campos, 1998].

The detector should be large enough to be underfilled by the beam; unfortunately it was found in a 3D computer software analysis that, for a distance between apertures of 110 mm, the secondary beam of the outgoing radiance created a bigger spot than the 10 mm X 10



mm active surface area of CEM-01 photodetectors. Consequently a part of the fourth and fifth reflections of the secondary beam were lost; they aren't absorbed nor reflected causing a signal loss during the spectral radiance responsivity calibration.

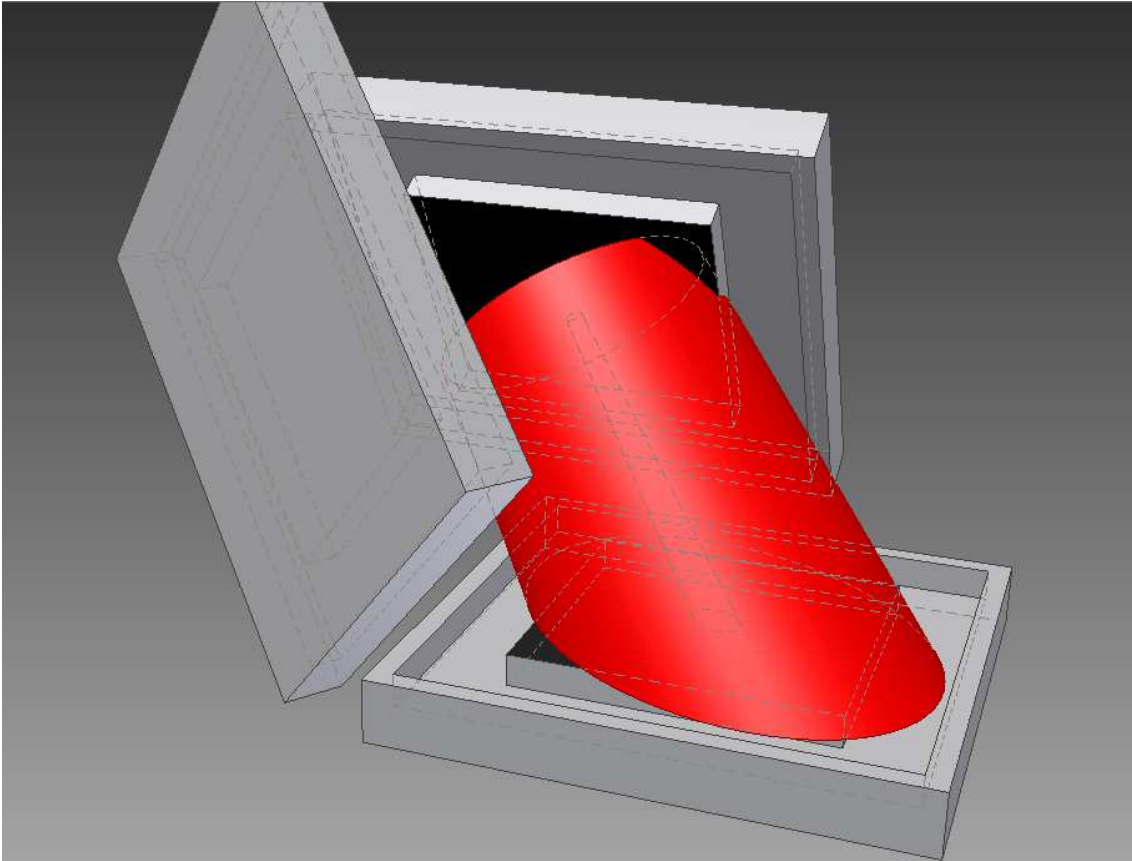
Figures 3.9 and 3.10 show results from the 3D computer software analysis.



**Figure 3.9:** CEM-01 radiance meter losses in the fourth rebound.

These losses cause a deviation in the behaviour of the trap between its calibration in power mode using a small spot, collimated laser beam and the radiance measurements; the actual responsivity trap is slightly lower than expected from its absolute calibration against the cryogenic radiometer.

In an ideal case, considering a detector reflectance of 30%, 0.34% of the incoming light escapes from the trap after five absorptions-reflections. According to calculations, CEM-01 trap loses a 0.41% including reflections and the overfilling issue.



**Figure 3.10:** CEM-01 radiance meter losses in the fifth rebound.

This problem could be solved by increasing the distance between apertures or by decreasing the diameter of the first aperture, but this would also reduce the total incoming light entering into the trap provoking a decrease in the photocurrent generated making it more difficult to be measured.

After analysing all these aspects it was decided to remain the distance between apertures at 110 mm and increase the signal measured by the trap in a 0.07%, the difference between the ideal case of a 0.31% of light unabsorbed and the calculated 0.41% of losses due to the detector's active surface overfilling issue.

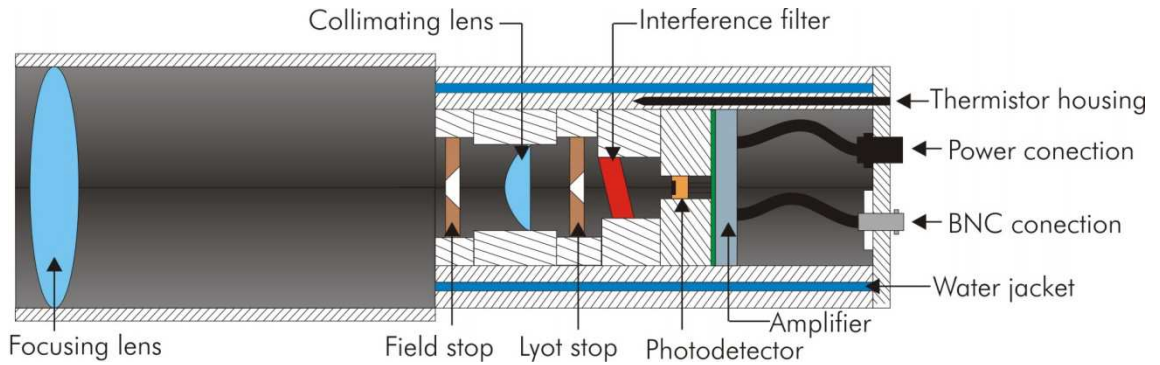
### 3.2 FIRA1 DESIGN [HERNANZ, 2011]

Commercial radiation thermometers have their interference filters in parallel respect to the photodetector across their optical path. When a laser source is used to perform the absolute spectral responsivity calibration of such an instrument, interference fringes appear in the measured spectrum. Therefore, commercial radiation thermometers can only be calibrated using non-coherent lamp-monochromator based facilities which provide high associated uncertainties.

To measure absolute temperatures with lower uncertainties than the provided by radiation thermometers, it is necessary to develop custom radiometers suitable for laser based calibrations; essentially, this means to have a filter radiometer with an optical filter and a detector placed unparallel.

Radiance mode radiation thermometers have been shown to provide the lowest uncertainties associated with their calibration and measurements performed using them, so this was the

chosen method for this instrument. Instruments that are calibrated using radiance mode calibration tend to have complex designs. These radiometers may contain optical components such as achromatic lenses, Lyot stops and collimating lenses to help to reduce their size-of-source effect (SSE) so that the associated uncertainty is negligible. Radiance mode calibrations do not require an independent measurement of lens transmittance.



**Figure 3.11:** FIRA 1 Scheme.

The first radiometer CEM designed along with the Optics Institute from the Spanish Superior Research Council (CSIC), the Filter Radiometer 1 (FiRa1), had a simple design shown in Figure 3.11: an imaging radiometer conceived to be calibrated in radiance mode consisting on a focusing lens, a field stop, a collimating lens, a Lyot stop, a non perpendicular respect to the optical axis 650 nm inference filter, a photodetector and a preamplifier. The focusing lens is housed on a telescope and the remaining parts are mounted on a cylinder with a refrigeration water jacket. The temperature control system reduces significantly radiometer drifts produced by the sensitivity of the interference filter and the preamplifier to temperature. Both the cylinder and the tube were machined in black anodised aluminium. Components located on the cylinder, see Figure 3.12 are placed on it at their calculated ideal distance using custom made housings for this purpose.



**Figure 3.12:** FIRA 1 optical components (except focusing lens).

### 3.2.1 Focusing lens

The imaging system consisted of a 2:3 magnifying lens hosted in a telescope. Giving in mind the possibility of measuring sources with different nominal diameter apertures, between 3 mm and 6 mm, the telescope system was designed in such a way that the focusing lens could be displaced trough the telescope for focusing purposes. The chosen lens for the telescope was a CVI Melles Griot ® biconvex lens with a 50 mm diameter and 200 mm focal length.

### 3.2.2 Field stop

FiRa1 field stop is a diamond turned brass aperture from Symons Mirror Technology Ltd. with a nominal diameter of 3 mm. It is placed at the plane where the focusing lens creates the source image. This aperture stops scattered light formed around lens edges and only lets pass through it the light gathered by the lens centre, reducing scatter and aberrations.

### 3.2.3 Collimating lens

After the field stop, a PLCX f50.0 plano-convex lens from CVI Melles Griot ® with a 25 mm diameter is used as collimating lens in FiRa1. Plano-convex lenses are the best choice for focusing parallel rays of light to a single point. The asymmetry of these lenses minimizes spherical aberration in situations where the object and image are located at unequal distance from the lens. This collimating lens produces an image of the objective aperture onto the Lyot stop.

### 3.2.4 Lyot stop

SSE is one of the most predominant uncertainty components in radiometers with a simple optical design. It's been demonstrated that adding an appropriate Lyot stop to the optical system can significantly reduce the SSE of a radiometer [Yoon, 2005]. FiRa1 has a 1 mm diameter Lyot Stop placed at 50 mm from the collimating lens, its focal length.

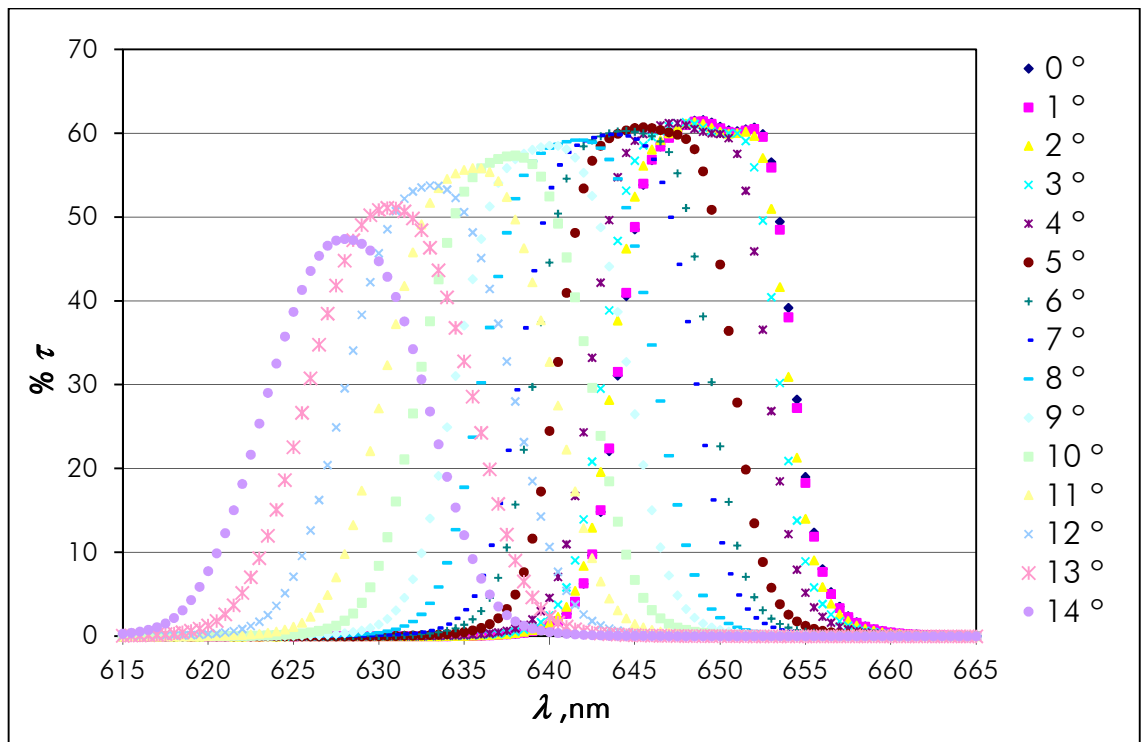
### 3.2.5 Interference filter

FiRa1 uses a bandpass filter from Newport Corporation ® with a central wavelength (CWL) about 650 nm, model 10BPF10-650 with a nominal transmittance of 60% at the peak wavelength and a nominal width at half bandwidth of 10 nm.

If the filter is placed in the radiometer forming a small angle respect to the plane normal to the optical axis interference patterns during the laser based calibration could still be produced and big angles deform the spectral transmittance curve of the filter moving the CWL, decreasing the peak transmittance and increasing its half bandwidth.

A study was performed to determine the best inclination angle for the filter respect to the optical axis. A precision spectrophotometer Lambda 1050 of PerkinElmer ® was used for this purpose. This device is a two-beam scanning spectrophotometer with double monochromator. Spectrophotometer Lambda 1050 performs the measurement of optical characteristics such as optical density, reflection and transmission coefficients of liquid and solid materials within the wavelength range from 175 nm to 3300 nm.

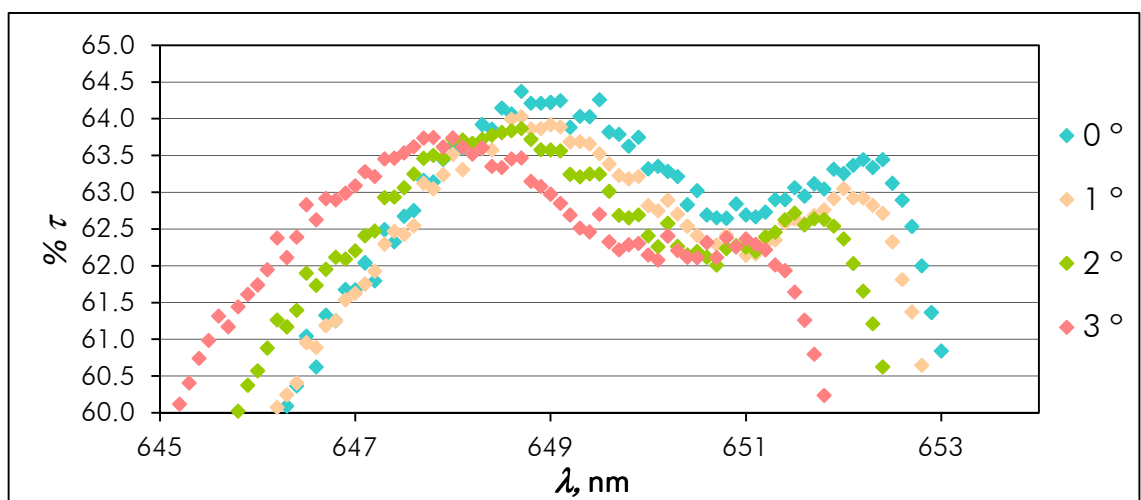
The 650 nm filter was mounted in a rotation stage and then it was placed into the Lambda 1050 and several scans from 615 nm to 665 nm with an integration step of 0.5 nm were done at different angles from 0 °, normal to the optical axis, to 14 °. Results are shown in the following Figure:



**Figure 3.13:** Dependence of the filter spectral transmittance respect to the incident angle for inclination values between  $0^\circ$  to  $14^\circ$ .

This study clearly demonstrated that the angle couldn't be greater than  $4^\circ$ ; otherwise, the spectral transmittance of the filter will change by increasing bandwidth and decreasing transmittance too much.

In a posterior study, scans from 630 nm to 670 nm with an integration step of 0.1 nm were made for angles between  $0^\circ$  to  $3^\circ$ . Analyzing the results, it was decided to choose the inclination value of  $2^\circ$  for the interference filter since this angle is big enough to avoid interference fringes and its spectral transmittance curve is still quite similar to the corresponding to normal incidence. Thus, a filter holder was designed in such a way that the filter is housed with an inclination of  $2^\circ$  respect to the plane normal to the optical path inside the radiometer. The results got are shown in Figure 3.14.



**Figure 3.14:** Dependence of the filter spectral transmittance respect to the incidence angle for inclination values between  $0^\circ$  to  $3^\circ$ .

### 3.2.6 Photodetector

As photosensitive element, FiRa1 has a Hamamatsu ® S1336-44BQ photodiode with an active area of 3.6 mm by 3.6 mm, enough surface to gather the 1 mm diameter collimated light beam that passes through the Lyot stop. This detector has a quartz window to protect the sensitive surface from dust and moisture, avoiding an accelerated ageing.

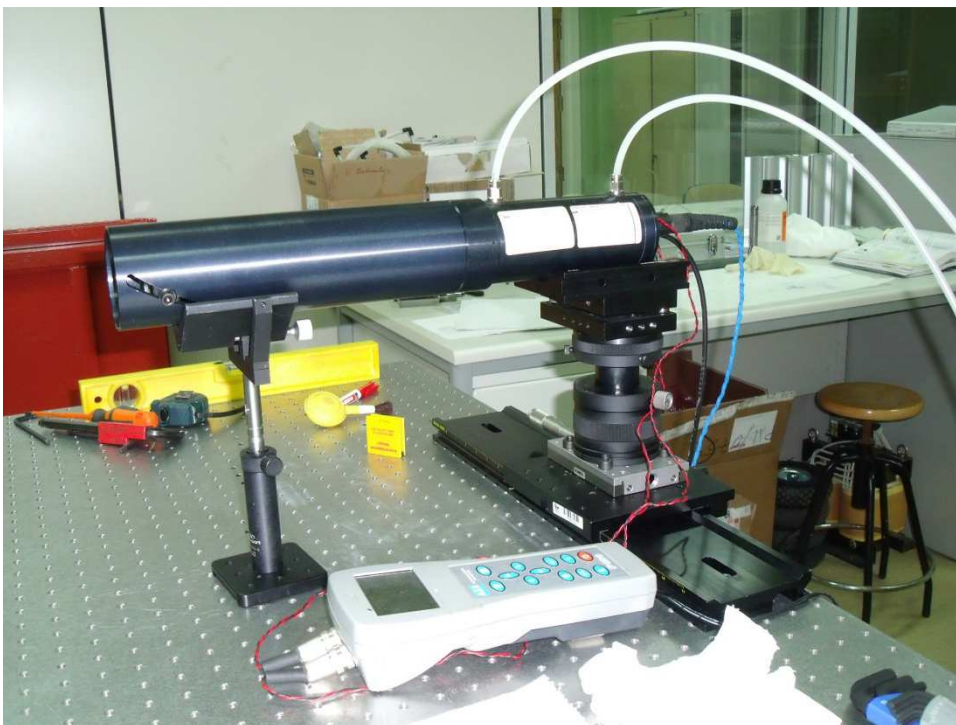
### 3.2.7 Preamplifier

Photocurrent generated by the detector is quite low, just of a few nanoamperes. Such a low current is very sensitive to electromagnetic noise and to the impedance of the cable, so it is sent to an amplifier placed just behind it using a twisted cable, see Figure 3.15, to reduce interferences, about 20 mm long. The amplified signal is less sensitive to noise and impedance of the cable, therefore it can be sent to a DVM for measurement using longer cables of a few meters long. FiRa1 preamplifier is custom made, has two gains of  $10^6$  V/A and  $10^7$  V/A respectively and it is fed with a 15 V power supply.



**Figure 3.15:** FIRA 1 amplifier.

Radiometer FiRa1 is shown in Figure 3.16.



**Figure 3.16:** FIRA 1 overview.

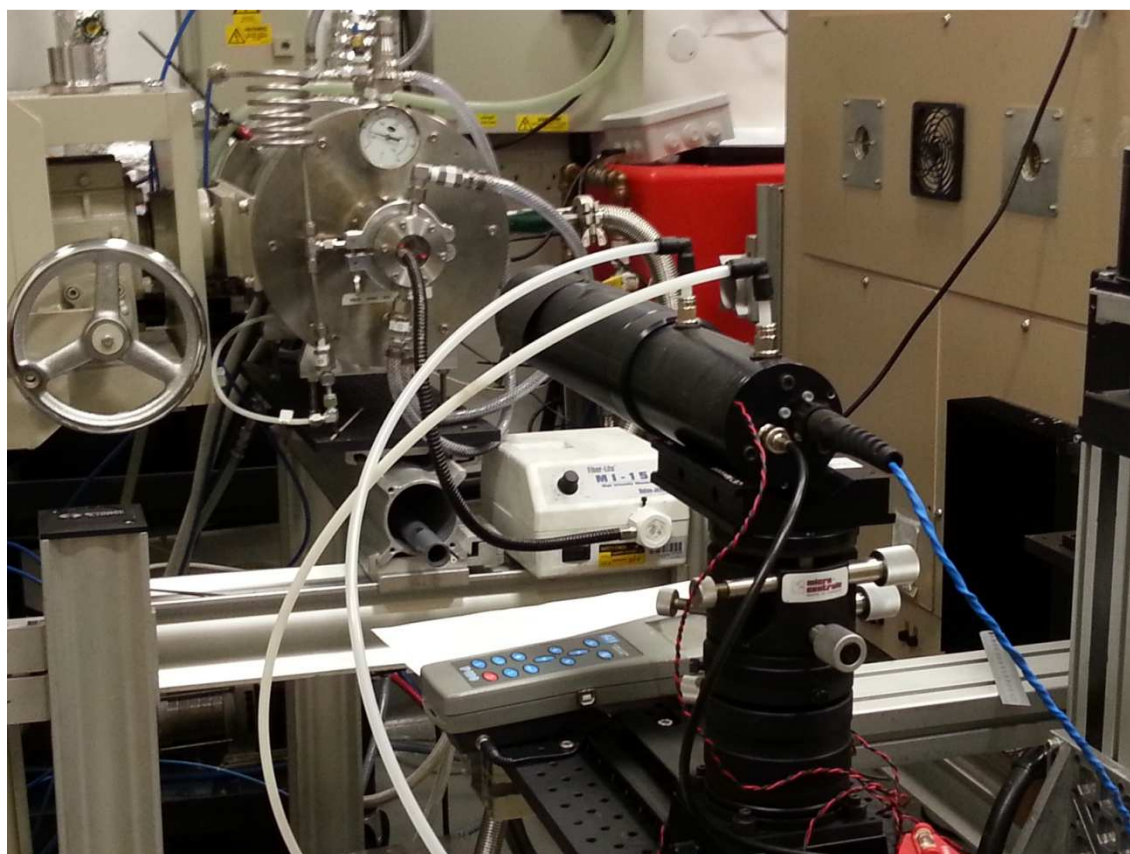
### 3.2.8 FiRa1 performance issues

To determine the feasibility of using CEM's filter radiometer to measure absolute temperature of HTFPs and its related uncertainties, the following measurements were made at the NPL radiation thermometry facilities:

- NPL Co-C HTFP with a 3 mm diameter aperture using a 3 mm field stop and a 800 nm filter
- NPL Re-C HTFP with a 5 mm diameter aperture using a 1 mm field stop and a 800 nm filter.

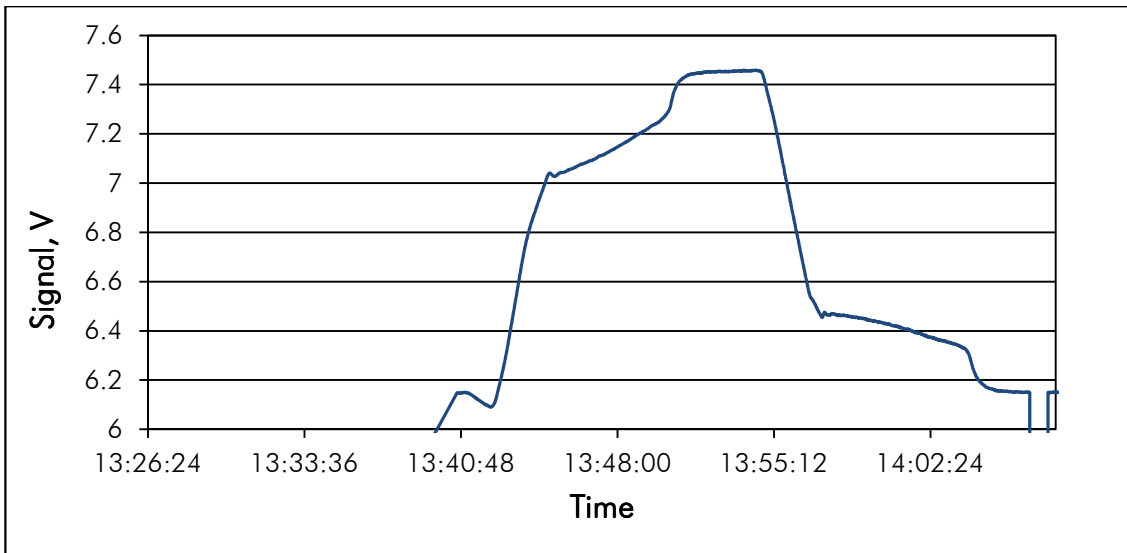
For the measurement of the Co-C fixed point, the cell was introduced in NPL's Chino ® furnace and FiRa1 was aligned with the aperture of the HTFP cell to be measured by placing it onto NPL Thermal Group's motorized stage system and moving it to be roughly aligned horizontally and vertically and perpendicular to the HTFP within the furnace.

As the approximate position of the HTFP within the furnace is well known, FiRa1 was positioned such that the HTFP aperture is at about the 500 mm focal distance of FiRa1's objective aperture, see Figure 3.17. The  $10^7$  V/A gain ratio was selected in FiRa1 amplifier.



**Figure 3.17:** *FiRa 1 aligned for the measurement of a Co-C HTFP in a Chino ® furnace at NPL.*

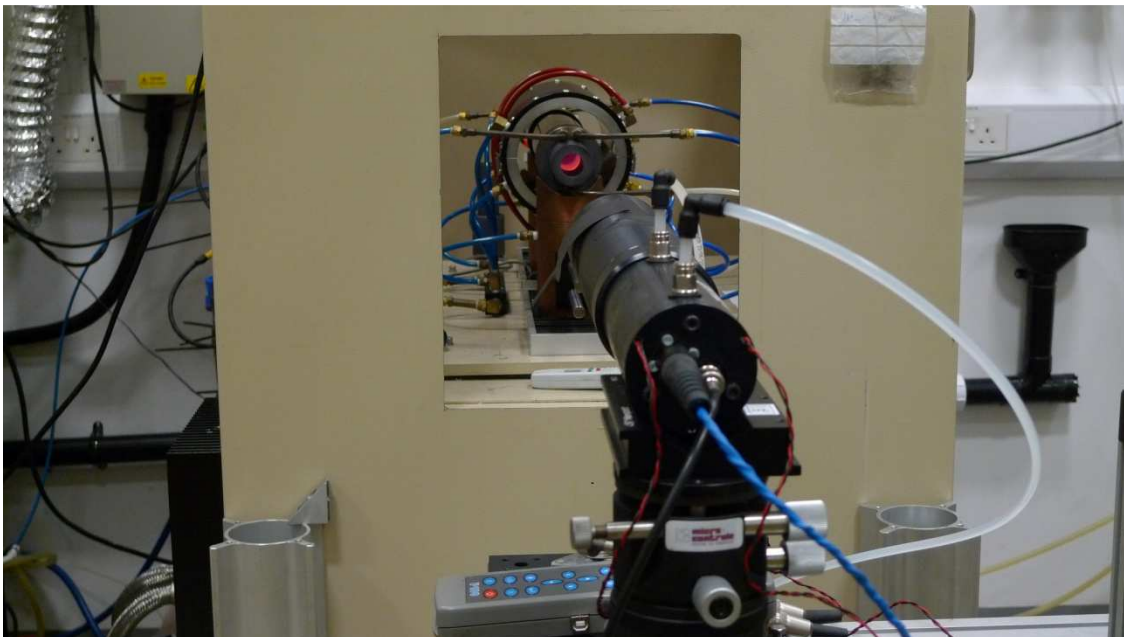
Once the instrument was properly aligned, one melting-freezing cycle was performed to the Co-C fixed point and the signal from FiRa1 recorded. Results, shown in Figure 3.18, were quite disappointing because no melting or freezing plateaus could be clearly observed. Although the filter radiometer was apparently well aligned, the recorded data looked more similar to the furnace profile than to a fixed point melting-freezing cycle. Preliminary HTFP measurements with FiRa1 at CEM showed similar results.



**Figure 3.18:** Co-C HTFP measurement with FiRa1 at NPL.

The analysis of this information led to the staff of NPL thermometry division, to suspect on the target size of FiRa1 at its nominal focal distance. An error in FiRa1's design was observed reviewing its specifications: at a of 500 mm between the target and the focusing lens, FiRa1's nominal focal length, the target diameter size is 4.5 mm, 1.5 mm bigger than HTFP's cavity diameter 3 mm. Therefore, the explanation of the abnormal readings made with FiRa1 while measuring HTFP's was that the radiometer not only was measuring inside the black body cavity of the fixed point cells but also its surroundings affected by the furnace temperature profile.

In order to confirm this hypothesis, FiRa1's  $\varnothing 3$  mm field stop aperture was substituted by another with a diameter of 1 mm and another HTFP measurement was prepared.



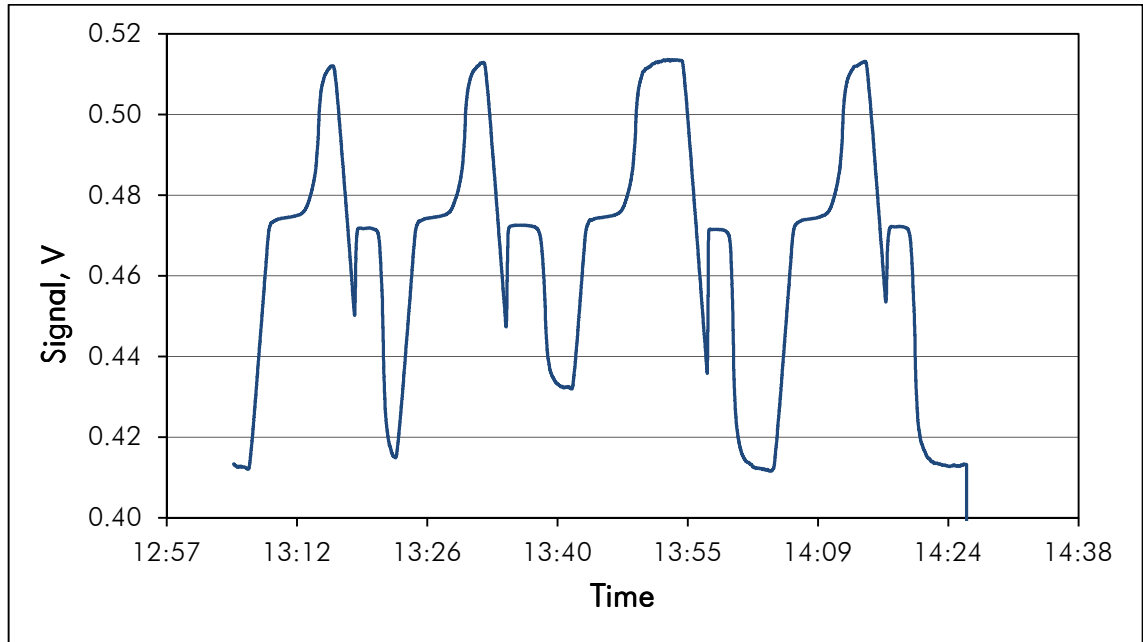
**Figure 3.19:** FiRa 1 aligned for the measurement of a Re-C HTFP in a Thermo Gauge <sup>®</sup> furnace at NPL.

Since FiRa1 is a difficult instrument to align, it was decided to measure a fixed point cell with a bigger internal diameter to ensure the radiometer was focusing inside the black body cavity



so a Re-C cell with a 5 mm internal diameter, made by NPL, was used for this measurement. This cell doesn't fit in the Chino® furnace so a Thermo Gauge® furnace was used instead, see Figure 3.19. The  $10^6$  gain ratio was selected in FiRa1 amplifier.

Four cycles, shown in Figure 3.20 were performed and this time the graphs obtained with the recorded data had the same shape as expected.



**Figure 3.20:** Re-C HTFP measurement with FiRa1 at NPL.

It was concluded that the substitution of the field stop could solve the spot size problem; however, this change in radiometer's geometry will affect the performance of the Lyot stop system increasing drastically the instrument's SSE. At the same time, the reduction of the radiometer's field stop aperture area reduced the signal measured by FiRa1 during its absolute radiance responsivity calibration reducing the signal/noise ratio affecting the spectral responsivity curve obtained.

Other design flaws were detected in FiRa1 such as:

- The focusing lens wasn't achromatic and it was a singlet lens, an achromatic doublet lens could provide a so much lower SSE.
- The focusing lens holding telescope was machined in anodized aluminium and it has a small diameter, this two combined characteristics generate a big SSE with the 800 nm filter configuration because at this wavelength, anodized aluminium is highly reflective.
- The optical geometry of the filter radiometer is defined by the field stop and the Lyot stop instead of being defined by the focusing lens aperture and the field stop.
- The optical system doesn't admit fine tuning.
- The filter radiometer is very difficult to align.

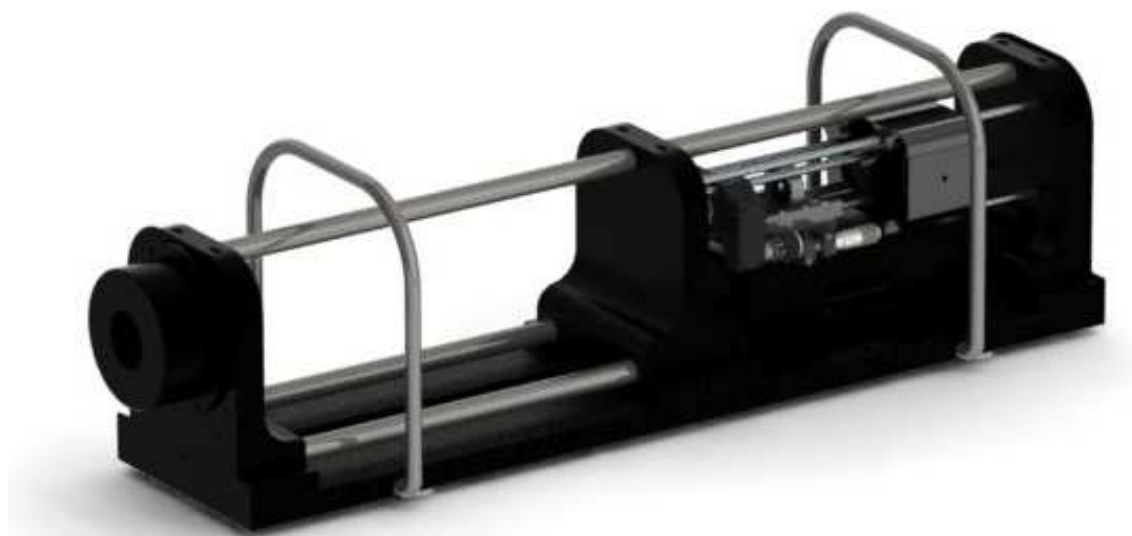
After the analysis of all of these observations, it was concluded to set aside FiRa1 and design a new radiometer from scratch, CEM's Filter Radiometer number two (FiRa2).

### 3.3 FIRA2 DESIGN [DURY, 2013B]

Design deficiencies detected in FiRa1 discarded it for the measurement of  $\varnothing 3$  mm HTFPs. CEM's only chance for participating in InK project's work package 1 (WP1) was the absolute calibration of LP2 radiation thermometer. The aim of WP1 is to assign definitive thermodynamic temperature values for the HTFP melting points, with the lowest possible uncertainties. Although LP2 is a high quality stable device, with low SSE and low non-linearity it can only be calibrated in lamp-monochromator based facilities which provide bigger calibration uncertainties than laser based facilities. Uncertainty associated with measurements of the HTFP cells with LP2 are approximately 310 mK at the copper freezing point, or around 1.1 K ( $k = 2$ ) at the melting point of Re-C.

CEM, in collaboration with IO-CSIC, decided to develop a new filter radiometer FiRa2 with the aim of reducing uncertainties achieved with LP2 and overcome design errors detected in FiRa1.

FiRa2 initial design stages started during a three month stay at NPL. Its design was strongly influenced by the wise advices provided by Graham Machin and Dave Lowe from temperature standards division and Emma Wooliams and Martin Dury from the radiometry department. Therefore, FiRa2 design is based on NPL's THOR filter radiometer which, for its part, is based on NIST's AP1 and the linear pyrometer LP3, especially on those aspects related to the SSE reduction.



**Figure 3.21:** CEM's Filter Radiometer 2 without covering case.

#### 3.3.1 Design requirements for FiRa2

FiRa2's was exclusively conceived to meet the needs for measuring HTFP so it wouldn't be as versatile as, for example, a LP2 is. This allowed the team to design a simple instrument focused on improving geometry stability, taking into account to keep the budget as low as possible. Figure 3.21 shows the final CAD prototype from which the filter radiometer was developed.

### 3.3.1.1 Accuracy requirements

FiRa2 was intended to be a state of the art filter radiometer, capable to provide the same accuracy than the most advanced filter radiometers from the most prestigious laboratories across the world such as NPL, NIST or PTB. The accuracy goal for FiRa2 was to achieve an expanded uncertainty of 0.12 % which would give a radiometric uncertainty of 120 mK at the Cu melting point and 600 mK at the Re-C melting point.

### 3.3.1.2 HTFP cell measurement requirements

Since FiRa2 is exclusively designed to measure HTFPs for InK project WP1, the performance requirements needed to be taken into account are only those related to these measurements.

#### 3.3.1.2.1 Source radiance levels

During the melt phase, a Cu, Co-C, Pt-C and Re-C eutectic cells will have spectral radiances at 650 nm of  $\sim 0.95 \text{ W sr}^{-1}\text{m}^{-2} \text{ nm}^{-1}$ ,  $\sim 11 \text{ W sr}^{-1}\text{m}^{-2} \text{ nm}^{-1}$ ,  $\sim 189 \text{ W sr}^{-1}\text{m}^{-2} \text{ nm}^{-1}$  and  $\sim 3600 \text{ W sr}^{-1}\text{m}^{-2} \text{ nm}^{-1}$ , respectively. FiRa2 needs to be able to measure radiances at each of these levels, what will require that its amplifier has a suitable dynamic range to cover these radiance levels.

#### 3.3.1.2.2 Geometry stability

FiRa2 should also maintain its geometry to within 0.01 % between calibration and use (which will be in front of a furnace at temperatures around 2800 K).

#### 3.3.1.2.3 Source and furnace geometry

The source to be measured is the aperture of the cavity with the HTFP cells, and has a diameter of 3 mm. The cells will be 50 mm long and have an outer diameter of 24 mm. Then WP1 eutectic measurements will be performed using a Chino ® model IR-80 furnace. The cell aperture will sit  $\sim 250$  mm from the front of the Chino ® furnace. The instrument's FOV must be able to view the eutectic aperture without clipping from the furnace or cavity baffles. An instrument viewing a HTFP cell 500 mm from a 40 mm objective aperture will have a FOV that is able to view the eutectic aperture unobstructed.

#### 3.3.1.2.4 Alignment options

FiRa1 aligning system consisted on a hole in its telescope that let see the image created by the focusing lens at the field stop plane. The radiometer was moved by the use of translation and tilt stages until the focused image from the radiation source was placed concentrically respect to the field stop aperture. This procedure was really time consuming and inaccurate. Most radiometers have a telescope to allow alignment by eye, this makes the aligning process easier but it also increases radiometer price and complexity.

In order to be an easy to align device while keeping its design simple, FiRa2's filter and detector will be mounted on a lens tube and the aligning system will consist on an aligning laser placed in reverse, at the end of FiRa2 optical path by substituting the filter and detector tube holder by another tube with the laser mounted inside. Hence, FiRa2 design will allow an easy exchange between the aligning laser tube and the filter-detector tube holder.

### 3.3.1.2.5 Size-of-source effect

By basing FiRa2 on the designs of NPL's THOR, on NIST's TRT and on LP3, the SSE could be reduced to the point that it and the associated uncertainty in its measurement are negligible.

### 3.3.1.2.6 Dimensions

FiRa2 should be as compact as possible in order to keep its budget low by reducing its fabrication costs and making it easy to carry from the radiometric calibration facilities at IO-CSIC to the HTFP measurement facilities at CEM (These laboratories are separated by about 25 km).

FiRa2 will be mounted on a Melles Griot ® high load lab jack vertical positioner known to take a maximum weight of 30 kg, which is used as the upper limit for FiRa2's weight.

### 3.3.1.2.7 Temperature stabilisation

Radiometric calibration laboratories at IO-CSIC and radiation temperature laboratory at CEM can be temperature stabilised within  $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ . Interference filters are very sensitive to ambient temperature and require additional equipment to monitor and maintain its temperature.

Thermoelectric cooling (TEC) systems based on Peltier effect are widely used to improve temperature control; however, it has been found they can produce electromagnetic noise and affect the photocurrent generated in the photodetector.

Instead of TEC, it was decided to use a water cooling system for FiRa2. This system requires additional equipment such a water bath and a thermometer to monitor and maintain temperature but it is more effective and produce less electrical noise during operation; further, the water jacket could not only be extended to the area close the filter, it could be also used to refrigerate the front of the radiometer and the field stop which will be subject to high heat loads while measuring HTFPs. Since preamplifiers are very sensitive to temperature, the water jacket could also be used to refrigerate FiRa2 preamplifier.

## 3.3.2 Design of the new radiometer

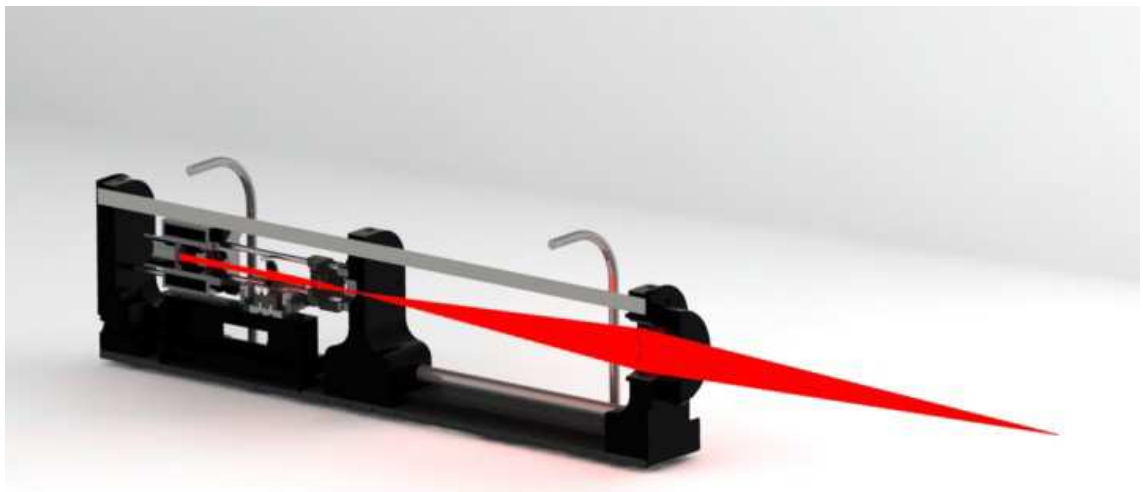
After gathering all the important information about the requirements for the new radiometer, its design process started. The basic requirements for the new radiometer were:

- To be a radiance mode radiation thermometer with imaging system.
- Be able to be calibrated in radiance mode on a laser based radiance calibration facility. The interference filter and detector surfaces must remain unparallel.
- Have a low budget while providing low measuring uncertainties. Materials and dimensions of the radiometer components will be selected keeping in mind manufacture costs.
- Be compact and easy to carry.
- Be easier to setup, align and use than FiRa1. The use of a built in aligning laser and precision x-y-z translation stages will provide fine tuning of the alignment of FiRa2 with the centre of the HTFP apertures.

- Have a low SSE. The radiometer will have a collimating lens and a Lyot stop mounted in a system that allows fine tuning of their relative positions in order to minimize SSE.
- Be geometrically stable between calibrations and measurements.
- Be able to measure eutectic cells within a Chino ® furnace.

### 3.3.2.1 Radiance-defining geometry

Geometrical specifications of FiRa2 are listed in table 3.5. FiRa2's geometry comprises two apertures: a 40 mm diameter objective aperture and a 0.9 mm diameter field stop with a 333 mm separation between them [Dury, 2013a]. These apertures have lands smaller than 100  $\mu\text{m}$  because tests have demonstrated that apertures with lands greater than 100  $\mu\text{m}$  can create angular sensitivity due to "tunnel interreflections" and this phenomenon will increase the SSE [Hartmann, 2009]. Figure 3.22 shows how radiance from the measured source travels across FiRa2's optical path until it hits photodetector's active surface.



**Figure 3.22:** Sectioned view of FiRa2 and the measured radiance solid angle.

As FiRa2 is being calibrated as a whole instrument, it is important that its internal geometry between calibration and use is stable. Therefore, both apertures have been manufactured from silicon nitride, selected because of its low coefficient of thermal expansion. Three carbon steel rods that support the mounts within apertures are installed. Carbon steel is used because it has a low thermal expansion coefficient and because it is so much cheaper than invar, the best choice in terms of thermal stability. The combination of carbon steel rods with silicon nitride will ensure that FiRa2 maintains its geometry to within  $\pm 0.01\%$ . Quartz could have been used for the rods since it has a very low expansion coefficient, but NPL staff advised against its use because of their experience with THOR.

### 3.3.2.2 Ideal geometry

The dimensions of a radiometer described in would produce a 1.5 mm diameter field stop image. This design comprises an objective lens with a 200 mm focal length, a 40 mm diameter objective aperture and a 0.9 mm diameter field stop, separated by 333 mm. The

2:3 magnification of this system would image the 0.9 mm field stop as a 1.35 mm area onto the HTFP aperture [Yoon, 2008].

Objet distance	500 mm
Image distance	333 mm
Objective focal length	200 mm
Target diameter	1.35 mm
Aperture stop diameter	40 mm
Field stop diameter	0.9 mm
Collimating lens focal length	50 mm
Lyot stop diameter	6 mm
Interference filter	650 nm, full width half max of $10 \pm 2$ nm
Photodiode active area	10 mm x 10 mm
Operating temperature	$20.5 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0.5 \text{ }^\circ\text{C}$

**Table 3.5:** *FiRa2 parameters and design specifications.*

### 3.3.2.3 Engineering tolerances and stability

It is of greater concern that the apertures retain their shape (and dimensions) and the distance between them remains constant (to within 0.01 %) between calibration and use in the HTFP measurements.

If the diameters of the two apertures and their separation change by 0.01 %, then  $g$  will change by 0.02 %.

### 3.3.2.4 FiRa2 main features

FiRa2 is 70 cm long; its whole structure is supported in a cast iron base. This material was selected in order to maintain radiometer's geometry stable because it is a cost effective material with a low expansion coefficient ( $10.8 \times 10^{-6}$  m/mK). However, cast iron increases radiometer's weight because it is a dense material and it must be protected from corrosion with a special coating.

As reinforcement in geometrical stability, FiRa2 has three carbon steel rods, a relatively more expensive material than cast iron but with the same expansion coefficient. The rods fix the position between the three vertical mounts.

A refrigerated lens tube is attached to the frontal mount, it holds the focusing lens and the  $\text{\O}40$  mm blackened objective aperture.

The central mount supports the  $\text{\O}0.9$  mm blackened field stop and has a refrigeration cavity around it.

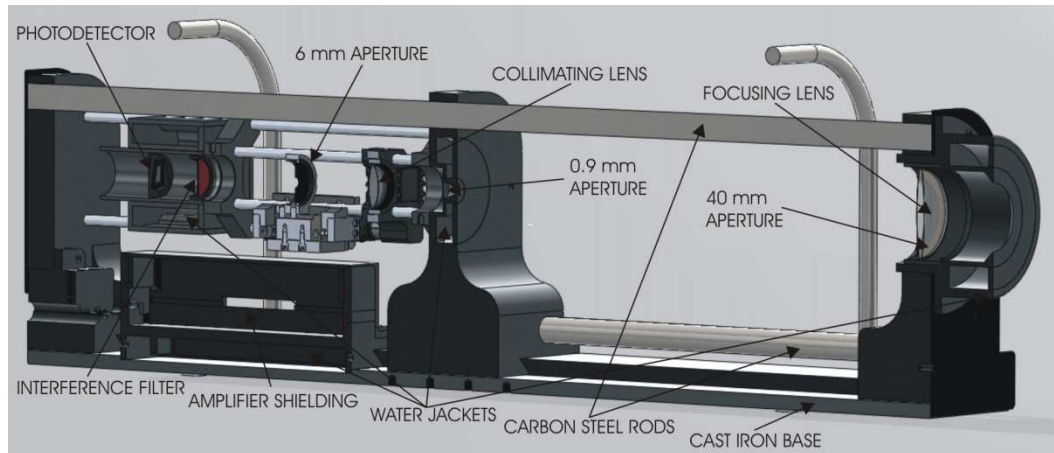
Between the central and rear mounts, a Thorlabs ® cage system holds the collimating lens, the  $\text{\O}6$  mm Lyot stop, and the tube where the interference filter and the photodetector are mounted. This tube is respectively housed into a refrigerated water jacket.

FiRa2's amplifier is placed under the cage system in a custom made box which refrigerates and shields the device from external electromagnetic noise.

The four water jackets (amplifier case, filter-detector housing, field stop holder and focusing lens holder) are interconnected by a refrigeration circuit made with  $\text{Ø}6$  mm pipes which pump the refrigerating water from the thermostatic bath into the radiometer and, after passing through it, return the water back to the bath.

Two thermistors, one placed at the amplifier case and another one close to the field stop, are connected to an ASL® F-100 thermometer to monitor temperature.

FiRa2's main features are outlined in Figure 3.23:



**Figure 3.23:** Scheme of FiRa2's main components.

### 3.3.2.5 Aperture design and choice

The roundness of FiRa2's objective aperture and field stop are not of much concern as it is being calibrated for spectral radiance responsivity as a whole instrument, rather than each component. Reasonable tolerances (better than  $1/100$  mm) on the aperture roundness are acceptable. It is of greater concern that the apertures retain their shape (and dimensions) and the distance between them remains constant (to within 0.01 %) between calibration and use in the HTFP measurements.

The knife-edge thickness of the aperture lands (the sharp interior edge of the aperture) needed consideration as aperture lands can create angular sensitivity due to "tunnel interreflections", which would add to FiRa2's size-of-source effect. Tests have demonstrated insensitivity to lands of less than  $100 \mu\text{m}$ . Thin film apertures, with very sharp lands were preferred; they can also be more easily blackened than a diamond-turned aperture. However, thin film apertures would have been much more temperature sensitive and may require significant temperature stabilisation to prevent them from changing change shape due to heating when placed in front of a HTFP furnace heating.

### 3.3.2.6 Choice of front lens

In a 1:1 imaging system, both surfaces of the lens are spherical and have the same radius of curvature; coma, distortion, and chromatic aberration are identically cancelled due to the symmetry.

The SSE is also dependent on the imaging quality of the lens as well as the light scattered by the lens. If the edges of the eutectic aperture are not well imaged then they will also contribute to the SSE. The edge imaging is not so important if a 1 mm target size radiometer

is viewing a 6 mm diameter blackbody, but if the cavity is only 3 mm in diameter then the imaging will be important.

Achromatic lenses are designed to minimize spherical aberration and coma when operating at an infinite conjugate ratio. Unlike singlet lenses, this results in a constant focal length independent of aperture and far better off-axis performance. Therefore, a 2:3 achromatic magnifying lens was chosen for FiRa2 front lens.

### **3.3.2.7 Magnifying system**

As NIST's ART and NPL's THOR radiation thermometers, FiRa2 uses a 2:3 magnifying system which comprises a 50.8 mm diameter achromatic lens (with appropriate anti-reflection coating) with a focal length of 200 mm. A 3 mm eutectic aperture placed 500 mm in front of the lens will form a 4.5 mm diameter image of the aperture at a distance of 333.33 mm, where the field stop will be placed.

### **3.3.2.8 Choice of objective lens: Achromats**

Only catalogue lenses were considered since they are more cost effective than experimental lenses. A CVI Melles Griot® 01LAO624 achromatic lens with a diameter of 50 mm and a focal length of 200 mm was chosen for FiRa2's objective lens since this model has demonstrated to provide low SSE [Dury, 2013a].

The ideal lens would have a very large diameter, such that light would not be scattered from its edges reducing scatter and aberrations; however, catalogue lenses that are available for use as the objective lens tend to have diameters between 50.0 mm to 50.8 mm. As good results have been demonstrated with lenses of these dimensions with the AP1 and THOR; similar catalogue lenses have been used in FiRa2.

The front lens and objective aperture are mounted in a Ø50 mm lens tube from THORLABS which in turn is attached to FiRa2's water cooled frontal lens holder.

### **3.3.2.9 Choice of collimating lens**

FiRa2 uses a CVI Melles Griot PLCX f50.0, as a collimating lens, a 25 mm diameter plano-convex lens with appropriate anti-reflection coating and a focal length of 50 mm.

The collimating lens is placed 50 mm away from the field stop and will produce a 6 mm diameter collimated beam. From calculation, a 6 mm diameter Lyot stop should be placed 57.5 mm from the collimating lens to reduce the size of source effect. The filter and detector will be placed behind.

The radiometer's collimating lens produces an image of the objective aperture onto the Lyot stop, from the light that passes through the field stop.

### **3.3.2.10 Protection, access and cleaning**

FiRa2's optics are enclosed to protect the cleanliness of the internal components. A front cover protects the objective lens when not in use.



The components are cleaned before calibration and then remain untouched until the next calibration. With FiRa2's covering case removed, lenses can be easily cleaned with clean air blown onto the objective lens. Newly cleaned lenses may change rapidly, so we clean the lens and then leave it a day or so, before calibrating the instrument for SSE and spectral radiance responsivity.

### 3.3.2.11 Size-of-source effect optics

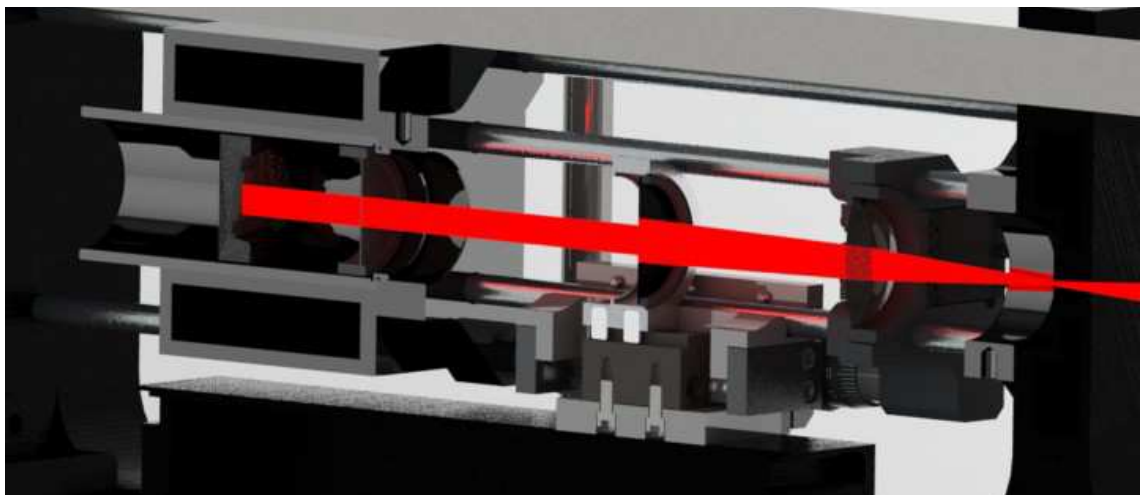
The best quality catalogue lens that provides the lowest size of source effect were chosen based on [Dury, 2014].

It's been demonstrated that adding an appropriate Lyot stop to the optical system can significantly reduce the SSE of a radiometer [Yoon, 2005] Therefore, FiRa2 has a Lyot stop system consisting on a  $\varnothing 6$  mm diameter aperture made of  $12.7 \mu\text{m}$  thin film highly reflective copper.

Collimating lens and Lyot stop are placed into the optical path via a THORLABS® cage system at their nominal distances determined by theoretical calculations: the collimating lens is placed at 50 mm from the field stop and the Lyot stop is placed at 57.5 mm from the collimating lens. Figure 3.24 shows a close up of the incoming light passing through FiRa2's collimating lens, Lyot stop, interference filter and, finally, reaching photodetector's active surface.

Fine tuning of the Lyot stop and collimating lens mounts was used to improve SSE maintaining objective lens, objective aperture and field stop fixed. FiRa2 was aligned in front of the SSE sphere system. In first place, several SSE measurement runs were performed changing the position of the collimating lens over 0.2 mm between them until a minimum SSE value was obtained. Once the ideal position of the collimating lens was found, its position was fixed and the same procedure was made with the Lyot stop.

The Lyot stop reduces the SSE as the image of the objective aperture is imaged onto the Lyot stop. If the Lyot stop is smaller than the image of the objective aperture, then it will be very good at reducing the SSE of the instrument, but will be one of the defining apertures within the radiometer, which will then be very sensitive to small changes in diameter.



**Figure 3.24:** Close up representation of radiance from HTFP passing across FiRa2's optical components.

### 3.3.2.12 Interference Filter

Interference filter used in FiRa2 is the same 650 nm interference filter from Newport Corporation ® used in FiRa1. Its calibration for being used in FiRa1 demonstrated that it is a narrowband filter (10 nm at half bandwidth) with a low OOB.

To avoid angular sensitivity, it was decided to place the filter normal respect to the optical axis and wedge the detector 10° instead, to avoid interference fringes.

It is important that the detector is spatially uniform across its surface (poor uniformity would suggest problems with the filter, such as pinholes or deterioration with age).

The filter is mounted on a lens tube which is housed in a water jacket to maintain its temperature stable around 20.5 °C.

### 3.3.2.13 Detector

The photodetector used in FiRa2 is a Hamamatsu ® 1337-1010BR. These detectors have been used in filter radiometers and trap detectors for many years.

The detector should be large enough to be under filled by the collimated beam passing through the Lyot stop. The diameter of the collimated beam passing through the Lyot stop will be 6 mm in diameter, so a detector with an active area greater than this is needed. Hamamatsu ® S1337-11 detectors have an active area of 10 mm x 10 mm.

The detector should have a sufficiently high shunt resistance to produce minimal Johnson noise. For a Hamamatsu ® 1337-1010BR detector, a typical shunt resistance of 0.2 GΩ would be expected.

The detector should have minimal capacitance. For a Hamamatsu ® 1337-1010BR detector, a typical capacitance is 1100 pF.

The detector is placed along with the interference filter in the same lens tube, so its temperature also remains stable reducing changes in detector's dark current.

### 3.3.2.14 Amplifier

Throughout FiRa1 calibration and HTFP measurements, it was found that the amplifier for FiRa2 should have gain ratios from  $10^6$  V/A to  $10^9$  V/A. The FEMTO ® DLPCA-200 amplifier is a model used in many NMI's such as PTB, NPL, NIM and NMIJ; however, experience with this amplifier at IO-CSIC evidenced abnormal behaviour on its performance. PTB expert Klaus Anhalt in a private communication was asked about his opinion on this amplifier model and he indicated that, from his experience, it is a good amplifier but very sensitive to ambient temperature and electromagnetic noise.

It was decided to use the FEMTO ® DLPCA-200 amplifier for FiRa2. To avoid temperature and electromagnetic noise sensibility, a water refrigerated shielding case for the device was designed. The amplifier is attached to the radiometer's base under the optical system, very close to the detector in order to connect the detector to the amplifier with an isolated twisted

cable as short as possible since the low photocurrent traveling from the detector to the amplifier is very sensitive to the impedance of the cable and to electromagnetic noise.

The amplifier gains were calibrated by Felix Raso from CEM's electricity division using the Spanish national DC voltage standard, traceable to the SI volt via the Josephson effect [Josephson, 1973]. Calibration results are shown in table 3.6.

Gain	Value	$U (k=2)$
LN-6	0,99753	$1,1 \times 10^{-4}$
LN-7	0,1007858	$9,9 \times 10^{-6}$
LN-8	9,9856	$1,2 \times 10^{-3}$
LN-9	1,00513	$5,8 \times 10^{-4}$

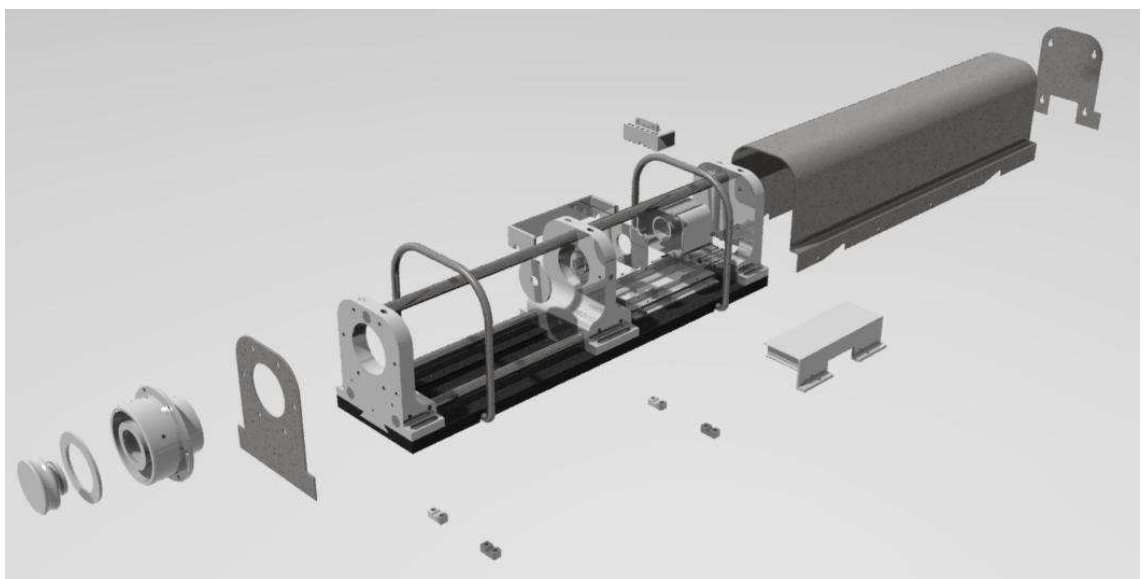
**Table 3.6:** Calibration values for the gain ratios of the filter radiometer's amplifier.

### 3.3.2.15 Aligning the radiometer

FiRa2's aligning system consists on the substitution of the tube that holds the filter and the detector by another one with a green aligning laser. The laser beam travels in reverse across the optical path and creates a small spot over  $\varnothing 1.5$  mm at 500 mm from FiRa2's focusing lens. Three precision translation stages, one for each axis, are used to place the laser spot at the point where the radiometer is desired to be aligned.

### 3.3.2.16 Radiometer Case

A stainless steel case is used to cover the radiometer; two plates, also made of stainless steel, are placed one at the front and one at the back of the radiometer to complete the light enclosure. Above the case, two stainless steel handles let move and manipulate the radiometer. Apart from the carbon steel rods and the cast iron base, which was protected from corrosion with a protective coating, all of the remaining custom structural parts from FiRa2 are machined in aluminium. Figure 3.25 shows an exploded view of all of FiRa2's custom made structural components.



**Figure 3.25:** Exploded view of FiRa2's custom made structural components.

The whole of the instrument housing and the parts located inside it, excepting the structural rods, are painted black with Nextel ® Velvet black paint. It's being demonstrated this coating has the lowest reflectivity coefficient among many other black coatings [Dury, 2007].

The outside of FiRa2's case is painted in black to ensure thermal stabilization of the internal components to the laboratory surroundings.

### 3.3.2.17 Connectors

FiRa2 is connected to a series of instruments for measurement and control. A series of connectors pass through the rear part of the radiometer:

- Thermistors for temperature measurement in F-100 thermometer.
- Earth cable to attach FEMTO ® DLPCA-200 amplifier to ground.
- Power cable for FEMTO ® DLPCA-200 amplifier.
- Control cable for FEMTO ® DLPCA-200 amplifier
- Water refrigeration input and output tubes.
- Coaxial cable from amplifier to DVM for signal measurement.

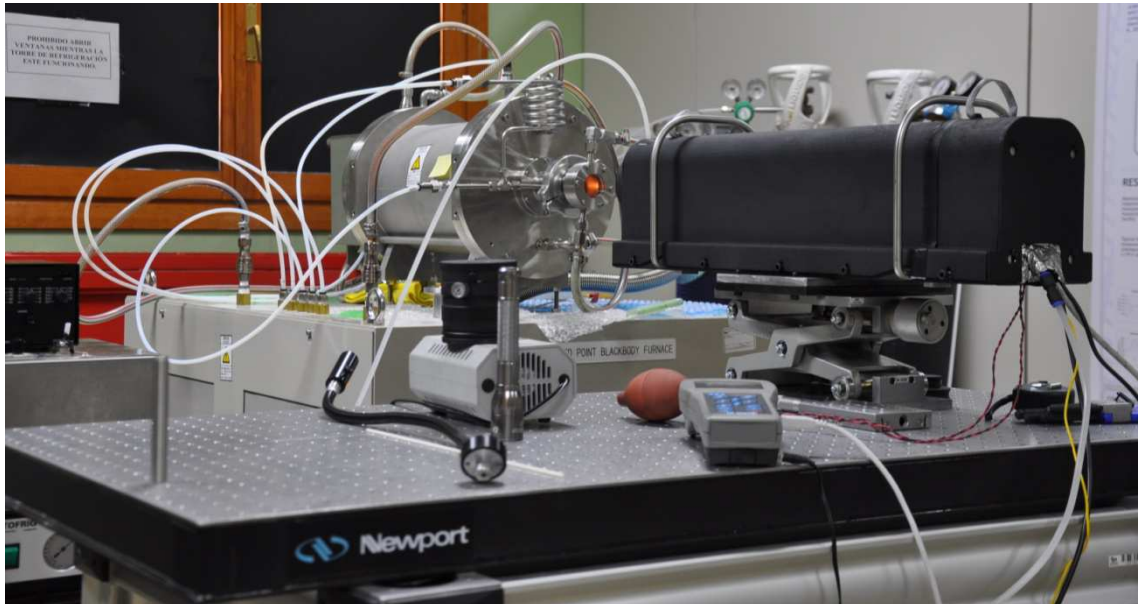
Signal voltage is kept separate from the other higher current connections, which may be a source of noise.

FiRa2's main components are listed in table 3.7:

Focusing lens	CVI Melles Griot ® achromatic f200, Ø 50.0 mm
Aperture stop	Electro Optical Industries ®, thin film silicon nitride, Ø 40.0 mm
Field stop	Lenox Laser ®, blackened, Ø 0.9 mm
Cage system	THORLABS ®
Collimating lens	CVI Melles Griot ® PLCX f50.0, Ø 25.0 mm PRSN UVF
Lyot Stop aperture	Lenox Laser, Thin film copper, Ø 6.0 mm
Interference filter	Newport 10BPF10-650 , 650 nm
Photodetector	HAMAMATSU ® 1337-1010BR
Amplifier	FEMTO ® DLPCA-200
Internal coating	Nextel ® Velvet Black Coating 811-21
Temperature sensors	RS ® Thermistors
Thermometer	ASL ® F-100
Thermostatic bath	HETO ® FRIG CB 11
Structural components	CUYMA ® Workshop, machined aluminum (except indicated)

**Table 3.7:** *FiRa2* components.

Figures 3.26 and 3.27 show FiRa2 measuring HTFP's housed inside the Chino ® furnace at CEM.



**Figure 3.26:** *FiRa2 in front of the Chino ® furnace during HTFP measurement.*



**Figure 3.27:** *Close up view of FiRa2 during HTFP measurement.*

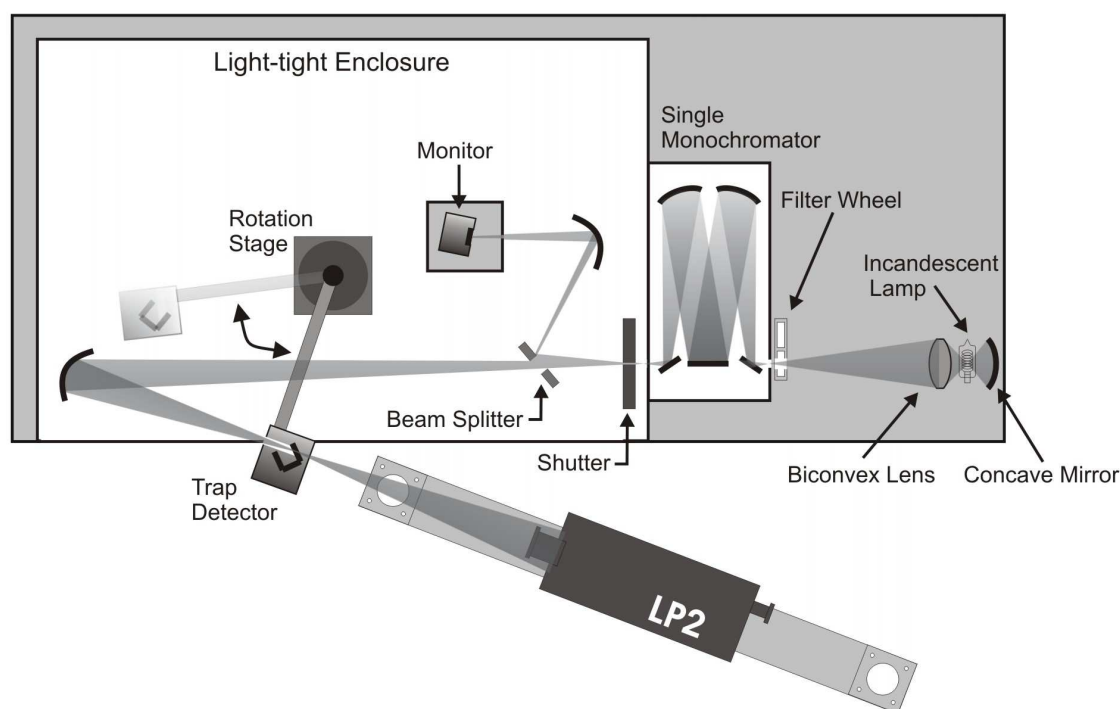
## 3.4 CALIBRATION FACILITIES

### 3.4.1 Relative spectral radiance calibration facility [Mantilla, 2014]

Primary radiometry is, at present, able to achieve uncertainties competitive with the ITS-90 above the silver point with one of the possible techniques, the calibration for radiance responsivity of an imaging radiometer (radiance method). In order to carry out this calibration, IO-CSIC (Spanish Designated Institute for luminous intensity and luminous flux) has collaborated with CEM, allowing traceability to its cryogenic radiometer. A lamp-monochromator based spectral comparator facility has been used to calibrate one of the CEM standard radiation thermometers.

To calibrate radiometers in the radiance mode, experimental setups with a tuneable or fixed wavelength laser as radiation sources can be used in order to obtain a better spectral purity, instead of white sources, and a higher signal-to-noise ratio. Unfortunately, when a laser is used to calibrate a filter radiometer which has its filter and detector placed in parallel, interference fringes appear resulting in a ripple in the spectral distribution of the radiation thermometer. This interference pattern is difficult to measure or account for if few measurements are made. In consequence, a highly stable lamp as a light source with a monochromator, see Figure 3.28 is used instead for the calibration of commercial radiometers, not suitable for laser based facilities.

In a first approach to the measurement of absolute thermodynamic radiation temperatures at CEM, a standard radiation thermometer KE ®-LP2 was calibrated in radiance mode. It has got an interference filter with a nominal central wavelength of 650 nm and a bandwidth of approximately 10 nm.



**Figure 3.28:** IO-CSIC's lamp-based relative spectral responsivity calibration facility scheme.

To check for the absence of transmission bands outside the nominal interference filter's band, a spectral scan of the radiometer response was done across the range in which the detector is sensitive (300 nm to 1000 nm approximately). No band was found in this scan ( $10^{-4}$  or less as a ratio to the peak value), so this term could be neglected in the uncertainty budget. Then the calibration was performed between 600 nm and 700 nm. A simple setup was used to know the relative change of the radiometer's responsivity from one wavelength to another, taken the peak wavelength as a reference. To do that, it is sufficient to have a source that fills the field of view and the entrance pupil of the KE ®-LP2 in the same way for all the wavelengths and to know the relative change of radiant flux emitted by the source.

This source was not highly uniform, but, since the actual response spectral range is short, the non-uniformity is almost the same for the interval, resulting in a non-significant error in the relative measurement. An image of the exit slit of a monochromator has been used as the source for these measurements. A single monochromator (Model Spectra Pro ® SP 500M) with its corresponding second-order blocking filter was illuminated with a 500 W halogen incandescent lamp from OSRAM ® whose electrical current was kept constant within 1 mA. Nevertheless, a Si monitor detector was also installed to correct for short-term stability of the lamp's emission.

The relative spectral responsivity of the LP2 is given by

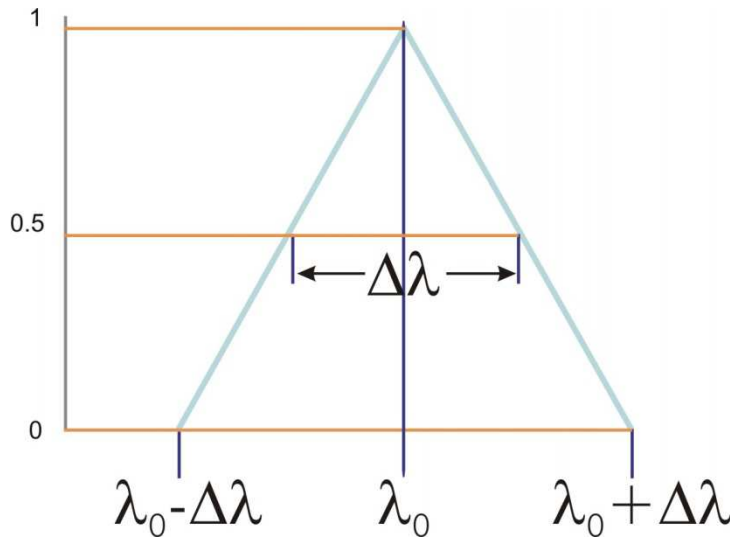
$$R_{rel,LP2}(\lambda) = \frac{\frac{I_{LP2}(\lambda)}{I_{TD}(\lambda)} \frac{M_{TD}(\lambda)}{M_{LP2}(\lambda)} R_{TD}(\lambda)}{\frac{I_{LP2}(\lambda_{ref})}{I_{TD}(\lambda_{ref})} \frac{M_{TD}(\lambda_{ref})}{M_{LP2}(\lambda_{ref})} R_{TD}(\lambda_{ref})} \quad (3.12)$$

Where the  $I_{LP2}(\lambda)$  is the photocurrent measured by the LP2 at a given wavelength,  $\lambda$ ;  $I_{TD}(\lambda)$  is the photocurrent measured by the reference trap detector at a given wavelength,  $\lambda$ ;  $M_{TD}(\lambda)$  is the signal recorded by the monitor during the measurement of  $I_{TD}(\lambda)$ ;  $M_{LP2}(\lambda)$  is the signal recorded by the monitor during the measurement of  $I_{LP2}(\lambda)$ ;  $R_{TD}(\lambda)$  is the spectral responsivity of the reference trap detector at the wavelength  $\lambda$  and  $\lambda_{ref}$  is the reference wavelength the spectral responsivity curve is normalized. The absolute radiance responsivity calibration will be performed at the wavelength  $\lambda_{ref}$ .

### 3.4.1.1 Convolution effects in spectral responsivity determination

In order to determine the bandwidth to be used in the measurements, the thermometer response was simulated for the expected responsivity functions for different bandwidths and compared to the ideal zero bandwidth.

Monochromators have precision micrometers at their entrance and exit slits to adjust the light they let pass through them describing a triangle function as shown in Figure 3.29.



**Figure 3.29:** Monochromator triangle bandpass function.

Monochromatic light could only be obtained from a monochromator in the ideal case where the slits are completely closed. In practice, for a reference wavelength  $\lambda_0$ , there is a bandwidth,  $\Delta\lambda$ , of light that passes through the monochromator. By convention,  $\Delta\lambda$  is considered the width of the triangle function at half of the peak value and it is usual to operate with a bandwidth,  $\Delta\lambda$ , of 1 nm. The monochromator triangle function can be numerically expressed as

$$\int_{\lambda_0 - \Delta\lambda}^{\lambda_0 + \Delta\lambda} p(\lambda) d\lambda = \Delta\lambda \quad (3.13)$$

The convolution of monochromator triangle function,  $p(\lambda)$  and radiometer's spectral radiance responsivity function at 0 bandwidth,  $R_0(\lambda)$  give the effective relative radiance responsivity,  $R_e(\lambda)$

$$R_e(\lambda) = \frac{\int_{\lambda_0 - \Delta\lambda}^{\lambda_0 + \Delta\lambda} R_0(\lambda) p(\lambda) d\lambda}{\int_{\lambda_0 - \Delta\lambda}^{\lambda_0 + \Delta\lambda} p(\lambda) d\lambda} \quad (3.14)$$

Before measuring the LP2 relative spectral response two parameters needed to be determined in order to achieve consistent results: slit width and integration step. The procedure to obtain these parameters was as it follows:

1. Obtain experimental data of a LP2 relative responsivity curve with the parameters  $\Delta\lambda = 0.5$  nm, Integration step = 0.5 nm.
2. Create by interpolation a curve with an integration step of 0.005 nm to calculate a reference temperature,  $T_{ref}$ , with the signal measured at the Re-C melting point.
3. Calculate  $R_e$ 's for different slit widths from 0.05 nm to 10 nm. See results in Figure 3.30:



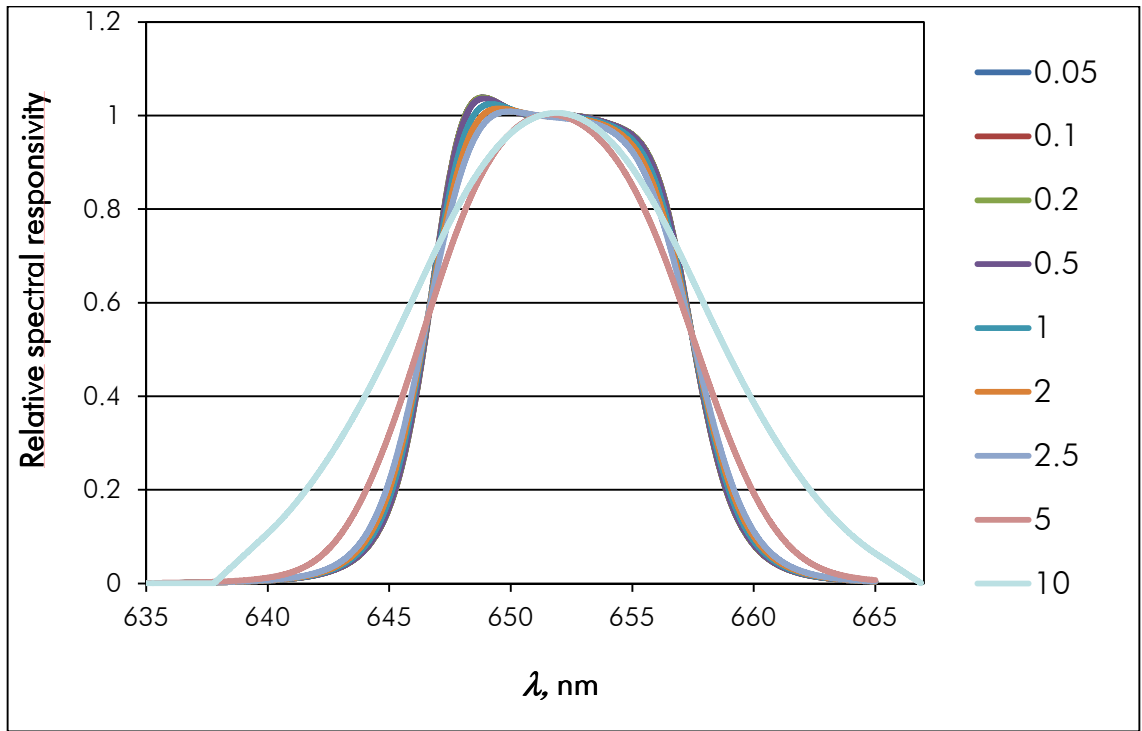


Figure 3.30: LP2 effective relative radiance responsivity curve for different slit widths.

- Calculate  $R_0$ 's for different integration steps from 0.005 nm to 2 nm. See results in Figure 3.31:

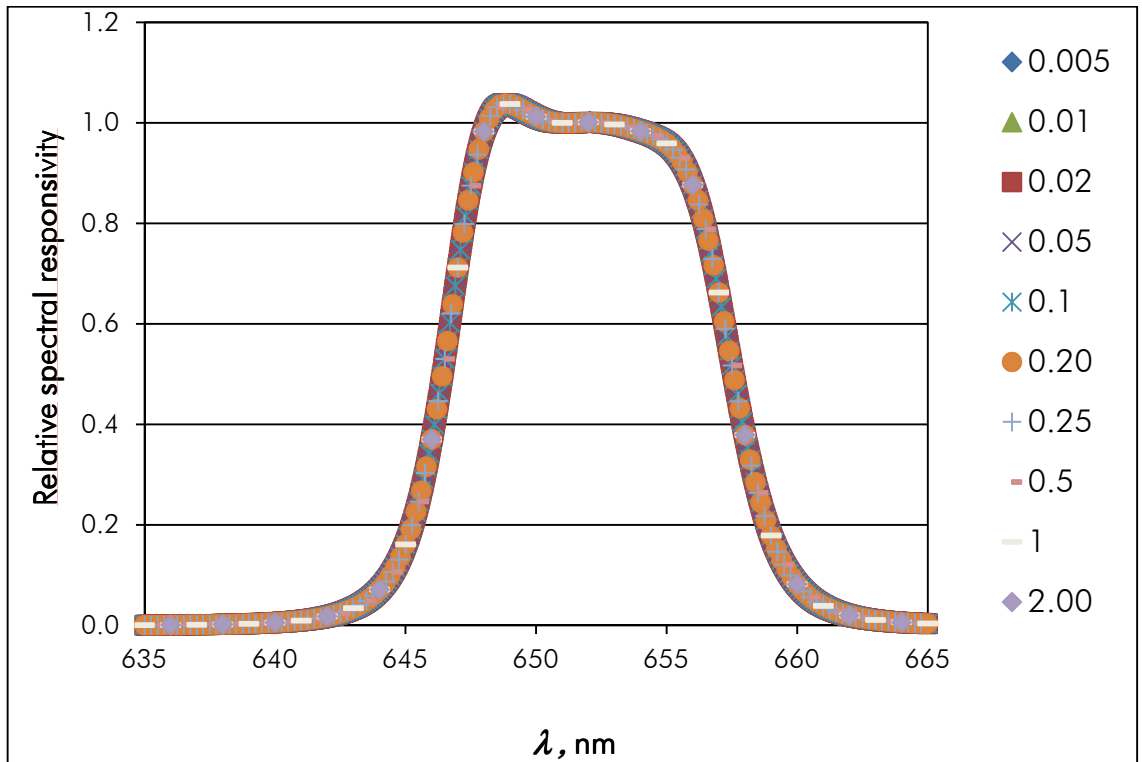


Figure 3.31: LP2 relative radiance responsivity curve for different integration steps.

- Temperature calculation for each  $R_e$  and  $R_0$  using the photocurrent measured at Re-C point and Simpson's integration method.
- Comparison between reference temperature ( $T_{ref}$ ) and the temperatures calculated for each  $R_e$  ( $T_{e,\Delta\lambda}$ ) and  $R_0$  ( $T_{0,step}$ ). See tables 3.8 and 3.9 to see these results.

$\Delta\lambda$ (nm)	$T_{ref} - T_{e,\Delta\lambda}$ (K)
0.050	-0.003
0.1	0.000
0.2	-0.008
0.5	-0.067
1	-0.580
2	-1.073
2.5	-1.544
5	2.824
10	72.725

**Table 3.8:** Temperature differences at the Re-C varying calibration monochromator slit bandwidth.

Integration Step (nm)	$T_{ref} - T_{0, step}$ (K)
0.01	0.003
0.02	0.003
0.05	0.003
0.10	0.003
0.20	0.003
0.25	0.003
0.50	-0.001
1.00	0.100
2.00	4.842

**Table 3.9:** Temperature differences at the Re-C varying calibration integration step.

## 7. Data analysis and determination of future calibration parameters

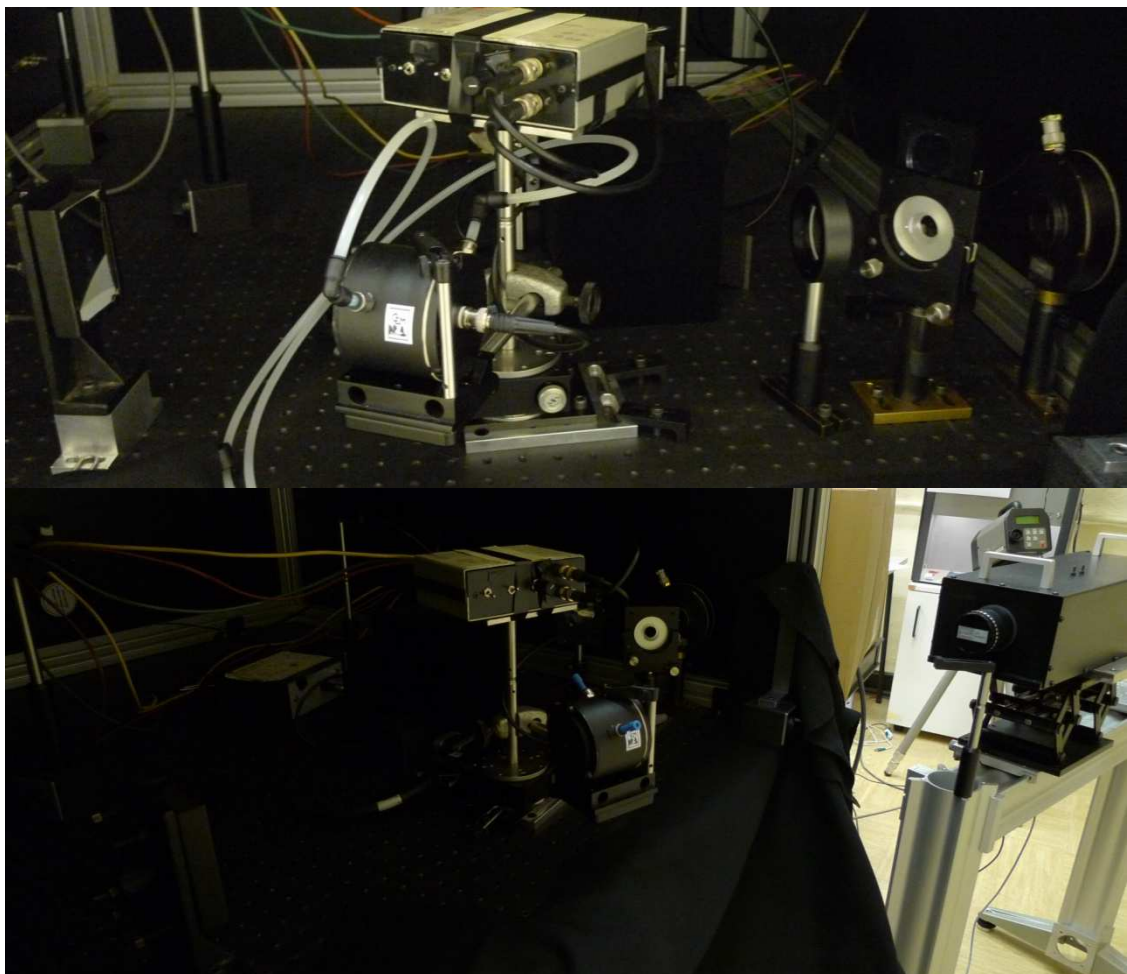
Results in table 3.8 show the Ideal  $\Delta\lambda$  should be under 0.2 nm but in practice for better s/n up to 0.5 nm could be allowable. Integration step must be under 0.5 nm to have a negligible error in temperature.

The differences in signal were negligible for bandwidths below 0.2 nm; as a result, this bandwidth was selected for the measurement. The radiant flux emitted by the monochromator exit slit image was measured with a silicon trap detector. This image is far away from the monochromator in order to minimize the coming stray light, which, in fact, is already very small.

The monochromator wavelength scale was calibrated within the measurement spectral range by using a Ne spectral lamp, which emits several lines in the range of interest, so that the wavelength can be accurately set in the instrument and the bandwidth shape measured in detail in this range. In fact, taking into account that the repeatability in wavelength selection is very high, the wavelength uncertainty is mainly limited by the resolution of the counter. The bandwidth function resulted in a very nice triangular function for the bandwidth of 0.2 nm used for the measurements. The monochromator out-of-band transmission was below  $10^{-4}$ .

Relative spectral responsivity measurements were performed automatically by using a specific control software developed in Visual Basic ® to select wavelengths in monochromator, move the reference trap detector with a Newport Corp. ® rotation stage to measure the LP2 and record the readings of the trap detector, LP2 and the monitor detector done in a DVM.

Figure 3.32 shows images taken during LP2's relative spectral responsivity calibration:



**Figure 3.32:** IO-CSIC's lamp based Relative radiance responsivity facility view.

### 3.4.1.2 Wavelength measurement

In monochromator-based facilities radiation from a wide band radiation source, typically an incandescent lamp passes through the input slit of a monochromator which opto-mechanically disperse it and transmit a narrow portion of the optical signal from the input source. The main components of a monochromator are the entrance slit, the exit slit and a dispersion element, prisms or diffraction gratings.

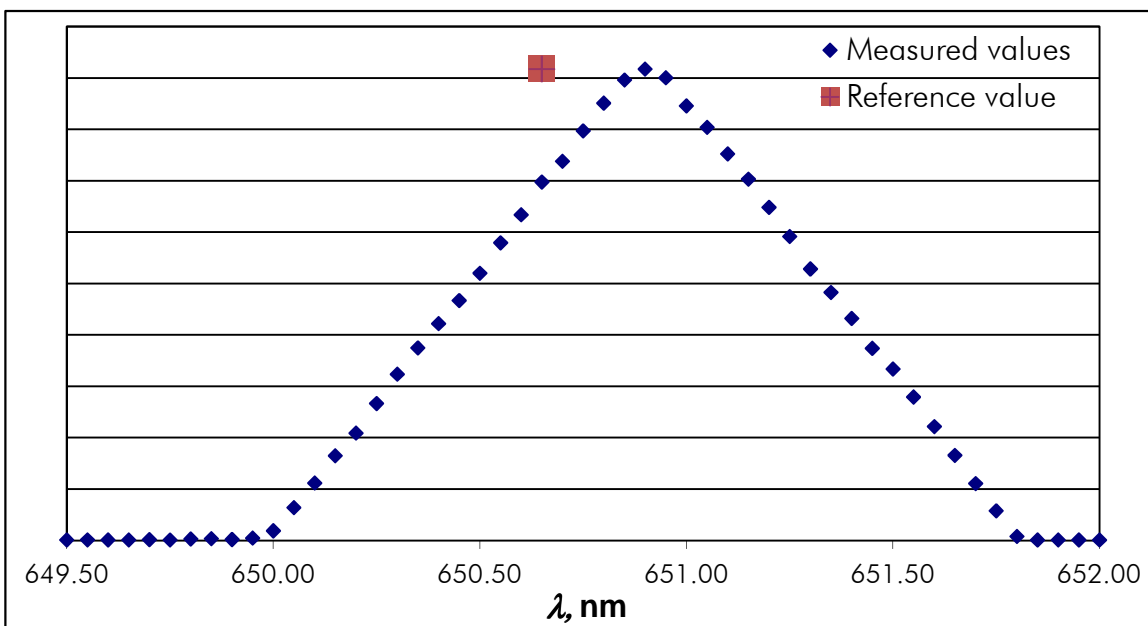
The model used in this case was a Acton Research ® Sp3ectra Pro 500. It has a diffraction grating as dispersion element which takes advantage of the dependence of the reflection angle on the radiation wavelength.

The mechanical system that moves the grating for the wavelength selection must be calibrated. For this purpose, an Oriel ® Neon calibration lamp was used. This lamp produces narrow, intense lines from the excitation of Ne gas. The wavelength value of these lines is provided by the manufacturer, taken from literature. The Ne calibration lamp is placed in front of the entrance slit, a photo-detector is placed at the exit slit and various measurements are taken for different lines within the spectrum the filter radiometer is going to be calibrated later.

For each of these lines, several scans of a few nanometers with a sampling step of 0.05 nm are done. Triangle- shaped relative spectral responsivity curves are obtained as the one shown in Figure 3.33. The wavelength corresponding to the maximum value of this triangle function is calculated by

$$\lambda_{max} = \frac{\sum_{\lambda_0}^{\lambda_f} \lambda_i S(\lambda_i)}{\sum_{\lambda_0}^{\lambda_f} S(\lambda_i)} \quad (3.15)$$

Where  $S(\lambda_i)$  is the signal measured for the calibration wavelength,  $\lambda_i$ . The correction of the monochromator at a reference wavelength,  $\lambda_{ref}$  is the difference between the reference value and the calculated value  $C(\lambda) = \lambda_{ref} - \lambda_{max}$



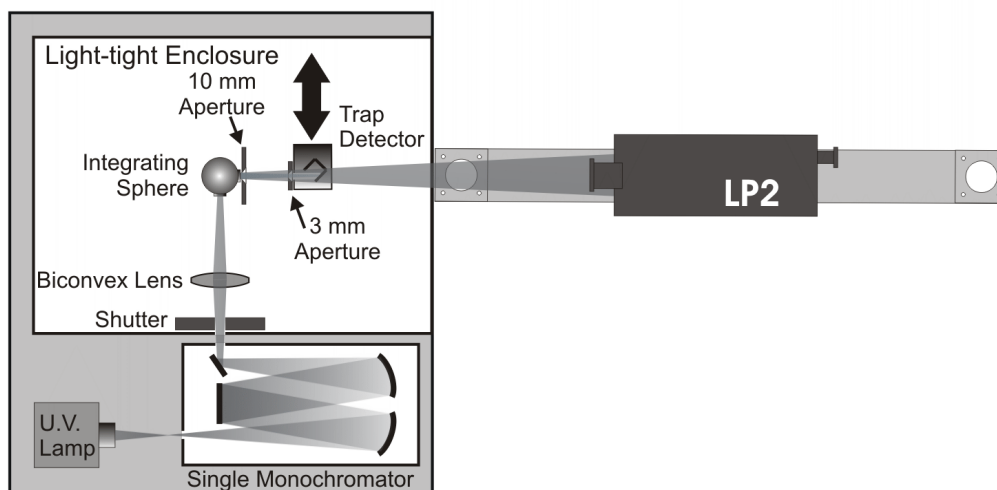
**Figure 3.33** Spectral responsivity curve for the calibration of a monochromator at 650.65 nm.

## 3.4.2 Absolute spectral radiance responsivity facilities

### 3.4.2.1 Incoherent sources [Mantilla, 2014]

A monochromator-based integrating sphere facility has been used for the absolute calibration of the LP2, in combination with a high stability, high power discharge lamp which provides Lambertian radiation, see Figures 3.34 and 3.35. The system consists of a 150 W Xe–Hg UV lamp from Oriel® placed inside a housing with an optical objective imaging the lamp’s arc in the entrance slit of a single monochromator. The monochromator output is imaged on the entrance port of an integrating sphere 5.8 cm in diameter.

The diffraction grating used at the monochromator is the 1200 grooves/mm grating. The entrance and exit slit widths of the monochromator are set to 0.6 mm resulting in a 1 nm FWHM bandwidth. The maximum signal-to-noise ratio is 0.08 % for the standard thermometer under test, and it is considered in the uncertainty budget.



**Figure 3.34:** IO-CSIC absolute radiance responsivity calibration facility scheme.

A precision brass aperture with a nominal 10 mm diameter was used to define the area for calculating the spectral radiance for absolute measurements. A three-element Si-trap detector with a 3 mm diameter precision aperture, traceable to the primary cryogenic radiometer of IO-CSIC, has been used to measure the optical power. With the known effective areas of the apertures and the distance between these two apertures, the geometric factor of the radiance measurement can be calculated and then the spectral radiance of the sphere’s aperture obtained. Before the construction of the radiancemeter, the distance between the apertures was measured with a precision length gauge.

The calculated spectral radiance is compared with the photocurrent generated at the radiation thermometer to determine the absolute spectral radiance responsivity of the radiation thermometer by applying equations 2.5 and 2.6.

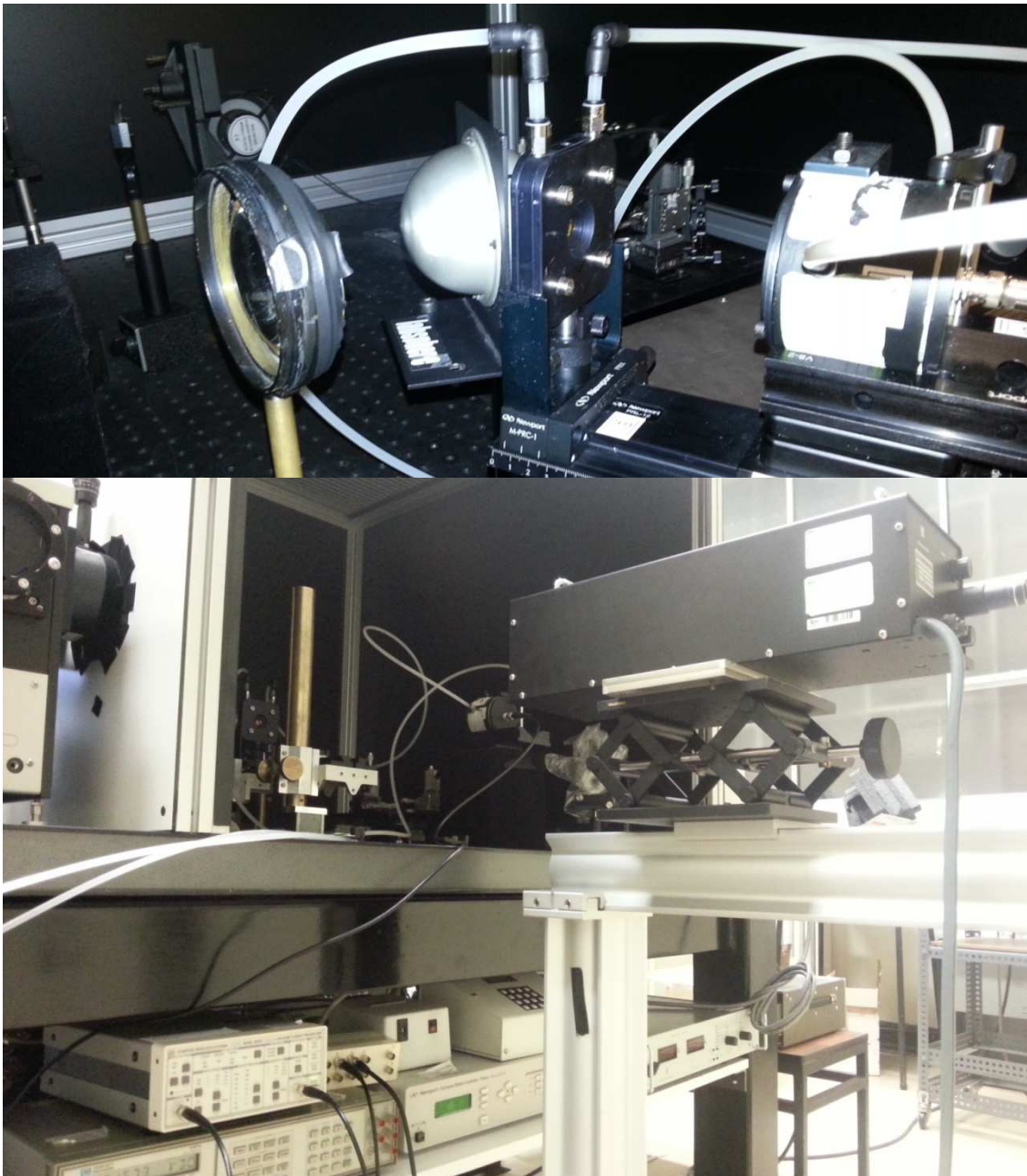


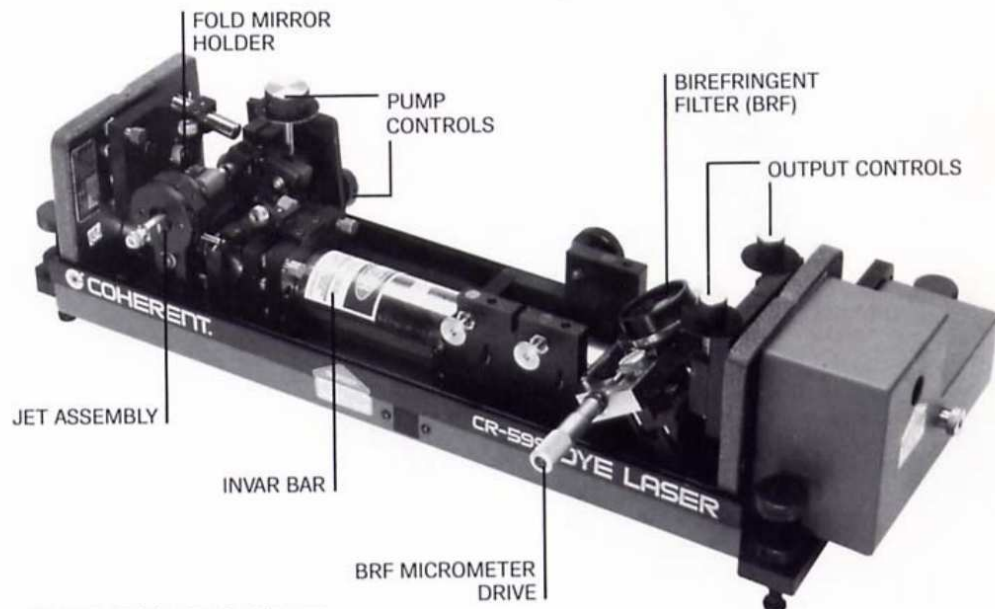
Figure 3.35: IO-CSIC absolute radiance responsivity calibration facility.

### 3.4.2.2 Coherent sources

The spectral radiance responsivity calibration of FiRa1 and FiRa2 was performed in a laser-based facility in order to reduce the calibration uncertainties obtained with the lamp-monochromator based facility during the LP2 calibration. Both radiometers were calibrated at IO-CSIC in the wavelength of 650 nm. A wideband source was required for the calibration from 600 nm to 700 nm. The apparatus used for this purpose was a Coherent® 599 Standing Wave Dye Laser cavity, shown in Figure 3.36. A scheme of the calibration facility is shown in Figure 3.37.

A dye laser consists of an organic dye mixed with a solvent, which may be circulated through a dye cell, or streamed through open air using a dye jet. A high energy source of light is needed to 'pump' the liquid beyond its lasing threshold. In this case an Argon laser model INNOVA® Sabre Ion Laser System from Coherent® was used as pump laser. This device

was tuned at its 488 nm line and the output power was stabilized at 5 W. Mirrors are also needed to make oscillate the light produced by the dye's fluorescence, which is amplified with each pass through the liquid. The output mirror is normally around 80% reflective, while all other mirrors are usually more than 99.9% reflective. The dye solution is usually circulated at high speeds, to help avoid triplet absorption and to decrease degradation of the dye. A prism diffraction grating or any other dispersive system is usually mounted in the beam path, to allow tuning of the beam [Comes, 1991].



**Figure 3.36:** Coherent ® 599 Standing Wave Dye Laser cavity.

The dyes used in these lasers contain rather large organic molecules which fluoresce. The incoming pumping light excites the dye molecules into the state of being ready to emit stimulated radiation, the singlet state. In this state, the molecules emit light via fluorescence, and the dye is transparent to the lasing wavelength. Within a microsecond, or less, the molecules will change to their triplet state. In the triplet state, light is emitted via phosphorescence, and the molecules absorb the lasing wavelength, making the dye opaque. Liquid dyes also have an extremely high lasing threshold. The colorant used in this case was DCM special.

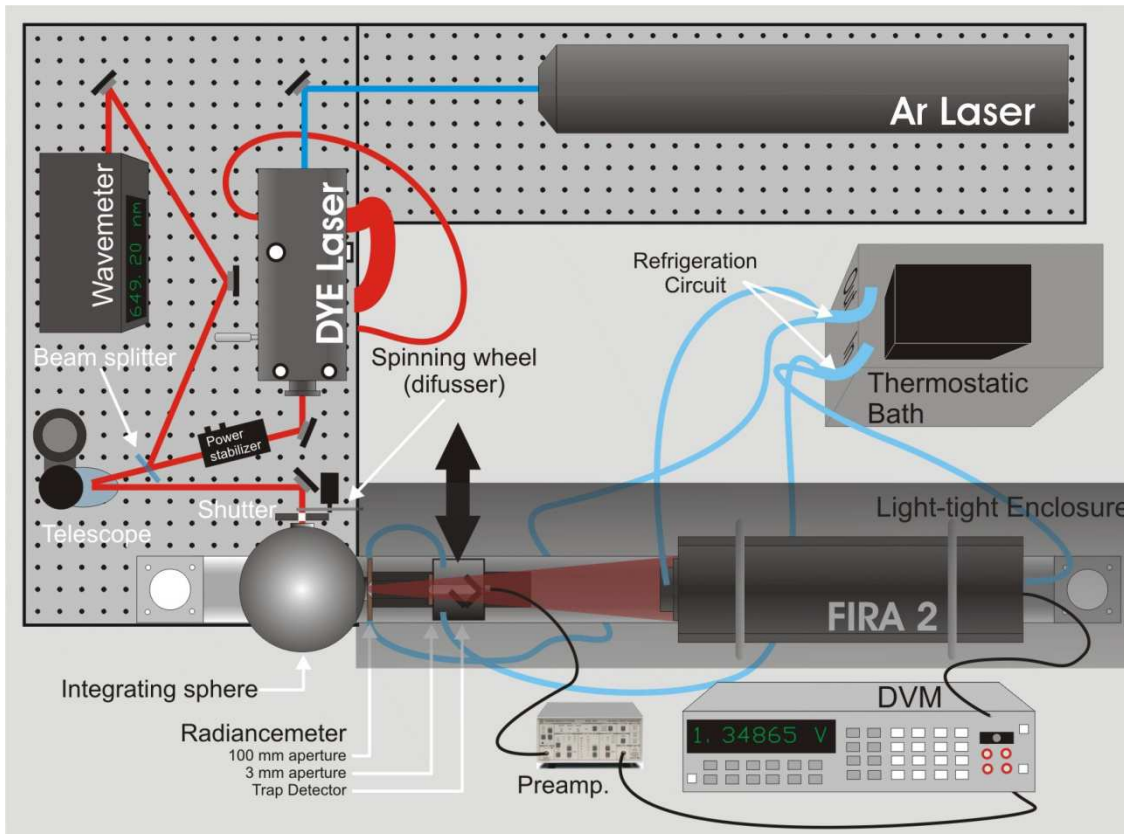
The Coherent ® 599 Standing Wave Dye Laser circulator has a birefringent filter for wavelength selection. Calibration wavelengths are selected manually moving the micrometer drive that rotates the birefringent filter. The usual output power obtained after the dye laser yields power values between 250 mW and 600 mW.

The wavelength measurement of continuous wave (CW) laser sources can be performed using a digital wavemeter. For this thesis, a WA-1000 Wavemeter from EXFO Electro-Optical Engineering Inc. ® was used.

This device measures wavelengths by counting interference fringes produced by the input laser radiation in a scanning Michelson interferometer. Simultaneously, the WA-1000 counts fringes from a built-in reference laser, and the wavelength of the input laser is computed from the ratio of the fringe counts. WA-1000 has microprocessor-based electronics that allow accurate counting and analysis of interference fringes. The microprocessor computation automatically corrects for the refractive index of air, using data from built-in

temperature and pressure sensors, and converts the resulting measurement to units of nm,  $\text{cm}^{-1}$  or GHz.

The accuracy of the measured wavelength is dependent on the knowledge of the reference laser wavelength. The WA-1000 uses a multimode HeNe laser that does not require calibration of the reference laser wavelength for an absolute accuracy of  $\pm 500$  MHz (1 part per million). A built-in power meter can be used to check the “health” of the reference laser.



**Figure 3.37:** IO-CSIC dye laser based absolute radiance responsivity calibration facility scheme.

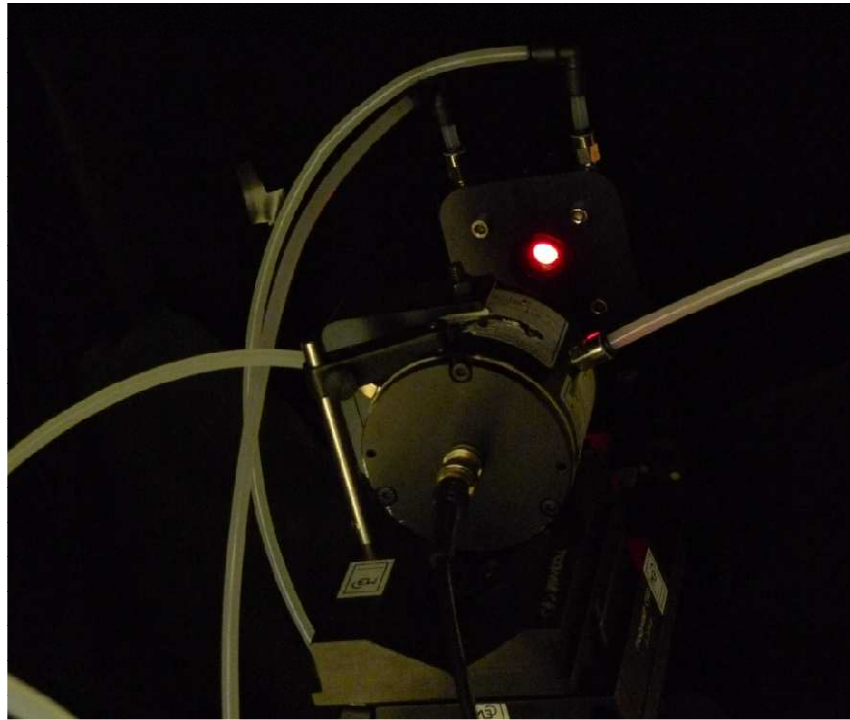
After the dye laser, the out coming beam passes through a power stabilizer from Cambridge Research ® model LPC-232. After this, a beam splitter divides the beam and a small part of the total output power, over 5% of the total, is directed to the wave meter. The remaining radiation beam is conducted to a barium sulfate coated integrating sphere with an internal diameter of 250 mm. A spinning wheel with a diffuser is placed at the entrance port of the integrating sphere to remove speckle.

The photocurrent measured by the trap detector is converted into volts by a SR570 preamplifier from Stanford Research Systems ®. The trap detector is moved from the optical path manually to measure the signal generated by the filter radiometer. Both signals generated from the trap detector and from the filter radiometer are measured in a Hewlett Packard ® 3458A DVM.

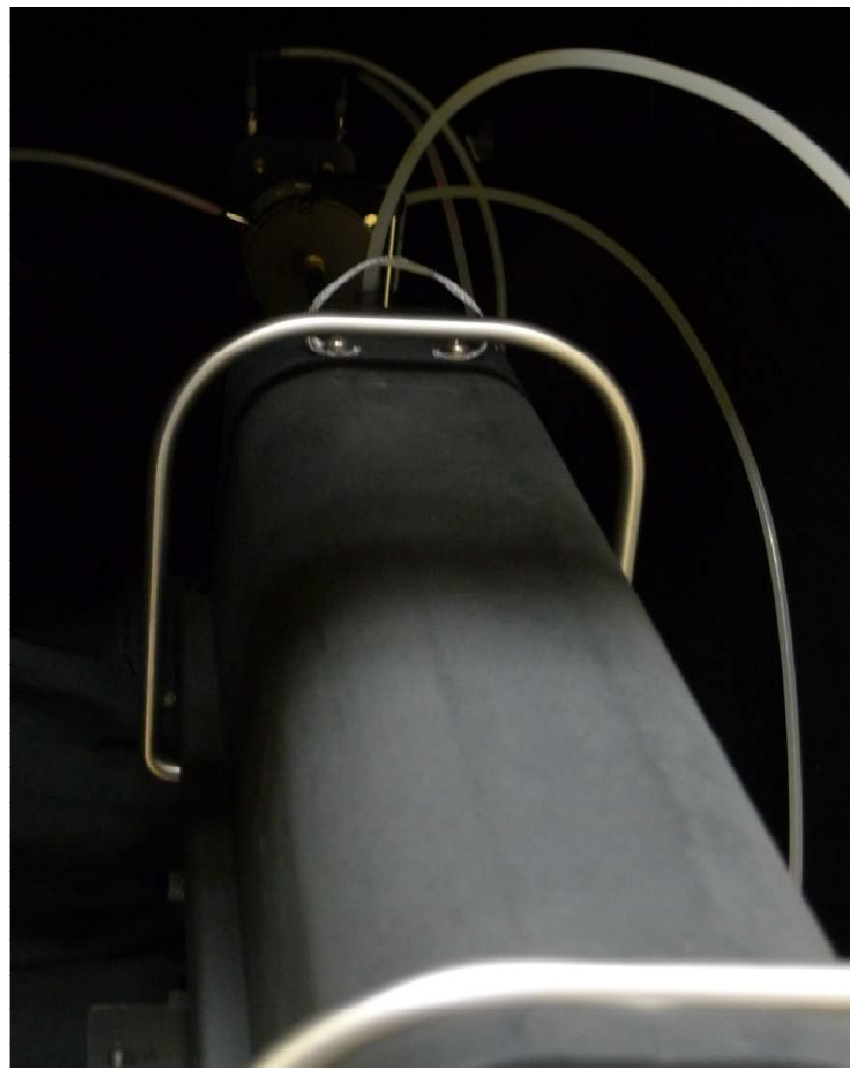
Figures below show CEM/IO-CSIC radiancemeter, Figure 3.38, and FiRa2, Figure 3.39, in front of the integrating sphere of the laser based calibration facility during the absolute spectral radiance responsivity calibration of FiRa2.

Figure 3.40 shows the same facility during the absolute spectral radiance responsivity calibration of FiRa1.

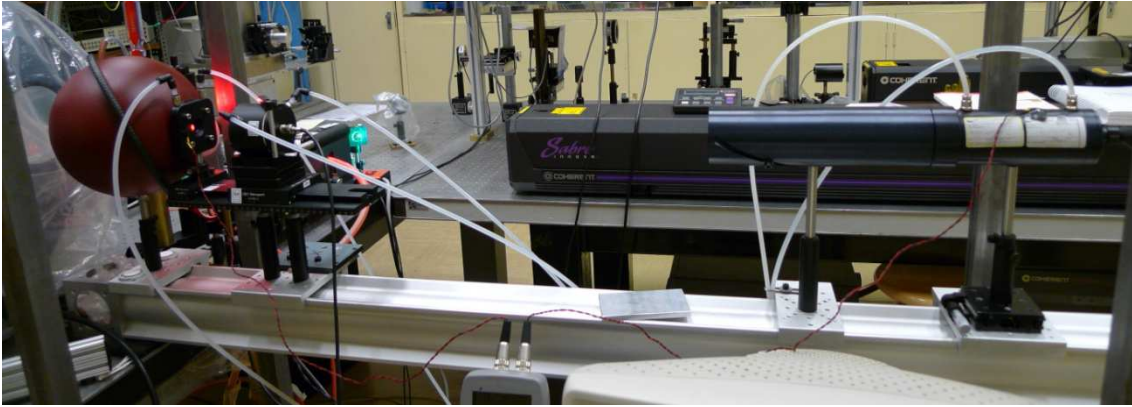




**Figure 3.38:** Radiance meter at the exit port of the integrating sphere from IO-CSIC's laser based calibration facility.



**Figure 3.39:** FiRa2 at IO-CSIC's dye laser based calibration facility.

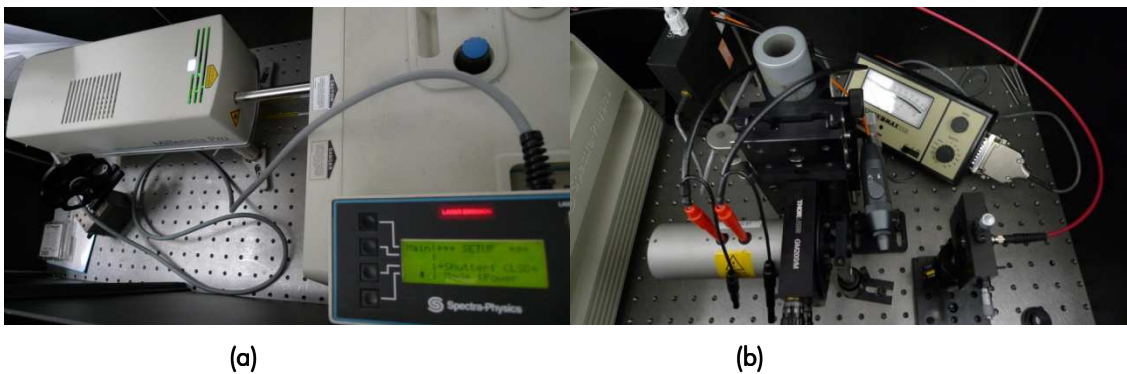


**Figure 3.40:** *FiRa1 at IO-CSIC dye laser based calibration facility.*

Analogously, FiRa1 was calibrated at NPL in the near infrared range substituting the 650 nm interference filter with another with a central wavelength of 800 nm. The tuneable laser source used in this case was a Ti:Sapphire laser unit. Titanium-doped sapphire ( $\text{Ti}^{3+}$ :sapphire) is a widely used transition-metal-doped gain medium for tuneable lasers and femtosecond solid-state lasers. It was introduced in 1986, and thereafter Ti:sapphire lasers quickly replaced most dye lasers, which had previously dominated the fields of ultrashort pulse generation and widely wavelength-tuneable lasers.

The comparative calibration technique requires the radiance of the light source to be stable between the measurement of the trap detector and the filter radiometer being calibrated. This is achieved by actively controlling the optical radiation.

At NPL's primary filter radiometer calibration facility, a Spectra Physics ® Nd:YAG frequency doubled pumped Ti:Sapphire laser, shown in Figure 3.41a, provides a tuneable source with a resolution of 0.1 nm across the 750 nm to 850 nm spectral region of interest, covering the 800 nm peak transmittance of FiRa1's interference filter.



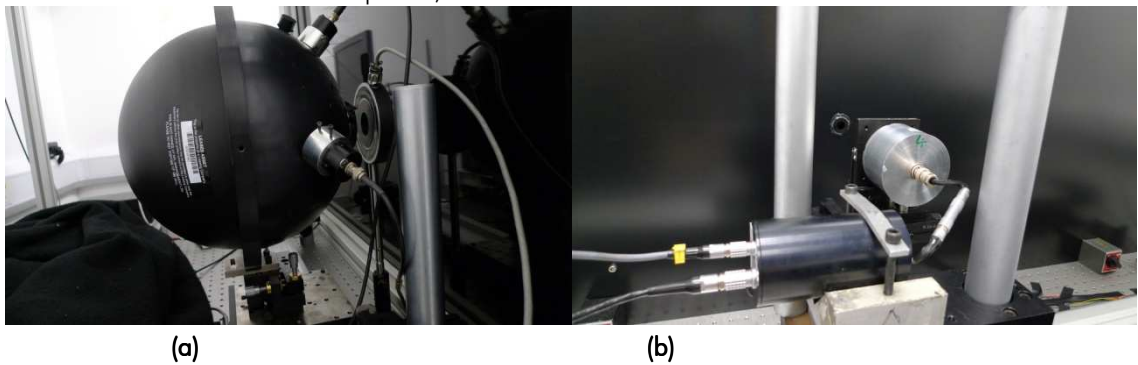
**Figure 3.41:** *NPL's primary filter radiometer calibration facility. (a): Spectra Physics ® Nd:YAG pump laser (532 nm) . (b): Intensity stabilized Pockel cell*

The intensity of the Ti:Sapphire laser is stabilised via a Pockels cell shown in Figure 3.41b, which is controlled through feedback from a monitor detector mounted on the integrating sphere radiance source in order to maintain a constant light output. A wavelength meter provides feedback to a computer that controls the laser wavelength while measuring the detector signals. The laser is fed into an optical fibre, which passes through an ultrasonic bath to mitigate for the laser speckle effect. The optical fibre is then attached to the integrating sphere, see Figure 3.42a, that has been designed to provide a uniform radiance

source. The resultant light is finally imaged onto an orthogonal translation stage, which systematically positions the trap detector, see Figure 3.42b and filter radiometer, see Figure 3.43 in front of the light beam [Dury, 2013b].

Precision apertures on trap detectors and the sphere at a known separation provide the geometry. Calibrated trap detectors provide traceability to the cryogenic radiometer, measuring the radiance of the sphere and provide FiRa1 with a spectral radiance responsivity calibration.

After creating an optical axis using two alignment laser diodes and placing the integrating sphere on its position, FiRa1 was aligned. The absence of any alignment system on the instrument made this task quite difficult. Once the experienced NPL researchers could align the radiometer in front of the sphere, the calibration was started.



**Figure 3.42:** NPL's primary filter radiometer calibration facility. (a): Integrating sphere. (b): Reference trap detector.

As expected, stray light was detected during reference trap detector measurements but the values obtained were enough stable to calibrate CEM's filter radiometer. It was observed that the signal recorded by the radiometer was very low because the instrument amplifier had only two gains conceived for the measurement of HTFPs, which provide very high signals, more than for its calibration where the light source is no so intense. This made the signals recorded quite noisy because of the low signal-noise ratio reached. Hence, the peak responsivity wasn't as smooth as expected and the instrument does not have enough resolution to see any interference fringes. In conclusion, measurements related to this were taken and the data recorded was analysed finding they were not as good as expected for such an instrument.



**Figure 3.43:** FiRa1 during its calibration at NPL's primary filter radiometer calibration facility.

## 3.5 CHARACTERIZATION SYSTEMS

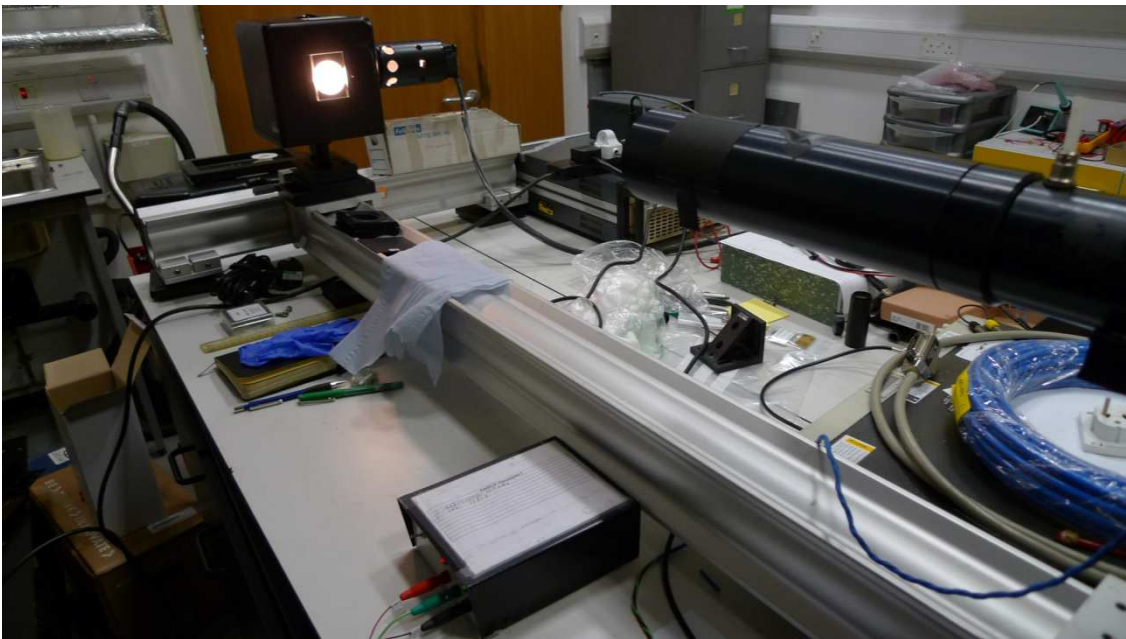
### 3.5.1 SSE facility

Size of Source Effect has been determined using the indirect method. When the indirect method is used, it's more suitable to express equation 2.10 as:

$$\sigma(d, d_0) = \frac{\Delta v(L, d, d_0) - v_b}{v(L, \infty) - v_b} \cong \frac{\Delta v(L, d, d_0) - v_b}{v(L, \infty)} \quad (3.16)$$

Where  $\Delta v(L, d, d_0)$  is the thermometer signal measured on the centre of the spot,  $v_b$  is the thermometer signal from the spot, measured when  $d = d_0$ ,  $v(L, \infty)$  is the thermometer signal measured on the source out of the spot. This approximation can only be applied when  $v(L, \infty) \gg v_b$ .

At NPL, the radiance source used for the SSE measurements, see Figure 3.44, comprised a 250 mm diameter integrating sphere, illuminated by a tungsten filament lamp, with a 60 mm diameter output port and 14 source apertures with diameters ranging from 2 mm to 50 mm. A transparent acrylic plate that incorporated a 3 mm diameter blackened cavity provided an approximation to the aperture of a HTFP cavity.



**Figure 3.44** *FiRa1 at NPL's SSE calibration facility.*

As can be seen in Figure 3.45,, SSE is measured at CEM using a 500 mm diameter integrating sphere with a  $\varnothing$  100 mm aperture as radiant source, the sphere is illuminated by a XENOPHOT ® lamp (24 V, 260 W) mounted inside the sphere, with a DC power supply. Twelve stainless steel apertures painted with NEXTEL © black coating with diameters from 10 mm to 90 mm and a glass plate with a central black cardboard spot of  $\varnothing \cong 3$  mm and 6 mm pasted on it are the remaining components of the facility.



Figure 3.45 CEM's SSE calibration facility.

### 3.5.2 Linearity Facility

As seen in section 2.1.1.8, CEM's method to measure the linearity is a radiance doubling method. In CEM's experimental arrangement, shown in Figures 3.46 and 4.47, non-linearity can be calculated using the following equation:

$$N\text{Lin} = 1 - \frac{v_{1+2} - v_0'' - dc}{(v_1 - v_0 - dc) + (v_2 - v_0' - dc)} \quad (3.17)$$

Where  $v_0$  is the background signal when lamp 1 is open and lamp 2 is closed,  $v_0'$  is the background signal when lamp 1 is closed and lamp 2 is open and  $v_0''$  is the background signal when lamps 1 and 2 are open. Placing a black screen between the two lamps, we have tested experimentally that the background signal from one lamp is not influenced by the opening of the other, so:

$$v_0'' = v_0' + v_0 \quad (3.18)$$

Therefore, linearity can be determined using the general mathematical expression 2.12. Linearity measurements of the signals corresponding to temperatures from 770 °C to 2000 °C have been done using two pairs of tungsten strip lamps: two vacuum lamps POLARON (P900 and P11) and two gas lamps POLARON ® (P901 and P6). Other apparatus used for the experiment are two shunts L&N of  $\cong 0,01 \Omega$ , two HP ® DC power supplies models 6264B and 6269B, a digital multimeter HP ® 3458A, a Keithley ® 7001 scanner, an oil bath HETO ® TC/02PT923 to control the temperature of the shunts a HETO CB11 water bath to refrigerate the bases of the lamps, a non polarised cube beam splitter ( $\cong 25 \text{ mm}$ ) from 400 nm to 700 nm and two shutters controlled by the computer.

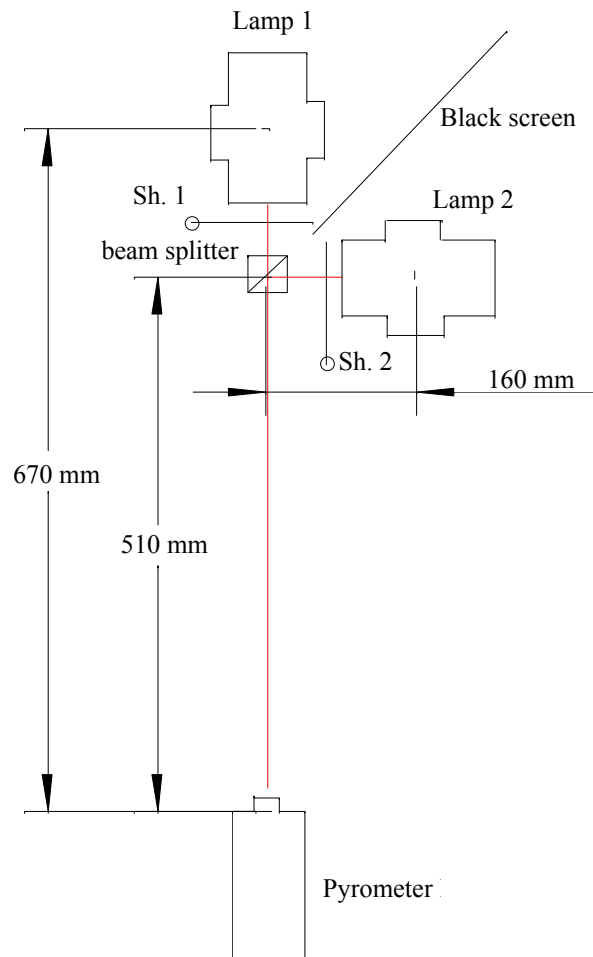


Figure 3.46: Scheme of CEM's experimental arrangement for non-linearity measurements.

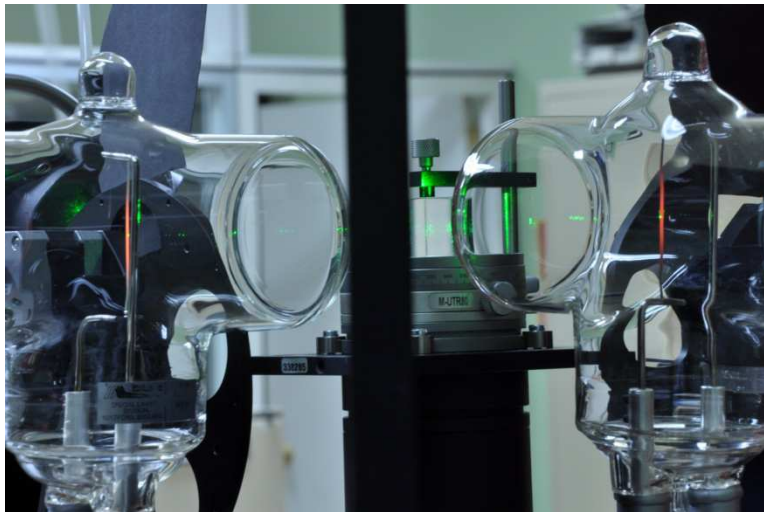


Figure 3.47. High stability calibration lamps employed to measure linearity at CEM.

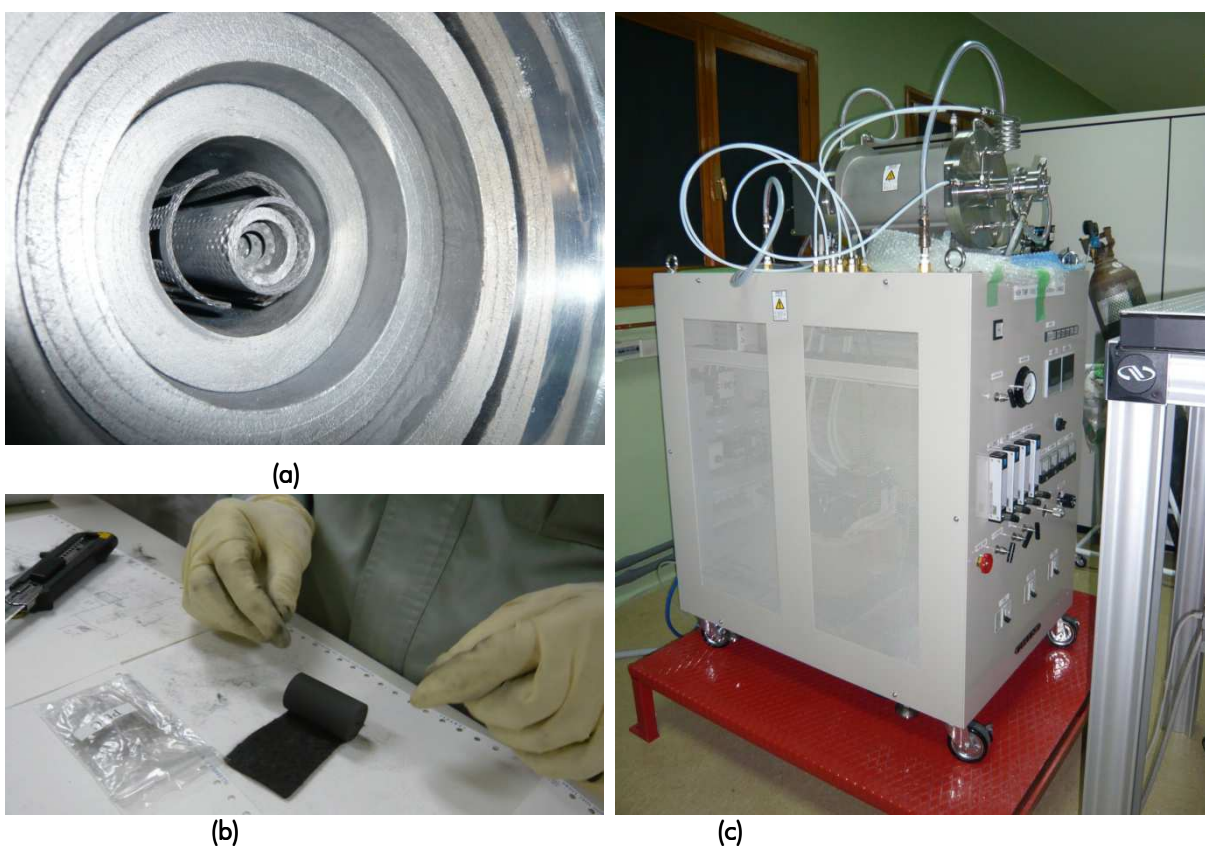
Linearity in the range between 2000 °C to 2500 °C was measured by using CEM's Chino ® IR-R80 high temperature furnace with an empty black body cell inside it. A custom blocking system is placed in front of the radiometer; this system has two plates to block the incoming radiation in two halves.  $v_1$  is measured with one plate put in place,  $v_2$  is measured with the other plate on.  $v_{1+2}$  is measured with none of the plates in place. This set up also satisfies equation 3.18; therefore, non-linearity is also calculated using the expression 3.17 for this system.

### 3.6 ABSOLUTE RADIATION TEMPERATURE DETERMINATION, CHINO ® FURNACE AND HTFP'S

The furnace used for the measurements of the eutectic fixed points ( $\varnothing 3$  mm aperture), shown in Figure 3.48, was an IR-R80 Chino ® furnace developed by National Metrology Institute of Japan (NMIJ).

The Chino ® IR-R80 consists of a cylindrical heater of dimensions 113 mm long and 6 cm in diameter surrounding the cell holder. This latter consists of a tube in carbon/carbon fiber of about 280 mm long and 27 mm in inner diameter which can hold fixed point crucibles or can be used as a blackbody cavity. Radiation shields of different diameters separated by spacers are placed on both sides of the cell in order to improve the temperature uniformity. The temperature can be controlled manually or by a feedback pyrometer [Bourson, 2013].

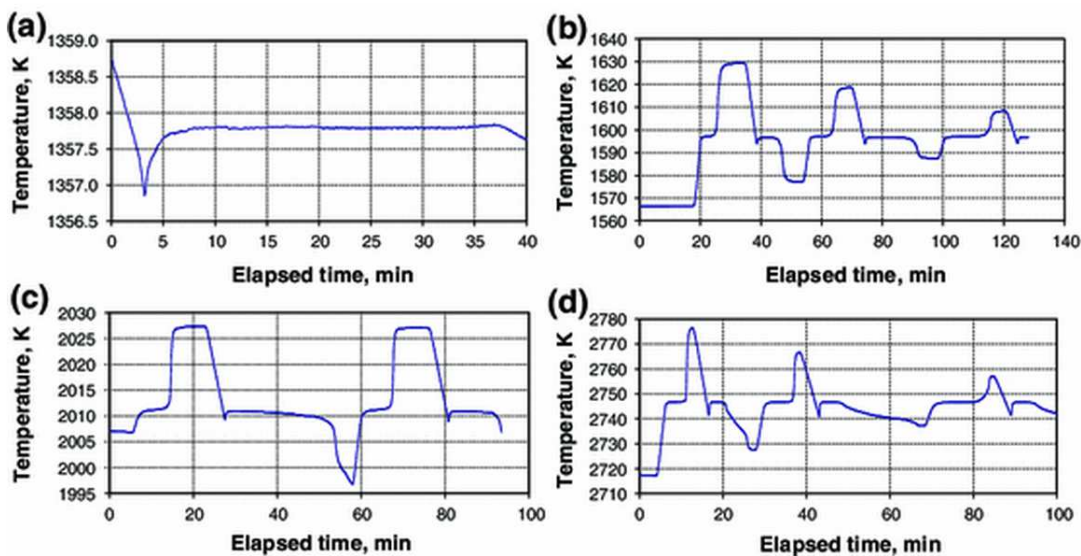
A fibre-optic radiation thermometer from the back side is used to control the furnace temperature. For temperatures up to 2000 K the furnace is purged with Ar gas to prevent oxidation of the graphite parts. For higher temperatures the inner parts, heater and furnace tubes, can additionally be purged with He to prevent electrostatic discharges or sparks, as He has a 1.5 times higher ionization potential. For evacuation of the whole furnace the front side is closed with a glass window that can be removed for precise measurements at high temperatures, it is replaced by a purge unit that allows to reduce the risk of oxygen entering the furnace by actively purging the front opening with  $N_2$  [Anhalt, 2008].



**Figure 3.48 (a):** Chino ® IR-R80 furnace cavity with external isolating carbon foam cylinders, C/C heater, cell holder and radiation shield rings inside it. **(b):** Fixed point cell in preparation for being introduced and measured in the Chino ® IR-R80 furnace. **(c):** Chino ® IR-R80 furnace overview.

As participant laboratory of InK project's work package 1, CEM had to make absolute temperature measurements of Cu, Co-C, Pt-C and Re-C. Two fixed points of each type had to be measured. Before this, as a training procedure, different melt-freeze cycles were performed for CEM's Co-C, Pt-C and Re-C fixed points to estimate their repeatability. Here, three melt-freeze cycles were made for the Co-C and Re-C fixed points with different temperature steps ( $\Delta t$ ): 10 °C, 20 °C, and 30 °C. In the case of the Pt-C fixed point, two melt-freeze cycles were made with a temperature step of 20 °C, because this fixed-point cell is incompletely filled [Machin, 2010a] and the kink on the melt plateau is indiscernible with this step. The temperature assigned to the fixed point was the mean of the different inflection points of the melting curves.

The Chino ® furnace was baked before cell installation under Ar and He purge for about 1 h at approximately 2000 °C for the Co-C and Pt-C cells and at 2500 °C in the case of Re-C. The cells were installed into the Chino ® furnace wrapped in graphite felt. The furnace window was removed during each measurement and a flow of N<sub>2</sub> maintained. The equipment used for the measurements of the Cu fixed point was an NPL cavity (Ø3 mm aperture) in a single-zone Carbolite ® furnace. Only one melt and freeze were realized because of the high repeatability of these plateaux, the usual procedure performed at CEM when disseminating the ITS-90. Typical melt profiles for the different fixed points are shown in Figure 3.49 [Mantilla, 2014].



**Figure 3.49:** Typical freezing plateaux measured for (a) Cu and melting plateaux measured for (b) Co-C, (c) Pt-C, and (d) Re-C . All of these measurements were made with CEM's LP2 radiation thermometer.

The fixed points were placed in the most homogeneous part of the furnace. This place has been determined using the CEM cells by a trial and error method: the best place is where the longest length and sharpest ending of the melt plateau was obtained. Figures 3.50 to 3.52 are shown as evidence.



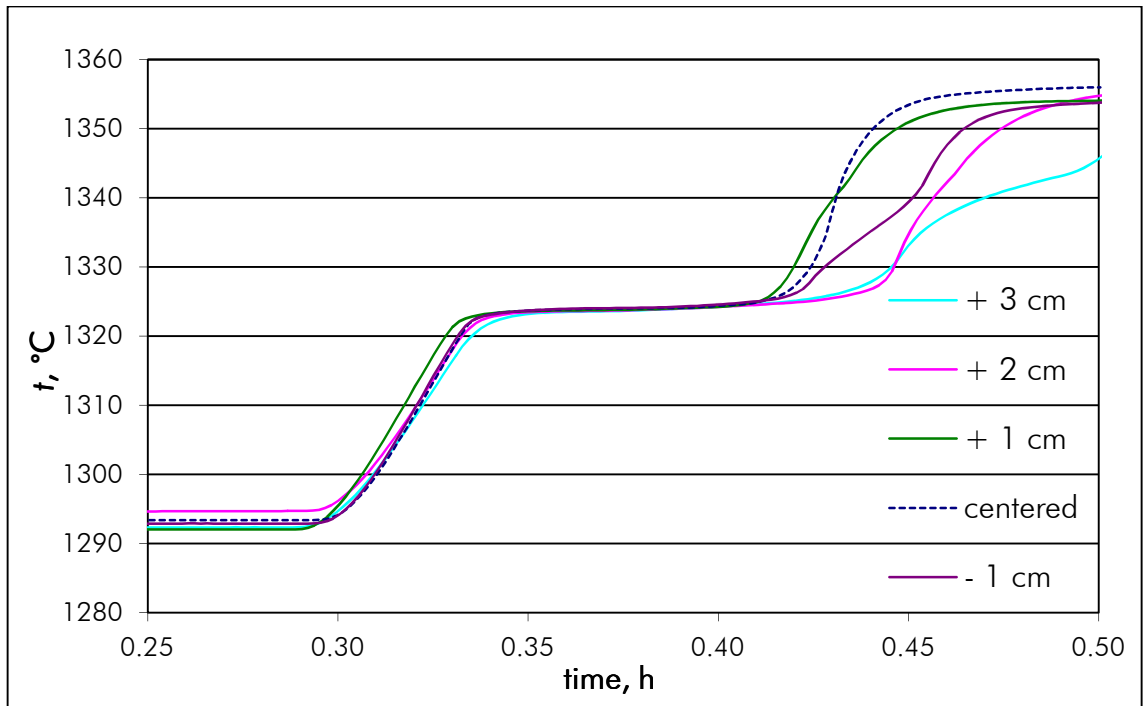


Figure 3.50: Determination of the most uniform place in the furnace for the Co-C FP measurement.

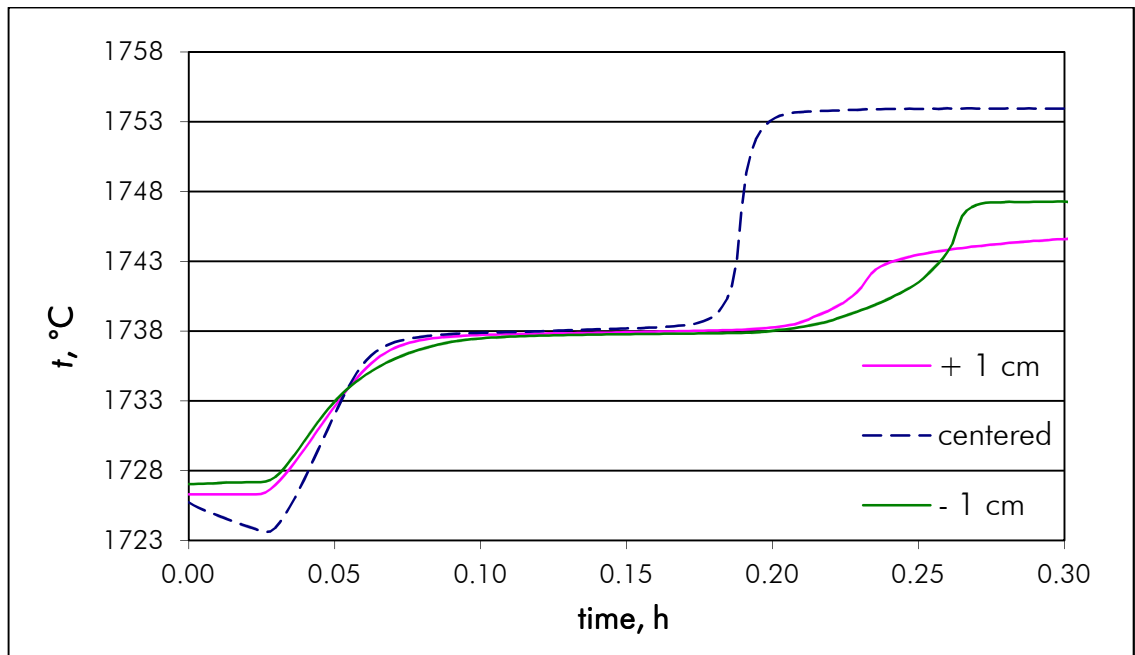
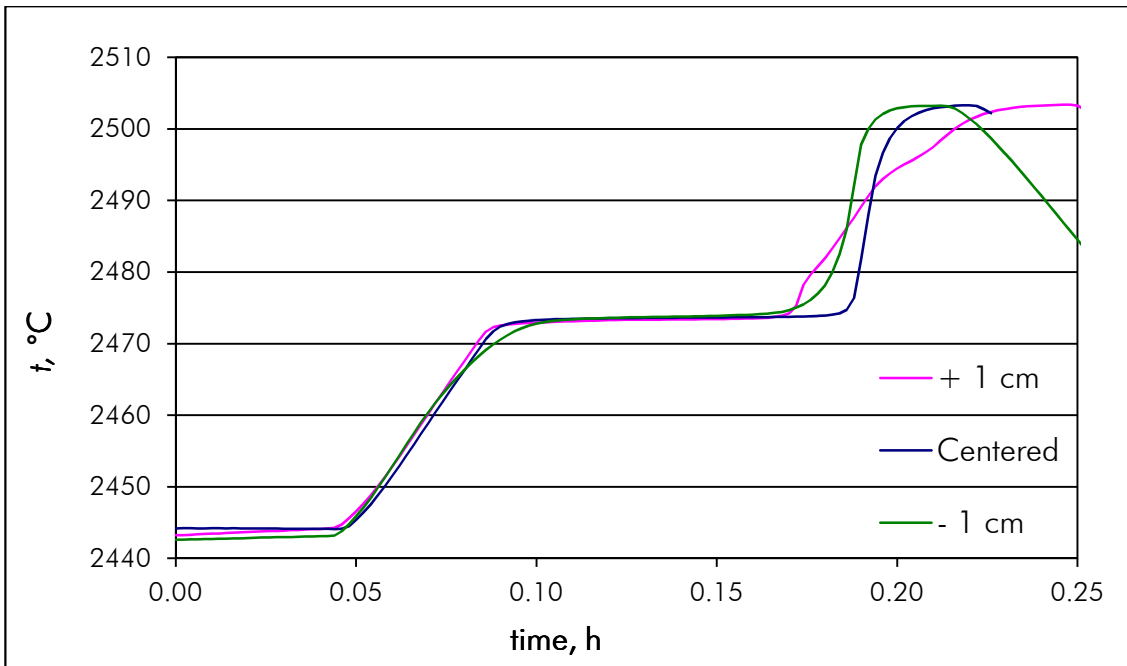
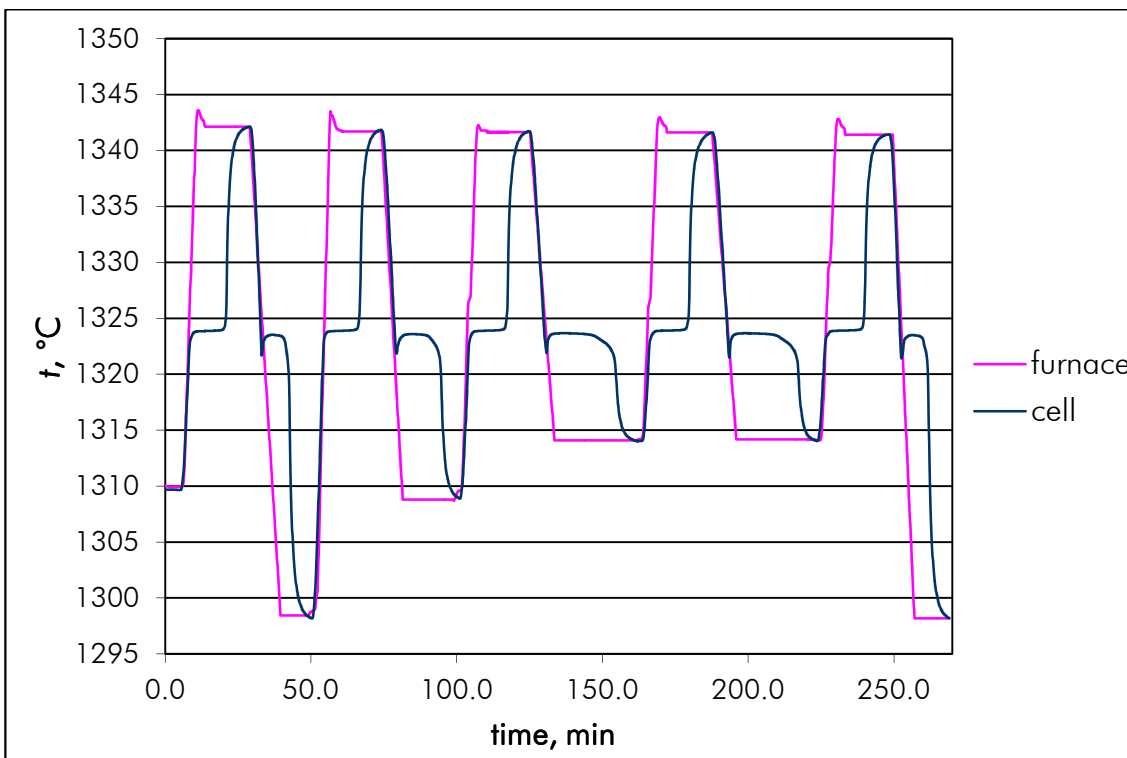


Figure 3.51: Determination of the most uniform place in the furnace for the Pt-C FP measurement.

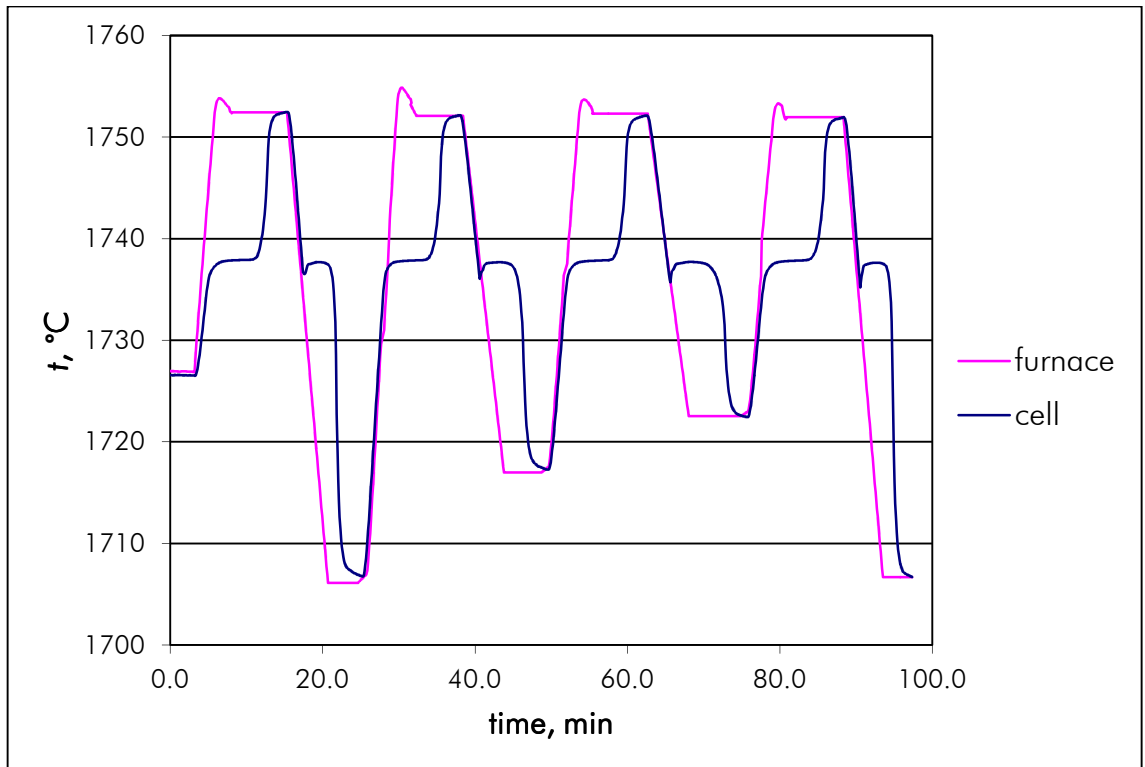


**Figure 3.52:** Determination of the most uniform place in the furnace for the Re-C FP measurement.

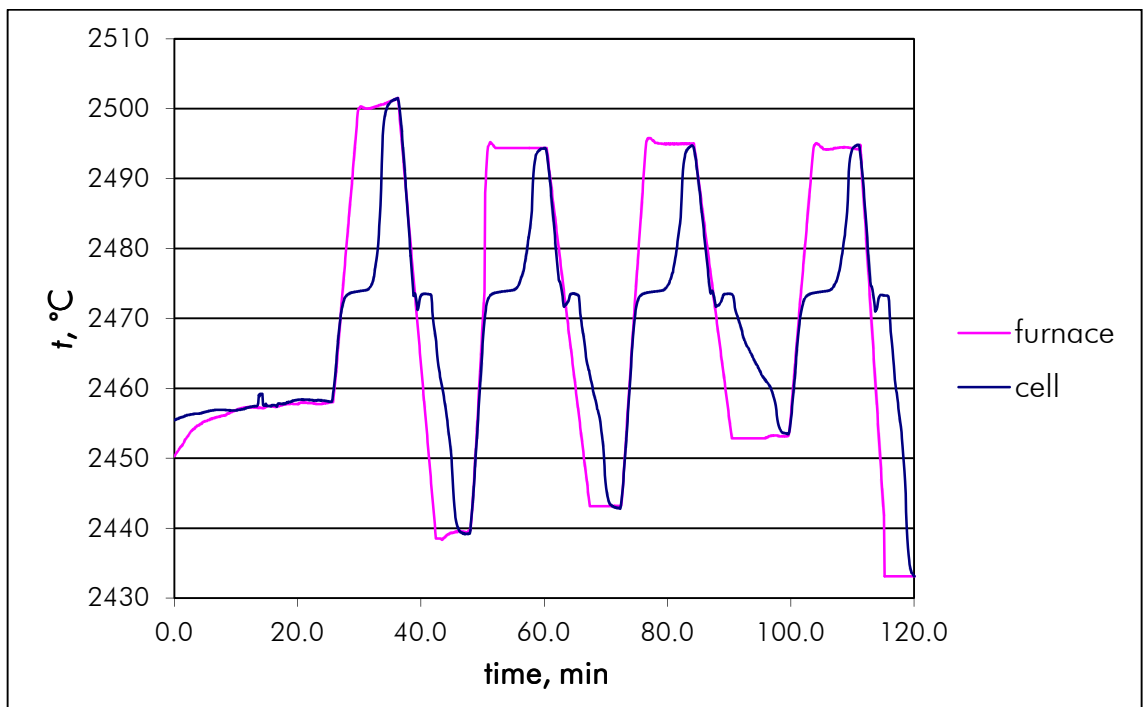
Before the measurement of the cells temperature, an empty cell was used to measure the furnace response to the measurement cycles. In general, the furnace gets the upper temperature of the cycle just at the beginning of the melt, as can be seen in Figures 3.53 to 3.55.



**Figure 3.53:** Co-C day 1 cycles together with the furnace temperature changes.



**Figure 3.54:** Pt-C day 1 cycles together with the furnace temperature changes.



**Figure 3.55:** Re-C day 1 cycles together with the furnace temperature changes.



# CHAPTER 4 RADIATION THERMOMETERS

## CHARACTERIZATION RESULTS AND FIXED POINTS

### TEMPERATURE MEASUREMENTS

#### 4.1 CHARACTERIZATION OF THE LAMP BASED FACILITIES

##### 4.1.1 Monochromator calibrations

The monochromator is the element that determines the operating wavelength in lamp based facilities. To achieve accurate spectral responsivity calibrations of filter radiometers, the monochromator under use must be calibrated. Reference wavelength values are obtained using atomic emission lines of a gas close to 650 nm from an Oriel ® Ne pencil style spectral calibration lamp. These lamps are made of double bore quartz tubing with two electrodes at one end sealed into a phenolic handle. Before calibration, monochromator slits were adjusted to the width that provides 1 nm at 50% of the peak wavelength which means that  $\Delta\lambda = 1$  in equation 3.13.

Five scans were done for each line. Results are shown in the following tables where  $\lambda_{Ref}$  is the column corresponding to the reference value from the calibration lamp, in column  $\lambda_{Meas}$  shows the average peak value for the five scans applying equation 3.15 for each reference value, "Correction" is the column where difference between the reference value and the measured value is shown and in the last column the standard deviation of the correction value obtained between scans is shown. All units are expressed in nanometers. Results obtained for the monochromator used in the absolute radiance calibration are shown in table 4.1 while those for the one used in the relative calibration are shown in table 4.2 when the 600 grooves/mm diffraction grating was used and in table 4.3 when the 1200 grooves/mm diffraction grating.

$\lambda_{Ref}$ (nm)	$\lambda_{Meas}$ (nm)	Correction (nm)	Standard deviation (nm)
633.44	633.71	-0.27	0.00
650.65	650.90	-0.25	0.00
667.83	668.07	-0.24	0.00

**Table 4.1:** Corrections for the wavelength indication of IO-CSIC's UV facility monochromator (used for the absolute radiance responsivity calibration of LP2 radiation thermometer). Slit width: 1.43 mm.

$\lambda_{Ref}$ (nm)	$\lambda_{Meas}$ (nm)	Correction (nm)	Standard deviation (nm)
633.44	633.69	-0.25	0.00
650.65	650.93	-0.28	0.00
667.83	668.26	-0.43	0.01

**Table 4.2:** Corrections for the wavelength indication of IO-CSIC’s visible facility monochromator (used for the relative spectral responsivity calibration of LP2 and FiRa2) using the 600 grooves/mm grating and a slit width of 0.3 mm.

$\lambda_{Ref}$ (nm)	$\lambda_{Meas}$ (nm)	Correction (nm)	Standard deviation (nm)
633.44	633.67	-0.23	0.02
650.65	650.89	-0.24	0.01
667.83	668.12	-0.29	0.01

**Table 4.3:** Corrections for the wavelength indication of IO-CSIC’s visible facility monochromator (used for the relative spectral responsivity calibration of LP2 and FiRa2) using the 1200 grooves/mm grating and a slit width of 0.6 mm.

Normally, an average correction value is applied for the whole range of the used spectrum. However, corrections in table 4.2 are quite wavelength dependent so, when relative spectral responsivity curves obtained with the same instrument using the 600 grooves/mm grating and the 1200 grooves/mm applying a constant correction are plotted together, both curves don’t match; they appear displaced, causing a difference in the calculated absolute thermodynamic temperature depending on the spectral curve used, as can be seen in Figure 4.1 for the thermometer LP2.

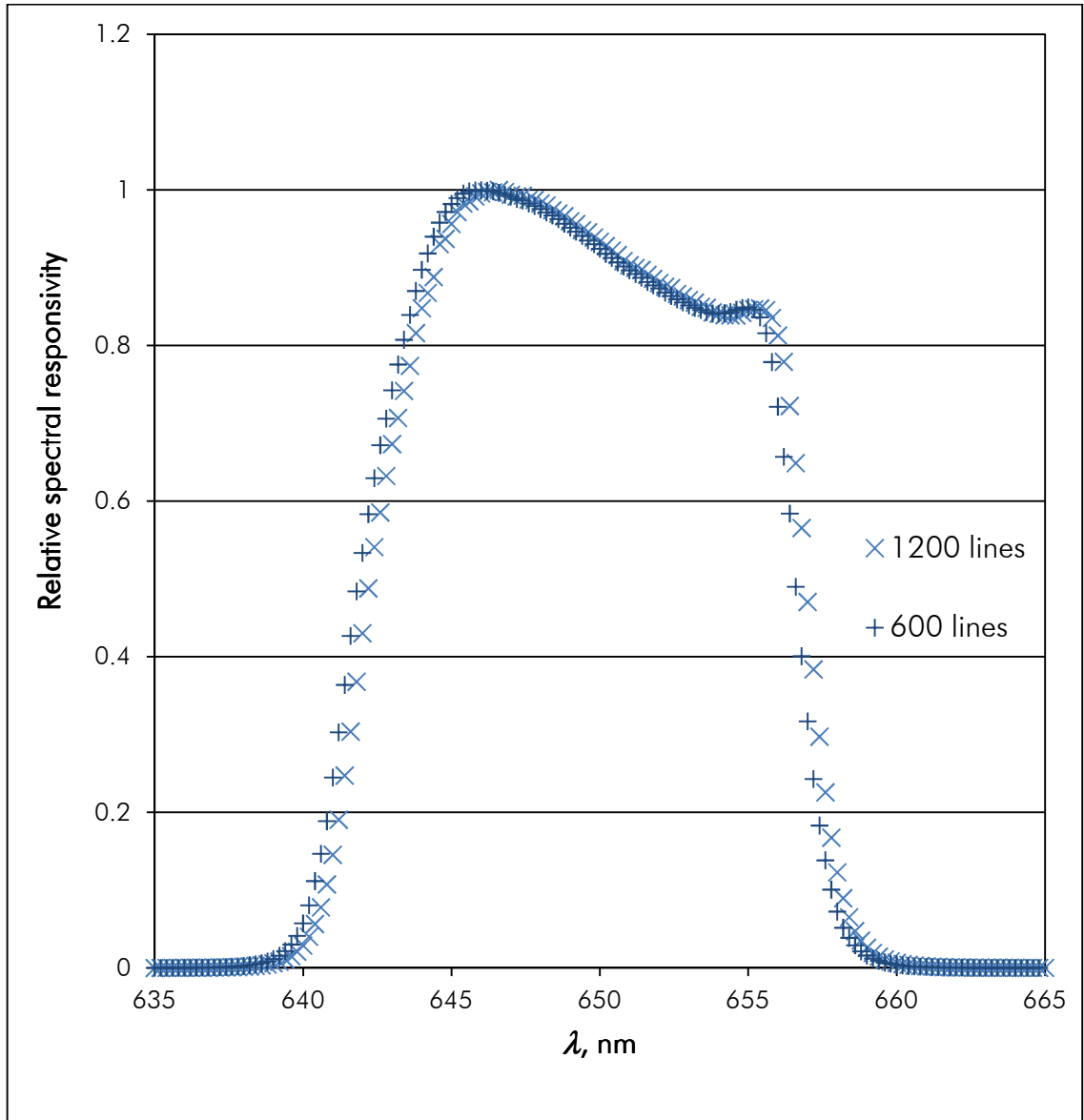
To resolve this issue, corrections from tables 4.2 and 4.3 were adjusted to a second grade polynomial of the form  $\lambda_{corr} = a \lambda_{ind}^2 + b \lambda_{ind} + c$  where  $\lambda_{corr}$  is the corrected wavelength value,  $\lambda_{ind}$  is the wavelength in the monochromator, and  $a, b$  and  $c$  are the polynomial coefficients. The obtained coefficients for each grid are listed in tables 4.4 and 4.5:

<b>a</b>	<b>b</b>	<b>c</b>
$-1.7370 \times 10^{-04}$	$2.2146 \times 10^{-01}$	$-7.0522 \times 10^{01}$

**Table 4.4:** Coefficients for the adjustment of wavelength correction values given in table 4.2 to a second grade polynomial. 600 grooves/mm grating

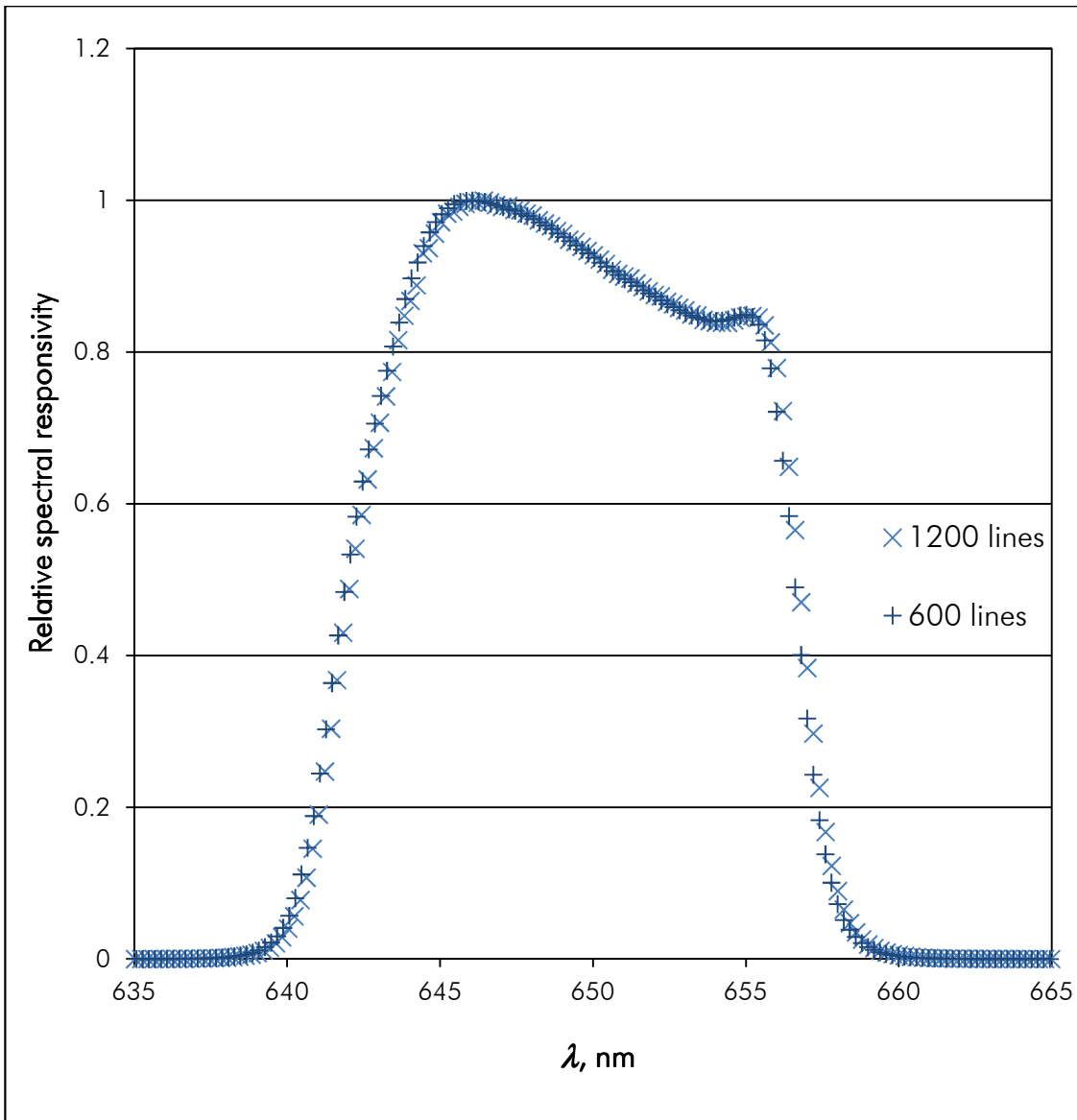
<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>
$-8.90 \times 10^{-05}$	$1.14 \times 10^{-01}$	$-3.64 \times 10^{01}$

**Table 4.5:** Coefficients for the adjustment of spectral correction values given in table 4.3 to a second grade polynomial. 1200 groves/mm grating



**Figure 4.1:** LP2 Relative spectral responsivity curves obtained with 600 grooves/mm and 1200 grooves/mm gratings from IO-CSIC visible NIR monochromator using a constant correction factor for the wavelength value.

As can be seen from Figure 4.2, using these polynomials for the correction of the wavelength, spectral responsivity curves obtained for each grating match so much better:



**Figure 4.2:** LP2 Relative spectral responsivity curves obtained with the 600 grooves/mm and 1200 grooves/mm gratings of IO-CSIC's visible-NIR monochromator using a second grade polynomial for the wavelength correction.

### 4.1.2 Integrating Sphere spatial uniformity

Since only a small fraction of radiant power from the radiant source passes through the monochromator, the integrating sphere used for the absolute radiance responsivity calibration in the lamp based facility must be relatively small in order to obtain enough power from the sphere to perform the calibration. A small sphere provides more output power than a bigger one for the same input radiant power; contrary, bigger spheres are more uniform than smaller ones.

In this case, a 50.8 mm in diameter integrating sphere from Lab Sphere™ was used. Its spatial uniformity was measured using a Hamamatsu® silicon photodiode with a Ø1 mm precision aperture placed in front of the photo detector's sensitive area to restrict its field of view. The 1mm aperture was placed at the same plane of the sphere's exit port and using a X-Z translation stage, a scanning was performed across the irradiation surface with steps of 1 mm. The photo detector was connected to a preamplifier and then to a DVM whose



readings were recorded in a computer. Figure 4.3 shows the normalised sphere's uniformity obtained from the average of three different scans. Once the experiment was optimized, the measured value for sphere's uniformity was 0.1% with a standard deviation of 0.05%.

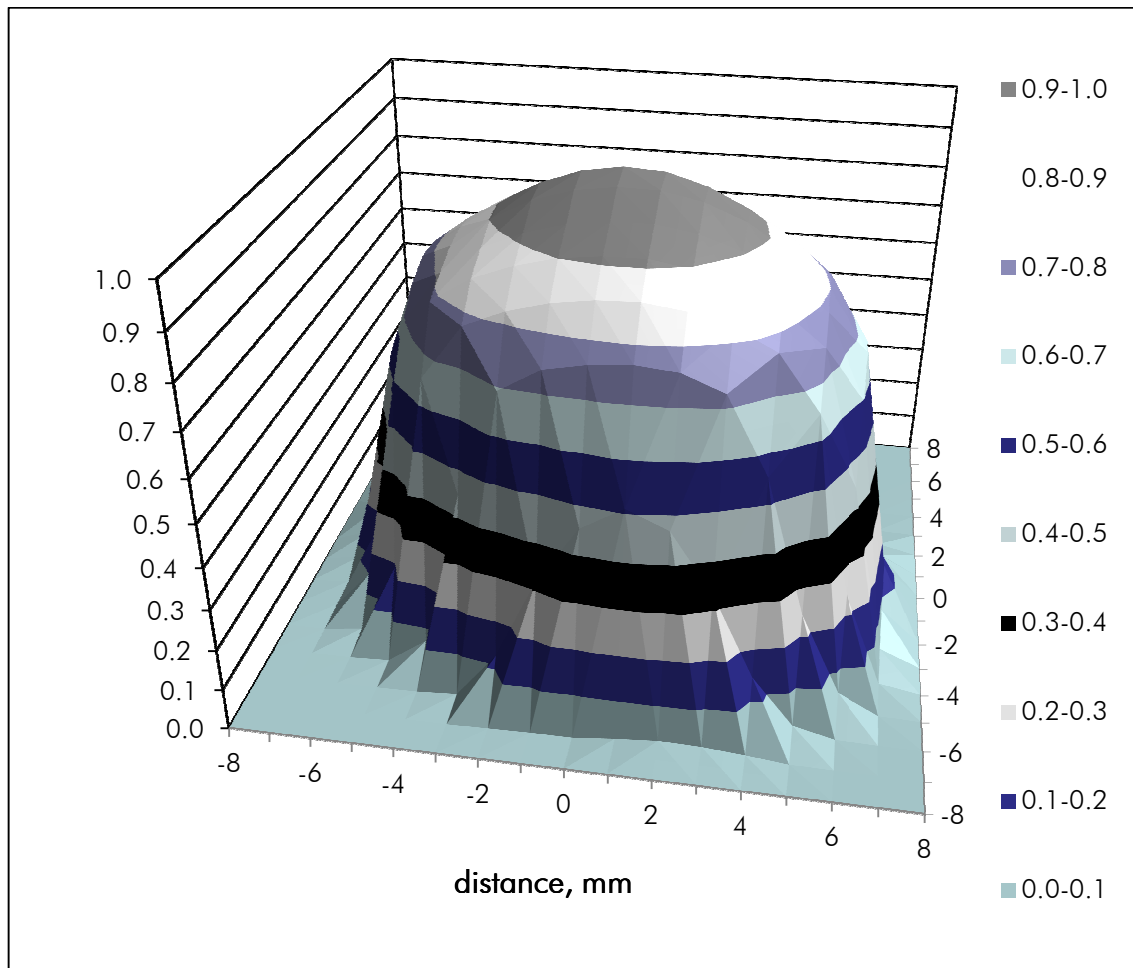


Figure 4.3: 50.8 mm in diameter integrating sphere's spatial uniformity.

### 4.1.3 Integrating Sphere angular uniformity

According to Lambert's Cosine law, the irradiance or illuminance falling on any surface varies as the cosine of the incident angle,  $\theta$ . The perceived measurement area orthogonal to the incident flux is reduced at oblique angles, causing light to spread out over a wider area than it would if perpendicular to the measurement plane [Ryer, 1996].

Being nominal values chosen for the parameters that define the absolute's calibration geometrical factor, see equation 2.6,  $r_1 = 5$  mm,  $r_2 = 1.5$  mm and  $d = 110$  mm, the Integrating sphere is required to follow Lambert's Cosine Law at least for an angle  $\theta$  of  $7^\circ$ .

To check sphere's lambertianity, a Hamamatsu ® photodetector was attached to a rotation stage whose axis was placed at the same plane than the sphere's exit port and collinear to the exit port's centre. Figure 4.4 shows the sphere's normalised angular uniformity obtained from the average of three different scans. It can be seen that for the region of interest,  $\pm 3.5^\circ$  around the vector normal to the sphere's exit port plane, deviation of experimental data respect to the theoretical values is lower than 0.5% so, it can be concluded that the source follows Lambert's Cosine law well enough.

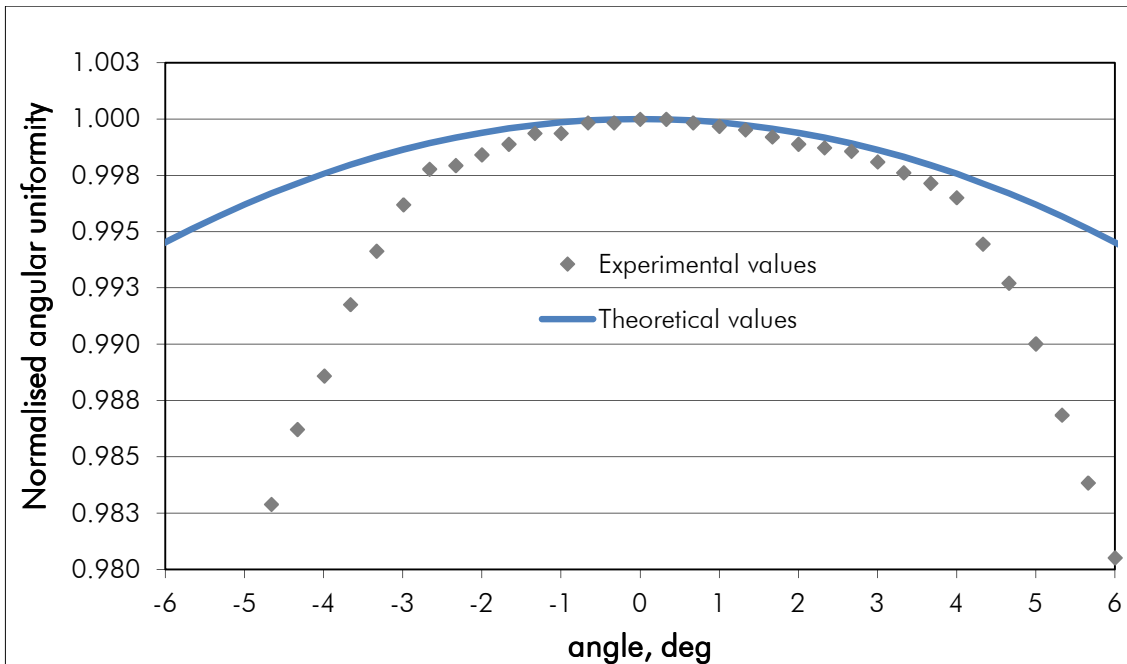


Figure 4.4: 50.8 mm in diameter integrating sphere angular uniformity.

#### 4.1.4 Stability of Xe lamp

Stability of the radiant source was determined by placing the Hamamatsu ® photodetector in front of the integrating sphere exit port and taking readings every 0.5 seconds during 10 minutes, which is the time duration expected for the measurement.

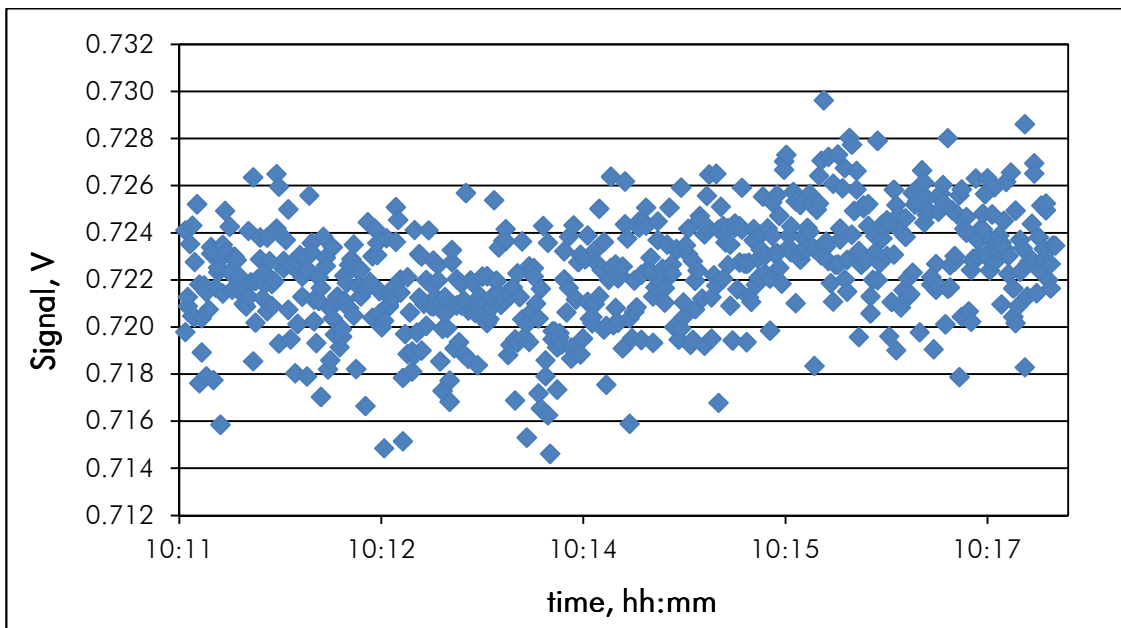


Figure 4.5: Temporal stability of the Xe UV lamp.

As can be seen in figure 4.5, the system remained stable within a 1% for the whole period and, averaging 14 consecutive values for each absolute measurement, it was possible to reduce this value to a 0.1%. Hence, it wasn't observed a significant tendency that would eventually force to characterize and correct noise by the overall mean value and standard deviation of the readings.

## 4.2 CHARACTERIZATION OF THE LASER BASED FACILITIES

### 4.2.1 Sphere spatial uniformity

In this facility the radiation source, a dye laser, emits monochromatic and quasi-coherent light with an output power between 250 mW and 500 mW, depending on the wavelength and the optimization status of the system. This allows the use of a sphere with greater internal diameter than in the case of the lamp based facility.

The integrating sphere used in the laser based facility has an internal diameter of 250 mm. Its spatial uniformity was measured following the same procedure as in section 4.1.2. Characterization results are shown in Figure 4.6.

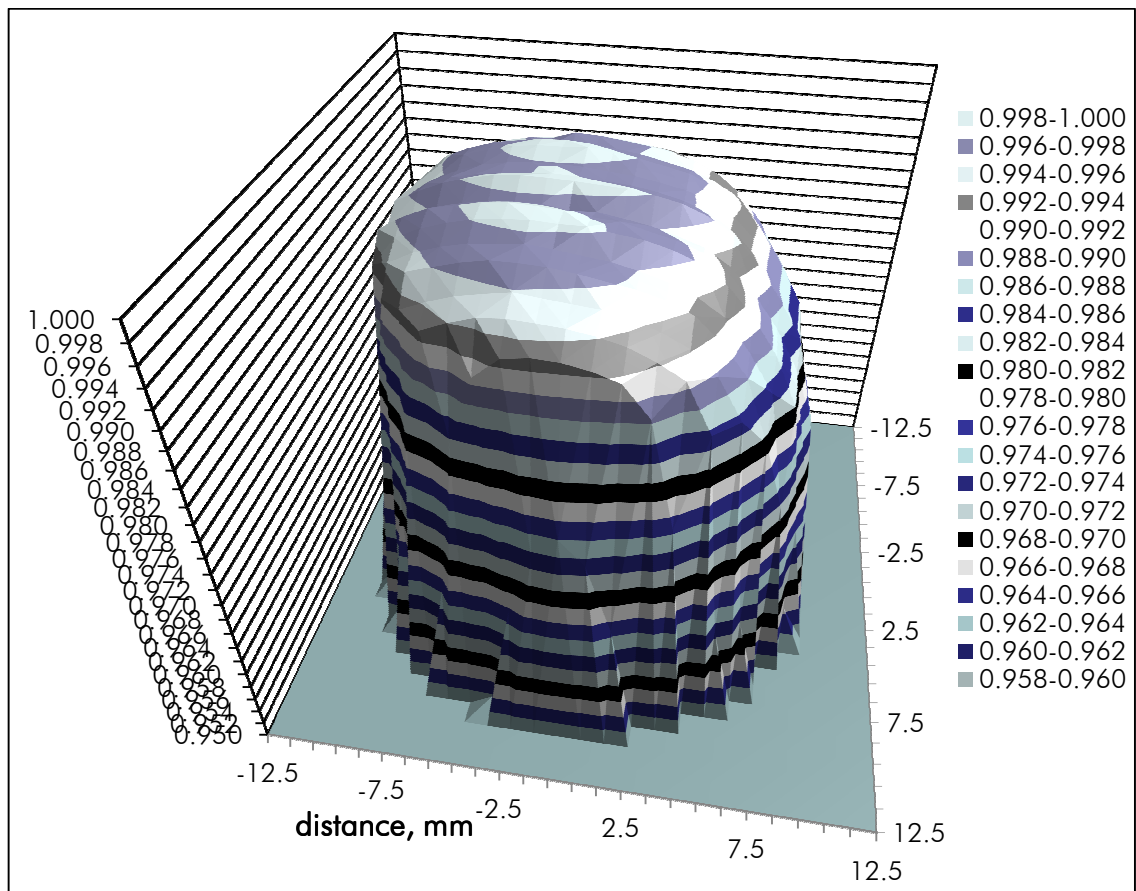


Figure 4.6: Ø250 mm integrating sphere spatial uniformity.

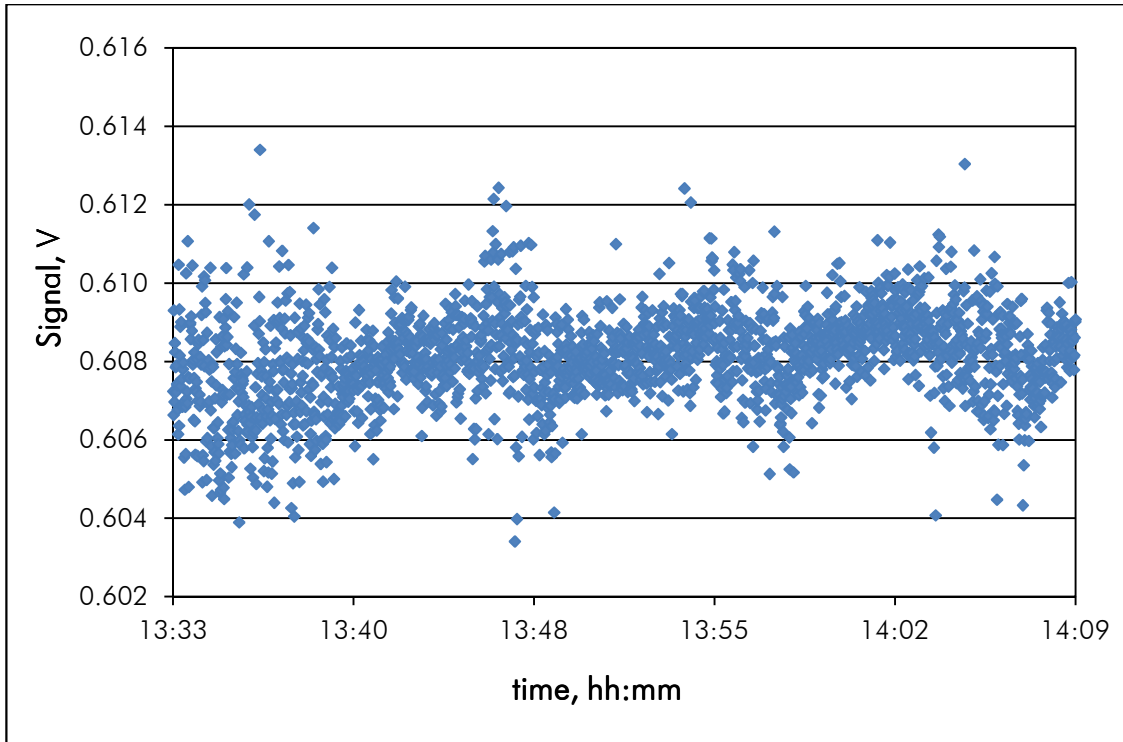
It can be seen that this sphere has a better spatial uniformity, up to 99.6% for the area limited by the 10 mm in diameter precision aperture, than the smaller one used in the visible-NIR lamp-based facility.

The angular uniformity of this sphere wasn't measured assuming it would be better than the measured value for small sphere and it would meet the Lambert cosine law too.

### 4.2.2 Stability

Stability of the laser source was measured by placing a Si photodetector in front of the integrating sphere exit port, recording during 30 minutes its photocurrent using a DVM with

500 ms integration time and taking one reading every 500 ms. Results are illustrated in Figure 4.7.



**Figure 4.7:** Temporal stability of the Dye laser source power output.

It can be seen that some values are quite scattered from the mean value, around 0.608 V. Hence, the stability value obtained for the whole period was around 2%. However, averaging 14 consecutive values for each absolute measurement, it was possible to reduce this value down to a 0.1%. Hence, it wasn't observed a significant tendency that would eventually force to characterize and correct noise by the overall mean value and standard deviation of the readings.

## 4.3 LP2 CALIBRATION AND ASSOCIATED UNCERTAINTIES

### 4.3.1 Relative spectral radiance responsivity calibration

The relative spectral responsivity calibration of the LP2 radiation thermometer was performed using the 600 grooves/mm grating of the SP-500 monochromator with a slit width of 0.3 mm and also with the grating of 1200 grooves/mm and a slit width of 0.6 mm. In both cases, five scans from 630 nm to 670 nm with a sampling step of 0.2 nm were made. Outside this region, measured signals are 40 dB lower than those corresponding to the peak wavelength.

Figure 4.8 shows the results of the average of those runs for each grating and also includes a plot of LP2's relative spectral responsivity measured at CEM facilities in year 2010 following a similar procedure. It can be seen that results from the three different calibrations match between them.

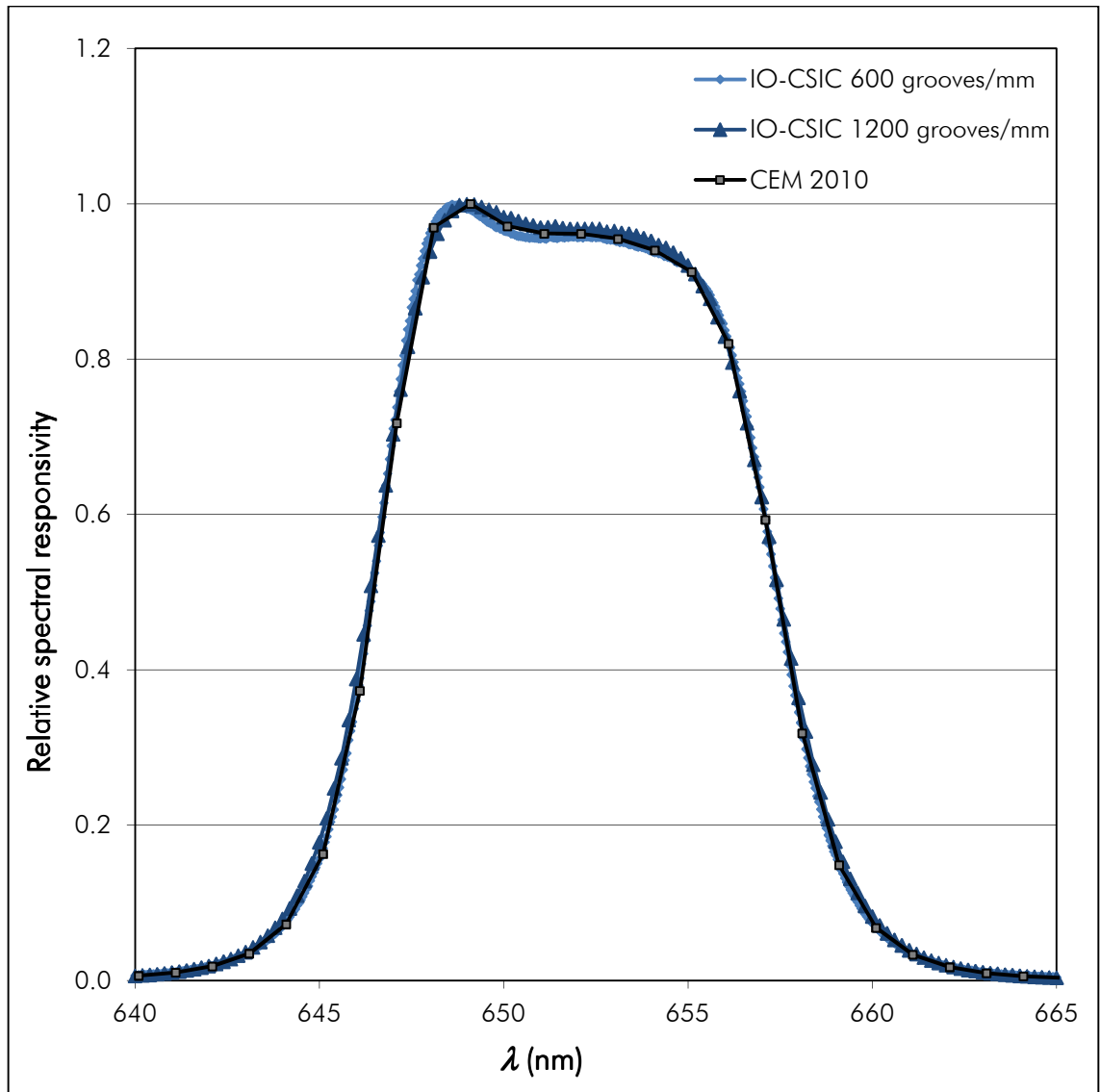


Figure 4.8: LP2 relative spectral responsivity.

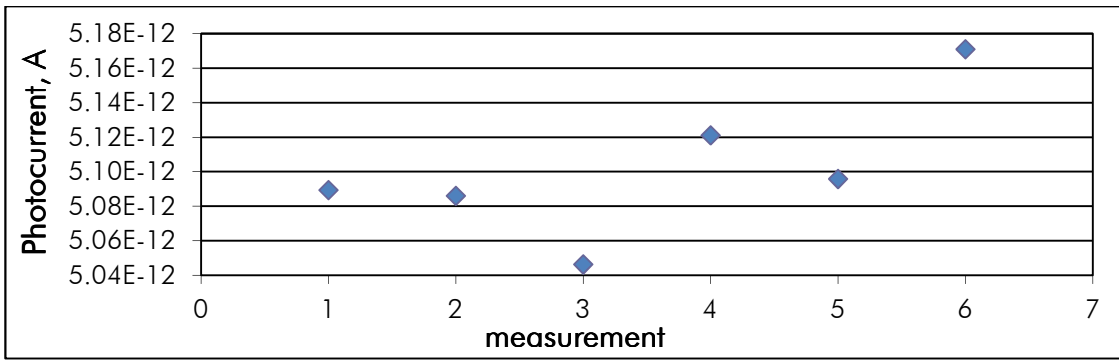
### 4.3.2 Absolute spectral radiance responsivity calibration

Although LP2's relative spectral responsivity curve reaches its maximum about 649 nm, it was decided to perform the absolute calibration in a flatter region near the peak wavelength, at 651.2 nm, to avoid errors due to wavelength selection.

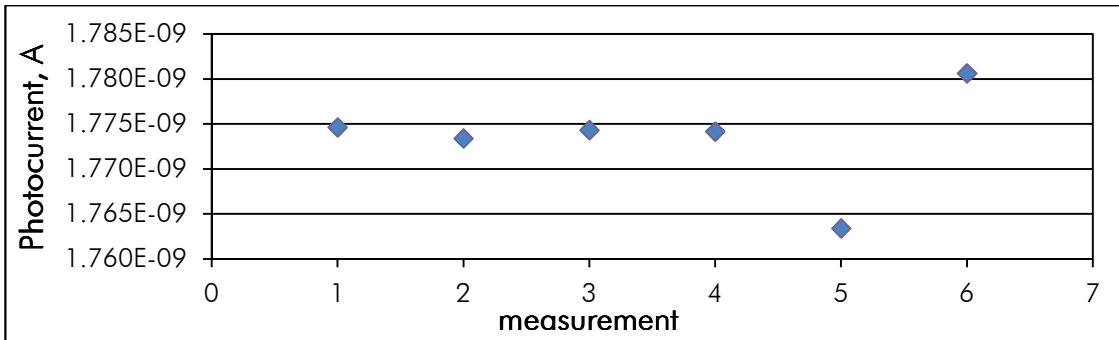
Several pairs of measurements were made in the lamp-based absolute radiance responsivity calibration facility measuring the photocurrent generated by the LP2 radiation thermometer;  $I_{ph,RT}$ , see Figure 4.9a and then the photocurrent from the reference trap detector,  $I_{ph,trap}$ , see Figure 4.9b.

The geometrical factor was assumed to remain constant between measurements; its calculated value from equation 2.6 was  $1.7627 \times 10^{-08} \text{ m}^2 \times \text{sr}$ .

A radiance responsivity value was calculated for each pair of measurements,  $I_{ph,RT,i}$  and  $I_{ph,trap,i}$  from equation 2.5. The final value obtained from the averaging of the results was  $S_{LP2}^L(651.2) = 8.2984 \times 10^{-11} \text{ A / W m}^{-2} \text{ sr}^{-1}$ .



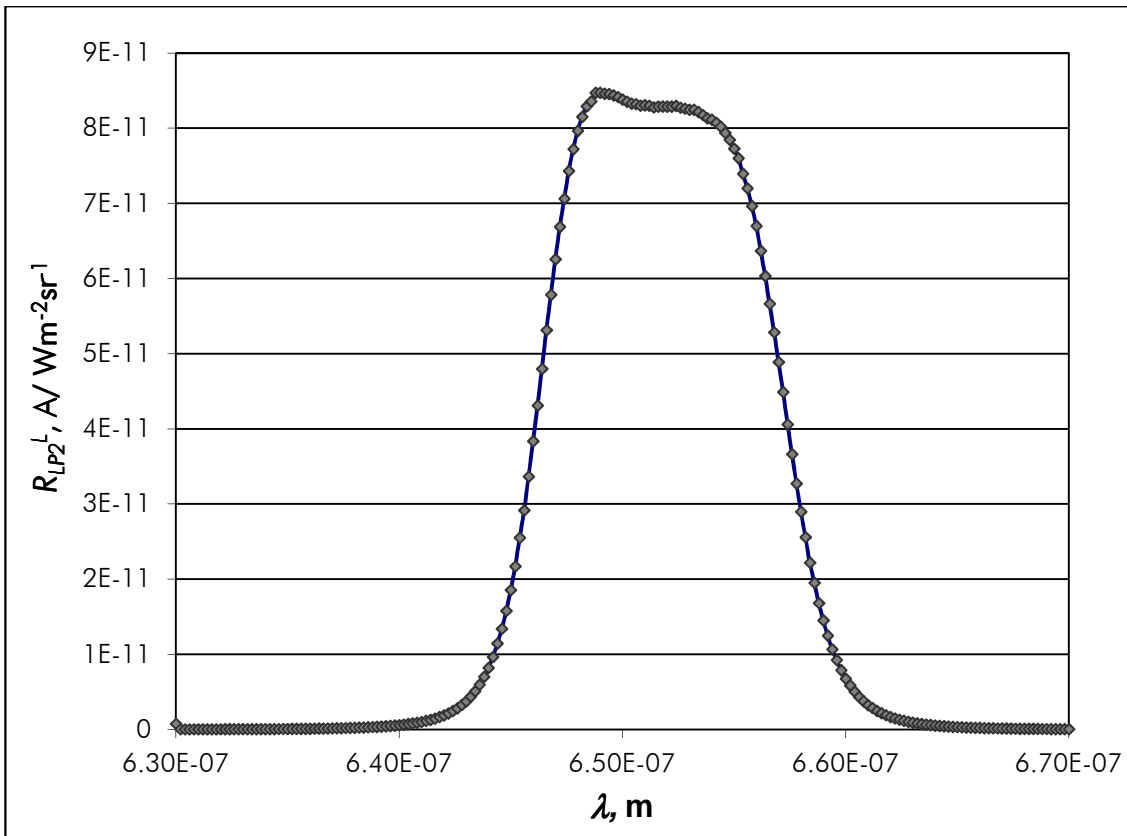
(a)



(b)

**Figure 4.9:** Measured photocurrents from radiation thermometer (a) and reference trap detector (b) during LP2 absolute radiance responsivity calibration.

This result was combined with the relative spectral responsivity curve obtained with the 1200 grooves/mm grating, normalized to 651.2 nm, to obtain the absolute radiance responsivity curve of the LP2 from 630 nm to 670 nm. The resulting curve is shown in Figure 4.10.



**Figure 4.10:** LP2 absolute radiance responsivity curve.

### 4.3.3 Out of band transmission

LP2 out of band transmission was measured at the relative spectral radiance calibration facility described in section 3.4.1 in the wavelength range from 400 nm to 800 nm with a sampling step of 10 nm. Including in the scan, the wavelength 651.2 nm corresponding to LP2's absolute radiance responsivity calibration. The results obtained are shown in Figure 4.11. It has to be noticed that stray light of the monochromator is under  $10^{-4}$ , so the spectral responsivity values outside the transmission band might be strongly influenced by the stray light.

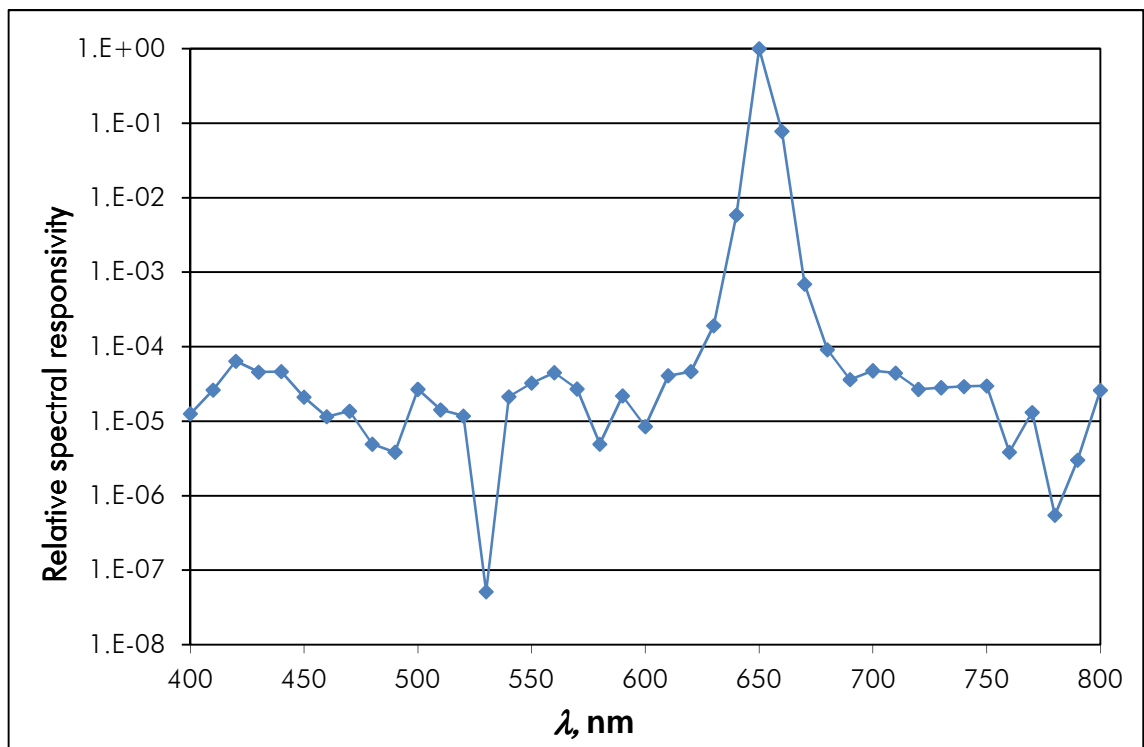


Figure 4.11: LP2's Out of band responsivity.

### 4.3.4 Size of the source effect

The dependence of the radiometer or the radiation thermometer on the area surrounding the target area is described as the size-of-source effect (SSE), and minimizing the radiometer's sensitivity to SSE is critical in the lowest-uncertainty optical measurements. It's being reported that placing a collimating lens behind the radiometer's field stop and an aperture placed at the image distance of the collimating lens can reduce drastically the SSE [Yoon, 2005].

This aperture is called Lyot stop and it is used to block radiation originating from internal scatter away from the objective lens and also to block the diffracted radiation from the edge of the objective lens. The Lyot stop then becomes the limiting aperture stop in the radiation thermometer.

LP2's Size of the Source Effect was measured using CEM's SSE facility described in section 3.5.1. Source size effect for this thermometer in % is shown in Figure 4.12. It can be seen that LP2 has got a negligible SSE for the usual radius apertures (under 10 mm), but it increases as the radius does and the effect would be noticeable for a 200 mm radius aperture.

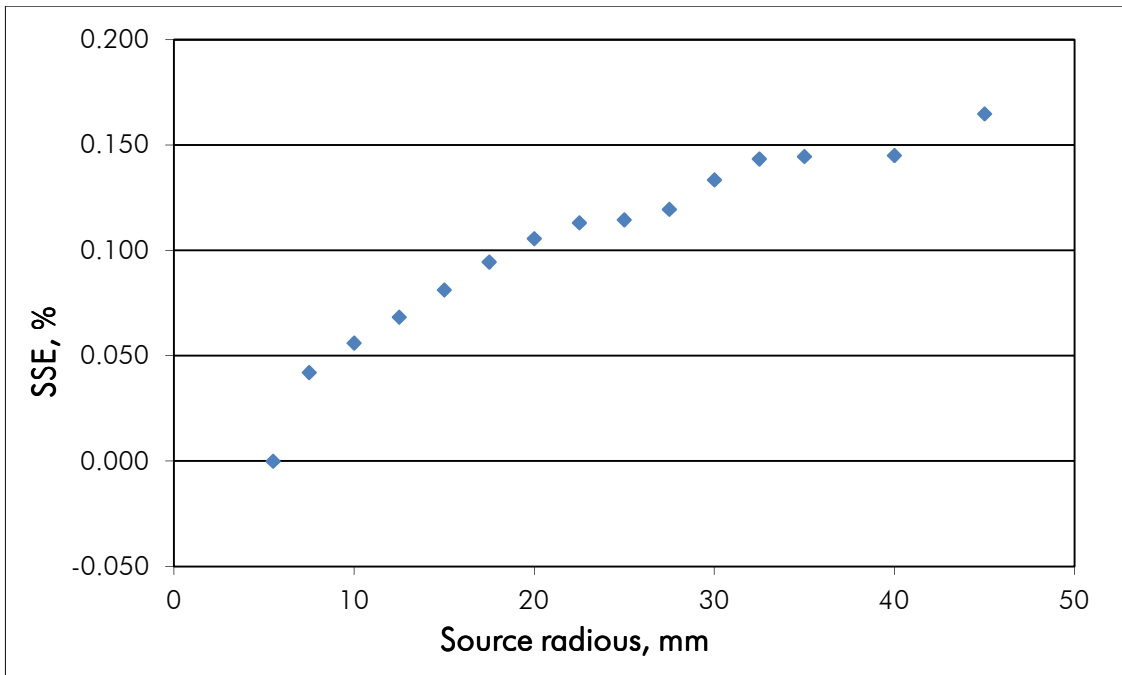


Figure 4.12: LP2's Size of the Source Effect.

### 4.3.5 Linearity

The underlying assumption in the use of most detection methods for the measurement of optical radiation is that the detector output signal is directly proportional to the input radiation flux. This proportionality is defined as linearity and conversely the departure from proportionality is defined as nonlinearity [Thompson, 1994].

As described in section 3.5.2, nonlinearity is measured at CEM by applying the beam flux addition method which assumes that the flux from the source remains constant during all measurements and that the total flux on the detector coming along two different paths is equal to the sum of the two fluxes.

To produce thermometer's signals that would correspond to temperatures from 700 °C to 2000 °C pairs of tungsten filament incandescence lamps are used. A beam splitter combines the optical paths from these two different sources with the same nominal radiance value so that the instrument can detect both incoming signals. Signals from each source,  $S_1$  and  $S_2$ , are measured separately and then, signal from both sources is simultaneously measured obtaining the value  $S_{1+2}$ .

From 2000 °C to 2500 °C, linearity was measured by using the Chino ® furnace with an empty black body cell inside. A black anodized aluminium optical mount is placed in front of the focusing lens of the radiometer under study. Two identical pieces can be placed in this mount in such way they can divide the incoming beam in two halves. In this setup,  $S_1$  is measured blocking one half of the beam,  $S_2$  is measured blocking the other half and  $S_{1+2}$  is the measured signal when the hole beam is entering into the radiometer, with no dividing parts in place.

The results of the non-linearity coefficient are plotted as a function of temperature in Figure 4.13. Error bars indicate the coefficient uncertainty. The deviation from zero that would be



the ideal linear behaviour is small, so no correction for linearity will have to be applied to measurements done with this thermometer.

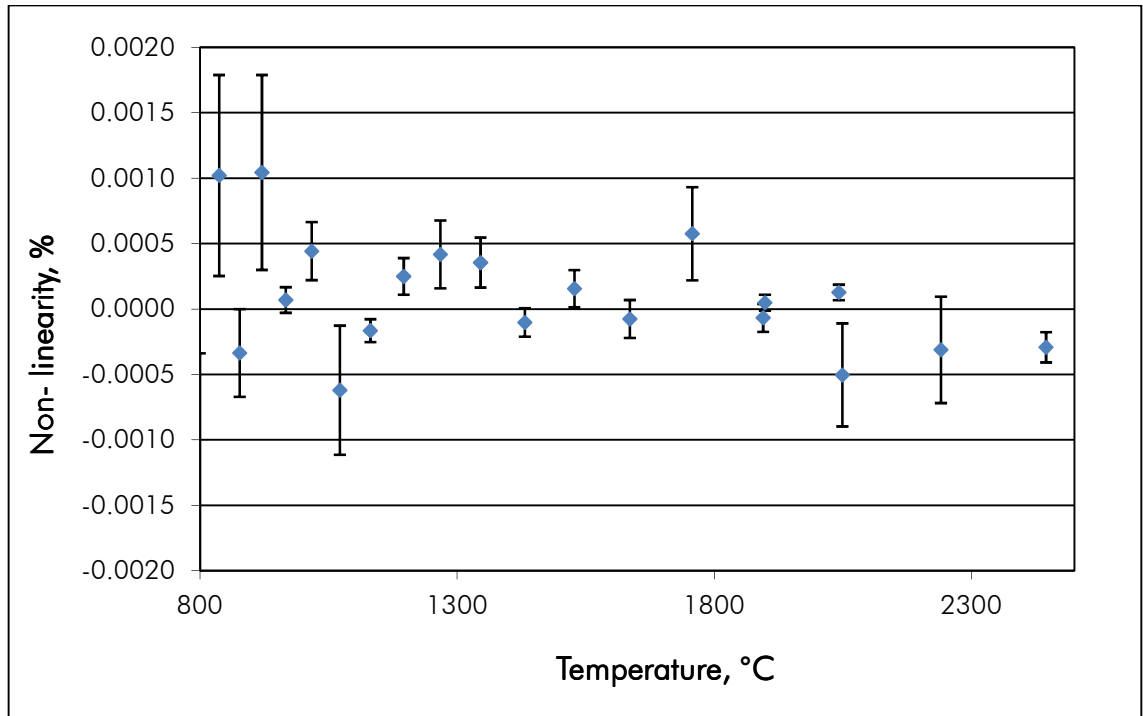


Figure 4.13: LP2's linearity as a function of temperature.

#### 4.3.6 Uncertainty budget for absolute temperature measurements

The calculation of the uncertainties related to absolute temperature measurements is based in [Machin, 2010c] where the uncertainty in the temperature measurements is stated as:

$$U_T = \sqrt{\left(\frac{\partial T}{\partial \lambda_0} U_{\lambda_0}\right)^2 + \left(\frac{\partial T}{\partial \sigma} U_{\sigma}\right)^2 + \left(\frac{\partial T}{\partial H} U_H\right)^2 + \left(\frac{\partial T}{\partial S} U_S\right)^2} \quad (4.1)$$

being:

$$\frac{\partial T}{\partial \lambda_0} \approx \frac{T}{\lambda_0} \left(1 - 5 \frac{\lambda_0 T}{c_2'}\right) \quad (4.2)$$

$$\frac{\partial T}{\partial \sigma} \approx \left(\frac{30T^2}{c_2'} - \frac{12T}{\lambda_0} + \frac{c_2'}{\lambda_0^2}\right) \frac{\sigma}{\lambda_0} \quad (4.3)$$

$$\frac{\partial T}{\partial H} \approx \left(\frac{\lambda_0 T^2}{c_2'} \frac{1}{H}\right) \quad (4.4)$$

$$\frac{\partial T}{\partial S} \approx \left(\frac{\lambda_0 T^2}{c_2'} \frac{1}{S}\right) \quad (4.5)$$

Where  $\lambda_0$  is the mean wavelength,  $\sigma$  the standard deviation of the spectral responsivity curve,  $c_2' = c_2/n$ ,  $c_2$  is the second constant of radiation,  $n$  is the refractive index of the medium in which the radiation thermometer is immersed, usually air and  $H$  comprises those coefficients related to instrument calibration.

The first three terms correspond to the thermometer calibration and the last one to the uncertainty in use of the thermometer. Table 4.7 shows the LP2 radiation thermometer

calibration uncertainty budget and the uncertainty budget in the temperature measurements according to equation 4.1. The different sources of uncertainty were estimated as follows:

- The uncertainty associated with  $\lambda_0$ , has been estimated combining the uncertainty due to the monochromator calibration, 0.05 nm ( $k = 1$ ) and its drift 0.05 nm (rectangular distribution) considered uncorrelated.
- The uncertainty associated with  $\sigma$  has been estimated as 0.02 nm from the repeatability of the measurements done for relative spectral response (rectangular distribution)
- The uncertainty associated with  $H$  is composed by:
  - Trap detector calibration: estimated as 0.05% ( $k = 1$ ) from its calibration with respect to the electrical substitution cryogenic radiometer
  - Aperture areas: estimated as 0.1% from the calibration certificates of the CEM length department ( $k = 2$ ).
  - Distance: estimated as 0.1% for the use of the length gauge and its repeatability (rectangular distribution).
  - Sphere spatial and angular uniformity: measured using a Si detector mapping the entire sphere aperture. This component has been estimated as 0.12 % (rectangular distribution).
  - Temperature coefficient of the trap: there are no information available at the moment, but based on [Machin, 2010c] this component is considered negligible.
  - Stability of the trap: a maximum drift of 0.05% (rectangular distribution) is estimated.
  - Stability of the source: estimated as 0.1% from the measurements done with the monitor photodiode (standard deviation).
  - Diffraction at the apertures: estimated as 0.07% as typical component.
  - Signal-to-noise ratio: estimated as 0.08% from the measurements performed (rectangular distribution).
- The uncertainty associated with the radiation thermometer in use  $U_5$  is composed by:
  - SSE (size of source effect): estimated as 0.03% (rectangular distribution).
  - Non-linearity: This component was estimated using the procedure described in section 4.3.5, at this temperature range, the LP2 non linearity is 0.06% (rectangular distribution).
  - Ambient conditions: estimated as 0.002% from technical specifications of the thermometer so it can be considered negligible.
  - Long term drift: Records of the same fixed points in different years are shown in table 4.6. Maximum difference between them is also shown in the last row.

Date	$I_{ph,Cu}, A$	$I_{ph,Co-C}, A$	$I_{ph,Pt-C}, A$	$I_{ph,Re-C}, A$
June 2007	$8.4421 \times 10^{-11}$	$9.64907 \times 10^{-10}$	$1.6610 \times 10^{-8}$	$3.1450 \times 10^{-7}$
June 2009	$8.4414 \times 10^{-11}$	-	-	-
Sept 2010	$8.45401 \times 10^{-11}$	$9.65155 \times 10^{-10}$	$1.66371 \times 10^{-8}$	$3.1427 \times 10^{-7}$
June 2012	$8.45231 \times 10^{-11}$	$9.65920 \times 10^{-10}$	$1.66338 \times 10^{-8}$	$3.1470 \times 10^{-7}$
Feb 2014	$8.44202 \times 10^{-11}$	$9.65141 \times 10^{-10}$	$1.66280 \times 10^{-8}$	$3.1460 \times 10^{-7}$
<b>Max. drift per year =</b>	<b>0,07 °C</b>	<b>0,06 °C</b>	<b>0,04 °C</b>	<b>0,07 °C</b>

**Table 4.6:** Stability of LP2 measured at the CEM FPs of Cu, Co-C, Pt-C and Re-C along 7 years

Table 4.7 summarizes the uncertainty budget for the calibration of the LP2 radiation thermometer and gives the derived uncertainty in temperature corresponding to ever uncertainty component at several HTFP absolute temperatures,  $t_{abs}$ . The combined uncertainty is also given on the last row.

Uncertainty component	Value	Uncertainty at Cu FP, K	Uncertainty at Co-C FP, K	Uncertainty at Pt-C FP, K	Uncertainty at Re-C FP, K
$\lambda_0$ : Wavelength	0.05 nm	0.072	0.078	0.084	0.079
Drift	0.05 nm	0.042	0.045	0.048	0.046
$\sigma$	0.02 nm	0.002	0.002	0.003	0.003
<b>H:</b>					
Trap detector	0.05%	0.042	0.058	0.092	0.171
Aperture area	0.1%	0.042	0.058	0.092	0.171
Distance	0.1%	0.029	0.040	0.064	0.119
Sphere spatial uniformity	0.1%	0.024	0.033	0.053	0.099
Stability of the trap	0.05%	0.024	0.033	0.053	0.099
Source stability	0.12%	0.084	0.116	0.184	0.342
Diffraction at apertures	0.07%	0.059	0.081	0.128	0.240
Signal to noise ratio	0.08%	0.019	0.027	0.042	0.079
<b>Combined</b>		<b>0.152</b>	<b>0.198</b>	<b>0.296</b>	<b>0.531</b>

(a)

Uncertainty component	Value	Uncertainty at Cu FP, K	Uncertainty at Co-C FP, K	Uncertainty at Pt-C FP, K	Uncertainty at Re-C FP, K
Thermometer calibration	See table 4.7 (a)	0.152	0.198	0.296	0.531
In use S:					
SSE	0.01%	0.007	0.010	0.016	0.030
Non-linearity	0.005%	0.014	0.020	0.032	0.059
Repeatability	0.01%	0.070	0.060	0.040	0.070
	<b>Combined</b>	<b>0.168</b>	<b>0.208</b>	<b>0.301</b>	<b>0.540</b>

(b)

**Table 4.7:** Uncertainty budget for the  $t_{obs}$  measurements with LP2 associated to its calibration (a) and its use for the thermodynamic temperature determination of HTFP's (b).

## 4.4 FIRA1 CHARACTERIZATION

### 4.4.1 Relative spectral radiance responsivity calibration.

Once FiRa 1 was assembled for the first time, it was taken to the relative spectral calibration facility described in section 3.4.1 and several test scans were performed, to check if the device was working properly, from 640 nm to 660 nm with a spectral sampling step of 0.2 nm. These measurements were made with the 650 nm interference filter and with the  $10^7$  V/A amplifier gain. Monochromator slits were adjusted to 0.6 mm and the 1200 grooves/mm grating selected. Results are shown in Figure 4.14.

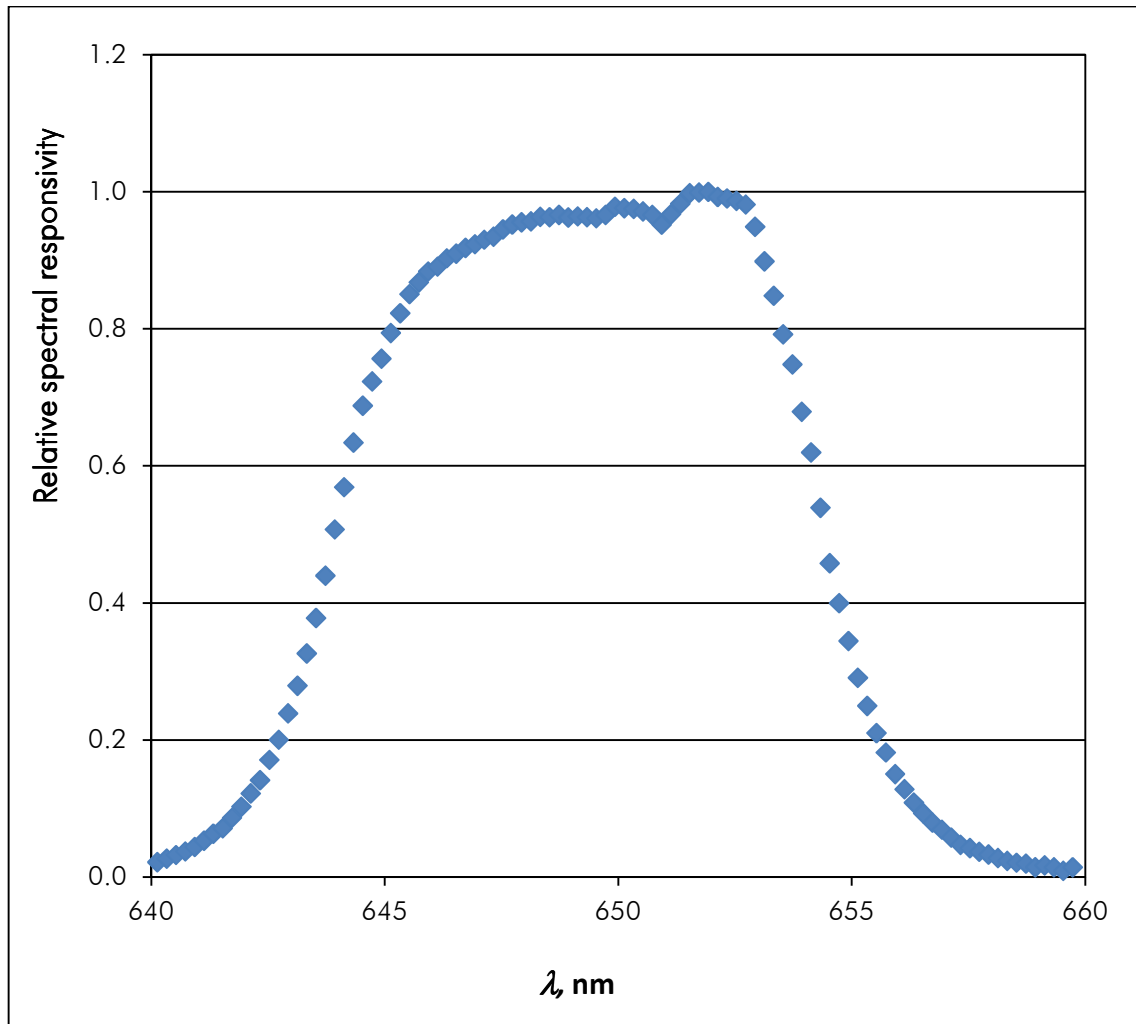


Figure 4.14: FiRa1's relative spectral responsivity curve.

The resulting curve wasn't used for temperature calculations, it was just measured to be sure the filter radiometer could collect enough signal to be calibrated. It was observed a signal to noise ratio of 20 dB, enough for a relative measurement but far from the desirable value of 40 dB for an absolute radiance responsivity calibration. The low of signal could also explain the noisy appearance of the curve along the peak responsivity region.

Nevertheless, after the analysis of the results, it was decided to continue working with FiRa1 and try to perform its absolute calibration in the Dye laser-based facility hoping to achieve a better signal to noise ratio.

#### 4.4.2 Absolute spectral radiance responsivity calibration at 650 nm

FiRa1's absolute radiance responsivity calibration took place at IO-CSIC laser based facility described in section 3.4.2.2. The gain selected for the calibration was  $10^7$  V/A and the interference filter mounted on the radiometer was the same filter used in section 4.4.1 with a central wavelength of 650 nm.

Dye laser circulator and filter were cleaned with methanol following manufacturer's instructions, a new DCM special colorant mixture was prepared and the mirrors from Coherent ® 599 dye laser cavity were cleaned. After performing these maintenance tasks, the system was optimized aligning the mirrors until lasing occurred inside the cavity using a power of 250 mW from the pump laser. Then the cavity was closed, pump laser's output power was raised to 5 W and dye laser's output power was optimized adjusting the position of the output coupler. It was necessary to perform the optimization procedure every time the system was turned on until the output power from the dye laser reached 500 mW. This lasing power even used to decrease during measurements so they had to be stopped to realign the output coupler, recover the radiant power and continue with the measurement.

It was intended to perform several scans from 600 nm to 700 nm with a sampling step below 0.1 nm. Unfortunately, dye laser operating routines were found to be more difficult and time-consuming than expected, so finally only an absolute calibration from 645 nm to 665 nm with a sampling step of 1 nm, shown in Figure 4.15, could be achieved.

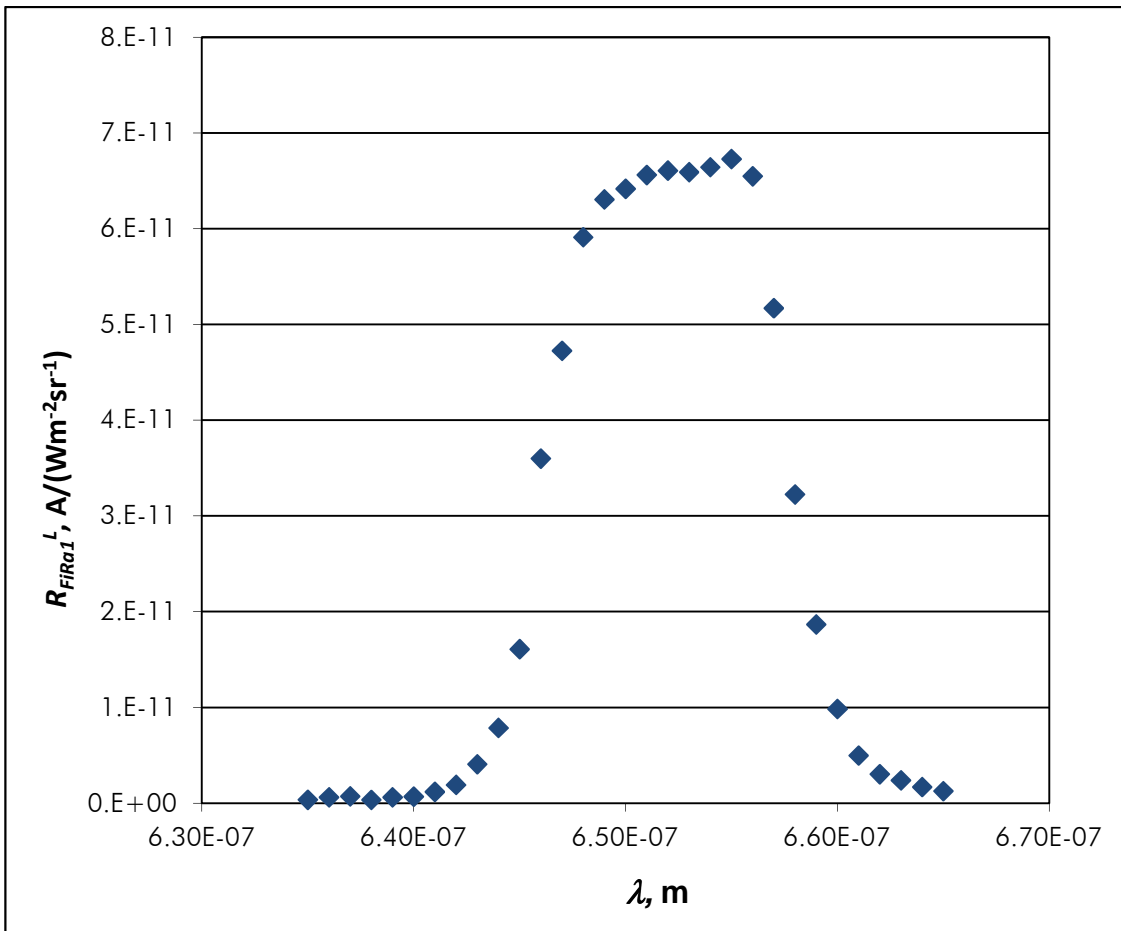


Figure 4.15: FiRa1's absolute spectral radiance responsivity with the 650 nm interference filter.

### 4.4.3 Absolute spectral radiance responsivity calibration at 800 nm

FiRa1 spent three months at NPL during the year 2013. In this period, several characterization experiments of the filter radiometer were taken and HTFP's measurements were also performed with it but, the most important measurement carried out during the stay at NPL was the absolute spectral radiance responsivity calibration of FiRa1.

NPL's filter radiometer calibration facility operates in the near-infrared range with a Titanium-Sapphire tuneable laser so, a new interference filter with a central wavelength of 800 nm was purchased and mounted on FiRa1. The operating gain for this calibration was also  $10^7$  V/A.

The calibration was performed from 750 nm to 850 nm with a sampling step of 0.1 nm, a very time-consuming experiment that was made possible by its automation: A computer controlled screw moved the tuneable laser birefringent filter until the wavelength meter measured the desired value. Once the wavelength remains constant under the established 0.05 nm tolerance criteria and the radiant power from the sphere is also constant, this is controlled with a feedback detector, the measurement process starts. At first the signal from reference trap detector is recorded; then the translation stage moves the trap detector outside the beam and the signal from the filter radiometer is recorded and finally, the translation stage moves again the transfer standard to its original position in front of the integrating sphere and its signal is measured again to ensure the system was stable during the measurement of this point. After this, the next wavelength is searched. The resulting curve is shown in Figure 4.16.

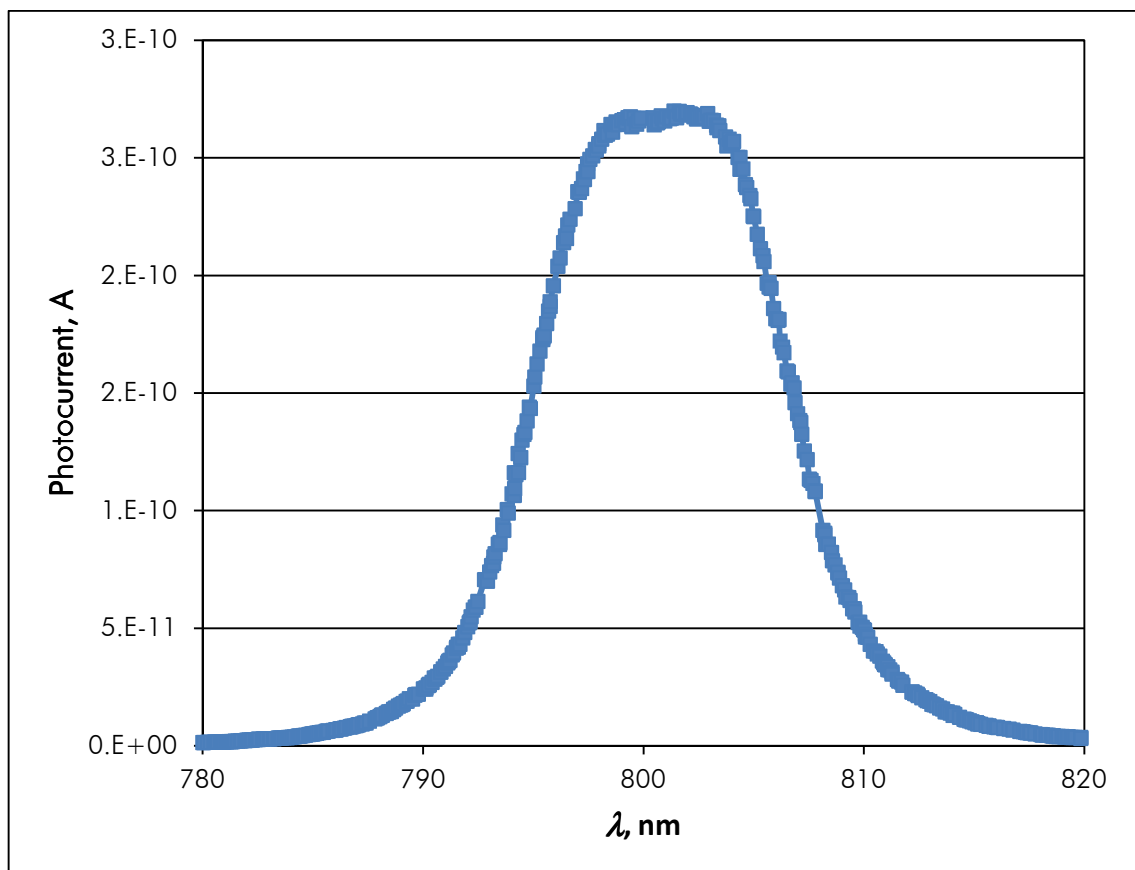
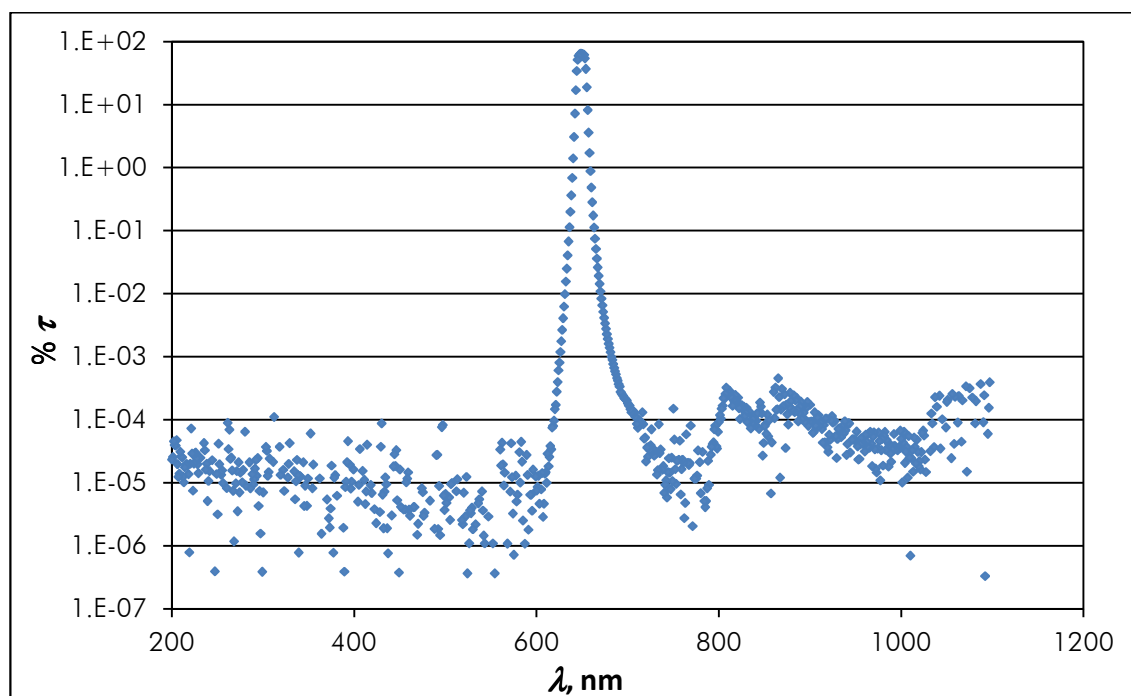


Figure 4.16: FiRa1's absolute spectral radiance responsivity with the 800 nm interference filter measured at NPL.

#### 4.4.4 Out of band transmission

Regarding OOB, interference filter is the most influencing component in a filter radiometer. Therefore, transmittance of the 650 nm interference filter used in FiRa1 and FiRa 2 was measured from 200 nm to 1100 nm with a sampling step of 1 nm in a Perkin Elmer ® Lambda 1050 spectrophotometer applying the cascading (step-down) technique, employed in spectral regular transmittance measurement of high optical density samples using a spectrometer in order to improve its measurement accuracy and to extend its measuring range. Three scans of this experiment were performed; Figure 4.17 shows the result for the averaging of the measurements from the different cycles.



**Figure 4.17:** 650 nm CWL interference filter transmittance measured applying the cascading technique

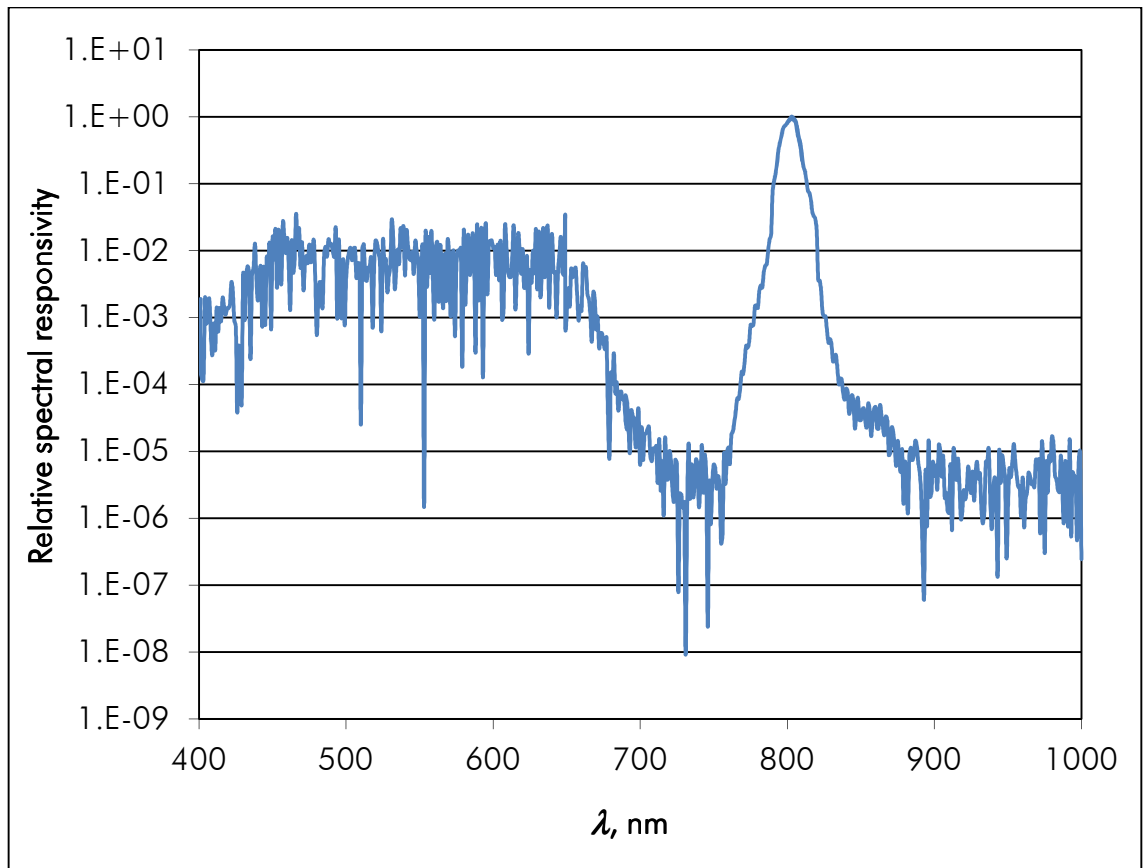
Using the cascading technique it was possible to confirm that the filter's transmittance in the out of band region is four orders of magnitude lower than in the peak transmittance region and a similar value was supposed to be obtained for the complete instrument. Based on this, it was concluded that any radiation thermometer using this interference filter, both FiRa1 and FiRa2, will have an acceptable out of band transmission and this parameter wouldn't be a problem for the correct determination of the thermodynamic temperature of HTFP's. Consequently, it was decided to continue with other FiRa1's characterization tasks and postpone the measurement of its out of band transmission at 650 nm.

FiRa1's OOB with the 800 nm interference filter was measured at NPL in the STAIRS facility consisting on a supercontinuum laser, a wavelength tuneable bandpass filter, power stabilisation feedback control and output coupling optics. FiRa1 and feedback detector's amplifier were connected to two different DVMs, both of them connected to a control computer via GPIB.

The OOB measurement was performed from 400 nm to 1000 nm with a sampling step of 1 nm. For each point, the feedback detector was used for stabilizing the source during 30 seconds; once the source was stabilized, signal from FiRa1 was averaged during 30 seconds



and the resulting value recorded. FiRa1 remained in a constant gain of  $10^7$  V/A during the experiment. Feedback detector's amplifier was at gain  $10^4$  V/A for the range between 800 nm to 1000 nm and at gain  $10^5$  V/A for the range between 400 nm to 800 nm. Results are shown in Figure 4.18 in terms of relative spectral responsivity.



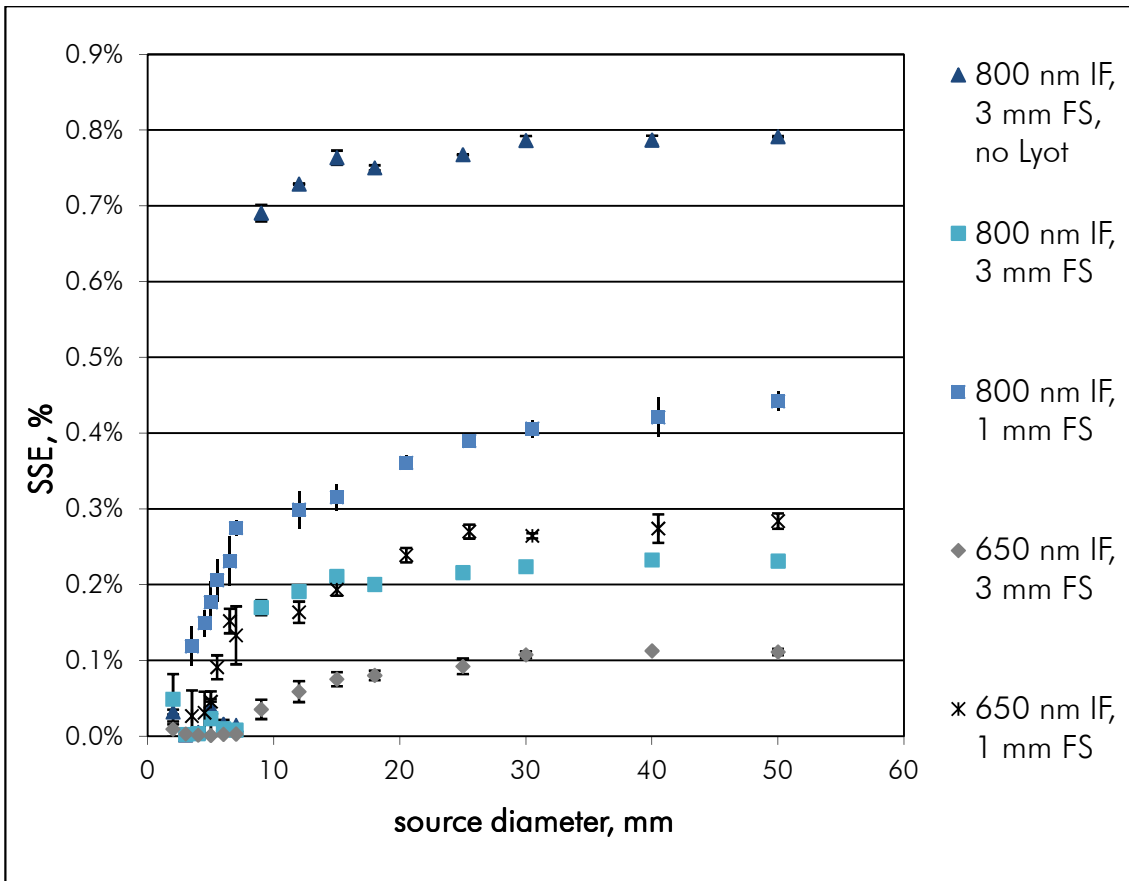
**Figure 4.18:** Out of band transmission of FiRa1 operating with the 800 nm CWL interference filter.

#### 4.4.5 Size of the source effect

FiRa1's SSE was studied at NPL using the indirect method. SSE is one of the biggest contributions to the uncertainty budget for any radiometric calibration. As can be appreciated on Figure 4.19, the values obtained for FiRa1 were enormous, especially for measurements with the 800 nm interference filter because of the high reflectivity of anodised aluminium, from which the radiometer's telescope is made, in the near infrared range. It also became clear that some components of the radiometer should be changed like the focusing lens, the field stop aperture, the Lyot Stop and their relative distance in order to improve the radiometer.

FiRa1's Lyot Stop is supposed to reduce SSE and, although based on the results indeed it does, the resulting value was still too high. This indicates that the geometrical system should be improved but the design of the radiometer makes this task impossible to achieve because there is no possibility of fine adjustment of the optical components inside the radiometer.

After the analysis of the results, it was decided that the best strategy to follow was to design a new filter radiometer rather than trying to improve the existing one because there were too many deficiencies in the original radiometer design.



**Figure 4.19:** FiRa1 SSE for different configurations of interference filter and field stop aperture diameter.

#### 4.4.6 Amplifier gain

Apart from the unacceptable uncertainties achieved with FiRa1, there was a mismatch between calibration and HTPF measurements: calculated absolute temperatures were several degrees away from their respective nominal values.

Calibration setups and filter radiometer's components were analyzed in detail. Suspicions fell on the amplifier behaviour during FiRa1's absolute calibration which could be non-linear if current generated on the photodiode is too small and it can't beat amplifier's input transimpedance.

Consider the basic circuit represented in Figure 4.20, the photodiode operates without a bias voltage, in the so-called short-circuit arrangement. The output voltage ( $V_{out}$ ) of the amplifier is proportional to the photocurrent from the diode, as determined by the feedback transimpedance ( $R_f$ ). From the viewpoint of the photodiode, the amplifier and the feedback resistor appear as an impedance of  $(R_f/A)$  across its terminals, where  $A$  is the open-loop gain of the amplifier. As in this case  $A$  is of the order of  $10^7$  V/A, the short-circuit impedance across the photodiode is very small compared with typical values of the photodiode's shunt ( $R_{sh}$ ).

Although ideal operational amplifiers are usually modelled as having a high, if not infinite, input impedance, real ones are the source of a small amount of current at the input pins. This input bias current is of the order of  $10^{-12}$  A to  $10^{-13}$  A [Eppeldauer, 1991].

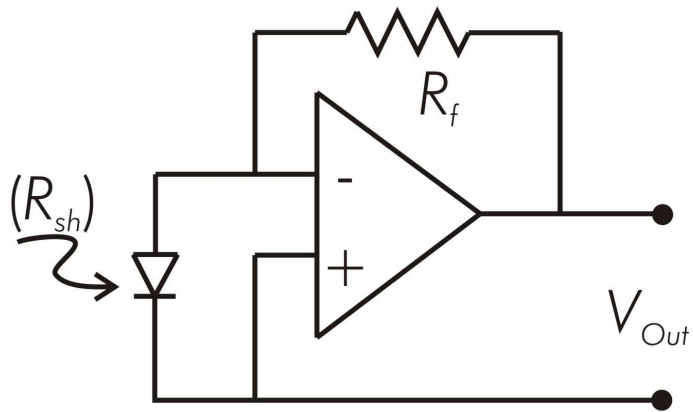


Figure 4.20: A/V amplifier model circuit scheme.

To determine the behaviour of the amplifier during filter radiometer calibration, an experiment was carried out. In this experiment, photocurrent from the photo-diode was simulated using a power source which generates different input voltages ( $V_i$ ). This voltage is measured using a DVM and then, the output signal from the power source is attached to a calibrated 10 M $\Omega$  reference resistance ( $R_{ref}$ ). FiRa1 amplifier's input was fed with the outgoing photocurrent from the reference resistance; this photocurrent is calculated using the expression  $I = V_i/R_{ref}$ . FiRa1 amplifier's output was finally connected to a DVM in order to measure the amplifier's output signal ( $V_o$ ). The gain ratio corresponding to each input photocurrent ( $I$ ) is calculated using the expression  $\text{Gain ratio} = V_o / I$ .

Indeed, results from these measurements, which are shown in Figure 4.21, evidenced that the amplifier has a non-linear behavior for such small photocurrents as those generated during the filter radiometer calibration.

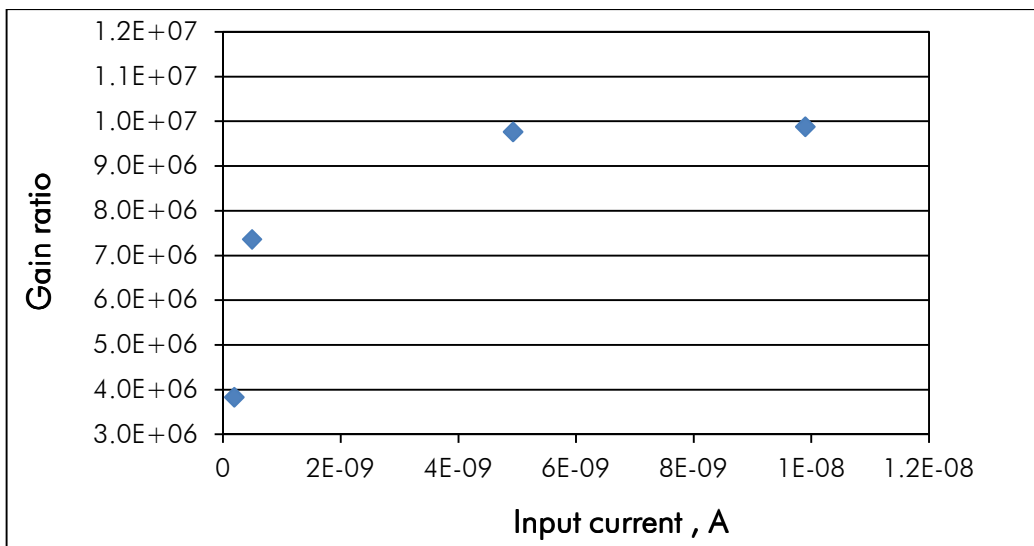


Figure 4.21: FiRa1 amplifier's gain ratio  $10^7$  V/A calibration.

Although one could use these results to try to correct FiRa1's absolute spectral radiance responsivity curve and provide with this a better determination of the thermodynamic temperatures, it was decided to stop working with FiRa1 due to its operating and design defects and focus on the development of FiRa2 which involved the design, production, assembly, characterization, calibration and measurement of HTFP's with the new CEM's non-commercial radiometer.

## 4.5 FIRA2 CHARACTERIZATION

Once FiRa2 was assembled, the new instrument was set up in CEM's SSE and Linearity measurement facilities with the aim of optimizing its optical components using the fine tuning their respective holders provide in order to achieve the lowest SSE and non-linearity values as possible.

### 4.5.1 Size of the source effect

FiRa2 SSE was measured at CEM's SSE measurement facility described in section 3.5.1. Relative positions between collimating lens and Lyot stop and their distance to the field stop were adjusted accurately. Every time the position of one of the components was changed, instrument's SSE was measured to check if the new value was better or worse than the previous one. This process was performed as many times as was necessary until the optimal SSE value was obtained. Final results are shown in Figure 4.22

Compared with LP2's SSE shown in Figure 4.12, FiRa2's SSE is slightly higher. This might be caused by the existing parallelism between the field stop and the focusing lens. Since they are also normal to the optical axis, interreflections could be happening between them causing an increase in FiRa2's SSE. Nevertheless, SSE is small enough under 5 mm radius apertures.

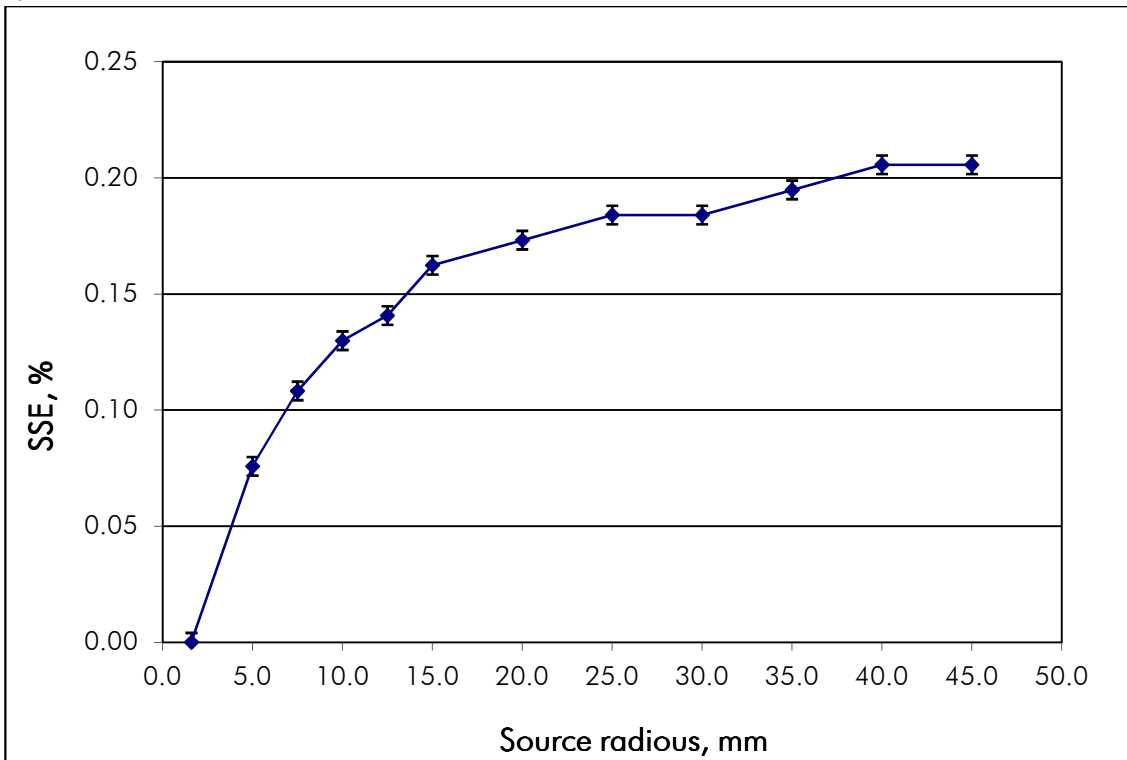


Figure 4.22: FiRa2's SSE.

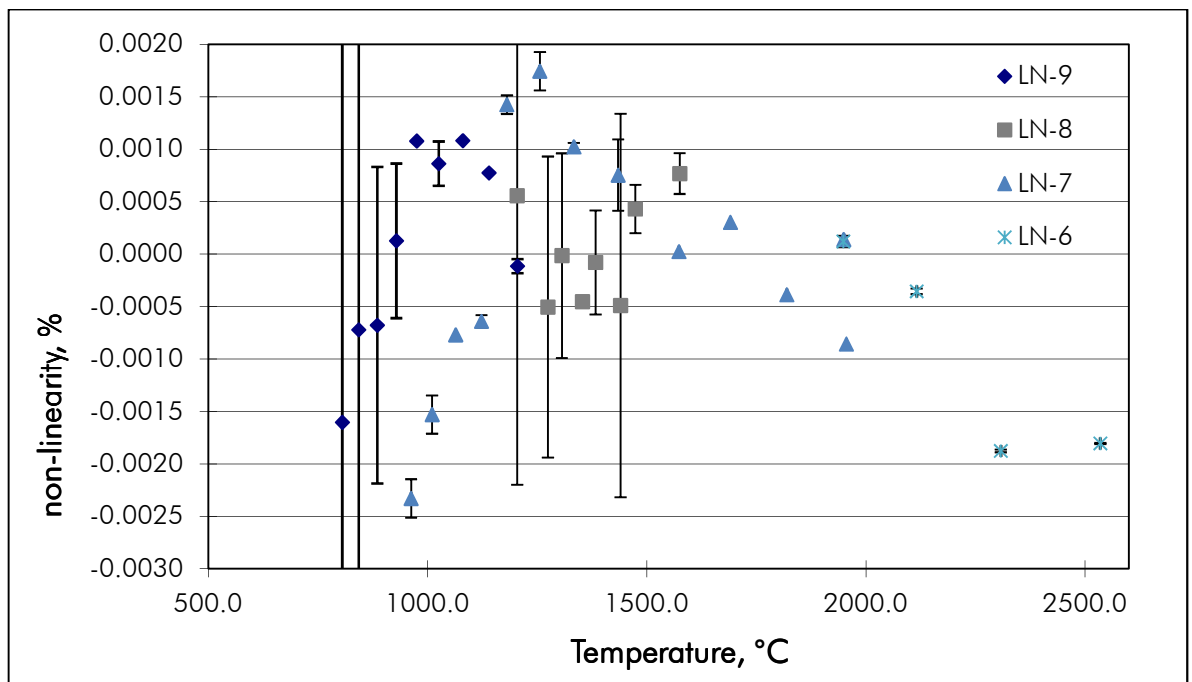
### 4.5.2 Linearity

FiRa2's linearity was measured at CEM's facility described in section 3.5.2. A/V amplifier is the component of the filter radiometer which is more involved in the linear performance of the instrument so it must be carefully studied throughout its operating range. FiRa2 uses four different gains of its built in Femto ® DLPCA-200 amplifier:

- Gains LN-9 and LN-8 are used for the instrument's calibration. Signal measured during calibration is equivalent to a temperature of 800 ° C. At least a signal to noise ratio of three orders of magnitude is required for the correct calibration of the radiation thermometer.
- Gain LN-8 is used for the measurement of the Cu fixed point and also for the Co-C HTFP measurement.
- Gain LN-7 is used for the measurement of Pt-C HTFP.
- Gain LN-6 is used for the measurement of Re-C HTFP.

For all of the studied gains, calibration results of the Femto ® DLPCA-200 amplifier evidenced for a worsening of the performance for output signals above 8V. Hence, criterion for changing from one gain to another is based on the resulting output signal; when it is close to 8 V, a lower gain is selected so the measured output signal will be around 0.8 V.

Linearity has been measured for each gain in a signal range equivalent to the minimum and maximum temperatures the filter radiometer is supposed to be used to ensure accurate measurement of any thermodynamic temperature in the range between Cu fixed point (1084 °C) and the Re-C HTFP (2474 °C). Characterization results are shown in Figure 4.23, where the deviation from linearity in % is plotted against the source temperature



**Figure 4.23:** *FiRa2's non-linearity as a function of source temperature for the 4 amplifier gains studied*

The results are very challenging and allow to avoid linearity correction for this radiation thermometer.

### 4.5.3 Out of band transmission

Since FiRa2 uses the same interference filter as FiRa1, FiRa2's OOB has been assigned the same values as those shown in Figure 4.17 from section 4.4.4. OOB measurement of the instrument as a whole is pending but major differences are not expected.

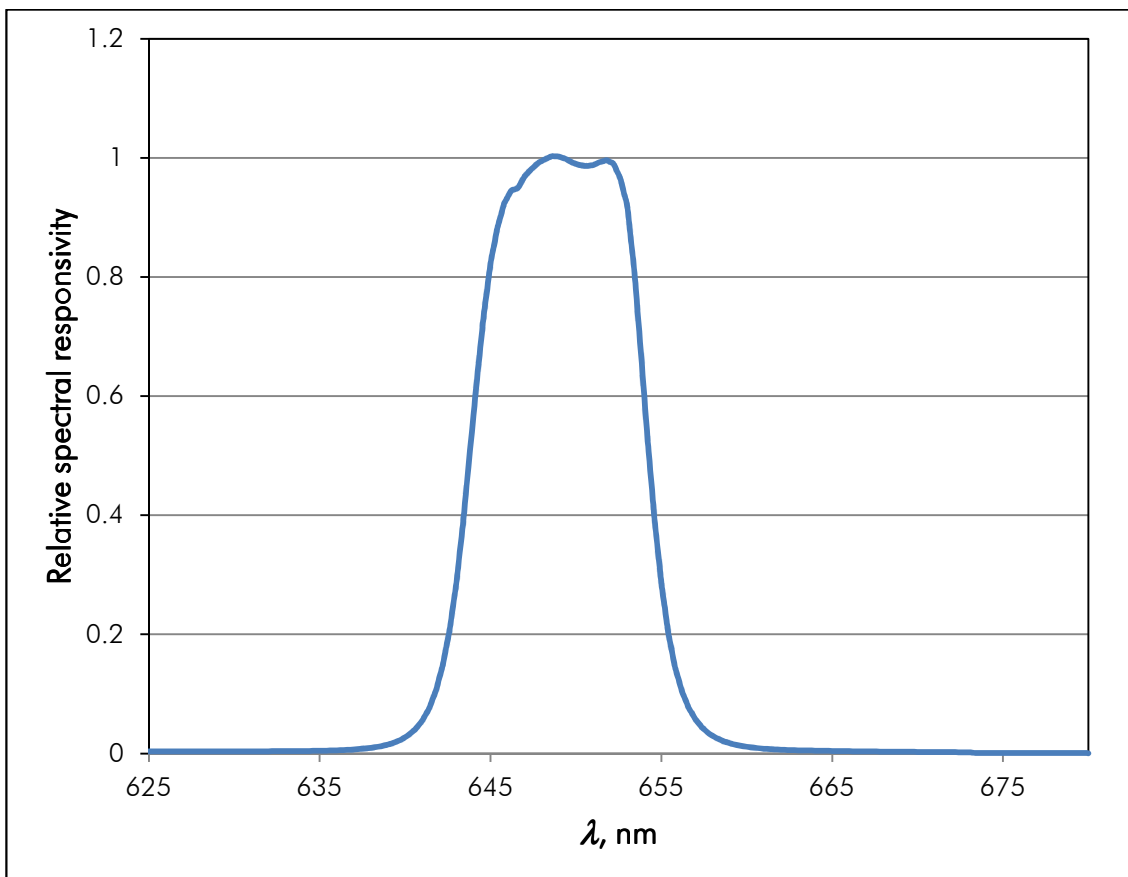
## 4.6 FIRA2 CALIBRATION, UNCERTAINTIES

### 4.6.1 Relative spectral radiance responsivity calibration

Once the position of all of the optical components of FiRa2 was optimized, SSE and linearity final values were determined at CEM, the instrument was carefully transported to IO-CSIC dependencies, about 25 km far away.

It was decided to start FiRa2's calibration by measuring its relative spectral radiance responsivity in the facility described in section 3.4.1. In this automated facility, to determine the spectral shape of the responsivity curve was time-efficient.

7 scans were performed with a sampling step of 0.2 nm from 625 nm to 680 nm; measured signals outside this range are 40 dB lower than those obtained in the peak wavelength. Using equation 4.12, relative spectral responsivity corresponding to each scan was calculated and subsequently, values from these 7 scans were averaged. Figure 4.24 shows the resulting averaged FiRa2's spectral responsivity curve.



**Figure 4.24:** *FiRa2's relative spectral radiance responsivity curve.*

Maximum responsivity was obtained at 649.2 nm. At 50% of the peak wavelength, the curve is 10 nm wide.

Results from these measurements were also used to determine the pass band region: signals outside the range between 635 nm to 665 nm are  $10^{-3}$  times lower than in the peak responsivity region and outside the region from 625 nm to 679 nm, signals are  $10^{-4}$  times lower.

## 4.6.2 Absolute spectral radiance responsivity calibration

Once FiRa2's relative spectral response was well determined, the instrument was set up in the IO-CSIC's laser-based absolute calibration facility described in section 3.4.2.2. Absolute measurements performed in this facility are operated manually:

- Output wavelength from the dye laser is selected moving the micrometer that moves the birefringent filter until the wavelength meter indicates the desired value.
- Reference trap detector is located and removed manually from its position in front of the integrating sphere. According to manufacturer's specifications, the magnetic base used for this purpose provides a repeatability better than  $100 \mu\text{rad}$ .

Manual operation makes this experiment very time-consuming. Therefore, it was decided to make absolute measurements just under the in-band region between 635 nm to 665 nm paying special attention to the peak wavelength, 649 nm, and other wavelengths where FiRa2 reaches its maximum responsivity values.

After a series of measurements during days, a curve of absolute radiance responsivity values of the filter radiometer from 645 nm to 665 nm with an integration step of 1 nm which is represented in Figure 4.25 was obtained.

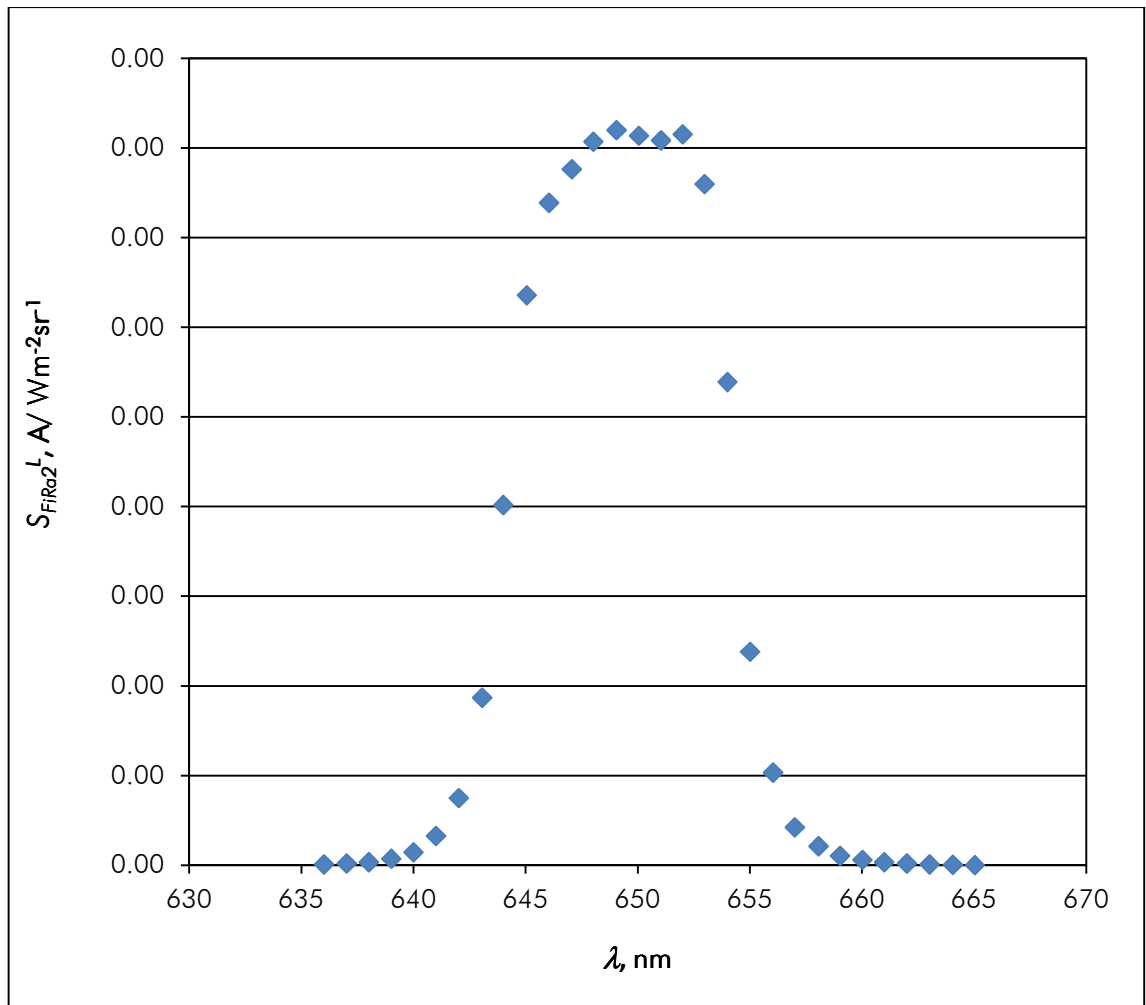
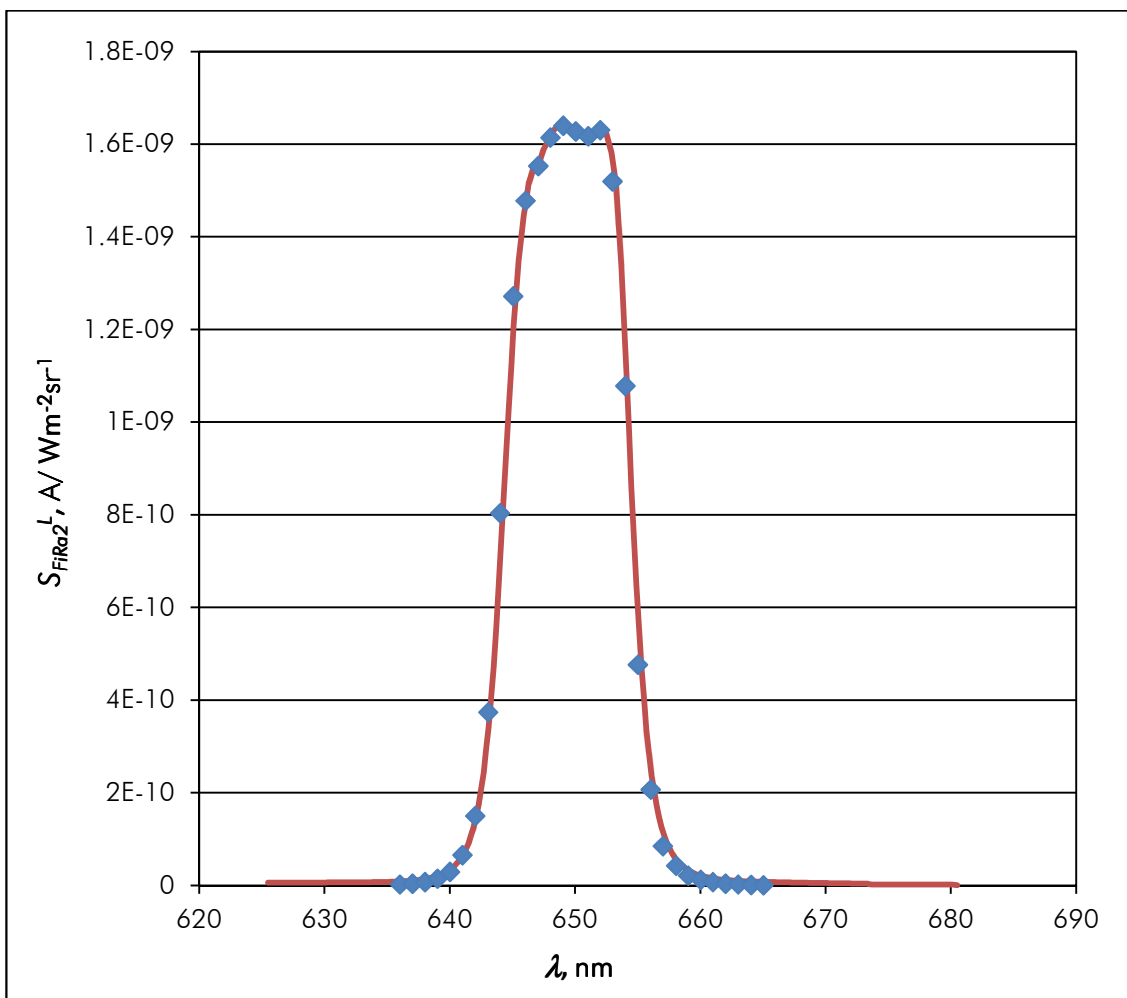


Figure 4.25: FiRa2's absolute spectral radiance responsivity curve.

Much interest was raised in comparing spectral results from measurements in lamp-based relative calibration facility to the laser-based absolute calibration facility. This was achieved multiplying each value from the relative spectral responsivity curve by the absolute spectral radiance responsivity value at the maximum peak wavelength (649.2 nm) the same value the relative curve was normalized to.

The resulting responsivity curve was plotted along with the absolute laser-based responsivity curve in the same chart shown in Figure 4.26. Blue square dotted curve is the corresponding to the absolute laser-based measurements while the red line curve is the absolute monochromator-based responsivity curve.

According to the results, FiRa2 seemed not to be affected by the coherence of the radiant source, since both curves in the chart match well. Due to the non parallel disposition between the photo detector and the interference filter, no rippling effects appeared to be present during the absolute measurements. Hence, results obtained in the laser-based calibration facility can be considered reliable.



**Figure 4.26:** FiRa2's spectral responsivity measured with the laser source (blue dots) and that based on the monochromator facility (red line) .

After the analysis, it was decided to calibrate FiRa2 analogously to LP2 and combine the relative responsivity curve with the absolute spectral radiance responsivity value at the peak wavelength, 649.2 nm, to obtain the absolute radiance responsivity curve of the filter



radiometer. In this manner, the instrument could be accurately and time efficiently calibrated between 625 nm and 680 nm with a 0.2 nm spectral sampling step. Several absolute measurements at 649.2 nm were taken in order to check for repeatability.

### 4.6.3 Uncertainties

Uncertainties related to FiRa2's calibration and thermodynamic temperature determination are calculated likewise as for LP2. As explained in section 4.3.6.1, equations 4.1, 4.2, 4.3, 4.4 and 4.5 are used for uncertainty calculation. Table 4.8 shows uncertainties obtained for FiRa2.

it can be seen in table 4.8a that FiRa2's absolute calibration uncertainties are significantly lower than those corresponding to the absolute calibration of CEM's LP2 shown in table 4.6a. Main reasons for this reduction in uncertainty are the improvement of the distance measurement, the better sphere uniformity and the greater signal/noise ratio achieved in IO-CSIC's laser-based absolute calibration facility compared with the lamp-bases facility where the LP2 was calibrated.

Uncertainty component	Value	Uncertainty at Cu FP, K	Uncertainty at Co-C FP, K	Uncertainty at Pt-C FP, K	Uncertainty at Re-C FP, K
$\lambda_0$ : Wavelength	0.01 nm	0.014	0.016	0.017	0.016
Drift	0.00 nm	0.008	0.009	0.010	0.009
$\sigma$	0.02 nm	0.002	0.002	0.003	0.003
<i>H</i> :					
Trap detector	0.025%	0.021	0.029	0.046	0.086
Aperture area	0.1%	0.042	0.058	0.092	0.171
Distance	0.03%	0.007	0.010	0.016	0.030
Sphere spatial uniformity	0.06%	0.014	0.020	0.032	0.059
Stability of the trap	0.05%	0.024	0.033	0.053	0.099
Source stability	0.1%	0.024	0.033	0.053	0.099
Diffraction at apertures	0.07%	0.059	0.081	0.128	0.240
Signal to noise ratio	0.003%	0.001	0.001	0.002	0.003
	<b>Combined</b>	<b>0.09</b>	<b>0.12</b>	<b>0.19</b>	<b>0.35</b>

(a)

Uncertainty component	Value	Uncertainty at Cu FP, K	Uncertainty at Co-C FP, K	Uncertainty at Pt-C FP, K	Uncertainty at Re-C FP, K
Thermometer calibration	See table 4.8 (a)	0.17	0.24	0.37	0.69
In use S:					
SSE	0.05%	0.012	0.017	0.026	0.049
Non-linearity	0.06%	0.014	0.020	0.032	0.059
Repeatability	0.003%	0.003	0.003	0.005	0.010
	<b>Combined</b>	<b>0.10</b>	<b>0.12</b>	<b>0.19</b>	<b>0.36</b>

(b)

**Table 4.8:** Uncertainty budget for the  $t_{obs}$  measurements with FiRa2 associated to its calibration (a) and its use for the thermodynamic temperature determination of HTFP's (b).

## 4.7 HTFP'S MEASUREMENTS

Once FiRa2 absolute calibration was finished, the radiation thermometer returned to CEM facilities in order to perform radiation temperature measurements.

### 4.7.1 Point of inflection [Woolliams, 2012b]

HTFP melting plateaus are more repetitive and have less sensitivity to previously performed temperature cycles/treatments than freezing plateaus, that's the reason why they are used for the thermodynamic temperature determination of the fixed point. However, melting plateaus are not perfectly flat; they present certain slope which depends on temperature steps. This sloppy shape led to, instead of averaging recorded values during the transition, establish a criteria for determining certain point from the melting plateau as the reference for the fixed point's temperature calculation.

It was attempted to use a point associated to the plateau with a physical meaning, such as the *liquidus* or the *solidus* point from the phase transition but it was observed that these points were not repetitive enough. Finally, it was decided to use the point of inflection of the melting plateau (POI) which hasn't a physical meaning but is very repetitive and is located at the midpoint of the plateau.

The process for the determination of the POI consists on approximating the experimental data corresponding to the melt curve to a third order polynomial ( $T = at^3 + bt^2 + ct + d$ ) and determining the time  $t = -b/3a$  when the polynomial's second derivative is equal to zero, i.e. its POI. This value is then substituted into the fitted polynomial to get the corresponding temperature. Figure 4.27 illustrates this process.

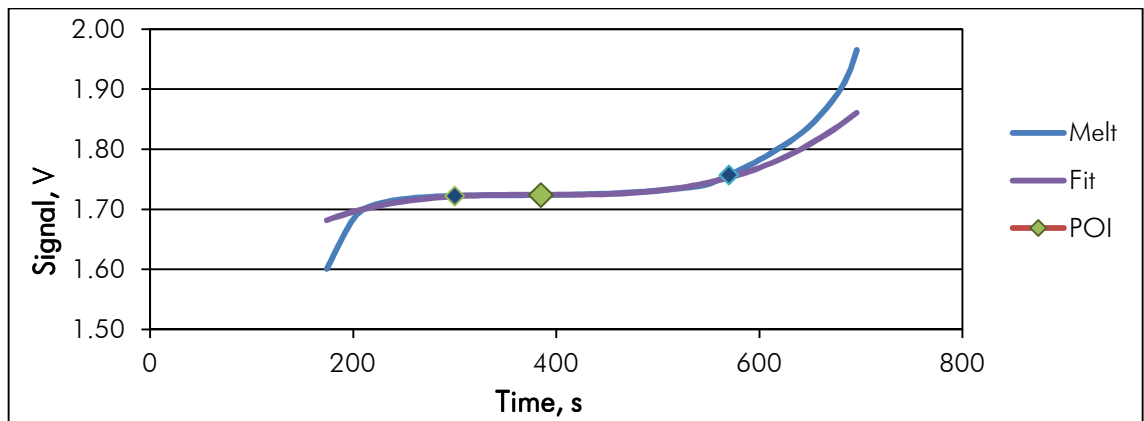


Figure 4.27 POI determination of a Co-C melting plateau measured with FiRa2 at CEM

### 4.7.2 HTFP's measurements with FiRa2

The first fixed point to be measured with FiRa2 was an Isothech<sup>®</sup> Cu fixed point with a 3 mm diameter aperture. The cell was located in a Lenton<sup>®</sup> three zones furnace. Results can be seen in Figure 4.28 where the recorded temperature is plotted against time.

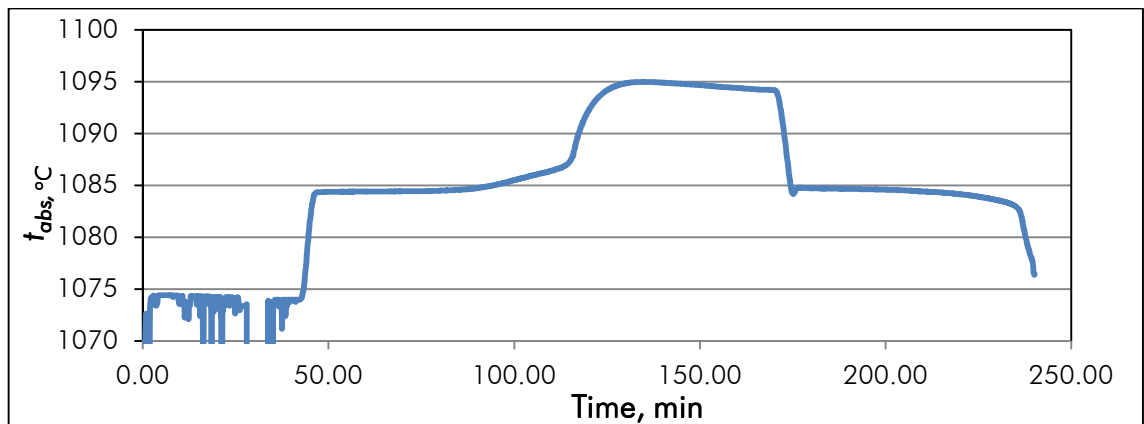


Figure 4.28: Cu fixed point cell temperature measured with FiRa2.

After Cu measurement, CEM's HTFP's were measured in a CHINO<sup>®</sup> IR-R80 furnace. The first cell to be measured was the Co-C fixed point. After the alignment of FiRa2 with the furnace at room temperature, the cell was heated up to 1294 °C, 30 °C below to Co-C's eutectic point. One the furnace was stabilized, three cycles with steps around the melting temperature of  $\pm 30$  °C,  $\pm 20$  °C and  $\pm 10$  °C, respectively, were performed. Results obtained for temperature records are shown in Figure 4.29.

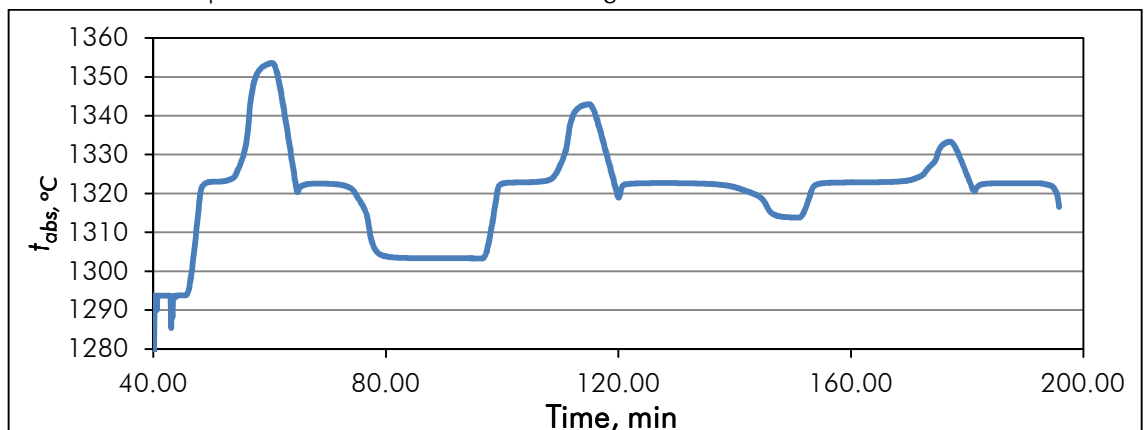


Figure 4.29: Co-C high temperature fixed point cell temperature measured with FiRa2.

Following a similar procedure, the Pt-C HTFP was measured. Two cycles with steps of  $\pm 20$  °C over the melting temperature were performed. Results of this measurement are shown in Figure 4.30, where temperature is plotted against time. In this case, the first cycle was used for aligning purposes.

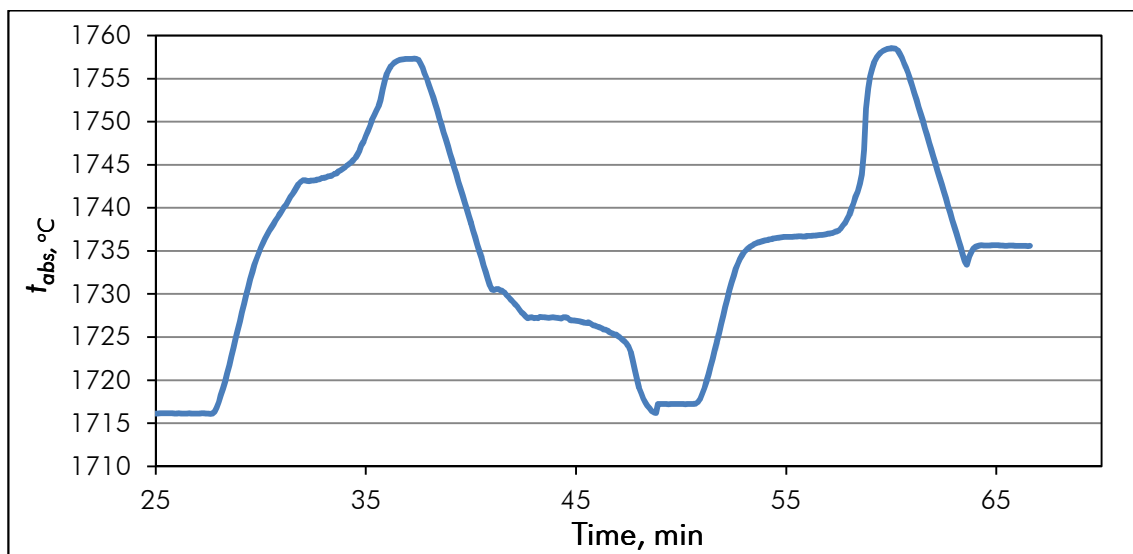


Figure 4.30 Pt-C high temperature fixed point cell temperature measured with FiRa2

Results from the measurement of Cu, Co-C and Pt-C fixed points were satisfactory, calculated temperatures were repetitive and had corrections respect to their nominal values within their associated uncertainties. Unfortunately, this was not the case for Re-C measurements.

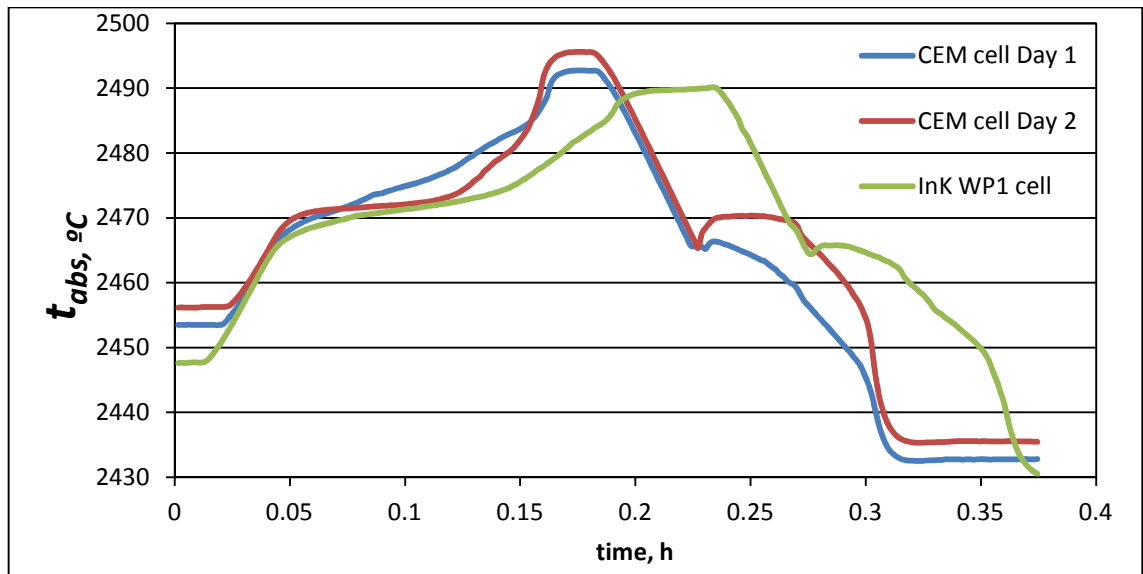
The first time CEM's Re-C HTFP was measured with FiRa2, a strange curve was obtained when plotting the registered signal; melting and freezing plateaus presented an abnormal shape. Although instrument alignment was checked, unexpected results from this measurement were attributed to a misalignment, it was concluded FiRa2's field of view was not completely inside the black body cavity of the Re-C cell so the measurement was repeated the following day.

The following day, FiRa2's alignment was corrected and Re-C HTFP measuring routine was repeated. In this occasion, the resulting curve from the signal recorded during the measurement had the usual shape one can expect when measuring this kind of cell; however, calculated temperature was over 2 °C below Re-C nominal melting temperature, 2474 °C, about twice the calculated expanded uncertainty.

It was decided then to recalibrate FiRa2 and to measure again Re-C fixed point after this. Hence, the thermometer was transported to IO-CSIC for its recalibration. Similar values than in the previous calibration were obtained: The result from the first absolute spectral radiance responsivity calibration of FiRa2 at 649.2 nm was  $1.63969\text{E-}09 \text{ A W}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ sr}^{-1}$  while the result from the second calibration at the same wavelength was  $1.62823\text{E-}09 \text{ A W}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ sr}^{-1}$ . The difference between results from both calibrations can be justified by a change in the radiometer's defining geometry.

Unfortunately, when FiRa2 returned back to CEM, no consistent measurements of CEM's Re-C cell could be performed due to its breakage. It was not until InK WP1 cells arrived to CEM

when a Re-C HTFP could be measured. Results from the measurement of one of the InK WP1 cells were not satisfactory either and it was concluded FiRa2 was experimenting drifts. Results of all of these Re-C measurements can be observed in Figure 4.31, where temperature records are plotted as a function of time.



**Figure 4.31:** Re-C high temperature fixed points measured three different days with FiRa2.

Calculated thermodynamic temperatures,  $t_{obs}$ , are summarized and compared with the corresponding reference values,  $t_{ref}$ , in table 4.9.

Fixed point	POI $t_{ref}$ , °C	POI $t_{obs}$ , °C	$U$ ( $k=2$ ), °C
CuCEM	1084.62	1084.74	0.17
Co-CCEM	1324.0	1323.74	0.38
Pt-CCEM	1738.0	1737.31	0.38
Re-CCEM	2474.2	2472.36	0.71
Re-CInK	2474.2	2471.76	0.71

**Table 4.9:** Calculated  $t_{obs}$  values for several POI measurements (Cu FP is freeze plateaux temperature) measured with FiRa2.  $t_{ref}$  are current nominal thermodynamic fixed point temperature values..

Observed drifts in the temperature measurement of the Re-C HTFP cell with FiRa2 between days forced to discard the use of the instrument for the InK WP1 measurements. Moreover, it became evident that there was not enough time to perform changes in FiRa2's configuration in order to improve stability and recalibrate the instrument and measure InK WP1 on time. This is why, InK WP1 measurements were finally performed with the LP2, although it has got higher uncertainties than FiRa2. Otherwise, the study and improvement of the behaviour of FiRa2 has been planned for the future.

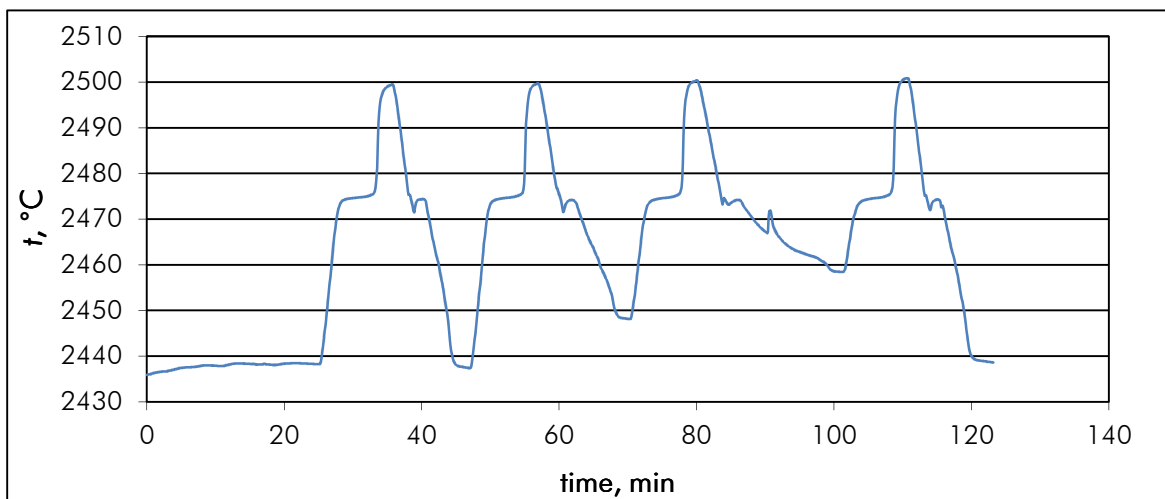
### 4.7.3 InK WP1 HTFP thermodynamic temperature determination using LP2

Because of reasons given above, InK WP 1 cells were finally measured using CEM's LP2 calibrated in absolute spectral radiance responsivity.

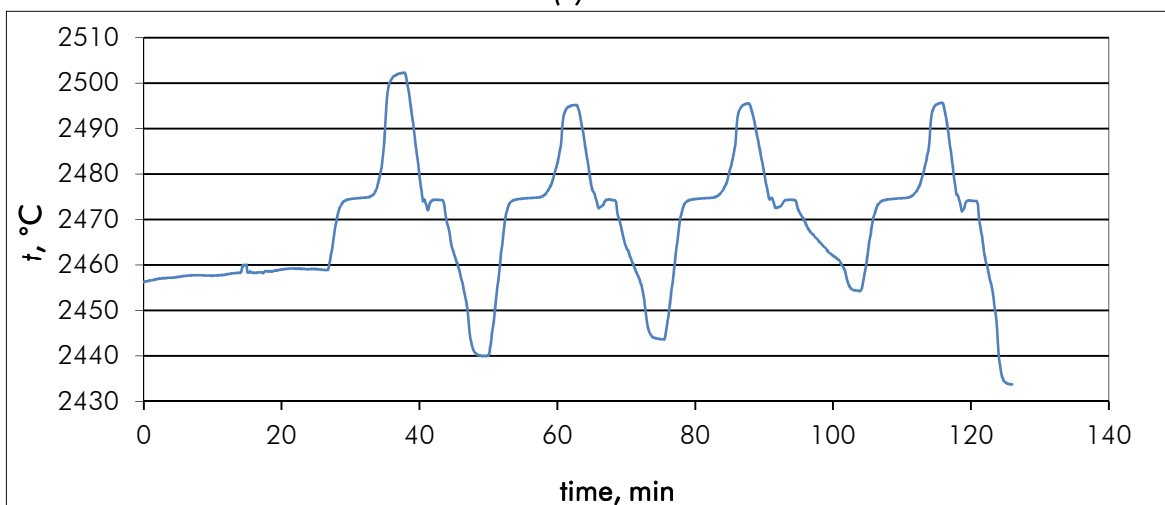
The radiation thermometer uses a neutral density filters for measuring Re-C signal (0,01). This filter has been measured just before the measurements.

The cycles made for each eutectic cell are described in [Woolliams, 2012b]. In case of Re-C cells only cycles for the 1st day of measurements were done. This inflection point temperature and others like the upper limit and liquidus temperatures are calculated using the EXCEL templates supply by the coordinating laboratory.

In Figures from 4.32 to 4.35 it can be seen the measuring cycles for each fixed point, As different cells for every HTFP have been used in different days, every figure, that corresponds to a HTFP, has got a plot for every determination.

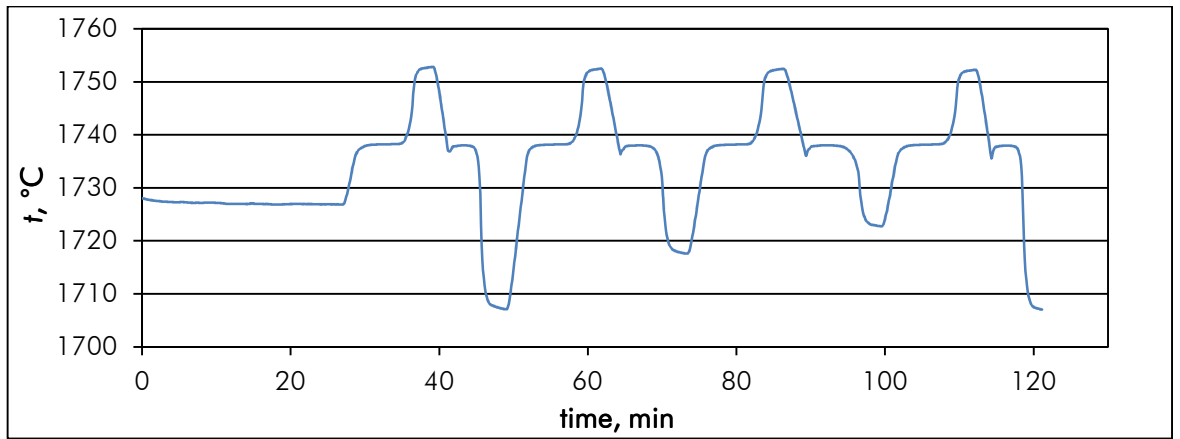


(a)

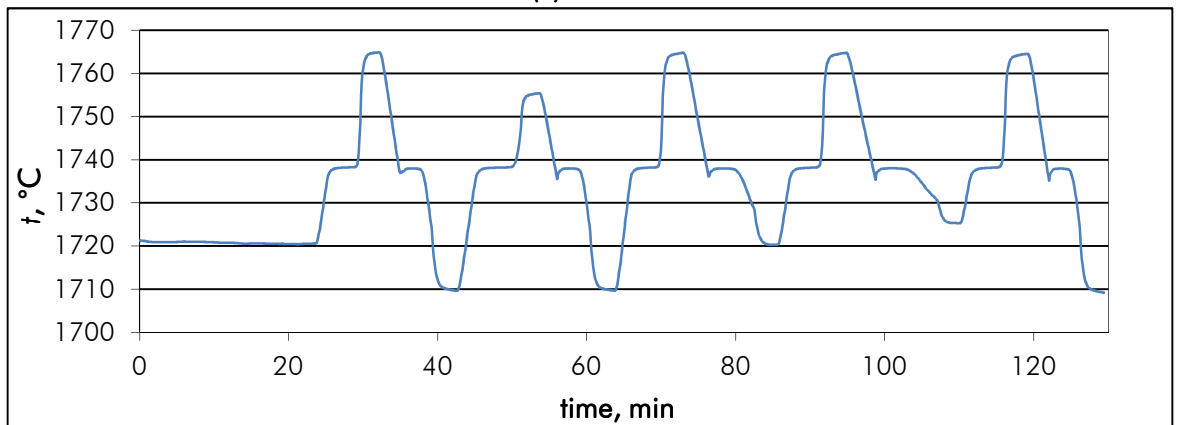


(b)

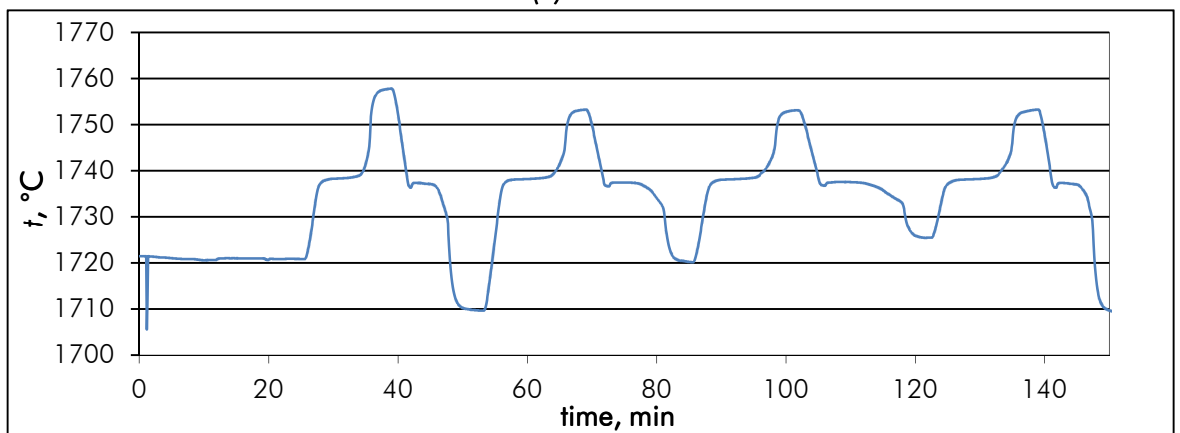
Figure 4.32: LP2 absolute measurements for Re-C cells: (a)  $6\text{Re}_2$ , day 1 and (b) Re-C17, day 1.



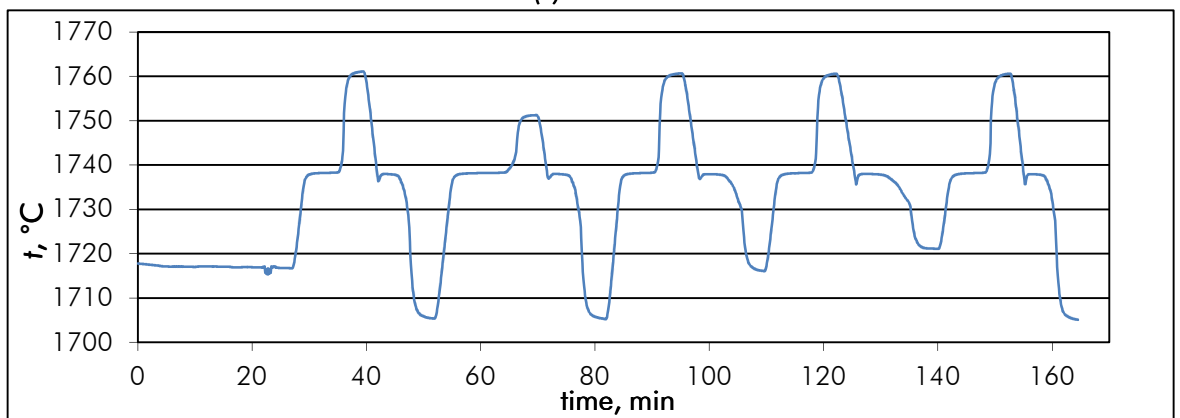
(a)



(b)

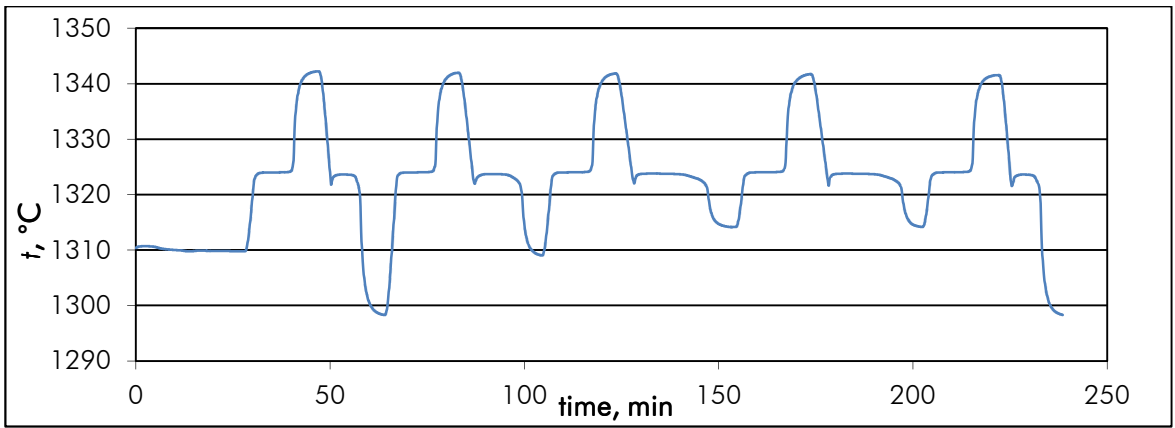


(c)

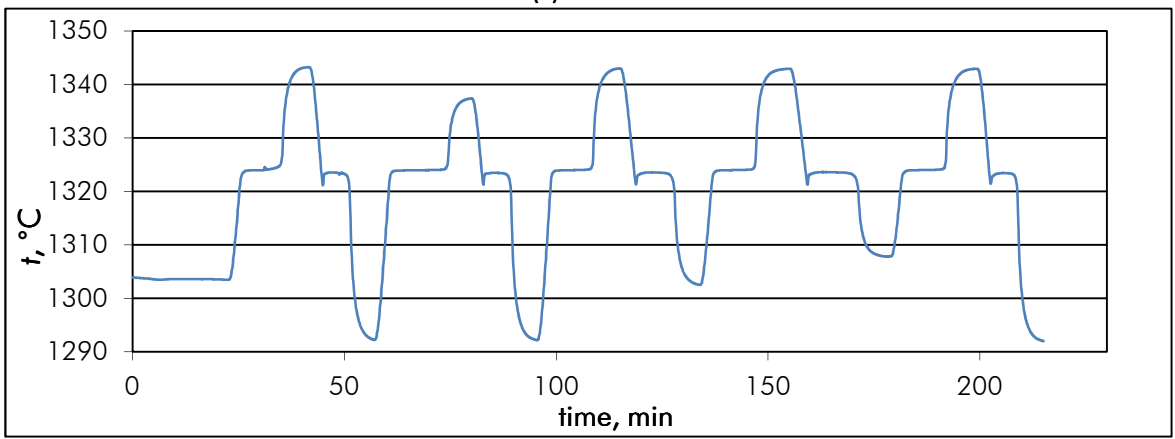


(d)

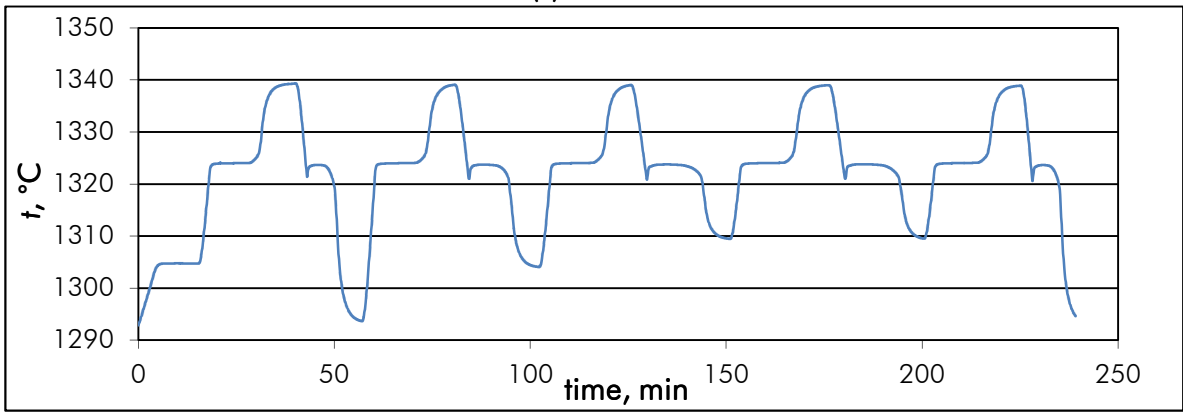
**Figure 4.33:** LP2 absolute measurements for Pt-C cells: (a) Pt11-2, day 1, (b) Pt11-2, day 2, (c) Pt-C III, day 1 and (d) Pt-C III, day 2.



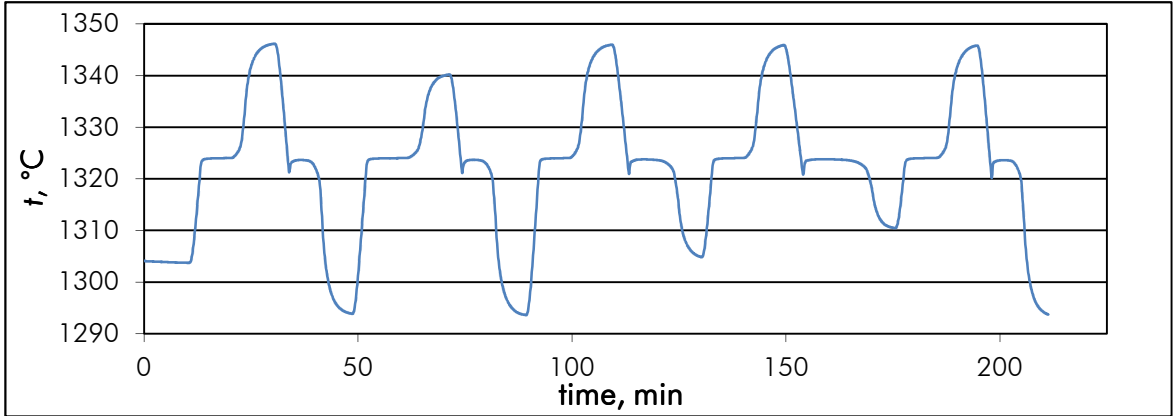
(a)



(b)



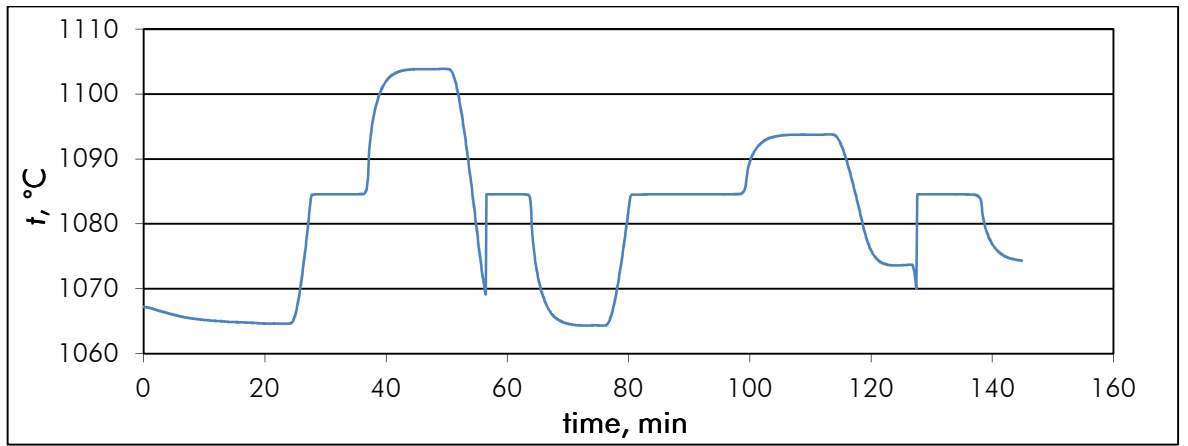
(c)



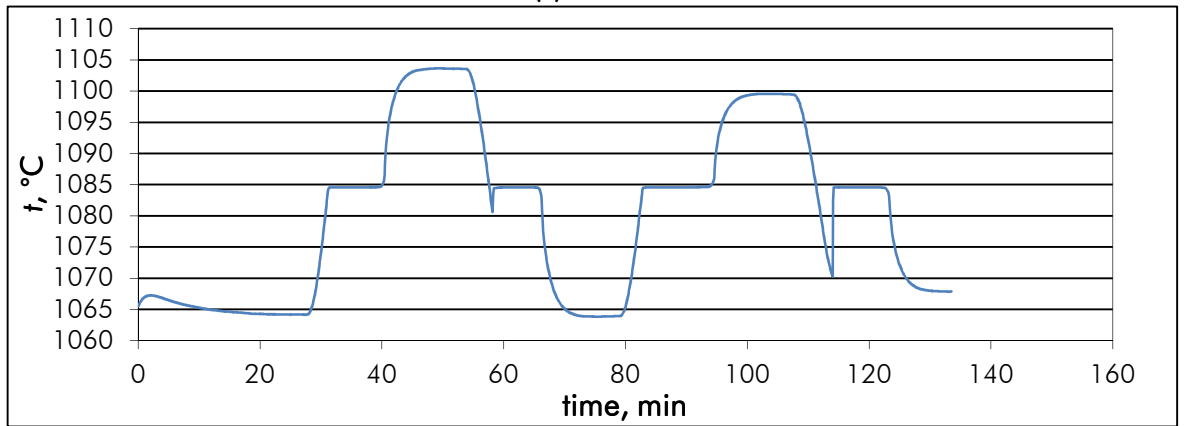
(d)

**Figure 4.34.** LP2 absolute measurements for Co-C cells: (a) Co-C7ST8, day 1, (b) Co-C7ST8, day 2, (c) Co-C 11-4, day 1 and (d) Co-C 11-4, day 2.

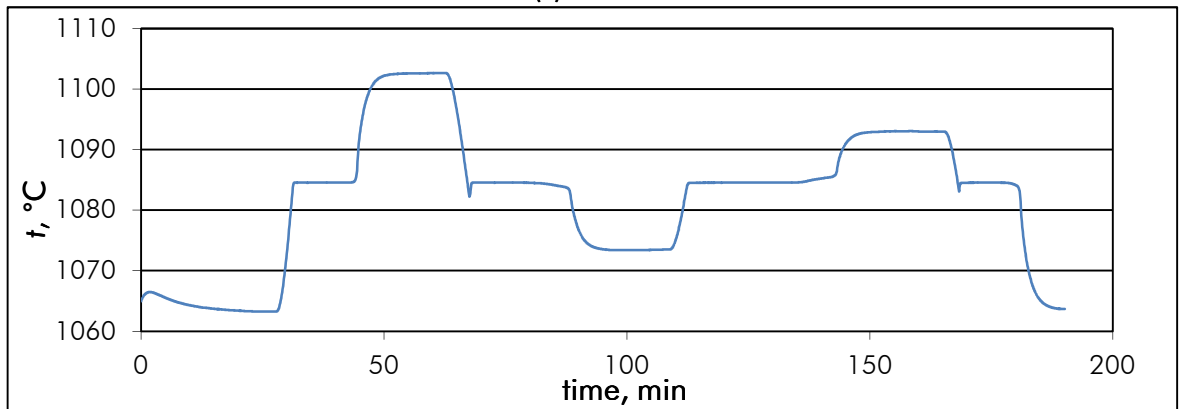




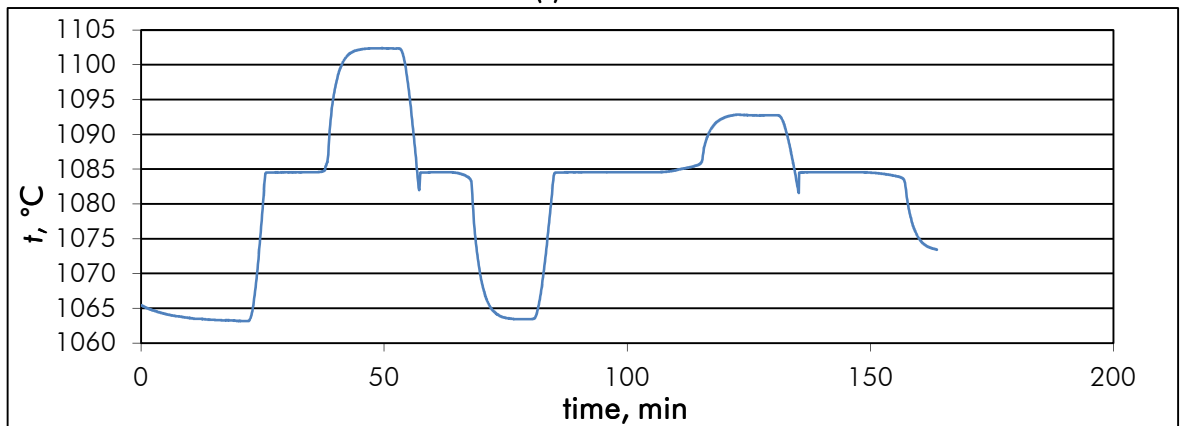
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure 4.35. LP2 absolute measurements for Cu cells: (a) Cu 7STC-1, day 1, (b) Cu 7STC-1, day 2, (c) Cu VI PTB, day 1 and (d) Cu VI PTB, day 2.

The  $t_{\text{obs}}$  for the POI temperature of eutectics FPs and the freeze temperature of Cu FP are shown in table 4.10.

FP	POI $t_{\text{ref}}$ , °C	POI $t_{\text{obs}}$ , °C		Mean(*), °C	$\sigma$ (*), °C	U, °C
		day 1	day 2			
6Re2	2474.2	2474.67	-	2474.62	0.05	1.1
		2474.67				
		2474.62				
		2474.57				
Re-C17	2474.2	2474.70	-	2474.62	0.03	1.1
		2474.65				
		2474.62				
		2474.59				
Pt11-2	1738.0	1738.23	1738.20	1738.16	0.02	0.6
		1738.19	1738.19			
		1738.18	1738.16			
		1738.16	1738.14			
		-	1738.13			
Pt-C III	1738.0	1738.34	1738.23	1738.17	0.02	0.6
		1738.17	1738.22			
		1738.16	1738.19			
		1738.14	1738.18			
		-	1738.17			

(a)

FP	POI $t_{ref}$ , °C	POI $t_{abs}$ , °C		Mean(*), °C	$\sigma$ (*), °C	U, °C
		day 1	day 2			
Co-C7ST8	1324.0	1323.99	1324.04	1324.00	0.02	0.45
		1324.00	1323.97			
		1324.02	1323.97			
		1324.03	1324.01			
		1324.03	1324.00			
Co-C 11-4	1324.0	1324.00	1323.99	1324.01	0.02	0.45
		1324.01	1323.99			
		1324.02	1323.98			
		1324.02	1324.00			
		1324.03	1324.01			
Cu 7STC-1	1084.62	1084.56	1084.56	1084.56	0.005	0.36
		1084.56	1084.57			
Cu VI PTB	1084.62	1084.55	1084.55	1084.55	0.002	0.36
		1084.55	1084.55			

(b)

**Table 4.10:** CEM results for InK WP1 POI  $t_{abs}$  measurements (Cu FP is freeze plateaux temperature). (\*)For the calculation of the mean value and the standard deviation different melts in two days has been used (except the first melt of each day used for alignment).  $t_{ref}$  are current nominal thermodynamic fixed point temperature values.

For comparison,  $t_{90}$  values for the same measurements are shown in table 4.11

FP	POI $t_{ref}$ , °C	POI $t_{90}$ , °C		Mean(*), °C	$\sigma$ (*), °C	U, °C
		day 1	day 2			
6Re2	2474.2	2474.22	-	2474.17	0.05	1.2
		2474.22				
		2474.17				
		2474.13				
Re-C17	2474.2	2474.25	-	2474.18	0.03	1.2
		2474.20				
		2474.18				
		2474.14				

(a)

FP	POI $t_{ref}$ , °C	POI $t_{90}$ , °C		Mean(*), °C	$\sigma$ (*), °C	U, °C
		day 1	day 2			
Pt11-2	1738	1738.13	1738.10	1738.06	0.02	0.6
		1738.09	1738.09			
		1738.08	1738.06			
		1738.06	1738.04			
		-	1738.03			
Pt-C III	1738	1738.24	1738.13	1738.08	0.02	0.6
		1738.07	1738.12			
		1738.06	1738.09			
		1738.04	1738.08			
		-	1738.07			
Co-C7ST8	1324	1323.97	1324.03	1323.99	0.02	0.4
		1324.99	1323.95			
		1324.00	1323.96			
		1324.02	1323.99			
		1324.02	1323.98			
Cu 7STC-1	1084.62	1084.57	1084.57	1084.57	0.005	0.1
		1084.57	1084.58			
Cu VI PTB	1084.62	1084.56	1084.56	1084.56	0.002	0.1
		1084.56	1084.56			

(b)

**Table 4.11.** CEM results for InK WP1 POI  $t_{90}$  measurements (Cu FP is freeze plateau temperature). (\*)For the calculation of the mean value and the standard deviation different melts in two days has been used (except the first melt of each day used for alignment).  $t_{ref}$  are current nominal thermodynamic fixed point temperature values.

## 4.8 SUMMARY

As it can be seen comparing results from tables 4.10 and 4.11, measured values are close to nominal values previously published for these HTFP's,  $t_{ref}$  extracted from table 1.1. However, uncertainties of  $t_{obs}$  measurements are similar than  $t_{90}$  values.

# CHAPTER 5 FINAL CONCLUSIONS

The presented work is the result of the first attempt of measuring thermodynamic temperatures of HTFP's above the Cu fixed point in Spain. To achieve this goal, CEM's temperature division and the Optics Institute of the Spanish National Research Council (IO-CSIC) signed a collaboration agreement to perform the absolute radiometric calibration in IO-CSIC facilities and temperature measurements at CEM. These are the main conclusions drawn from this work:

- Regarding experimental setups:
  1. The error in temperature measurements derived from the spectral width used in determining spectral radiance responsivity of the thermometer can be considered negligible for slit widths under 0.5 nm.
  2. Absolute spectral radiance responsivity measurements have much more impact on thermodynamic temperature calculation than relative spectral measurements. Then, taking into account the former conclusion, it is better to measure the relative spectral distribution of a filter radiometer on a monochromator facility and to perform the absolute spectral radiance responsivity measurement at a single wavelength in the region where the derivative of the spectral distribution respect to wavelength is small, so that the impact of wavelength error can be minimized. Then the instrument's relative spectral radiance responsivity curve is scaled to the resulting value from the absolute calibration.
  3. Radiometer's OOB must be studied in greater depth. better experiments for its determination must be developed and its impact on thermodynamic temperature calculation must be properly determined and corrected.
  4. When using a non-imaging radiometer as reference, measuring distance between apertures before and after radiometric measurements is important to ensure that geometry in radiancemeter remains stable, providing reliable and repetitive absolute radiance measurements.
  5. When using a trap detector as reference for the radiance calibration of an integrating sphere, absorption losses of the secondary beam from the integrating sphere may occur inside the trap radiometer. These losses have to be calculated and corrections made if necessary, as it was the case in this work.

- Regarding LP2's absolute calibration:
  1. LP2 is a very stable and reliable radiation thermometer with low SSE and low non-linearity, even when measuring temperatures close to 2500 °C. This radiometer has been radiometrically calibrated. Most predominant uncertainties associated to this calibration are related with the radiation source used for the LP2 calibration: source stability and sphere's homogeneity.
  
- Regarding FiRa1's calibration:
  1. The first non-commercial filter radiometer, FiRa1, developed by CEM/IO-CSIC was characterized and calibrated in two different wavelengths intervals: 650 nm and 800 nm.
  2. Small aperture cells couldn't be measured with it but a Re-C HTFP with a Ø 5 mm aperture was successfully measured.
  3. FiRa1's malfunctions have been analyzed and used to design a second radiometer, FiRa2.
  
- Regarding FiRa2's calibration:
  1. The second radiometer developed as part of the present work, FiRa2, is a cost effective filter radiometer with imaging system optimized for the measurement of HTFP's.
  2. The main features searched for FiRa2 during its development were measuring repeatability, geometrical stability, mechanical robustness, minimal thermal sensitivity, and protection against corrosion to prevent its ageing.
  3. Because of its design, FiRa2 could be calibrated in a dye laser-based facility with low uncertainty.
  4. Because of the lack of a viewing system, HTFP measurements were a little bit difficult to make. The existence of an eye piece could be really helpful during measurements for checking the alignment.
  5. Absolute temperature determination results obtained with FiRa2 were consistent for all HTFP studied in this work except for the Pt-C HTFP.

- As a summary, general conclusions about the work undertaken are:
  1. Main objectives established for this thesis have been met. knowledge related to absolute radiation thermometry has been acquired. absolute radiometric calibrations and thermodynamic temperature measurements made have been made as well as uncertainty components involved in all of those measurements have been studied.
  2. A filter radiometer with imaging system has been designed and calibrated for its use on thermodynamic temperature determination with low uncertainty. However, for measurements above 2000 °C, important drifts have been observed in his behavior.
  3. Then a commercial radiation thermometer (LP2) has been calibrated in absolute spectral radiance responsivity. Uncertainties associated with the thermodynamic temperature determination of HTFP's using the LP2 as an absolute radiation thermometer are similar to those provided by  $t_{90}$  measurements.
  4. It has been possible to participate in project "Implementing the new kelvin" (SIB01. InK. EMRP call 2011). work packages 1 and 2 and to contribute to the development of the next international temperature scale





# BIBLIOGRAPHY

- [Anhalt. 2008] Anhalt. K. Radiometric Measurement of Thermodynamic Temperatures during the Phase Transformation of Metal-Carbon Eutectic Alloys for a New High-Temperature Scale above 1000 °. **2008**.
- [Anhalt. 2009] Anhalt. K.; Zelenjuk. A.; Taubert. D. R.; Keawprasert. T.; Hartmann. J. New PTB Setup for the Absolute Calibration of the Spectral Responsivity of Radiation Thermometers. *Int. J. Thermophys.* **2009**. 30. 192–202.
- [Bedford. 1997] Bedford. R. E.; Bonnier. G.; Maas. H.; Pavese. F. Techniques for Approximating the International Temperature Scale of 1990. *Suppl. Inf. ITS-90* **1997**. 205.
- [Bedford. 2003] Bedford. R. E.; Bonnier. G.; Maas. H.; Pavese. F. Recommended Values of Temperature on the International Temperature Scale of 1990 for a Selected Set of Secondary Reference Points. *Metrologia* **2003**. 33. 133–154.
- [Bejan. 2006] Bejan. A. *Advanced Engineering Thermodynamics*; 3rd ed.; John Wiley & Sons. **2006**; p. 888.
- [Bloembergen. 2011] Bloembergen. P.; Dong. W.; Bai. C. Y.; Wang. T. J. On the Impurity Parameters for Impurities Detected in the Eutectics Co-C and Pt-C and Their Role in the Estimate of the Uncertainty in the Eutectic Temperatures. *Int. J. Thermophys.* **2011**. 32. 2633–2656.
- [Boivin. 1995] Boivin. L. P.; Gibb. K. Monochromator-Based Cryogenic Radiometry at the NRC. *Metrologia* **1995**. 32. 565–570.
- [Bourson. 2013] Bourson. F.; Briauudeau. S.; Rougié. B.; Sadli. M. Determination of the Furnace Effect of Two High-Temperature Furnaces on Metal-Carbon Eutectic Points. In *AIP Conference Proceedings*; **2013**; Vol. 380. pp. 380–385.

- [Campo. 2008] Campo. M. D. del. Construcción Y Optimización de Células Del Punto Triple Del Mercurio Y Su Realización.. Universidad Politécnica de Madrid. **2008**.
- [Campos. 1998] Campos. J.; Corredera. P.; Pons. A.; Corrons. A.; Fontecha. J. L. Reflectance Dependencies of Silicon Trap Detectors. *Metrologia* **1998**. 35. 455–460.
- [Campos. 2001] Campos. J.; Corróns. A.; Pons. A.; Corredera. P.; Fontecha. J. L.; Jiménez. J. R. Spectral Responsivity Uncertainty of Silicon Photodiodes due to Calibration Spectral Bandwidth. *Meas. Sci. Technol.* **2001**. 12. 1926.
- [Campos. 2013] Campos. J. De La Potencia a La Temperatura. In *5º Congreso Nacional de Metrología*; Madrid. **2013**; p. 5.
- [Castro. 2011a] Castro. P. High Temperature Fixed Points: Investigation of Influence Parameters on the Temperature Uncertainty by Thermal Modelling. Universidad de Valladolid. **2011a**.
- [Castro. 2011b] Castro. P.; Machin. G.; Villamañan. M. a.; Lowe. D. Calculation of the Temperature Drop for High-Temperature Fixed Points for Different Furnace Conditions. *Int. J. Thermophys.* **2011b**. 32. 1773–1785.
- [Castro. 2014] Castro. P.; Machin. G.; Bloembergen. P.; Lowe. D.; Whittam. a. Thermodynamic Temperatures of High-Temperature Fixed Points: Uncertainties Due to Temperature Drop and Emissivity. *Int. J. Thermophys.* **2014**. 1341–1352.
- [Coates. 1977] Coates. P. B. Wavelength Specification in Optical and Photoelectric Pyrometry. *Metrologia* **1977**. 13. 1–5.
- [Comes. 1991] Comes. F. J. Dye Lasers. 3rd Enlarged and Revised Edition. Vol. 1 Aus Der Reihe Topics in Applied Physics. *Berichte der Bunsengesellschaft für Phys. Chemie* **1991**. 95. 105–106.

- [Dury. 2007] Dury. M. R.; Theocharous. T.; Harrison. N.; Fox. N.; Hilton. M. Common Black Coatings - Reflectance and Ageing Characteristics in the 0.32-14.3  $\mu\text{m}$  Wavelength Range. *Opt. Commun.* **2007**. 270. 262–272.
- [Dury. 2013a] Dury. M. R.; Goodman. T. M.; Lowe. D. H.; Machin. G.; Woolliams. E. R. Development of a New Radiometer for the Thermodynamic Measurement of High Temperature Fixed Points. *AIP Conf. Proc.* **2013a**. 1552 8. 65–70.
- [Dury. 2013b] Dury. M.; Woolliams. E. *THOR Design Document*; **2013b**; p. 78.
- [Dury. 2014] Dury. M. R.; Arneil. T. C.; Machin. G.; Goodman. T. M. Size-of-Source Effect Sensitivities in Radiometers. *Int. J. Thermophys.* **2014**. 35. 1391–1400.
- [Eppeldauer. 1991] Eppeldauer. G.; Hardis. J. E. Fourteen-Decade Photocurrent Measurements with Large-Area Silicon Photodiodes at Room Temperature. *Appl. Opt.* **1991**. 30. 3091–3099.
- [Fischer. 2007] Fischer. J.; Gerasimov. S.; Hill. K. D.; MacHin. G.; Moldover. M. R.; Pitre. L.; Steur. P.; Stock. M.; Tamura. O.; Ugur. H.; et al. Preparative Steps towards the New Definition of the Kelvin in Terms of the Boltzmann Constant. *Int. J. Thermophys.* **2007**. 28. 1753–1765.
- [Fisher. 2012] Fischer. J. ; Fellmuth B.. *Proposal for a Nomenclature for the MeP-K*; Berlin. **2012**; p. 2.
- [Fowles. 1975] Fowles. G. R. *Introduction to Modern Optics*.pdf. **1975**. 333.
- [Fox. 1990] Fox. N. P.; Martin. J. E. Comparison of Two Cryogenic Radiometers by Determining the Absolute Spectral Responsivity of Silicon Photodiodes with an Uncertainty of 0.02%. *Appl. Opt.* **1990**. 29. 4686–4693.
- [Fox. 1991] Fox. N. P. Trap Detectors and Their Properties. *Metrologia* **1991**. 28. 197.

- [Gautreau. 1999] Gautreau. R. *Modern Physics*; McGraw Hill. **1999**; p. 338.
- [Gavrilov. 2013] Gavrilov. V. R.; Khlevnoy. B. B.; Otryaskin. D. A.; Grigorieva. I. A.; Samoylov. M. L.; Sapritsky. V. I. AIP Conference Proceedings. In; 2013; Vol. 1552. pp. 329–334.
- [Geist. 1980a] Geist. J. Silicon Photodiode Front Region Collection Efficiency Models. *J. Appl. Phys.* **1980a**. 51. 3993.
- [Geist. 1980b] Geist. J.; Zalewski. E. F.; Schaefer. a R. Spectral Response Self-Calibration and Interpolation of Silicon Photodiodes. *Appl. Opt.* **1980b**. 19. 3795–3799.
- [Gentile. 1996] Gentile. T. R.; Houston. J. M.; Cromer. C. L. Realization of a Scale of Absolute Spectral Response Using the National Institute of Standards and Technology High-Accuracy Cryogenic Radiometer. *Appl. Opt.* **1996**. 35. 4392–4403.
- [Gibbs. 1961] Gibbs. J. W. *Scientific Papers*; Dover Publications: New York. **1961**.
- [Goebel. 1997] Goebel. R.; Pello. R.; Stock. K. D.; Hofer. H. Direct Comparison of Cryogenic Radiometers from the BIPM and the PTB. *Metrologia* **1997**. 34. 257–259.
- [Hao. 2011] Hao. X.; Yuan. Z.; Lu. X.; Zhao. W. Size-of-Source Effect Difference between Direct and Indirect Methods of Radiation Thermometers. *Int. J. Thermophys.* **2011**. 32. 1655–1663.
- [Hartmann. 2009] Hartmann. J. High-Temperature Measurement Techniques for the Application in Photometry, Radiometry and Thermometry. *Phys. Rep.* **2009**. 469. 205–269.
- [Hernanz. 2011] Hernanz. M. L.; Campos. J.; Pons. A.; Martín. M. J.; Ferrero. A.; Rabal. A.; Campo. D. del; Villamarín. A. Diseño Y Caracterización de Un Termómetro de Radiación. In *7ª Reunión Española de Optoelectrónica*; **2011**; p. 2.

- [Hoyt. 1991] Hoyt. C. C.; Foukal. P. V. Cryogenic Radiometers and Their Application to Metrology. *Metrologia* **1991**. 28. 163–167.
- [Josephson. 1973] Josephson. B. D. The Discovery of Tunnelling (Nobel Lecture). **1973**. 1.
- [Keawprasert. 2011a] Keawprasert. T. Monochromator-Based Absolute Calibration of Standard Thermometer Keawprasert.pdf. Technischen Universität Berlin. **2011a**.
- [Keawprasert. 2011b] Keawprasert. T.; Anhalt. K.; Taubert. D. R.; Hartmann. J. Monochromator-Based Absolute Calibration of Radiation Thermometers. *Int. J. Thermophys.* **2011b**. 32. 1697–1706.
- [Kübarsepp. 2000] Kübarsepp. T.; Kärhä. P.; Ikonen. E. Interpolation of the Spectral Responsivity of Silicon Photodetectors in the near Ultraviolet. *Appl. Opt.* **2000**. 39. 9–15.
- [Lassila. 1997] Lassila. a; Hofer. H.; Ikonen. E.; Liedquist. L.; Stock. K. D.; Varpula. T. Intercomparison of Cryogenic Radiometers Using Silicon Trap Detectors. *Meas. Sci. Technol.* **1997**. 8. 123–127.
- [Lienhard. 2010] Lienhard. J. H. Heat Transfer. *J. Heat Transfer* **2010**. 82. 198.
- [Lu. 2011] Lu. X.; Yuan. Z.; Hao. X. Study on Reducing the Size-of-Source Effect of Pyrometers. *Int. J. Thermophys.* **2011**. 32. 2579–2586.
- [Machin. 2007] Machin. G.; Bloembergen. P.; Hartmann. J.; Sadli. M.; Yamada. Y. A Concerted International Project to Establish High-Temperature Fixed Points for Primary Thermometry. *Int. J. Thermophys.* **2007**. 28. 1976–1982.
- [Machin. 2010a] Machin. G.; Dong. W.; Martín. M. J.; Lowe. D.; Yuan. Z.; Wang. T.; Lu. X. A Comparison of the ITS-90 among NPL, NIM, and CEM, above the Silver Point Using High-Temperature Fixed Points. *Int. J. Thermophys.* **2010a**. 31. 1466–1476.

- [Machin. 2010b] Machin. G.; Anhalt. K.; Bloembergen. P.; Hartmann. J.; Saunders. P.; Woolliams. E.; Yamada. Y.; Yoon. H. Cct/10-14. **2010b**. 1–4.
- [Machin. 2010c] Machin. G.; Anhalt. K.; Bloembergen. P.; Hartmann. J.; Sadli. M.; Saunders. P.; Woolliams. E.; Yamada. Y.; Yoon. H. *Realisation and Dissemination of Thermodynamic Temperature above the Silver Point (1234.93 K)*; **2010c**; p. 31.
- [Machin. 2012a] Machin. G.; Anhalt. K.; Bloembergen. P.; Sadli. M.; Saunders. P.; Yamada. Y.; Yoon. H. *MEP-K ABSOLUTE PRIMARY RADIOMETRIC THERMOMETRY EDITION 2012*. **2012a**.
- [Machin. 2012b] Machin. G.; Anhalt. K.; Bloembergen. P.; Sadli. M.; Saunders. P.; Yamada. Y.; Yoon. H. *MEP-K RELATIVE PRIMARY RADIOMETRIC THERMOMETRY EDITION 2012*. **2012b**. 2–5.
- [Machin. 2014] Machin. G.; Engert. J.; Gavioso. R. M.; Sadli. M.; Woolliams. E. R. The Euramet Metrology Research Programme Project Implementing the New Kelvin (InK). *Int. J. Thermophys.* **2014**. 35. 405–416.
- [Mantilla. 2014] Mantilla. J. M.; Hernanz. M. L.; Campos. J.; Martín. M. J.; Pons. a.; Del Campo. D. Monochromator-Based Absolute Calibration of a Standard Radiation Thermometer. *Int. J. Thermophys.* **2014**. 35. 493–503.
- [Martin. 1985] Martin. J. E.; Fox. N. P.; Key. P. J. A Cryogenic Radiometer for Absolute Radiometric Measurements. *Metrologia* **1985**. 21. 147–155.
- [Martin. 1998] Martin. J. E.; Haycocks. P. R. Design Considerations for the Construction of an Absolute Radiation Detector at the NPL. *Metrologia* **1998**. 35. 229–233.
- [Martín. 2013] Martín. M. J. Comparación de Las Distintas Formas de Materializar La Escala de Temperatura Con Termómetros de Radiación Por Métodos Indirectos. In *5º Congreso Nacional de Metrología*; Madrid. **2013**; p. 8.

- [Pavese. 2012] Pavese. F.; Beciet. G. M. M. *Modern Gas-Based Temperature and Pressure Measurements*; 2nd ed.; Springer US. **2012**; p. 652.
- [Preston-Thomas. 1990] Preston-Thomas. H. The International Temperature Scale of **1990** (ITS-90). *Metrologia*. 1990. 27. 3–10.
- [Quinn. 1990] Quinn. T. J. *Temperature: Second Edition*; 2nd ed.; Academic Press. **1990**; p. 508.
- [Reif. 1965] Reif. F. *Fundamentals of Statistical and Thermal Physics.pdf*; McGraw-Hill. **1965**; p. 660.
- [Ryer. 1996] Ryer. A. *Light Measurement*; **1996**; p. 64.
- [Sakuma. 1997] Sakuma. F.; Kobayashi. M. Interpolation Equations of Scales of Radiation Thermometers. In *proceedings of TEMPMEKO '96*; Marcarino. L. & B.. Ed.; Torino. **1997**; pp. 305–310.
- [Sanders. 1972] Sanders. C. L. Accurate Measurements of and Corrections for Nonlinearities in Radiometers. *J. Res. Natl. Bur. Stand. Sect. A Phys. Chem.* **1972**. 76A. 437.
- [Saunders. 2003] Saunders. P.; White. D. R. Physical Basis of Interpolation Equations for Radiation Thermometry. *Metrologia* **2003**. 40. 195–203.
- [Saunders. 2011] Saunders. P. Correcting Radiation Thermometry Measurements for the Size-of-Source Effect. *Int. J. Thermophys.* **2011**. 32. 1633–1654.
- [Shaw. 1753] Shaw. P. *A New Method of Chemistry*; Longman: London. **1753**.
- [Smith. 1993] Smith. W. F.; Hashemi. J. *Foundations of Materials Science and Engineering*; McGraw Hill: New York. 1993.

- [Thompson. 1994] Thompson. A.; Chen. H. M. Beamcon III. a Linearity Measurement Instrument for Optical Detectors. *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.* **1994**. 99. 751.
- [Todd. 2013] Todd. A.; Woods. D. J. Thermodynamic Temperature Measurements of the Melting Temperatures of Co–C. Pt–C and Re–C Fixed Points at NRC. *Metrologia* **2013**. 50. 20–26.
- [Varpula. 1989] Varpula. T.; Seppa. H.; Saari. J. M. Optical Power Calibrator Based on a Stabilized Green He-Ne Laser and a Cryogenic Absolute Radiometer. *IEEE Trans. Instrum. Meas.* **1989**. 38. 558–564.
- [Wark. 1999] Wark. K.; E.D. Richards. *Thermodynamics*; 6th ed.; McGraw Hill: New York. **1999**.
- [Werner. 2000] Werner. L.; Fischer. J.; Johannsen. U.; Hartmann. J. Accurate Determination of the Spectral Responsivity of Silicon Trap Detectors between 238 Nm and 1015 Nm Using a Laser-Based Cryogenic Radiometer. *Metrologia* **2000**. 37. 279–284.
- [Woolliams. 2006] Woolliams. E. R.; Machin. G.; Lowe. D. H.; Winkler. R. Metal (carbide)–carbon Eutectics for Thermometry and Radiometry: A Review of the First Seven Years. *Metrologia* **2006**. 43. R11–R25.
- [Woolliams. 2012a] Woolliams. E. *Critical Analysis of Uncertainty Budgets*; Torino. **2012a**.
- [Woolliams. 2012b] Woolliams. E. *Protocol for WP1 of the InK Project and WP5 of the HTFP Measurement Campaign*; **2012b**.
- [Yamada. 2002] Yamada. Y.; Sasajima. N.; Sakuma. F.; Ono. F. Realizing Fixed Points above the Copper Point up to 2500 °C Using Metal–Carbon Eutectics. In *Proceedings of TEMPMEKO 2001*; Al., edited by B. F. et. Ed.; VDE Verlag: Berlin. **2002**.



- [Yamada. 2013] Yamada. Y.; Anhalt. K.; Battuello. M.; Bloembergen. P.; Khlevnoy. B.; Machin. G.; Matveyev. M.; Sadli. M.; Wang. T. Construction of High-Temperature Fixed-Point Cells for Thermodynamic Temperature Assignment. **2013**. 335. 335–339.
- [Yoon. 2005] Yoon. H. W.; Allen. D. W.; Saunders. R. D. Methods to Reduce the Size-of-Source Effect in Radiometers. *Metrologia* **2005**. 42. 89–96
- [Yoon. 2006] Yoon. H. W. The Realization and the Dissemination of Thermodynamic Temperature Scales. *Metrologia* **2006**. 43. S22–S26.
- [Yoon. 2008] Yoon. H. W.; Gibson. C. E.; Khromchenko. V.; Eppeldauer. G. P.; Bousquet. R. R.; Brown. S. W.; Lykke. K. R. Thermodynamic Radiation Thermometry for the next SI. *Int. J. Thermophys.* **2008**. 29. 285–300.
- [Zalewski. 1980] Zalewski. E. F.; Geist. J. Silicon Photodiode Absolute Spectral Response Self-Calibration. *Appl. Opt.* **1980**. 19. 495.
- [Zwinkels. 2010] Zwinkels. J. C.; Ikonen. E.; Fox. N. P.; Ulm. G.; Rastello. M. L. Photometry, Radiometry and “the Candela”: Evolution in the Classical and Quantum World. *Metrologia* **2010**. 47. R15–R32.
- [BIPM. 2015] BIPM <http://www.bipm.org/en/measurement-units/history-si/temperature-scales/> (accessed Jan 12. 2015).
- [NPL. 2015] filter-radiometry @ www.npl.co.uk  
<http://www.npl.co.uk/optical-radiation-photonics/radiometry-+-detectors/research/filter-radiometry>. (accessed Jan 13. 2015).



# ANNEX 1 ITS-90 REALIZATION AT CEM

CEM calibrates standard radiation thermometers with direct ITS-90 realization.

The calibration procedure of a radiation thermometer can be summarized in the following steps:

- Cu fixed point referentiation.
- Measurement of the linearity using high stability tungsten lamps up to 2200 °C and a high temperature furnace up to 2500 °C.
- Measurement of the relative spectral response using a monochromator and calculus of the effective wavelength.
- Measurement of the size of source effect by means of an integrated sphere using the differential method.

The estimation of uncertainties for this kind of calibration has been carried out using the method described in [J. Fisher et al "Uncertainty budgets for realisation of scales by radiation thermometry" CCT/03-03 (CCT-WG5)] and is detailed below. The mathematical model used is:

$$I_{phx} = I_{phx.m} - I_{ph.0} + \delta I_{SSE} + \delta I_{res} + \delta I_d + s_1 \delta T_u + s_1 \delta T_\varepsilon + s_1 \delta T_{imp} \quad (1)$$

Where:

- $I_{phx.m}$  is the thermometer photocurrent, in A, measured by the DVM at the Cu fixed point
- $I_{ph.0}$  is the dark current of the thermometer
- $\sigma$  is the standard deviation of the spectral responsivity
- $\delta I_{SSE}$  is the correction due to the size of source effect.  $\sigma: \delta I_{SSE} = \sigma \times I_{phx.m}$
- $\delta I_{res}$  is the correction due to the multimeter resolution.
- $\delta I_d$  is the correction due to the multimeter drift between calibrations.
- $\delta T_u$  is the correction due to the furnace lack of uniformity.
- $\delta T_\varepsilon$  is the correction due to the blackbody emissivity.
- $\delta T_{imp}$  is the correction due to the fixed point impurities.

All the corrections above are considered negligible but not their uncertainties.

- $s_1$ . sensitivity coefficient of the thermometer, in A/°C, calculated using Wien Law by following the procedure:

$$\frac{dI}{I} = \frac{dL}{L} = \frac{c_2}{\lambda T^2} dT \rightarrow s_1 = \frac{\delta I}{\delta T} = \frac{c_2}{\lambda T^2} I \quad (2)$$

Using the law of propagation of uncertainties in equation 4.6 and assuming the variables are uncorrelated:

$$u^2(I_{phx}) \cong u^2(I_{phx.m}) + u^2(I_{ph.0}) + I_{phx.m}^2 u^2(\sigma) + u^2(\delta I_{res}) + u^2(\delta I_c) + u^2(\delta I_d) + s_1^2 u^2(\delta T_u) + s_1^2 u^2(\delta T_\varepsilon) + s_1^2 u^2(\delta T_{imp}) \quad (3)$$

Where it has been considered that  $(1 + \sigma^2) \cong 1$

Table A 1.1 shows the uncertainty budget for this type of measurement by using LP2 with the 650 nm filter. These uncertainties have been calculated multiplying the values in V of the multimeter by the amplification factor of the thermometer used during the measurement.) It has been supposed an emissivity variation of 0.0001 which is transformed in K using equation. This result corresponds to a combined standard uncertainty of 0.041 °C

Variable		Maximum error	Standard deviation	Type of probability distribution	of Divider	Sensitivity coefficient	Contribution to the combined uncertainty	to the standard
$I_{phx.m}$	Standard deviation of the measurements	$1.8 \times 10^{-14}$ A	_____	rectangular	$\sqrt{3}$	1	$1.0 \times 10^{-14}$	
$I_{ph.0}$	Technical specifications of the thermometer (includes drift and noise of the dark current measurement)	_____	$2.8 \times 10^{-14}$ A	combined	1	1	$2.8 \times 10^{-14}$	
$\sigma$	Difference between $\sigma$ 's calculated for the effective radius of the Cu fixed point $\pm 1$ mm	0.00014	_____	rectangular	$\sqrt{3}$	$I_{phx.m}$	$6.8 \times 10^{-15}$	
$\delta I_{res}$	Multimeter resolution	$1.0 \times 10^{-17}$ A <sup>(1)</sup>	_____	rectangular	$\sqrt{12}$	1	$2.9 \times 10^{-18}$	
$\delta I_d$	Drift of the multimeter and the thermometer between calibrations	$1.2 \times 10^{-15}$ A <sup>(1)</sup>	_____	combined	1	1	$1.2 \times 10^{-15}$	
$\delta T_u$	Furnace lack of uniformity	_____	0.014 K	normal	1	$c_2 I / \lambda T^2 = 1 \times 10^{-12}$ A/K	$1.4 \times 10^{-14}$	
$\delta T_\varepsilon$	Emissivity difference from 1 ( $\pm 0.0001$ )	0.008 K <sup>(2)</sup>	_____	rectangular	$\sqrt{3}$	$c_2 I / \lambda T^2 = 1 \times 10^{-12}$ A/K	$4.6 \times 10^{-15}$	
$\delta T_{imp}$	Impurities of the fixed point (difference between melting and freezing plateaus)	0.04 K	_____	rectangular	$\sqrt{3}$	$c_2 I / \lambda T^2 = 1 \times 10^{-12}$ A/K	$2.3 \times 10^{-14}$	
<b><math>u(I_{phx}) = 4.1 \times 10^{-14}</math> A<sup>(3)</sup></b>								

**Table A 1.1:** Uncertainty for the measurement of the Cu fixed point with the LP2 thermometer at 650 nm.

$$\frac{c_1 \lambda^{-5}}{e^{c_2/\lambda T} - 1} = \varepsilon \frac{c_1 \lambda^{-5}}{e^{c_2/\lambda T'} - 1} \approx e^{-\frac{c_2}{\lambda T}} = \varepsilon e^{-\frac{c_2}{\lambda T'}} \Rightarrow \frac{\partial T}{\partial \varepsilon} = \frac{\lambda T^2}{c_2 \varepsilon} \quad (4)$$

The process used to calculate the radiation temperature of a blackbody (BB) is outlined below:

- Measurement of the thermometer signal  $I_{ph}$  at a temperature  $T$ . already corrected by the dark current.
- In case a neutral density filter is used. the photocurrent measured is divided by the value of filter transmittance.  $\tau$

- The SSE.  $\sigma$ . is corrected due to the differences between the effective radius of the Cu fixed point BB and the one of the BB which is measured.
- Calculation of the ratio respect to the photocurrent at the Cu point:

Equations involved in this process are shown below:

$$I_{ph} \Rightarrow \frac{I_{ph}}{\tau} \Rightarrow \frac{I_{ph}}{\tau} + \frac{I_{ph}}{\tau} \sigma \Rightarrow \frac{\frac{I_{ph}}{\tau} + \frac{I_{ph}}{\tau} \sigma}{I_{ph.x}} = \frac{I_{ph}}{I_{ph.x}} \frac{1}{\tau} (1 + \sigma) = Q(1 + \sigma) \quad (5)$$

The Planck equation ratio to calculate  $T$  (mathematical model) is used as follows:

$$Q(1 + \sigma) = \varepsilon \frac{e^{c_2/\lambda_e T_x - 1}}{e^{c_2/\lambda_e T - 1}} \cong \varepsilon e^{\frac{c_2}{\lambda_e} \left( \frac{1}{T_x} - \frac{1}{T} \right)} \Rightarrow T = \frac{1}{\frac{1}{T_x} - \frac{\lambda_e \ln Q(1 + \sigma)}{c_2 \varepsilon}} \quad (6)$$

Where:

- $Q$  is the ratio between the signals measured by the thermometer.
- $I_{ph}$  is the signal measured at a temperature  $T$  corrected by the dark current.
- $I_{ph.x}$  is expressed in equation 1
- $\tau$  is the transmittance of the neutral density filter of the thermometer.
- $\sigma$  is the SSE.
- $\varepsilon$  is the BB emissivity .
- $\lambda_e$  is the effective wavelength of the thermometer.
- $T_x$  is the fixed point temperature.

Since signal from the measurement is recorded in a DVM. it is more convenient to write  $Q$  in the form:

$$Q = \left( 1 + \frac{\Delta S(T)}{S(T)} \right) \left( 1 + \frac{\Delta V(T)}{V(T)} \right) \frac{V(T)}{V(T_x)} \frac{1}{\tau} \quad (7)$$

Where:

- The first term expresses the lack of linearity of the thermometer.
- The second term expresses the lack of linearity of the voltmeter.

If we suppose that the linearity of the DVM is much better than the one of the thermometer equation 7 can be written as:

$$Q \cong (1 + I_p) \frac{1}{\tau} \frac{V(T)}{V(T_x)} \quad (8)$$

Where  $I_p$  is the non linearity of the radiation thermometer.

We should write  $V(T)$  y  $V(T_x)$  in a more detailed form:

$$V(T) = V - V_{dc} + \delta V_d + \delta V_{amb} + \delta V_g + \delta V_r \quad (9)$$

$$V(T_x) = V_x + \delta V_d + \delta V_{amb} + \delta V_g + \delta V_r \quad (10)$$

Where:

- $V$  and  $V_x$  are the values measured by the voltmeter at the temperatures  $T$  and  $T_x$  respectively.
- $V_{dc}$  is the dark signal value.
- $\delta V_d$  is the correction due to the voltmeter drift.
- $\delta V_{amb}$  is the correction due to the ambient conditions influence.
- $\delta V_g$  is the correction due to the variations of gain ratios of the thermometer.
- $\delta V_r$  is the correction due to the noise and short-term stability of the thermometer.

All the corrections above are considered negligible but not their uncertainties.

Using the law of propagation of uncertainties in (6). and equations (8). (9) and (10). and assuming independence of the variables:

$$u^2(T) = \left( \frac{\delta T}{\delta Q} \frac{\delta Q}{\delta V(T)} \right)^2 u^2(V(T)) + \left( \frac{\delta T}{\delta Q} \frac{\delta Q}{\delta V(T_x)} \right)^2 u^2(V(T_x)) + \left( \frac{\delta T}{\delta Q} \frac{\delta Q}{I_p} \right)^2 u^2(I_p) + \\ + \left( \frac{\delta T}{\delta Q} \frac{\delta Q}{I_\tau} \right)^2 u^2(\tau) + \left( \frac{\delta T}{\delta \lambda_e} \right)^2 u^2(\lambda_e) + \left( \frac{\delta T}{\delta T_x} \right)^2 u^2(T_x) + \left( \frac{\delta T}{\delta \varepsilon} \right)^2 u^2(\varepsilon) + \left( \frac{\delta T}{\delta \sigma} \right)^2 u^2(\sigma) \quad (11)$$

Where:

$$\frac{\delta T}{\delta Q} = \frac{\lambda_e T^2}{Q c_2} \quad (12)$$

$$\frac{\delta Q}{\delta V(T)} = (1 + I_p) \frac{1}{\tau} \frac{1}{V(T_x)} = \frac{Q}{V(T)} \quad (13)$$

$$\frac{\delta Q}{\delta V(T_x)} = - \frac{Q}{V(T_x)} \quad (14)$$

$$\frac{\delta Q}{\delta I_p} = \frac{1}{\tau} \frac{V(T)}{V(T_x)} = \frac{Q}{1 + I_p} \cong Q \quad (15)$$

$$\frac{\delta Q}{\delta \tau} = Q \tau \quad (16)$$

$$\frac{\delta T}{\delta \lambda_e} = \frac{T^2}{\lambda_e} \left( \frac{1}{T_x} - \frac{1}{T} \right) \quad (17)$$

$$\frac{\delta T}{\delta T_x} = \frac{T^2}{T_x^2} \quad (18)$$

$$\frac{\delta T}{\delta \varepsilon} = - \frac{\lambda_e T^2}{\varepsilon c_2} \quad (19)$$

$$\frac{\delta T}{\delta \sigma} = \frac{\lambda_e T^2}{c_2} \quad (20)$$

$$u^2(V(T)) = u^2(V) + u^2(V_{dc}) + u^2(\delta V_d) + u^2(\delta V_{amb}) + u^2(\delta V_g) + u^2(\delta V_r) \quad (21)$$

$$u^2(V(T_x)) = u^2(V_x) + u^2(V_{dc}) + u^2(\delta V_d) + u^2(\delta V_{amb}) + u^2(\delta V_g) + u^2(\delta V_r) \quad (22)$$

We can re-write (16) as:

$$\begin{aligned} u^2(T) = & \left( \frac{\lambda_e T^2}{c_2} \right)^2 \frac{u^2(V(T))}{V^2(T)} + \left( \frac{\lambda_e T^2}{c_2} \right)^2 \frac{u^2(V(T_x))}{V^2(T_x)} + \left( \frac{\lambda_e T^2}{c_2} \right)^2 u^2(I_p) + \left( \frac{\lambda_e T^2}{\varepsilon c_2} \right)^2 u^2(\varepsilon) + \\ & + \left( \frac{\lambda_e \tau T^2}{c_2} \right)^2 u^2(\tau) + \left[ \frac{T^2}{\lambda_e} \left( \frac{1}{T_x} - \frac{1}{T} \right) \right]^2 u^2(\lambda_e) + \left( \frac{T^2}{T_x^2} \right)^2 u^2(T_x) + \left( \frac{\lambda_e T^2}{c_2} \right)^2 u^2(\sigma) \end{aligned} \quad (23)$$

Table A.1.2 shows the uncertainty budget for a radiation thermometer LP2 at 650 nm at FPs temperatures.

Variable	Units		Standard uncertainty				Type of probability distribution	Sens.Coeff.	Contribution to the combined standard uncertainty. °C		
			1324 °C	1738 °C	1954 °C	2474 °C			1324 °C	1738 °C	2474 °C
$V(T)$	V	Dark current, resolution, drift, ambient conditions, gain ratios and noise of the voltmeter	$3.8 \times 10^{-4}$	$3.7 \times 10^{-4}$	$3.8 \times 10^{-4}$	$3.8 \times 10^{-4}$	combined	$\lambda_e T^2/c_2$	0.043	0.069	0.129
$V(T_x)$	V	Dark current, resolution, drift, ambient conditions, gain ratios and noise of the voltmeter	$4.5 \times 10^{-4}$	$4.5 \times 10^{-4}$	$4.5 \times 10^{-4}$	$4.5 \times 10^{-4}$	combined	$\lambda_e T^2/c_2$	0.051	0.081	0.152
$\lambda_e$	nm	Determination of the effective wavelength of the thermometer <sup>(1)</sup>	0.17/2	0.17/2	0.17/2	0.17/2	normal	$T^2(T_x^{-1} - T^{-1})/\lambda_e$	0.037	0.127	0.368
$l_p$	-	Non linearity of the thermometer (including non linearity and uncertainty of the non linearity measurement)	0.00087	0.00087	0.00087	0.00087	combined	$\lambda_e T^2/c_2$	0.100	0.159	0.297
$\tau$	-	Measurement of the neutral density filter <sup>(2)</sup>	-	-	0.00012	0.000012	combined	$\lambda_e \tau T^2/c_2$	-	-	0.004
$T_x$	°C	From table 4.1	0.04	0.04	0.04	0.04	normal	$T^2/T_x^2$	0.055	0.088	0.164
$\varepsilon$	-	Emissivity different from 1 ( $\pm 0.001$ )	$0.001/\sqrt{3}$	$0.001/\sqrt{3}$	$0.001/\sqrt{3}$	$0.001/\sqrt{3}$	rectangular	$\lambda_e T^2/\varepsilon c_2$	0.067	0.105	0.197
$\sigma$	-	Difference between $\square$ 's calculated for the effective radius of the BB $\pm 1.5$ mm	$0.00031/\sqrt{3}$	$0.00031/\sqrt{3}$	$0.00031/\sqrt{3}$	$0.00031/\sqrt{3}$	rectangular	$\lambda_e T^2/c_2$	0.010	0.016	0.031
$u(T), °C =$									0.15	0.27	0.57
$U(T), °C =$									0.31	0.54	1.15

**Table A.1.2:** Uncertainty for the measurement of the FPs temperatures with the LP2 thermometer at 650 nm referred to the Cu fixed point. <sup>(1)</sup>This uncertainty includes uncertainties at the monochromator and numerical calculus of the effective wavelength. <sup>(2)</sup> Neutral density filter of 0.01 for 2474 °C has been used.



# ANNEX 2 LIST OF FIGURES

## Chapter 1: Radiation Temperature: past, present and future

- Figure 1.1** *Theoretical (solid line) and practical limits when using a radiation thermometer with an expanded uncertainty of 0.2% (dotted line) of the uncertainty of temperatures measured according to the International Temperature Scale from 1990 [Hartmann, 2009].*
- Figure 1.2** *Comparison of the uncertainties associated to the different relative primary radiometry methods using the same linear pyrometer IKE LP2 at CEM [Martín, 2013].*
- Figure 1.3** *Radiation in equilibrium inside an arbitrary cavity.*
- Figure 1.4** *Diagram of emission and absorption of radiation by a body.*
- Figure 1.5** *High temperature black body fixed point scheme.*
- Figure 1.6** *Eutectic binary alloy phase diagram.*
- Figure 1.7** *CHINO ® industries high temperature fixed point black body with a 3 mm diameter aperture.*

## Chapter 2: State of the art in absolute primary radiometry for thermometry

- Figure 2.1** *Schematic of a filter radiometer with imaging system.*
- Figure 2.2** *The power method scheme.*
- Figure 2.3** *The irradiance method scheme.*
- Figure 2.4** *The hybrid method scheme.*
- Figure 2.5** *The radiance method scheme.*
- Figure 2.6** *Radiance describes how much light is arriving at a point from an extended source in a specific direction.*
- Figure 2.7** *Simplified absolute spectral radiance calibration of a filter radiometer.*
- Figure 2.8** *N.I.S.T. high accuracy cryogenic radiometer scheme.*
- Figure 2.9.** *Schematic structure of a trap detector. The planes of incidence of the two upper photodiodes are perpendicular making the reflectance out of the detector insensitive to the polarization state of the incoming light beam.*

## Chapter 3: Experimental designs and setups

- Figure 3.1** *CEM Radiancemeter with the apertures uncovered for distance calibration.*
- Figure 3.2** *Spectral responsivity curve for a Hamamatsu ® S1337-11 detector.*
- Figure 3.3** *Detectors holder.*
- Figure 3.4** *CEM 01 trap detector scheme.*
- Figure 3.5** *CEM 01 components before their final assembly.*
- Figure 3.6** *CEM-01 spatial uniformity at 647.1 nm.*
- Figure 3.7.** *Front view of CEM's three axis coordinate measuring machine measuring distance between CEM radiance meter's precision apertures.*
- Figure 3.8** *CEM-01 radiance meter inside the Mitutoyo ® 3 axis Ultra Quick Vision measuring machine during the distance between apertures measurement.*
- Figure 3.9** *CEM-0 radiance meter1 losses in the fourth rebound.*
- Figure 3.10** *CEM-01 radiance meter losses in the fifth rebound.*
- Figure 3.11** *FIRA 1 Scheme.*
- Figure 3.12** *FIRA 1 optical components (except focusing lens).*
- Figure 3.13** *Dependence of the filter spectral transmittance respect to the incident angle for inclination values between 0 ° to 14°.*
- Figure 3.14** *Dependence of the filter spectral transmittance respect to the incidence angle for inclination values between 0 ° to 3 °.*
- Figure 3.15** *FIRA 1 amplifier.*
- Figure 3.16** *FIRA 1 overview.*
- Figure 3.17** *FiRa 1 aligned for the measurement of a Co-C HTFP in a Chino ® furnace at NPL.*
- Figure 3.18** *Co-C HTFP measurement with FiRa1 at NPL.*
- Figure 3.19** *FiRa 1 aligned for the measurement of a Re-C HTFP in a Thermo Gauge ® furnace at NPL.*
- Figure 3.20** *Re-C HTFP measurement with FiRa1 at NPL.*
- Figure 3.21** *CEM's Filter Radiometer 2 without covering case.*
- Figure 3.22** *Sectioned view of FiRa2 and the measured radiance solid angle.*

- Figure 3.23** *Scheme of FiRa2's main components.*
- Figure 3.24** *Close up representation of radiance from HTFP passing across FiRa2's optical components.*
- Figure 3.25** *Exploded view of FiRa2's custom made structural components.*
- Figure 3.26** *FiRa2 in front of the Chino ® furnace during HTFP measurement.*
- Figure 3.27** *Close up view of FiRa2 during HTFP measurement.*
- Figure 3.28** *IO-CSIC's lamp-based relative spectral responsivity calibration facility scheme.*
- Figure 3.29** *Monochromator triangle bandpass function.*
- Figure 3.30** *LP2 effective relative radiance responsivity curve for different slit widths.*
- Figure 3.31** *LP2 relative radiance responsivity curve for different integration steps.*
- Figure 3.32** *IO-CSIC's lamp-based relative spectral responsivity calibration facility view.*
- Figure 3.33** *Spectral responsivity curve for the calibration of a monochromator at 650.65 nm.*
- Figure 3.34** *IO-CSIC absolute radiance responsivity calibration facility scheme.*
- Figure 3.35** *IO-CSIC Absolute radiance responsivity calibration facility.*
- Figure 3.36** *Coherent ® 599 Standing Wave Dye Laser cavity.*
- Figure 3.37** *IO-CSIC dye laser based absolute radiance responsivity calibration facility scheme.*
- Figure 3.38** *Radiancemeter at the exit port of the integrating sphere from IO-CSIC's laser based calibration facility*
- Figure 3.39** *FiRa2 at IO-CSIC's dye laser based calibration facility.*
- Figure 3.40** *FiRa1 at IO-CSIC dye laser based calibration facility.*
- Figure 3.41** *NPL's primary filter radiometer calibration facility. (a): Spectra Physics ® Nd:YAG pump laser (532 nm) . (b): Intensity stabilized Pockel cell*
- Figure 3.42** *NPL's primary filter radiometer calibration facility. (a): Integrating sphere. (b): Reference trap detector.*
- Figure 3.43** *FiRa1 during its calibration at NPL's primary filter radiometer calibration facility.*
- Figure 3.44** *FiRa1 at NPL's SSE calibration facility.*

- Figure 3.45** CEM's SSE calibration facility.
- Figure 3.46** Scheme of CEM's experimental arrangement for non-linearity measurements.
- Figure 3.47** High stability calibration lamps employed to measure linearity at CEM.
- Figure 3.48** (a) Chino® IR-R80 furnace cavity with external isolating carbon foam cylinders. C/C heater, cell holder and radiation shield rings inside it. (b): Fixed point cell in preparation for being introduced and measured in the Chino® IR-R80 furnace. (c): Chino® IR-R80 furnace overview.
- Figure 3.49** Typical freezing plateaux measured for (a) Cu and melting plateaux measured for (b) Co-C, (c) Pt-C, and (d) Re-C. All of these measurements were made with CEM's LP2 radiation thermometer.
- Figure 3.50** Determination of the most uniform place in the furnace for the Co-C FP measurement.
- Figure 3.51** Determination of the most uniform place in the furnace for the Pt-C FP measurement.
- Figure 3.52** Determination of the most uniform place in the furnace for the Re-C FP measurement.
- Figure 3.53** Co-C day 1 cycles together with the furnace temperature changes.
- Figure 3.54** Pt-C day 1 cycles together with the furnace temperature changes.
- Figure 3.55** Re-C day 1 cycles together with the furnace temperature changes.

## Chapter 4: Results and discussion

- Figure 4.1** LP2 Relative spectral responsivity curves obtained with 600 grooves/mm and 1200 grooves/mm gratings from IO-CSIC visible NIR monochromator using a constant correction factor for the wavelength value.
- Figure 4.2** LP2 Relative spectral responsivity curves obtained with the 600 grooves/mm and 1200 grooves/mm gratings of IO-CSIC's visible-NIR monochromator using a second grade polynomial for the wavelength correction.
- Figure 4.3** 50.8 mm in diameter integrating sphere's spatial uniformity.
- Figure 4.4** 50.8 mm in diameter integrating sphere angular uniformity.
- Figure 4.5** Temporal stability of the Xe UV lamp.
- Figure 4.6** Ø250 mm integrating sphere spatial uniformity.
- Figure 4.7** Temporal stability of the Dye laser source power output.

- Figure 4.8** *LP2 relative spectral responsivity.*
- Figure 4.9** *Measured photocurrents from radiation thermometer (a) and reference trap detector (b) during LP2 absolute radiance responsivity calibration.*
- Figure 4.10** *LP2 absolute radiance responsivity curve.*
- Figure 4.11** *LP2's Out of band responsivity.*
- Figure 4.12** *LP2's size of the source effect.*
- Figure 4.13** *LP2's linearity as a function of temperature.*
- Figure 4.14** *FiRa1's relative spectral responsivity curve.*
- Figure 4.15** *FiRa1's absolute spectral radiance responsivity with the 650 nm interference filter.*
- Figure 4.16** *FiRa1's absolute spectral radiance responsivity with the 800 nm interference filter measured at NPL.*
- Figure 4.17** *650 nm CWL interference filter transmittance measured applying the cascading technique.*
- Figure 4.18** *Out of band transmission of FiRa1 operating with the 800 nm CWL interference filter.*
- Figure 4.19** *FiRa1 SSE for different configurations of interference filter and field stop aperture diameter.*
- Figure 4.20** *A/V amplifier model circuit scheme.*
- Figure 4.21** *FiRa1 amplifier's gain ratio  $10^7$  V/A calibration.*
- Figure 4.22** *FiRa2's SSE.*
- Figure 4.23** *FiRa2's non-linearity as a function of source temperature for the 4 amplifier gains studied.*
- Figure 4.24** *FiRa2's relative spectral responsivity curve.*
- Figure 4.25** *FiRa2's absolute spectral radiance responsivity curve.*
- Figure 4.26** *FiRa2's spectral responsivity measured with the laser source (blue dots) and that based on the monochromator facility (red line).*
- Figure 4.27** *POI determination of a Co-C melting plateau measured with FiRa2 at CEM.*
- Figure 4.28** *Cu fixed point cell temperature measured with FiRa2.*
- Figure 4.29** *Co-C high temperature fixed point cell temperature measured with FiRa2*

**Figure 4.30** *Pt-C high temperature fixed point cell temperature measured with FiRa2.*

**Figure 4.31** *Re-C high temperature fixed points measured three different days with FiRa2.*

**Figure 4.32** *LP2 absolute measurements for Re-C cells: (a) 6Re2, day 1 and (b) Re-C17, day 1.*

**Figure 4.33** *LP2 absolute measurements for Pt-C cells: (a) Pt11-2, day 1, (b) Pt11-2, day 2, (c) Pt-C III, day 1 and (d) Pt-C III, day 2.*

**Figure 4.34** *LP2 absolute measurements for Co-C cells: (a) Co-C7ST8, day 1, (b) Co-C7ST8, day 2, (c) Co-C 11-4, day 1 and (d) Co-C 11-4, day 2.*

**Figure 4.35** *LP2 absolute measurements for Cu cells: (a) Cu 7STC-1, day 1, (b) Cu 7STC-1, day 2, (c) Cu VI PTB, day 1 and (d) Cu VI PTB, day 2*

# ANNEX 3 LIST OF TABLES

## Chapter 1: Radiation Temperature: past, present and future

- Table 1.1** *Current thermodynamic temperature values for different HTFP cells and their associated uncertainties. These values are expected to be recalculated more accurately [Machin, 2012b].*

## Chapter 2: State of the art in absolute primary radiometry for thermometry

- Table 2.1** *State of the art in spectral band radiometry for absolute thermometry.*

## Chapter 3: Experimental designs and setups

- Table 3.1** *CEM 01 trap detector's absolute spectral responsivity at 647.1 nm.*
- Table 3.2** *Diameter of the precision aperture placed at the sphere's exit port during radiometer's absolute radiance responsivity calibration.*
- Table 3.3** *Diameter of the precision aperture placed in front of the trap detector during radiometer's absolute radiance responsivity calibration.*
- Table 3.4** *Distance between precision apertures during radiometer's absolute radiance responsivity calibration.*
- Table 3.5** *FiRa2 parameters and design specifications.*
- Table 3.6** *Calibration values for the gain ratios of the filter radiometer's amplifier.*
- Table 3.7** *FiRa2 components.*
- Table 3.8** *Temperature differences at the Re-C varying calibration monochromator slit bandwidth.*
- Table 3.9** *Temperature differences at the Re-C varying calibration integration step.*

## Chapter 4: Results and discussion

- Table 4.1** *Corrections for the wavelength indication of IO-CSIC's UV facility monochromator (used for the absolute radiance responsivity calibration of LP2 radiation thermometer). Slit width: 1.43 mm.*
- Table 4.2** *Corrections for the wavelength indication of IO-CSIC's visible facility monochromator (used for the relative spectral responsivity calibration of LP2 and FiRa2) using the 600 grooves/mm grating and a slit width of 0.3 mm.*

- Table 4.3** Corrections for the wavelength indication of IO-CSIC's visible facility monochromator (used for the relative spectral responsivity calibration of LP2 and FiRa2) using the 1200 grooves/mm grating and a slit width of 0.6 mm.
- Table 4.4** Coefficients for the adjustment of wavelength correction values given in table 4.2 to a second grade polynomial. 600 grooves/mm grating.
- Table 4.5** Coefficients for the adjustment of spectral correction values given in table 4.3 to a second grade polynomial. 1200 grooves/mm grating.
- Table 4.6** Stability of LP2 measured at the CEM FPs of Cu, Co-C, Pt-C and Re-C along 7 years.
- Table 4.7** Uncertainty budget for the  $t_{obs}$  measurements with LP2 associated to its calibration (a) and its use for the thermodynamic temperature determination of HTFP's (b).
- Table 4.8** Uncertainty budget for the  $t_{obs}$  measurements with FiRa2 associated to its calibration (a) and its use for the thermodynamic temperature determination of HTFP's (b).
- Table 4.9** Calculated  $t_{obs}$  values for several POI measurements (Cu FP is freeze plateau temperature) measured with FiRa2.  $t_{ref}$  are current nominal thermodynamic fixed point temperature values.
- Table 4.10** CEM results for InK WP1 POI  $t_{obs}$  measurements (Cu FP is freeze plateau temperature). (\*)For the calculation of the mean value and the standard deviation different melts in two days has been used (except the first melt of each day used for alignment).  $t_{ref}$  are current nominal thermodynamic fixed point temperature values.
- Table 4.11** CEM results for InK WP1 POI  $t_{90}$  measurements (Cu FP is freeze plateau temperature). (\*)For the calculation of the mean value and the standard deviation different melts in two days has been used (except the first melt of each day used for alignment).  $t_{ref}$  are current nominal thermodynamic fixed point temperature values.

## Annex 1 ITS-90 realization at CEM

**Table A 1.1:** Uncertainty for the measurement of the Cu fixed point with the LP2 thermometer at 650 nm.

**Table A.1.2:** Uncertainty for the measurement of the FPs temperatures with the LP2 thermometer at 650 nm referred to the Cu fixed point. (1)This uncertainty includes uncertainties at the monochromator and numerical calculus of the effective wavelength. (2) Neutral density filter of 0.01 for 2474 °C has been used.









---

**Universidad de Valladolid**

**ESCUELA DE INGENIERÍAS INDUSTRIALES**

**DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA ENERGÉTICA Y FLUIDOMECÁNICA**

**TESIS DOCTORAL**

**“MEDIDAS DE TEMPERATURA ABSOLUTA DE RADIACIÓN CON  
RADIÓMETROS DE FILTRO CON SISTEMA DE ENFOQUE”**

Autor: José Manuel Mantilla Amor

Directores: Dr. María José Martín Hernández Dr. Joaquín Campos Acosta  
Dr José Juan Segovia Puras

Valladolid, abril 2015



# Parte 2

Versión española



# Resumen

Actualmente, la diseminación del Kelvin, según la Escala Internacional de Temperatura (EIT-90), a altas temperaturas se realiza en el Centro Español de Metrología (CEM) mediante el uso de los puntos fijos del Ag y el Cu y un termómetro de radiación estándar. Recientemente, nuevas alternativas han sido propuestas por el Grupo de Trabajo 5 del Comité Consultivo de Termometría (CCT) de la Oficina Internacional de Pesas y Medidas (BIPM) que serán incluidos en futuras revisiones de la *Mise-en-Pratique* del Kelvin (MEP-K). Dado que la radiometría absoluta es en la actualidad capaz de lograr incertidumbres iguales o mejores que las conseguidas mediante la EIT-90 por encima del punto de la plata, la diseminación primaria de temperaturas termodinámicas es una realidad, siendo una de las posibles maneras la de calibrar un radiómetro con sistema de imagen en términos de responsividad espectral absoluta a la radiancia.

Para llevar a cabo esta calibración, El IO-CSIC (instituto español designado para la medida de la intensidad luminosa y el flujo luminoso) ha colaborado con el CEM, permitiendo la trazabilidad a su radiómetro criogénico. En una primera etapa, una instalación basada en lámpara, monocromador y esfera integradora se ha utilizado para calibrar uno de los termómetros de radiación estándar comerciales del CEM. La radiancia de la esfera se ha determinado utilizando dos aberturas de alta precisión y un detector trampa de Si como patrón de transferencia.

Sin embargo, la incertidumbre de estas mediciones es alta. La razón que este termómetro de radiación comercial tiene que ser calibrado espectralmente mediante el uso de una instalación basado en un monocromador y una lámpara de alta estabilidad que se traduce en mayores incertidumbres. Con el fin de reducirlos, se podría utilizar la calibración en una instalación basada en láseres en su lugar, pero, al calibrar termómetros de radiación comerciales, se detectan las franjas de interferencia, dando como resultado una ondulación en la distribución espectral del termómetro de radiación.

En consecuencia, el CEM y el IO-CSIC han desarrollado radiómetros de filtro cuyo diseño permite la calibración basada en el uso de láseres. En este nuevo diseño, otras consideraciones también se han tenido en cuenta tales como el efecto del tamaño de la fuente, alta estabilidad del amplificador, sistema de control de temperatura, etc.

Se ha utilizado un termómetro de radiación estándar calibrado en responsividad absoluta a la radiancia y radiómetros de filtro para determinar las temperaturas termodinámicas de los puntos fijos del Cu, Co-C, Pt-C y Re-C y se han determinado sus incertidumbres.

Esta tesis describe el desarrollo de los radiómetros de filtro del consorcio CEM-IO-CSIC, los montajes utilizados para su caracterización y calibración (incluyendo los termómetros de radiación comerciales), los balances de la incertidumbre asociados y la temperatura absoluta resultante de dichas mediciones.





Tabla de contenidos	
Introducción y objetivos .....	1
Capítulo 1 Temperatura de radiación: pasado presente y futuro .....	3
1.1 El concepto de temperatura .....	3
1.2 Principios de la medida de temperatura .....	4
1.3 Termometría primaria y escalas definidas de temperatura.....	4
1.4 Breve descripción de los principales métodos de termometría primaria.....	5
1.4.1 Termometría de gas.....	5
1.4.2 Termometría acústica de gas .....	6
1.4.3 Termometría de ruido .....	6
1.4.4 Termometría magnética .....	6
1.4.5 Termometría de constante dieléctrica e índice refractivo de gases .....	6
1.4.6 Termometría de radiación total .....	7
1.5 Reseña Histórica de las escalas definidas internacionales de temperatura .....	7
1.5.1 Escala normal de hidrógeno.....	8
1.5.2 EIT-27.....	8
1.5.3 La evolución de la EIT-27 y sus modificaciones en 1948.....	9
1.5.4 Las escalas $^4\text{He}$ de 1958 y de presión de vapor de $^3\text{He}$ de 1962 .....	10
1.5.5 EIPT-68.....	10
1.5.6 EPT-76.....	10
1.5.7 EIT-90.....	11
1.6 EIT-XX.....	13
1.6.1 Futura definición del kelvin .....	14
1.7 Termometría de radiación hoy en día.....	14
1.7.1 MePK AT [Machin, 2012a] .....	14
1.7.1.1 Termometría de radiación primaria absoluta ( $n=0$ ).....	15
1.7.1.2 Termometría de radiación primaria relativa ( $n\geq 1$ ) .....	15
1.7.1.2.1 Extrapolación empleando un punto fijo .....	16
1.7.1.2.2 Interpolación entre dos puntos fijos.....	16
1.7.1.2.3 Interpolation entre tres puntos fijos.....	16

1.7.1.2.4 Ajuste por mínimos cuadrados.....	17
1.8 Medida de la temperatura de radiación: Radiación del cuerpo negro, ley de Planck y temperatura absoluta .....	18
1.8.1 Principios básicos sobre radiación térmica .....	18
1.8.1.1 Transferencia de calor.....	18
1.8.1.2 Radiación térmica.....	18
1.8.2 La teoría cuántica de la radiación electromagnética .....	18
1.8.2.1 Teoría de los fotones .....	18
1.8.2.2 Radiación electromagnética en equilibrio dentro de un recinto cerrado regular.....	19
1.8.2.3 Radiación dentro de un recinto arbitrario .....	21
1.8.2.4 Radiación emitida por un cuerpo a la temperatura <b>T</b> .....	22
1.9 Puntos fijos de alta temperatura metal-.....	25
1.9.1 Introducción.....	25
1.9.2 Sistemas de mezclas eutécticas binarias.....	26
1.9.3 Cuerpos negros de puntos fijos Metal-Carbono.....	27
Capítulo 2 Estado del arte en radiometría primaria absoluta para termometría .....	29
2.1 Principios básicos de termometría radiométrica primaria [Machin, 2012a] .....	29
2.2 Radiómetros de filtro .....	30
2.3 Métodos de radiometría primaria absoluta para termometría [Machin, 2012a] .....	30
2.3.1 Métodos sin sistema de imagen.....	30
2.3.1.1 El método de la potencia: .....	30
2.3.1.2 El método de la irradiancia.....	31
2.3.2 Métodos con sistema de imagen .....	31
2.3.2.1 El método híbrido.....	31
2.3.2.2 El método de la radiancia .....	31
2.4 Justificación del método elegido por el CEM: el método de la radiancia .....	32
2.5 Realización y diseminación de temperaturas termodinámicas por encima del punto de la plata empleando el método de la radiancia .....	33
2.5.1 Calibración absoluta de la radiancia espectral.....	33

2.5.1.1	Determinación de la respuesta espectral absoluta del patrón de transferencia, trazabilidad al radiómetro criogénico [Zwinkels, 2010]	34
2.5.1.2	Elementos de transferencia: detectores trampa	35
2.5.1.3	Calibración del diámetro de las aperturas y de la distancia	36
2.5.2	Caracterizaciones secundarias del radiómetro de filtro	36
2.5.2.1	Uniformidad de la fuente de radiación	37
2.5.2.2	Transmisión fuera de banda	37
2.5.2.3	Efecto del tamaño de la fuente	37
2.5.2.4	Calibración del amplificador	38
2.5.2.5	Linealidad del radiómetro de filtro	38
2.5.3	Determinación de la temperatura de radiación	39
2.5.3.1	Método iterativo	39
2.5.3.2	Aproximación de Sakuma- [Saunders, 2003]	39
Capítulo 3	Diseños y montajes experimentales	41
3.1	Radiancómetro CEM IO-CSIC	41
3.1.1	Requerimientos	41
3.1.2	Visión de conjunto del radiancómetro	42
3.1.3	Diseño del detector trampa	43
3.1.4	Caracterización del radiómetro	44
3.1.4.1	Calibración absoluta del detector trampa frente al radiómetro criogénico del IO	44
3.1.4.2	Uniformidad espacial	44
3.1.4.3	Determinación del factor geométrico	44
3.1.4.3.1	Determinación del diámetro de las aperturas	45
3.1.4.3.2	Alineamiento de las aperturas	45
3.1.4.3.3	Alineamiento angular de las aperturas	45
3.1.4.3.4	Medida de la distancia	45
3.1.5	Problemas con el ángulo de aceptación de la trampa	46
3.2	Diseño de FiRa1 [Hernanz, 2011]	47
3.2.1	Lente de enfoque	48

3.2.2 Diafragma de campo .....	48
3.2.3 Lente colimadora .....	48
3.2.4 Lyot stop .....	48
3.2.5 Filtro interferencial .....	48
3.2.6 Fotodetector.....	49
3.2.7 Preamplificador .....	49
3.2.8 Problemas de funcionamiento de FiRa1 .....	49
3.3 Diseño de FiRa2 [Dury, 2013b] .....	51
3.3.1 Requerimientos de diseño de FiRa2.....	51
3.3.1.1 Requerimientos de precisión .....	51
3.3.1.2 Requerimientos de la medida de las células de HTFPs .....	51
3.3.1.2.1 Niveles de radiancia de las fuentes .....	51
3.3.1.2.2 Estabilidad geométrica.....	52
3.3.1.2.3 Geometría de la fuente y del horno.....	52
3.3.1.2.4 Opciones de alineamiento .....	52
3.3.1.2.5 Efecto del tamaño de la fuente .....	52
3.3.1.2.6 Dimensiones.....	52
3.3.1.2.7 Estabilización de la temperatura .....	52
3.3.2 Diseño del nuevo radiómetro .....	53
3.3.2.1 Geometría definitoria de la radiancia .....	53
3.3.2.2 Geometría ideal.....	54
3.3.2.3 Tolerancias de fabricación y estabilidad .....	54
3.3.2.4 Principales características de FiRa2.....	54
3.3.2.5 Diseño y selección de la apertura .....	54
3.3.2.6 Elección de lente de enfoque .....	55
3.3.2.7 Sistema de magnificación.....	55
3.3.2.8 Elección de la lente de enfoque.....	55
3.3.2.9 Elección de la lente colimadora .....	55
3.3.2.10 Protección, acceso y limpieza.....	56

3.3.2.11 Óptica de efecto del tamaño de la fuente .....	56
3.3.2.12 Filtro interferencial .....	56
3.3.2.13 Detector.....	57
3.3.2.14 Amplificador.....	57
3.3.2.15 Alineamiento del radiómetro .....	57
3.3.2.16 Tapa del radiómetro.....	58
3.3.2.17 Conectores.....	58
3.4 Diseños experimentales de calibración .....	59
3.4.1 Experimento para la medida de llaradiancia espectral relativa [Mantilla, 2014]	59
3.4.1.1 Efectos de convolución en la determinación de la responsividad espectral.	60
3.4.1.2 Medida de la longitud de de onda.....	61
3.4.2 Diseños experimentales para la medida de la responsividad espectral absoluta a la radiancia.....	62
3.4.2.1 Fuentes no coherentes [Mantilla, 2014].....	62
3.4.2.2 Fuentes coherentes.....	63
3.5 Sistemas de caracterización .....	65
3.5.1 Experimento para la determinación del ETF .....	65
3.5.2 Experimento de medida de la linealidad .....	66
3.6 Determinación de la temperatura absoluta de radiación, horno Chino ® y HTFP's..	67
Capítulo 4 Resultados de la caracterización de lostermómetros de radiación y de la medida de la temperatura de puntos fijos.....	69
4.1 Caracterización de las instalaciones basadas en lámparas .....	69
4.1.1 Calibración de los monocromadores.....	69
4.1.2 Uniformidad especial de la esfera integradora.....	70
4.1.3 Uniformidad angular de la esfera .....	70
4.1.4 Estabilidad de la lámpara de Xe.....	71
4.2 Caracterización de los experimetos de calibración basados en láseres.....	71
4.2.1 Uniformidad especial de la esfera .....	71
4.2.2 Estabilidad.....	71
4.3 Calibración del LP2 e Incertidumbres asociadas.....	72

4.3.1	Calibración de la responsividad espectral relativa a la radiancia .....	72
4.3.2	Calibración de la respuesta espectral absoluta a la radiancia .....	72
4.3.3	Transmisión fuera de banda .....	72
4.3.4	Efecto del tamaño de la fuente .....	73
4.3.5	Linealidad.....	73
4.3.6	Balance de incertidumbre para la medida de temperaturas absolutas .....	74
4.4	Caracterización de FiRa1 .....	76
4.4.1	Calibración de la responsividad espectral relativa a la radiancia.....	76
4.4.2	Calibración de la responsividad espectral absoluta a la radiancia a 650 nm ...	76
4.4.3	Calibración de la responsividad espectral absoluta a la radiancia a 800 nm ...	77
4.4.4	Transmisión fuera de banda.....	77
4.4.5	Efecto del tamaño de la fuente .....	78
4.4.6	Rangos de ganancia del amplificador .....	78
4.5	Caracterización de FiRa2 .....	80
4.5.1	Efecto del tamaño de la fuente .....	80
4.5.2	Linealidad.....	80
4.5.3	Transmisión fuera de banda.....	81
4.6	Calibración de FiRa2, incertidumbres .....	81
4.6.1	Calibración de la responsividad espectral relativa a la radiancia .....	81
4.6.2	Calibración de la responsividad espectral absoluta a la radiancia .....	81
4.6.3	Incertidumbres.....	82
4.7	Medida de HTFP's.....	83
4.7.1	Punto de inflexión [Woolliams, 2012b].....	83
4.7.2	Medida de HTFP's con FiRa2 .....	83
4.7.3	Determinación de la temperature termodinámica de los puntos fijos eutécticos del InK WP1 empleando el LP2 .....	85
4.8	Resumen .....	85
Capítulo 5	Conclusiones finales .....	87
Bibliografía	.....	91
Anexo 1	Realización de la EIT-90 en el CEM .....	101

Anexo 2 lista de figuras .....	105
Anexo 3 lista de tablas .....	111





# INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

Los recientes avances técnicos en la medida de la temperatura, la llegada del desarrollo de la puesta en práctica para la definición del kelvin (MeP-K) y la propuesta de la redefinición del kelvin basada en la constante de Boltzmann proporcionan una oportunidad única para cambiar de una manera fundamental la medida de la temperatura.

Uno de los principales objetivos de la termometría de radiación hoy en día es la de apoyar el desarrollo de técnicas de termometría primaria para la realización y diseminación de temperaturas termodinámicas a altas temperaturas ( $>1300\text{K}$ ) para contribuir en el desarrollo de una nueva y extendida escala de temperatura, la EIT-XX y apoyar la (MeP-K). En relación a esto, el Programa Europeo de Investigación en Metrología (EMRP) ha financiado el proyecto "Implementación del nuevo kelvin" (InK). La intención de este programa es realizar una mejora significativa en termometría primaria a lo largo de seis órdenes de magnitud; de  $0,0009\text{ K}$  hasta los  $3000\text{ K}$ .

Esto provocará un cambio paradigmático en la práctica de la termometría. Por primera vez, en lugar de emplear escalas definidas para la medida de la temperatura ( $T_{90}$ ;  $T_{2000}$ ), se realizarán y diseminarán temperaturas termodinámicas ( $T$ ) en esos extremos.

Entre estas temperaturas extremas, se requieren nuevos valores de medidas  $T - T_{90}$  con las menores incertidumbres a corto plazo ( $<1\text{ mK}$ ) para la MeP-K y a largo plazo es necesario desarrollar técnicas de termometría primaria para progresivamente suplantar las escalas definidas durante la próxima década [Machin, 2014].

El proyecto InK se divide en cuatro paquetes técnicos de trabajo (WPs) y uno de impacto. Los cuatro paquetes de trabajo son: la determinación de temperaturas termodinámicas de una serie de puntos fijos (WP1), la prueba de distintas rutas de diseminación de temperaturas termodinámicas a altas temperaturas (WP2), la determinación de los menores valores de incertidumbre a nivel mundial para las medidas  $T - T_{90}$  (WP3) y la mejora de la termometría primaria a temperaturas por debajo de  $1\text{ K}$  (WP4).

Con el propósito de participar en el proyecto InK, el Centro Español de Metrología (CEM) realizó un acuerdo de colaboración con el Instituto de Óptica del Consejo Superior de Investigaciones Científicas (IO-CSIC) para participar en el paquete de trabajo 1 (WP1). La presente tesis es el resultado del trabajo llevado a cabo en torno a dicho acuerdo de colaboración.

El paquete de trabajo 1 del proyecto InK está liderado por el NPL y tiene como socios al propio Centro Español de Metrología (CEM) y al Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC) de España, el Instituto Nacional de Metrología de Australia (NMI), el (NIM) Instituto Nacional de Metrología de China (NIM), el Instituto Alemán de Ciencia y Tecnología (PTB) y al Instituto Ruso de Investigación en Medidas Físicas y Ópticas (VNIIOFI). Además, se realizarán importante medidas de confirmación en el Instituto Nacional de Estándares y Tecnología de EEUU (NIST) y en el Instituto Nacional de Investigación de Canadá (NRC) mientras que el Instituto Nacional de Estándares y Ciencia de Corea (KRISS) proporcionará medidas suplementarias para mejorar la comprensión de las incertidumbres

El WP1 del proyecto InK se centra en el rango de temperatura de radiación de  $1300\text{ K}$  hasta los  $3000\text{ K}$ , se asignarán temperaturas termodinámicas a una selección de puntos

fijos de alta temperatura en configuración de cuerpo negro: Cu, Co-C, Pt-C and Re-C. Los institutos nacionales de metrología de todas las partes del globo mencionados anteriormente contribuirán en esta importante tarea implementando diferentes métodos radiométricos relacionados con radiómetros, espectroradiómetros, fotómetros y termómetros de radiación trazables a radiómetros criogénicos de sustitución eléctrica, los patrones primarios para las unidades radiométricas que relacionan el vatio radiante con el vatio eléctrico. Más allá de las diferencias entre ellos, estos métodos se fundamentan en principios radiométricos comunes que deben ser analizados y comprendidos en profundidad [Woolliams, 2012a].

Cuatro puntos fijos de cada material se han elegido de un conjunto fabricado y probado como parte del programa de investigación del CCT-WG5 en puntos fijos de alta temperatura [Machin, 2007; Yamada, 2013]. Estos puntos fijos serán medidos por los participantes del WP1. El NPL y el PTB medirán los cuatro puntos fijos de cada material y el resto de participantes medirán dos puntos fijos de cada tipo. Las mediciones comenzaron en febrero de 2013 y se prevé que se completará en marzo de 2015. Se realizará un informe para el CCT-WG5 dando la temperatura termodinámica de las transiciones de punto fijo para las cuatro materias que se espera remitir en torno a septiembre de 2015.

Concretamente, se determinarán para los tres puntos fijos eutécticas, tanto la temperatura termodinámica correspondiente al punto de inflexión de la curva de fusión y el punto de *liquidus* de la mezcla eutéctica pura en condiciones de equilibrio junto con sus incertidumbres asociadas. Los participantes medirán la radiancia de la cavidad de la celda de punto fijo mediante radiometría filtro (termometría absoluta radiométrica primaria). Correcciones (o valores de incertidumbre) para el descenso de la temperatura y la emisividad de las células, en el entorno del horno, se determinarán a través del modelado térmico [Castro, 2011, 2014]. Los contenidos de impurezas de los metales se han medido así como su incertidumbre asociada y, en los casos posibles, el valor de corrección asociado [Bloembergen, 2011].

Los principales objetivos del acuerdo de colaboración CEM/IO-CSIC y, consecuentemente, de esta tesis son:

- La calibración absoluta de termómetros de radiación comerciales con sistema de enfoque empleando el método de la radiancia y con trazabilidad al patrón primario nacional español, el radiómetro criogénico del Instituto de Óptica empleando sistemas del tipo lámpara-monocromador.
- El análisis y la reducción de las incertidumbres asociadas a la calibración del instrumento mediante sistemas lámpara-monocromador para conseguir valores de incertidumbre menores que los obtenidos por la EIT-90.
- La construcción y calibración de radiómetros de filtro no comerciales.
- La calibración de aquellos radiómetros de filtro en sistemas basados en el empleo de fuentes de radiación tipo láser.
- La determinación de la temperatura termodinámica correspondiente a los puntos fijos de alta temperatura del Cu, Co-C, Pt-C y Re-C empleando radiómetros comerciales y no comerciales.
- La comparación de las temperaturas absolutas calculadas con los valores EIT-90 obtenidos así como las respectivas incertidumbres asociadas.

# CAPÍTULO 1 TEMPERATURA DE RADICACIÓN: PASADO PRESENTE Y FUTURO

## 1.1 EL CONCEPTO DE TEMPERATURA

De entre las siete magnitudes fundamentales del Sistema Internacional de Unidades (SI), cuatro de ellos: masa, longitud, tiempo y temperatura, están tan íntimamente ligadas a la existencia humana que, a primera vista, es sorprendente que hasta el siglo XVIII no conociera la existencia de ninguna de ellas. La mayor dificultad asociada con el concepto de temperatura no sólo es que es una magnitud intensiva, sino también es una magnitud intensiva que no está directamente relacionado con ninguna magnitud extensiva fácilmente percibido por los sentidos. Probablemente en esto reside la dificultad de comprensión de lo que es la temperatura [del Campo, 2008].

Aunque la temperatura se percibe también por los sentidos, es más difícil de entender. Sensaciones subjetivas pueden hacernos decir "este objeto es más caliente o más frío que otros". Pero esta afirmación puede ser peligrosa si no se actúa con cuidado. Por ejemplo, si se toca un pedazo de madera, una pieza de poliestireno y una varilla de cobre, todo a temperatura ambiente, la sensación térmica es completamente diferente. Esto es debido a la estrecha relación entre calor y temperatura. Ambos fenómenos están interrelacionados; sin embargo, son conceptos diferentes.

El calor es la energía total del movimiento molecular en una sustancia mientras que la temperatura es una medida de la energía media del movimiento molecular en una sustancia. La energía térmica depende de la velocidad de las partículas, el número de partículas (el tamaño o masa), y el tipo de partículas en un objeto. La temperatura no depende del tamaño o el tipo de objeto. Por ejemplo, la temperatura de una pequeña taza de agua podría ser la misma que la temperatura de una gran bañera de agua, pero la bañera de agua tiene más calor, ya que tiene más agua y por lo tanto más energía térmica total.[Bejan, 2006].

El calor es lo que aumenta o disminuye la temperatura. Si añadimos calor, la temperatura aumentará. Si quitamos calor, la temperatura del sistema se descenderá. Temperaturas más altas indican que las moléculas se están moviendo, vibrando y girando con mayor energía.

El principio cero de la termodinámica refiere a lo que sucede con los cuerpos que están en contacto térmico y es la base de la termometría: "Si dos sistemas están por separado en equilibrio térmico con un tercero, entonces todos ellos están en equilibrio térmico entre sí".

Esto significa que si tomamos dos objetos que se encuentran a la misma temperatura y los ponemos en contacto, no habrá cesión global de energía entre ellos porque las energías medias de las partículas en cada objeto son las mismas. Pero si la temperatura de un objeto es mayor que el de el otro objeto, habrá una transferencia de energía desde el más caliente al más frío hasta que ambos objetos llegan a la misma temperatura.

En conclusión, la temperatura no es energía pero sí una medida de esta. El calor es energía.

## 1.2 PRINCIPIOS DE LA MEDIDA DE TEMPERATURA

La temperatura no se puede medir de la misma manera que otras variables clave, como la longitud. Una vez establecido el tamaño de la unidad de temperatura, no se puede considerar como un "intervalo de unidad" y utilizarse para medir la temperatura de la misma manera que se mide la longitud en metros. Esto significa que no se puede utilizar en un proceso aditivo mediante el cual el valor de la temperatura se determina a partir de la cantidad de "intervalos de unidad" que contenía el sistema.

Los valores de temperatura sólo se pueden determinar mediante la comparación de dos temperaturas, una de las cuales es la referencia y otra el valor observado; de acuerdo con el principio cero de la termodinámica, cuando hay flujo de calor o no y en qué dirección va. Para asignar un valor numérico a cada temperatura, los valores medidos deben ser ordenados en primer lugar, es decir, establecer una escala en la que el flujo de calor va siempre en la misma dirección y a continuación, asignar una señal para el flujo, como se ha discutido anteriormente.

A pesar de que con este método se puede asignar un valor numérico a una diferencia de temperatura, no es posible asegurar que un valor de temperatura,  $T_1$ , está más próximo a un segundo,  $T_2$ , o a un tercer valor,  $T_3$ , incluso si se ha decidido tomar el intervalo  $[T_1, T_2]$  como unidad, ya que ni los intervalos ni las relaciones se pueden comparar por medidas de transferencia de calor. En otras palabras, la métrica del espacio absoluto  $\{T\}$  ha de estar suplementada por otra magnitud física cuya relación analítica con la temperatura pueda ser establecida y cuya métrica sea conocida.

Para relacionar la temperatura con cualquier otra magnitud física, es necesario definir las constantes de normalización. La definición de estas es necesaria para la medida de la temperatura, pero dejan libertad de elección para el tamaño de la unidad y la posición del valor cero. Estos son los dos grados de libertad característicos de cualquier escala lineal, es decir, una escala que tiene el mismo espacio métrico se toma para representar el instrumento de medición. Ya que la temperatura se define en el espacio de calor (energía), el punto más bajo en la escala de temperatura es cero (al que puede acercarse asintóticamente) y no menos infinito [Pavese, 2012].

## 1.3 TERMOMETRÍA PRIMARIA Y ESCALAS DEFINIDAS DE TEMPERATURA

En la actualidad, la temperatura puede medirse empleando dos procedimientos básicos: la termometría primaria y las escalas definidas de temperatura.

La termometría primaria se realiza empleando un termómetro primario basado en un sistema físico debidamente entendido, para el que la ecuación de estado que describe la relación entre la temperatura termodinámica  $T$  y otras magnitudes independientes puede escribirse explícitamente sin constantes desconocidas o dependientes significativamente de la temperatura. La temperatura termodinámica puede obtenerse midiendo las cantidades

independientes. Las escalas de temperatura asociados a la termometría primaria se llaman escalas de temperatura termodinámica. El problema básico en la construcción de la escala de temperatura termodinámica es encontrar ecuaciones teóricas de la física donde la temperatura aparezca relacionado con otra cantidad mensurable y se puede materializar en un sistema real (termómetro) con la precisión requerida.

Los termómetros primarios son sistemas complejos y costosos, consumen mucho tiempo y, en general, presentan una repetibilidad y reproducibilidad menores que los termómetros utilizados en el día a día como son los termómetros de resistencia de platino o los termopares. La termometría primaria se divide en dos grupos: termometría primaria absoluta y termometría primaria relativa.

La termometría primaria absoluta mide temperatura termodinámica directamente en términos de la definición de la unidad base, el kelvin.

La termometría primaria relativa mide temperaturas termodinámicas indirectamente utilizando una ecuación de estado específica, con uno o más valores de los parámetros clave determinados a partir de puntos fijos de temperatura. Para este tipo de termómetros, el conocimiento de la propiedad medida no es suficiente para permitir el cálculo directo de la temperatura. Tienen que ser calibrado frente a un termómetro primario o en una serie de puntos fijos que pertenecen a una escala de temperatura definida.

A diferencia de la termometría primaria, las escalas definidas de asignan valores de temperatura, que han sido determinados por la termometría primaria, a una serie de estados altamente reproducibles de manera natural (por ejemplo, la congelación y el triple de puntos de sustancias puras), especifica los instrumentos de interpolación o extrapolación para subrango de temperatura en particular y define las ecuaciones de interpolación o extrapolación necesarias. Las escalas definidas son muy prescriptivas y definen nuevos valores de temperatura,  $T_{XX}$ , (temperaturas de escala) que proporcionan aproximaciones cercanas a las temperaturas termodinámica  $T$  y tienen la misma unidad que  $T$ , es decir, el kelvin.

Existen también aproximaciones de temperatura en las que los puntos fijos, los instrumentos de interpolación y las ecuaciones de interpolación o extrapolación son diferentes de los especificados en las escalas definidas, pero las diferencias respecto a la escala están suficientemente bien entendidas [Fischer, 2012].

## 1.4 BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS PRINCIPALES MÉTODOS DE TERMOMETRÍA PRIMARIA

### 1.4.1 Termometría de gas

La ecuación de estado para un gas real responde a la llamada expansión del virial:

$$PV = NRT \left( 1 + B(T) \frac{N}{V} + C(T) \left( \frac{N}{V} \right)^2 + \dots \right) \quad (1.1)$$

Donde  $P$  es la presión,  $V$  es el volumen,  $N$  es la cantidad de gas en moles,  $R$  la constante de los gases y  $T$  es la temperatura.  $B(T)$  y  $C(T)$  son los denominados primer y segundo coeficientes del virial. La justificación de la expresión de las desviaciones de un

comportamiento de gas real del gas ideal como se relaciona directamente con las fuerzas intermoleculares [Quinn, 1990].

### 1.4.2 Termometría acústica de gas

La termometría primaria acústica de gas (AGT) explota la relación entre la velocidad del sonido,  $u$ , en un gas ideal en el límite de la frecuencia cero y la temperatura termodinámica,  $T$ , del gas:

$$u^2 = \frac{\gamma kT}{m} \quad (1.2)$$

Donde  $k$  es la constante de Boltzmann que se relaciona la energía a nivel partícula individual con la temperatura,  $m$  es la masa molecular media de los gases, y  $\gamma$  es la relación de la capacidad calorífica del gas a presión constante a su capacidad calorífica a volumen constante. Para los gases monoatómicos ideales,  $\gamma = 5/3$ [Fischer, 2007].

### 1.4.3 Termometría de ruido

Se basa en el principio de ruido Johnson, que correlaciona la agitación térmica de los electrones en una resistencia eléctrica  $R$ , el valor de la tensión de media cuadrática  $\overline{V^2}$  de un resistor  $R$  para bajas frecuencias, en el que se realizan las mediciones y donde los efectos cuánticos pueden descuidarse ya  $h\nu \ll kT$ , puede estimarse como:

$$\overline{V^2} \approx 4kTR\Delta\nu \quad (1.3)$$

Donde  $k$  es la constante de Boltzmann,  $h$  es la constante de Planck y  $\nu$  la frecuencia.

[Fischer, 2007].

### 1.4.4 Termometría magnética

La susceptibilidad paramagnética,  $\chi$ , de muchos materiales que contienen elementos de transición y tierras raras, siguen de manera próxima la ley de Curie:

$$\chi = \frac{C}{T} \quad (1.4)$$

Donde  $C$  es la constant de Curie. Este método tiene un lugar en la termometría primaria por su especial papel como termómetro de interpolación y, en algunos caso, de extrapolación.

### 1.4.5 Termometría de constante dieléctrica e índice refractivo de gases

Este es uno de los más recientes métodos de interpolación. Se basa en la relación entre la constante dieléctrica de un gas y su temperatura. Para un gas ideal, esta relación se puede expresar como sigue:

$$P = \frac{R}{\alpha} \left( \frac{\epsilon_r - 1}{\epsilon_r + 2} \right) T \quad (1.5)$$

Donde  $P$  es la presión,  $R$  es la constant universal de los,  $\alpha$  es la polarizabilidad molar,  $\epsilon_r$  es la constante dieléctrica de los gases y  $T$  es la temperatura del gas. Por lo tanto, para una polarizabilidad dada, este método se basa en la medición de la constante dieléctrica del gas para diferentes temperaturas. La magnitud termométrica es una propiedad intensiva del

gas, independiente de la cantidad de gas presente durante la medición. Sin embargo, la polarizabilidad molar debe ser medida o ser conocida, ya que no se puede deducir teóricamente.

La termometría de índice de refracción de gases tiene mucho que ver con la termometría de constante dieléctrica. Para un gas ideal y en frecuencias muy altas, tenemos:

$$P = \frac{R}{\alpha} \left( \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \right) T \quad (1.6)$$

Este tipo de termómetros se enfrentan a las mismas dificultades que los termómetros de constante dieléctrica.

[Fischer, 2007].

### 1.4.6 Termometría de radiación total

La termometría de radiación total se basa en la ecuación de Stephan-Boltzmann que relaciona la energía total radiada por unidad de superficie por un cuerpo negro ( $M$ ), con su temperatura interna  $T$ :

$$M(T) = \varepsilon n^2 \sigma T^4 \quad (1.7)$$

Donde  $n$  es el índice de refracción del medio en el que emite el cuerpo negro,  $\varepsilon$  es la emisividad total del cuerpo negro y  $\sigma$  es la constante de Stefan-Boltzmann la cual tan solo depende de las constantes universales  $k$ ,  $h$  y  $c$ .

La relación entre el exitancia total de un cuerpo negro a una temperatura  $T$  dada y la de un cuerpo negro a la temperatura del punto del agua,  $T_{TPW}$ , es:

$$\frac{M(T)}{M(T_{TPW})} = \left( \frac{T}{T_{TPW}} \right)^4 \quad (1.8)$$

Con el fin de determinar la luminosidad total  $L$ , del cuerpo y por razones prácticas, es necesario realizar mediciones en un ángulo sólido en particular en lugar de en todo el hemisferio. Debido a esto, debe ser colocado un sistema de abertura entre el cuerpo negro y el detector, por lo que:

$$M(T) = L'(T)g \quad (1.9)$$

Donde  $g$  es un factor geométrico relacionado con la apertura. Si  $g$  se mantiene constante e independiente de la temperatura:

$$\frac{M(T)}{M(T_{TPW})} = \frac{L'(T)}{L'(T_{TPW})} = \left( \frac{T}{T_{TPW}} \right)^4 \quad (1.10)$$

[Quinn, 1990].

## 1.5 RESEÑA HISTORICA DE LAS ESCALAS DEFINIDAS INTERNACIONALES DE TEMPERATURA

Como se ha visto antes, las mediciones directas de temperatura termodinámica requieren un termómetro primario basado en un sistema físico bien entendido cuya temperatura puede ser derivada de las mediciones de otras magnitudes. Por desgracia, la termometría

primaria puede ser complicada, lenta, y por lo tanto rara vez se utiliza como un medio práctico para diseminar el kelvin. Como una alternativa práctica, las Escalas Internacionales de temperatura (EIT's) proporcionan procedimientos aceptados internacionalmente para tanto realizar como diseminar la temperatura de una manera directa y reproducible.

Las escalas prácticas de temperatura como las de Fahrenheit, Celsius y Reaumur comenzaron a desarrollarse en la segunda mitad del siglo XVIII. Estas escalas se basan en puntos fijos refinados por la evolución tecnológica ocurrida durante ese siglo.

Hoy en día se siguen requiriendo escalas prácticas porque los termómetros primarios son todavía difíciles de emplear y no son tan precisos como los termómetros de uso común. Por otro lado, las mediciones a través de termómetros primarios tienen un sentido más fundamental.

El general las características buscadas en las escalas internacionales de temperatura y las razones de su evolución son [BIPM, 2015]

- Facilidad de realización y de mantenimiento.
- Proporcionar valores de temperatura lo más cercanos a las correspondientes temperaturas termodinámicas como sea posible.
- Reproducibilidad superior a la incertidumbre de la escala termodinámica correspondiente.
- Aumentar el rango en el que la escala queda definida con el fin de satisfacer las necesidades tecnológicas de la época en que se desarrollaron.

### 1.5.1 Escala normal de hidrógeno.

Durante el final del siglo XIX, Chappuis trabajó para relacionar las lecturas de los mejores termómetros de mercurio en tubo de vidrio a temperaturas absolutas (es decir temperaturas termodinámicas). En la primera parte de su estudio él consideró en detalle el termómetro de gas a volumen constante, utilizando, a su vez, el hidrógeno, el nitrógeno y el dióxido de carbono como fluidos de trabajo. La incertidumbre estimada de sus mediciones era mejor que una centésima de grado sobre la mayor parte del rango estudiado. El Comité Internacional de Pesas y Medidas (CIPM) adoptó la escala de volumen constante de hidrógeno (llamado la escala normal de hidrógeno), basada en puntos fijos en el punto de hielo ( $0^{\circ}\text{C}$ ) y en el punto de vapor ( $100^{\circ}\text{C}$ ) como la escala práctica para la metrología internacional. Esta decisión fue ratificada por la primera Conferencia General de Pesas y Medidas (CGPM), en 1889[BIPM, 2015].

### 1.5.2 EIT-27

Muchos puntos de congelación y ebullición se midieron durante las dos últimas décadas del siglo XIX. Callendar dio un repaso detallada de la termometría de gas en la reunión de 1899 de la Asociación Británica para el Avance de la Ciencia (BAAS), donde hizo una propuesta de escala de temperatura práctico. Propuso adoptar un termómetro de resistencia de platino como instrumento de definición de la escala, y el punto de congelación del agua y los puntos de ebullición de agua y azufre como puntos en los que calibrarlo. Además, propuso un lote particular de alambre de platino a partir del cual se podrían fabricar los



termómetros que definen la escala. Su intención era que tal escala se llamara la Escala de Temperatura de la Asociación Británica y que se relacionaría con la escala de temperatura ideal a través de la selección de mediciones con termómetros de gas en el punto de azufre. No está claro por qué la Asociación Británica no asumió sus propuestas

El *Physikalisch-Technische Reichsanstalt* de Berlín (PTR, después convertido en el PTB), dirigió una carta circular al BIPM, al Laboratorio Nacional de Física (NPL) de Gran Bretaña, y a la Oficina de Normas de Estados Unidos (BS, que en 1934 se convirtió en el Buró Nacional de Normas, NBS, y después en 1986 el Instituto Nacional de Estándares y Tecnología, NIST sugiriendo que la escala termodinámica fuera adoptada como la Escala Internacional de Temperatura, y que una realización práctica de la misma fuera la propuesta de 1899 de Callendar. Tanto el NPL como el BS estuvieron de acuerdo, se especificaron las constantes del platino, y se propuso que por encima del límite superior ( $1.100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) pudiera definir la escala en términos de la pirometría óptica.

En la quinta CGPM, se impulsó esta iniciativa y se adoptó una resolución, pidiendo a los directores de los tres laboratorios que se reunieran para cumplir con el objetivo de llegar a un acuerdo firme en tal escala. Sin embargo, debido al estallido de la Primera Guerra Mundial, la reunión prevista no se produjo.

En el momento en el que se reanudaron las discusiones, los tres laboratorios nacionales habían puesto en funcionamiento una escala basada en el termómetro de resistencia de platino cubriendo un rango desde los  $-38\text{ }^{\circ}\text{C}$ , el punto de congelación del mercurio, hasta  $444,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ , el punto de ebullición de azufre, utilizando una fórmula de interpolación cuadrática.

El séptimo CGPM adoptó la Escala Internacional de Temperatura de 1927, que difería muy poco del proyecto de 1925. Se previó la realización de una Conferencia Internacional de termometría en 1928, en la que se examinará en más detalle la cuestión de la situación de la Escala Internacional de Temperatura. Esta Conferencia, sin embargo, no se produjo [BIPM, 2015].

### **1.5.3 La evolución de la EIT-27 y sus modificaciones en 1948**

El CIPM estableció un Comité Consultivo sobre termometría y calorimetría para que le asesoren en cuestiones relacionadas con estos temas. Desde entonces, ha sido el Comité Consultivo sobre termometría (CCT) el que ha tenido gran parte de la iniciativa en cuestiones relacionadas con la evolución de la Escala Internacional de Temperatura.

La primera revisión de las ITS se llevó a cabo en 1948. En esta revisión, el único cambio por debajo de  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  fue la desaparición de la extrapolación por debajo del punto de oxígeno, a  $-190\text{ }^{\circ}\text{C}$ , ya que se habían obtenido valores poco fiables. La Escala Internacional Provisional de 1948 (IPTS-48) extendió la escala hacia abajo sólo a  $-182,97\text{ }^{\circ}\text{C}$ . El punto de unión entre el termómetro de resistencia y el termopar se cambió de  $660\text{ }^{\circ}\text{C}$  hasta el punto de congelación del antimonio,  $630,5\text{ }^{\circ}\text{C}$  y la temperatura asignada al punto de plata se incrementó ligeramente, de  $960,5\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $960,8\text{ }^{\circ}\text{C}$ . También se decidió dejar de emplear el nombre de "grado centígrado" para la unidad y sustituirla por grado Celsius [BIPM, 2015].

### 1.5.4 Las escalas $^4\text{He}$ de 1958 y de presión de vapor de $^3\text{He}$ de 1962

El CIPM adoptó una Tabla propuesta por el CCT con presiones de vapor de  $^4\text{He}$  frente a datos de temperatura. La Tabla se basaba en datos de termometría de gas suavizados mediante termometría magnética y, por debajo de 2,2 K, por cálculos termodinámicos. Abarcaba el rango entre 0,5 K y 5,23 K y comenzó a conocerse como la escala de  $^4\text{He}$  de 1958.

Poco después de la aprobación de la escala de  $^4\text{He}$  de 1958, una nueva propuesta se hizo en relación con una escala de presión de vapor para  $^3\text{He}$ . La Escala fue aceptada por el CIPM y se conoce como la escala de  $^3\text{He}$  de 1962 [BIPM, 2015].

### 1.5.5 EIPT-68

Durante 1968 la segunda revisión de la escala de temperatura se llevó a cabo, y se resolvió una situación curiosa: que las temperaturas termodinámicas fueron definidos de una manera muy diferente a las temperaturas prácticas internacionales. En la EIPT-68, tanto las unidades termodinámicas como las prácticas fueron definidas para ser idénticas e iguales a  $1 / 273,16$  de la temperatura termodinámica del punto triple del agua. Esta definición es la propia unidad y pasó a llamarse "el kelvin" en lugar de "grado Kelvin" y designado "K" en lugar de "°K". A grandes rasgos la EIPT-68 se compone de cuatro partes:

- (a) La que va de 13.81 K hasta 273.15 K.
- (b) Otra de 0 °C hasta 630.74 °C.
- (c) Una tercera de 630.74 °C hasta 1064.43 °C.
- (d) Y la última, por encima de 1064.43 °C.

En la parte (a) la escala se define en términos de un conjunto de seis puntos fijos de baja temperatura junto con una función de referencia. En el rango (b) se definió la escala en términos de la vieja ecuación cuadrática de Callendar, pero modificada para tener en cuenta los nuevos valores de termometría de gas para los puntos fijos. En la parte (c) el instrumento definidor fue un termopar Pt-10% Rh / Pt, calibrado a 630,74 ° C y los puntos de congelación de la plata y el oro, así como el uso de una fórmula de interpolación cuadrática. La parte (d) se define en términos de la radiación emitida por un cuerpo negro y se describe mediante la ecuación de Planck. [BIPM, 2015].

### 1.5.6 EPT-76

En 1976 el CIPM aprobó una nueva escala de baja temperatura de 0,5 K a 30 K llamada la Escala Provisional de Temperatura de 1976. Su propósito era proporcionar una escala unificada sobre la que basar las mediciones de temperatura en este rango, en espera de la revisión y ampliación a la baja de la EIPT-68. Se definió en términos de las temperaturas asignadas a once puntos fijos dentro del rango de 0,5 K a 30 K, junto con las diferencias entre EPT-76 y las siguientes escalas existentes: EIPT-68; las escalas de presión de vapor  $^4\text{He}$  de 1958 y  $^3\text{He}$  de 1962; la NPL-75 y la versión de NBS EIPT-68 que se definió por diferencia de NBS-55. En contraste con la EIPT-68, la EPT-76 podría ser realizada en un número de maneras; ya sea mediante el uso de una de las escalas anteriores y las diferencias tabulados dadas en el texto de la EPT-76 o mediante el uso de un termómetro

de interpolación termodinámica, tal como un termómetro de gas o un termómetro magnético, calibrado a uno o más de los puntos de referencia especificados de la EPT- 76.[BIPM, 2015].

### 1.5.7 EIT-90

La Escala Internacional de Temperatura de 1990 fue aprobada por el Comité Internacional de Pesas y Medidas en su reunión de 1989, en conformidad con la Resolución 7 de la 18ª Conferencia General de Pesas y Medidas de 1987. Esta escala reemplaza la EIPT-68 (edición revisada en 1975) y a la EPT-76 de 0,5 K a 30 K.[BIPM, 2015].

ITS-90 difiere de las escalas anteriores en un número de aspectos importantes:

- utiliza el punto triple del agua (273,16 K), en lugar del punto de congelación del agua (273,15 K), como un punto de definición.
- Se extiende a temperaturas más bajas: 0,65 K en lugar de 13,8 K.
- Es más concordante con las temperaturas termodinámicas.
- Se ha mejorado su continuidad y precisión.
- Tiene un número de intervalos y sub-intervalos que se solapan.
- En ciertos rangos tiene definiciones alternativas pero sustancialmente equivalentes.
- Incluye las escalas de presión de vapor de helio.
- Incluye un termómetro de gas de interpolación como uno de los instrumentos que la definen.
- El rango del termómetro de resistencia de platino como instrumento definidor de la escala se ha ampliado de 630 ° C hasta el punto de la plata, 962 ° C.
- El termopar Pt/Rh-Pt ya no es un instrumento definitorio de la escala.
- El rango basado en la ley de radiación de Planck se inicia en el punto de plata en lugar de en el punto de oro, pero existen opciones para el uso de cualquiera de los puntos de plata, oro o cobre como puntos de referencia para esta parte de la escala.

La temperaturas medidas de acuerdo a la EIT-90 se denotan  $T_{90}$  (K) o  $t_{90}$  (°C).

Por encima del punto fijo de la plata, 1234,93 K, la temperatura  $T_{90}$  se define mediante la ecuación:

$$\frac{L_{\lambda}(T_{90})}{L_{\lambda}[T_{90}(X)]} = \frac{\exp(c_2[\lambda T_{90}(X)]^{-1}) - 1}{\exp(c_2(\lambda T_{90})^{-1}) - 1} \quad (1.11)$$

Donde  $T_{90}(X)$  se refiere a cualquiera de los puntos fijos de solidificación de la plata  $T_{90}(Ag) = 1234,93$  K, el oro  $T_{90}(Au) = 1337,33$  K, o el cobre  $T_{90}(Cu) = 1357,77$  K.  $L_{\lambda}(T_{90})$  y  $L_{\lambda}[T_{90}(X)]$  son las concentraciones espectrales de la radiancia de un cuerpo negro a la longitud de onda  $\lambda$  (en el vacío) a la temperatura  $T_{90}$  y a  $T_{90}(X)$  respectivamente. El texto de la escala no recomienda un método, ni restringe la longitud de

onda a la cual, la relación de radiancias ha de ser determinado experimentalmente [Preston-Thomas, 1990].

Los únicos requisitos enunciados en la ecuación 1.11 son que el instrumento utilizado, un termómetro de radiación, será efectivamente monocromático y que al menos la fuente de referencia para la temperatura  $T_{90}(X)$  proceda de un cuerpo negro. Un termómetro de radiación monocromático consta de un sistema óptico que incluye un dispositivo de limitación de longitud de onda y enfoca una imagen de una fuente de radiación sobre un fotodetector.

Como se puede apreciar, las temperaturas medidas basadas en la EIT-90 son sólo aproximaciones, aunque bastante buenas, de la temperatura termodinámica,  $T$ . Aunque cualquier posible diferencia entre  $T$  y  $T_{90}$  es muy pequeña, y por el momento no es significativo para la mayoría de aplicaciones industriales y científicas, en el intervalo de temperatura de 13,8033 K a 1234,93 K la incertidumbre estándar de las EIT-90 con respecto a la temperatura termodinámica se extiende a 40 mK en el punto de congelación de la plata. Para temperaturas por encima del punto de congelamiento de la plata, la incertidumbre aumenta muy rápidamente. Esto es porque, como se ha visto, por encima de esta temperatura, debido a la falta de puntos fijos estables y reproducibles, la EIT-90 se basa en la extrapolación y la incertidumbre en la realización de la temperatura de referencia de la plata, oro o cobre puntos fijos con respecto a la verdadera temperatura termodinámica propaga según[Hartmann, 2009]:

$$u(T_{90,therm}) = \left( \frac{T_{90}}{T_{90,ref}} \right)^2 u(T_{90,ref therm}) \quad (1.12)$$

Con una incertidumbre expandida en la realización de la temperatura termodinámica del punto fijo de oro de 100 mK de la ecuación 1.12 se obtiene el límite teórico de la incertidumbre de medida según la EIT-90 que se muestra en la Figura 1.1. Se puede observar que el límite de incertidumbre base de la ITS-90 se expande de 100 mK en el punto fijo del oro hasta 600 mK a 3250 K.

Este límite de incertidumbre principal es aún mayor por la contribución adicional a la incertidumbre introducida por el termómetro de radiación necesario para realizar las mediciones. Como regla general una incertidumbre expandida de 0,2% para un típico termómetro de radiación de alta calidad aumentará la incertidumbre en la medición de la temperatura a más de 1500 mK a temperaturas sobre 3250 K. Esta situación puede mejorarse significativamente si la termometría de alta temperatura sin contacto del a EIT-90 se pudiera poner en el mismo plano que la parte de baja de temperatura basada en termómetro de contacto; es decir, basando las medidas en la interpolación en vez de extrapolación. Los nuevos puntos fijos de alta temperatura con temperaturas termodinámicas conocidas y una reproducibilidad y estabilidad del orden de 100 mK mejorarán radicalmente mediciones prácticas de temperatura por encima del punto de congelación de cobre.

Recientes avances técnicos en materia de metrología de temperatura, el desarrollo de la Puesta en Práctica para la definición del kelvin (MeP-K) y la propuesta de redefinición del kelvin en términos de la constante de Boltzmann ( $\sim 2018$ ) proporcionan una oportunidad única para cambiar fundamentalmente la práctica de medición de la temperatura [Machin, 2014].

## 1.6 EIT-XX

El kelvin, junto con el amperio, el kilogramo, y el mol son susceptibles de ser redefinidos en términos de constantes fundamentales, en línea con la resolución 1 (2011) de la *Conférence Générale des Poids et Mesures*, en algún momento antes de 2020. Como adelanto y en apoyo a la redefinición, una puesta en práctica para la definición del kelvin (MeP-K), una guía para la definición del kelvin, fue adoptada por el CCT. El proyecto del programa de investigación en metrología Euramet "Implementación del nuevo kelvin (inK)" coordina la actividad de investigación en este campo con el objetivo de mejorar la termometría primaria en todo el rango de 0,0009 K a  $> 3000$  K. [Machin, 2014].

El MeP-K ofrece o hace referencia a la información necesaria para realizar una medición práctica de la temperatura, de acuerdo con el Sistema Internacional de Unidades (SI), en el más alto nivel de precisión. En su forma actual, el MeP-K consta de cuatro secciones:

5. Texto de la EIT-90.
6. Anexos técnicos a la EIT-90.
7. Texto de la EPBT-2000.
8. Estimación de las diferencias  $T - T_{90}$ .

Según lo previsto por el CCT, en un futuro próximo, el MeP-K servirá como:

- Introducción, dando a la nueva definición de la unidad base kelvin, la justificación para el cambio, y el efecto de la nueva definición de la realización del kelvin.
- Nomenclatura, dando la definición de los términos fundamentales de termometría para apoyar una taxonomía inequívoca de métodos en el MeP-K.
- Texto de la EIT-90.
- Texto de la EPBT-2000.
- Anexo técnico de información de apoyo para la realización de la EIT-90 y la EPBT-2000.
- Guía para termometría primaria, que describe la realización del kelvin con termómetros primarios basados en las leyes fundamentales de la termodinámica y la mecánica estadística para mediciones directas de temperatura termodinámica. Valores de temperatura termodinámica precisos requieren no sólo mediciones precisas de las cantidades independientes, sino también la comprensión suficiente del sistema para permitir una evaluación cuantitativa de las salidas desde el modelo ideal para aplicar las correcciones pertinentes.
- Las evaluaciones de las incertidumbres de la EIT-90, EPBT-2000 y las mediciones hechas por termometría primaria.

## 1.6.1 Futura definición del kelvin

La futura definición del kelvin tendrá su origen en la mecánica estadística donde la temperatura termodinámica se define a través de la relación entre la entropía y la energía de un sistema físico. La unidad natural de la temperatura termodinámica en esta relación es la energía (julios en el SI). Si bien en principio no se requiere una unidad de base separada de la temperatura, esta se trata de una cantidad de un tipo muy diferente, y por razones prácticas e históricas del kelvin seguirá siendo una unidad básica del SI.

La unidad fundamental del SI, la temperatura termodinámica, símbolo  $T$ , es el kelvin, símbolo K. La definición explícita del kelvin, adoptada en la reunión 2Xth de la Conferencia General de Pesas y Medidas (CGPM) en 201X, Resolución X, será la siguiente:

El kelvin, símbolo K, es la unidad de temperatura termodinámica del SI; su magnitud se establece mediante la fijación del valor numérico de la constante de Boltzmann para ser igual exactamente a  $1,380\ 65X \times 10^{-23}$  cuando se expresa en las unidades básicas del SI  $\text{m}^2 \text{kg K}^{-1}$ , que es igual a  $\text{J K}^{-1}$ .

De este modo se tiene la relación exacta  $k = 1,380\ 65X \times 10^{-23} \text{ J / K}$ . El efecto de esta definición es que el kelvin es igual a la variación de temperatura termodinámica  $T$  que resulta en un cambio de energía térmica  $k \cdot T$  por  $1,380\ 65X \times 10^{-23}$

## 1.7 TERMOMETRÍA DE RADIACIÓN HOY EN DÍA

### 1.7.1 MePK AT [Machin, 2012a]

El grupo de trabajo 5 del Comité Consultivo en Termometría, CCT WG 5, "Termometría de Radiación" desarrolla un documento para facilitar la aplicación de las medidas de temperatura termodinámica a temperaturas por encima del punto fijo de la plata ( $961.78\ ^\circ\text{C}$ ), el MePK-HT. En dicho documento se proponen tres métodos de medición de temperatura termodinámicas, todos ellos basados en radiometría espectral. Para hacer estas técnicas más accesibles para la comunidad termometría más amplia, cada uno de estos métodos se describen en detalle en un documento que acompañará la MeP-K.

La ecuación básica para la termometría radiométrica espectral primaria es la ley de Planck, que describe la radiación electromagnética emitida por un cuerpo negro en equilibrio térmico a una temperatura definida [Planck, 1901].

Los métodos de termometría de radiación primaria se pueden dividir en dos grupos: termometría de radiación primaria absoluta y termometría de radiación primaria relativa.

La termometría de radiación primaria absoluta mide directamente temperaturas termodinámicas en términos de la definición de la unidad base, el kelvin, es decir, a partir del valor numérico determinado de la constante de Boltzmann. No hace referencia a ningún punto fijo de temperatura ( $n = 0$ ,  $n =$  número de puntos) y el resto de parámetros especificados en la ecuación de estado se miden o son determinados.

La termometría de radiación primaria relativa mide temperaturas termodinámicas indirectamente, usando una ecuación de estado determinada, con uno o más valores de sus parámetros clave determinados a partir de puntos fijos de temperatura ( $n > 0$ ), para el que

los valores de la temperatura termodinámica  $T$  y sus incertidumbres son conocidos a priori a partir de métodos de termometría primaria absoluta o relativa

#### 1.7.1.1 Termometría de radiación primaria absoluta ( $n=0$ )

La termometría de radiación primaria absoluta requiere una determinación exacta de la potencia óptica, emitida en una banda espectral conocida por unidad de superficie y el ángulo sólido conocido, por una cavidad isotérmica de emisividad conocida. La medida de la potencia requiere un radiómetro, consistente en un detector y un filtro espectral, cuya respuesta espectral absoluta resulta conocida. El sistema óptico incluye típicamente dos aberturas circulares co-alineadas, separadas por una distancia conocida para definir el ángulo sólido, y puede incluir adicionalmente lentes o espejos. El índice de refracción del medio en el que se realiza la medición también debe ser conocido. Todas las mediciones de las cantidades en cuestión deben ser trazables a las unidades correspondientes al SI, en particular, el vatio y el metro.

Incertidumbres en torno al 0,1 K ( $k = 1$ ) a 2.800 K podrían ser alcanzables empleando la termometría de radiación primaria absoluta. Este método se describe con más detalle en el siguiente capítulo.

#### 1.7.1.2 Termometría de radiación primaria relativa ( $n \geq 1$ )

Para la termometría de radiación primaria relativa no se requiere la respuesta espectral absoluta del radiómetro, ni tampoco la determinación del factor geométrico que define el ángulo sólido. En su lugar, se mide la potencia óptica en relación con las mediciones de potencia óptica de uno o más puntos fijos en configuración de cuerpo negro, cada uno con una temperatura termodinámica conocida.

Se requieren valores de puntos fijos para implementar este enfoque. Uno o más de los puntos fijos podrían ser los de la corriente Escala Internacional de Temperatura de 1990, EIT-90 (Ag, Au o Cu), pero basada en los valores más recientes de temperaturas termodinámicas recomendadas.

La ecuación de medida de la señal del radiómetro,  $S(T)$ , es la siguiente:

$$S(T) = G \int_0^{\infty} \varepsilon(\lambda, T) R(\lambda) L_b(\lambda, T) d\lambda \quad (1.13)$$

Los terminus de la ecuación son:  $G$ , un factor geométrico,  $\varepsilon(\lambda, T)$ , la emisividad del cuerpo negro,  $R(\lambda)$ , la responsividad espectral,  $L_b(\lambda, T)$ , la función de Planck (radiancia espectral) y  $T$ , la temperatura termodinámica.

Otros puntos fijos que podrían utilizarse son los puntos fijos de alta temperatura (HTFP) cuyas temperaturas son asignados por radiometría primaria como los que se muestran en la tabla 1.1.

Debido a la integral que hay que realizar a lo largo del rango espectral a lo largo del ancho de banda finito del radiómetro, la ecuación 1.1 no es adecuada para métodos de interpolación o ajuste por mínimos cuadrados ( $n > 1$ ). Para superar esta dificultad, la señal del radiómetro debe ser aproximado por una ecuación analítica con un número de parámetros ajustables, un modelo matemático para predecir la cantidad de radiación

térmica, el flujo radiométrico o potencia radiométrica emitida por un cuerpo negro perfecto o recibida por un detector de radiación térmica.

Se recomienda emplear para este propósito la versión de Planck de la ecuación de Sakuma-Hattori, ecuación 1.14, la cual implica sólo una pequeña aproximación para anchos de banda estrechos [Sakuma, 1997].

$$S(T_R) = \frac{C}{\exp\left(\frac{c'_2}{AT_R + B}\right)} \quad (1.14)$$

Donde  $c'_2 = \frac{c_2}{n} = \frac{hc}{kn}$ ,  $k$  es la constante de Boltzmann,  $h$  es la constante de Planck,  $c$  es la velocidad de la luz en el vacío  $n$  es el índice de refracción del gas en el camino óptico,  $A$ ,  $B$  y  $C$  están relacionados con la responsividad del radiómetro,  $R(\lambda)$ , and  $T_R$  es la temperatura de radiancia de la fuente

La interpolación y la extrapolación se simplifican en gran medida con el uso de una aproximación paramétrica bien entendida de la expresión integral de la potencia óptica que elimina la necesidad de resolver iterativamente la ecuación integral que describe la potencia óptica medida.

La termometría radiométrica primaria relativa proporciona incertidumbres que son sólo ligeramente superiores a las asociadas a la termometría radiométrica primaria absoluta.

Hay cuatro enfoques reconocibles a la termometría primaria relativa en función del número de puntos fijos empleados:

#### 1.7.1.2.1 Extrapolación empleando un punto fijo

Este esquema  $n = 1$  es equivalente a la EITS-90, pero utiliza una temperatura termodinámica conocida de un punto fijo (así como el conocimiento de la respuesta espectral relativa) para extrapolar a otras temperaturas termodinámicas. Sin embargo, la elección del punto fijo no está restringida a los puntos Ag, Au o Cu, como en la EIT-90. La incertidumbre asociada a la temperatura termodinámica del punto fijo debe ser tomada en cuenta en el análisis de la incertidumbre.

#### 1.7.1.2.2 Interpolación entre dos puntos fijos

Dos puntos fijos ( $n = 2$ ) son el mínimo requerido para la interpolación. Si los dos puntos fijos están tan alejados entre sí como sea posible (por ejemplo, el punto de Ag y el más alto HTFP disponible), el esquema combina un gran rango de operación con una incertidumbre muy baja. Algunas extrapolaciones más allá de los puntos de calibración también pueden ser aceptables. Por ejemplo, el esquema puede ser implementado en el intervalo de aproximadamente 1.000 K a 3.300 K. Sólo se requiere un conocimiento profundo de la función de respuesta espectral relativa. Las incertidumbres asociadas con la interpolación y la extrapolación dependerán claramente de las temperaturas de los puntos de calibración utilizados y sus incertidumbres asociadas.

#### 1.7.1.2.3 Interpolation entre tres puntos fijos

Una opción alternativa es un esquema de interpolación de tres puntos ( $n = 3$ ) utilizando un punto fijo de metal puro y dos HTFPs, o bien tres HTFPs. Una ventaja de este enfoque es



que ya no es necesario el conocimiento de la función de respuesta espectral. Una desventaja es que la incertidumbre tiende a tener ligeras oscilaciones entre los puntos de interpolación. En este caso la extrapolación más allá de los puntos finales de interpolación no se recomienda debido al rápido aumento de la incertidumbre.

#### 1.7.1.2.4 Ajuste por mínimos cuadrados

El uso de más de tres puntos fijos permite realizar  $T_R$  por el ajuste de los pares  $(T_R, S)$  medidos correspondientes a la ecuación 1.14 mediante mínimos. Debido a que los componentes de la incertidumbre asociada a la calibración del radiómetro se reducen generalmente aproximadamente en un factor de  $\sqrt{n / 3}$ , donde  $n$  es el número de puntos fijos, la incertidumbre total se reduce a medida que el número de puntos fijos aumenta. Sin embargo, la incertidumbre asociada con la medición de la temperatura desconocido es el mismo que para el esquema de interpolación de tres puntos, por lo que la incertidumbre total puede no ser significativamente menor que la del esquema de tres puntos. Una ventaja particular es que la redundancia de HTFPs en un esquema de mínimos cuadrados proporciona seguridad adicional en la realización de temperaturas. De nuevo no se recomienda la extrapolación más allá de los puntos finales extremas.

La Figura 1.2 muestra las incertidumbres obtenidos con cada uno de estos métodos con el mismo pirómetro lineal IKE LP2 en el CEM [Martín, 2013]

# 1.8 MEDIDA DE LA TEMPERATURA DE RADIACIÓN: RADIACIÓN DEL CUERPO NEGRO, LEY DE PLANCK Y TEMPERATURA ABSOLUTA

## 1.8.1 Principios básicos sobre radiación térmica

### 1.8.1.1 Transferencia de calor

La transferencia de calor es una disciplina de la ingeniería térmica que se refiere a la generación, uso, conversión e intercambio de energía térmica y el calor entre sistemas físicos. La transferencia de calor se clasifica en diversos mecanismos, tales como la conducción térmica, de convección térmica, radiación térmica, y la transferencia de energía por cambios de fase. Dado que esta tesis se enmarca en el campo de la radiación y la materia de tratamiento térmico y la temperatura se comentó ya lo largo de este capítulo, a partir de ahora nos centraremos únicamente en el mecanismo de la radiación como método de intercambio de calor. [Lienhard, 2010].

### 1.8.1.2 Radiación térmica

La radiación térmica es la energía emitida en forma de ondas electromagnéticas por toda la materia que se encuentra a temperaturas por encima del cero absoluto. La radiación térmica se propaga sin la presencia de la materia a través del vacío del espacio.

La radiación térmica es un resultado directo de los movimientos aleatorios de átomos y moléculas. Dado que estos átomos y moléculas están compuestas de partículas cargadas (protones y electrones), su movimiento produce la emisión de radiación electromagnética, que lleva la energía fuera de la superficie.

La radiación térmica, generado y emitido por cada cuerpo caliente, ha sido la primera fuente de luz artificial en utilizarse cuando la luz del Sol no está disponible. El origen de la radiación térmica es el movimiento térmico de los módulos elementales cargadas de los que la materia está hecha. Las partículas con carga opuesta se mueven unas respecto de las otras formando antenas elementales, los llamados dipolos. Tales dipolos móviles emiten radiación electromagnética, llamada radiación térmica. A altas temperaturas, el ojo humano puede ver esta radiación térmica emitida en forma de luz [Hartmann, 2009].

## 1.8.2 La teoría cuántica de la radiación electromagnética

### 1.8.2.1 Teoría de los fotones

En 1905, Einstein hizo la propuesta radical de que la luz consistía en paquetes de energía llamados fotones. Cada fotón transporta energía. De acuerdo con esta interpretación cuántica, la radiación electromagnética se compone de partículas como paquetes discretos de energía llamados fotones o cuantos. Cada fotón tiene una energía  $E$  que sólo depende de la frecuencia de la radiación,  $\nu$ , y está dada por

$$E = h\nu = h\frac{c}{\lambda} \quad (1.15)$$

Dado que los fotones viajan a la velocidad de la luz, deben, según la teoría de la relatividad, tener masa cero; por lo tanto, su energía es totalmente cinética. Si un fotón existe, se mueve a la velocidad de la luz,  $c$ ; si deja de moverse con velocidad  $c$ , deja de existir. Para  $m_0 = 0$ , la relación relativista momento-energía se convierte en  $E = pc$ . Por lo tanto, cada fotón tiene un momento de:

$$p = \frac{E}{c} = \frac{h\nu}{c} = \frac{h}{\lambda} \quad (1.16)$$

Desde el punto de vista cuántico, un haz de energía electromagnética se compone de fotones que viajan a la velocidad  $c$ . La intensidad del haz será proporcional al número de fotones que viajan a la velocidad  $c$ . La intensidad del haz será proporcional al número de fotones que atraviesan una unidad de área por unidad de tiempo. Por lo tanto, si el haz es monocromática (de una frecuencia), la intensidad  $I$  vendrá dada por

$$I = (\text{energía del fotón}) \times \frac{\text{número de fotones}}{\text{área} \times \text{tiempo}} \quad (1.17)$$

Einstein hizo esta propuesta para tener en cuenta varios fenómenos inexplicables asociadas al efecto fotoeléctrico. Este es un proceso que implica la emisión de electrones de un metal cuando la luz incide en la superficie. [Gautreau, 1999]

### 1.8.2.2 Radiación electromagnética en equilibrio dentro de un recinto cerrado regular

La radiación electromagnética consta de una serie de fotones (que deben ser considerados como partículas indistinguibles) cuyas propiedades estadísticas dependerán de la temperatura absoluta  $T$  y en el volumen  $V$  de la caja en la que existen campos eléctricos y magnéticos. En esta situación, los fotones son absorbidos y emitidos de nuevo por las paredes continuamente. Debido a este mecanismo, la radiación, es decir, la cantidad total de fotones dentro del recinto, depende de la temperatura de las paredes.

El estado,  $s$ , de cada fotón puede ser estudiado por el módulo y la dirección de su cantidad de movimiento y por la dirección de polarización del campo eléctrico asociado al fotón. El campo de radiación existente en equilibrio térmico en el interior del recinto puede quedar absolutamente definido si se conoce el número medio de fotones,  $\bar{n}_e$ , en cada uno de los estados posibles. El resultado del cálculo de este número es la distribución de Planck:

$$\bar{n}_e = \frac{1}{e^{\beta \epsilon_s} - 1} \quad (1.18)$$

Donde  $\epsilon_s$  es la energía del fotón en el estado  $s$ .

Para ser más específicos con este resultado, el estado de cada fotón debe ser tomado en más detalle. Debido a que está relacionado con la radiación electromagnética, el campo eléctrico  $\epsilon$  satisface la ecuación de onda

$$\nabla^2 \epsilon = \frac{1}{c^2} \frac{\delta^2 \epsilon}{\delta t^2} \quad (1.19)$$

Esta ecuación se satisface con soluciones de la forma

$$\epsilon = A e^{i(\kappa \cdot r - \omega t)} = \epsilon_0(r) e^{-\omega t} \quad (1.20)$$

En la que  $A$  es cualquier constante, siempre que el vector de onda  $\kappa$  satisfaga la condición

$$\kappa = \frac{\omega}{c}, \quad \kappa \equiv |\kappa| \quad (1.21)$$

Si la onda electromagnética es considerado como cuantificada, entonces, el fotón asociado se describe como una partícula relativista de  $\varepsilon$  energía y momento  $p$  dado por las relaciones

$$\begin{cases} \varepsilon = \hbar\omega \\ p = \hbar\kappa \end{cases} \quad (1.22)$$

Dado que una onda electromagnética satisface la ecuación de Maxwell  $\nabla \cdot \varepsilon = 0$ , se deduce de la expresión 1.20 que  $\kappa \cdot \varepsilon = 0$ , es decir.,  $\varepsilon$  es transversal a la dirección de propagación determinado por el vector  $\kappa$ . Esto significa que, para cada  $\kappa$ , hay dos fotones posibles correspondientes a las dos posibles direcciones de polarización de campo eléctrico  $\varepsilon$ .

Solo se permiten ciertos valores discretos de  $\kappa$  dependiendo de las condiciones de contorno. Consideremos el recinto como un paralelepípedo con bordes de dimensiones  $l_x, l_y, l_z$ . Suponemos que la más pequeña de estas longitudes,  $l_i$  es tan larga que  $l_i \gg \lambda$  donde  $\lambda = 2\pi/\kappa$  es la longitud de onda más larga de importancia en la discusión. Entonces podemos desestimar efectos que ocurren cerca de las paredes del recipiente y podemos describir la situación en términos de ondas progresivas simples de la forma de la expresión 1.20. Para eliminar los efectos de la pared, sólo es necesario proceder mediante la imposición de las condiciones periódicas de contorno.

Consideremos  $f(\kappa)d^3\kappa$  = el número medio de fotones por unidad de volumen, con una dirección especificada de la polarización, cuyo vector se encuentra entre  $\kappa$  y  $\kappa + d\kappa$ . Existirán  $(2\pi)^{-3}d^2\kappa$  estados de fotones de este tipo por unidad de volumen. Cada uno de ellos tiene una energía  $\varepsilon = \hbar\omega = \hbar c\kappa$ . Dado que el número medio de fotones con un valor definido de  $\kappa$  en este rango viene dado por

$$f(\kappa)d^3\kappa = \frac{1}{e^{\beta\hbar\omega}-1} \frac{d^3\kappa}{(2\pi)^3} \quad (1.23)$$

Vamos a encontrar el número medio de fotones por unidad de volumen de las dos direcciones de polarización y con frecuencia angular en el rango entre  $\omega$  y  $\omega + d\omega$ . Esto consigue sumando la expresión 1.23 a lo largo de todo el volumen de espacio  $\kappa$  contenido dentro del recipiente esférico de radio  $\kappa = \omega/c$  y  $\kappa + d\kappa = (\omega + d\omega)/c$  y multiplicando por 2 para incluir ambas direcciones de polarización:

$$2f(\kappa)(4\pi\kappa^2 d\kappa) = \frac{8\pi}{(2\pi c)^3} \frac{\omega^2 d\omega}{e^{\beta\hbar\omega}-1} \quad (1.24)$$

Sea  $\bar{u}(\omega; T)d\omega$  la energía media por unidad de volumen de fotones de las dos direcciones de polarización en la gama de frecuencias entre  $\omega$  y  $\omega + d\omega$ . Dado que cada fotón de este tipo tiene una energía  $\hbar\omega$ , se obtiene

$$\bar{u}(\omega; T)d\omega = [2f(\kappa)(4\pi\kappa^2 d\kappa)](\hbar\omega) = \frac{8\pi\hbar}{c^3} f(\kappa)\omega^3 d\omega \quad (1.25)$$

○

$$\bar{u}(\omega; T)d\omega = \frac{\hbar}{\pi^2 c^3} \frac{\omega^3 d\omega}{e^{\beta\hbar\omega}-1} \quad (1.26)$$

Nótese que el parámetro adimensional del problema es la relación de energía de los fotones en energía térmica

$$\eta \equiv \beta \hbar \omega = \frac{\hbar \omega}{kT} \quad (1.27)$$

Por tanto, se puede expresar  $\bar{u}$  en terminus de  $\eta$  como

$$\bar{u}(\omega; T) d\omega = \frac{\hbar}{\pi^2 c^3} \left( \frac{kT}{\hbar} \right)^4 \frac{\eta^3 d\eta}{e^\eta - 1} \quad (1.28)$$

La densidad de energía media total  $\bar{u}_0$  en todas las frecuencias viene dada por

$$\bar{u}_0(T) = \int_0^\infty \bar{u}(T; \omega) d\omega \quad (1.29)$$

Por medio de la expresión 1.25 esto se convierte en

$$\bar{u}_0(T) = \frac{\hbar}{\pi^2 c^3} \left( \frac{kT}{\hbar} \right)^4 \int_0^\infty \frac{\eta^3 d\eta}{e^\eta - 1} = \frac{\pi^2}{15} \frac{(kT)^4}{(c\hbar)^3} \quad (1.30)$$

La integral definida aquí es sólo una constante. Por lo tanto se obtiene el resultado de que

$$\bar{u}_0(T) \propto T^4 \quad (1.31)$$

Esta expresión es la llamada ley de Stefan-Boltzman [Reif, 1965].

### 1.8.2.3 Radiación dentro de un recinto arbitrario

Considere un recinto como el de la Figura 1.3 que tiene una forma arbitraria y que puede contener varios cuerpos dentro de ella. Sus paredes pueden consistir en cualquier material y se mantienen a una temperatura absoluta  $T$ . Así pues, la caja actúa como un depósito de calor. A partir de argumentos generales de la termodinámica estadística se sabe que la situación de equilibrio de mayor probabilidad, o entropía, es aquella en la que la radiación, así como los cuerpos dentro de la caja, se caracterizan por poseer la misma temperatura  $T$ .

La naturaleza del campo de radiación existente a esta temperatura  $T$  dentro de la caja puede ser descrito en términos de  $f_\alpha(\boldsymbol{\kappa}, \boldsymbol{r}) d^3\boldsymbol{\kappa}$  = el número medio de fotones por unidad de volumen en el punto  $\boldsymbol{r}$ , con el vector de onda entre  $\boldsymbol{\kappa}$  y  $\boldsymbol{\kappa} + d\boldsymbol{\kappa}$  y con polarización especificada por el índice  $\alpha$ .

Se supone que las dimensiones de la caja son grandes en comparación con las longitudes de onda  $\lambda = 2\pi\kappa^{-1}$  de interés.

Si la caja está en equilibrio, se puede hacer de inmediato varias afirmaciones generales sobre  $f$ :

5.  $f$  es independiente de  $\boldsymbol{r}$ ; es decir, el campo de radiación es homogéneo.
6.  $f$  es independiente de la dirección de  $\boldsymbol{\kappa}$ , pero depende de  $|\boldsymbol{\kappa}|$ ; es decir, el campo de radiación es isotrópico.
7.  $f$  es independiente de la dirección de polarización de la radiación; es decir, el campo de radiación en el recinto no está polarizado.
8.  $f$  no depende de la forma ni volumen del recinto, ni en el material del que está hecho, ni de los organismos que puede contener.

Así llegamos al resultado de que en equilibrio térmico  $f_\alpha(\kappa)$  depende sólo de la temperatura  $T$  del recinto. En particular también se deduce que  $f$  es el mismo para una cavidad arbitraria como lo es para el paralelepípedo rectangular utilizado por simplicidad en la sección anterior.[Reif, 1965]

#### 1.8.2.4 Radiación emitida por un cuerpo a la temperatura $T$

El estudio de equilibrio térmico dentro de un recinto puede servir como una base para el estudio de la determinación de la radiación electromagnética emitida por un cuerpo que se mantiene a una temperatura absoluta. El cuerpo emite cierta cantidad de potencia o energía por unidad de tiempo,  $\phi_e(\omega)d\omega$  en el rango de frecuencia entre  $\omega$  y  $\omega + d\omega$ . Esto no es exactamente una situación de equilibrio; hay una transferencia de energía de radiación continua, un problema difícil de resolver. El método de enfoque consiste en la investigación de las condiciones que deben prevalecer para mantener en una situación de equilibrio de un cuerpo radiante dentro de un recinto que contiene radiación a esta temperatura  $T$ . Este problema se puede resolver con el argumento de "balance detallado": si el cuerpo debe permanecer en equilibrio, entonces cada proceso de emisión por el cuerpo debe ser equilibrado por un proceso inverso de absorción de la radiación incidente. La justificación del principio de equilibrio detallada se basa en la ecuación de Schrödinger de la mecánica cuántica y las ecuaciones de Maxwell de la teoría electromagnética, las leyes fundamentales de la física microscópica. La radiación incidente sobre el cuerpo en una situación de equilibrio se calcula fácilmente si se considera como un gas ideal de fotones.

La emisividad de un cuerpo radiante se puede definir como  $\phi_e(\kappa, \alpha)d\omega d\Omega =$  la potencia por unidad de área del cuerpo, emitida con polarización  $\alpha$  en un intervalo de aproximadamente  $\kappa$  (es decir, en un rango de frecuencia angular entre  $\omega$  y  $\omega + d\omega$ , y en el ángulo sólido  $d\Omega$  acerca de la dirección  $\kappa$ ). La emisividad depende de la naturaleza del cuerpo y de su temperatura.

Para describir el proceso de absorción de la radiación de un cuerpo, consideremos un flujo de radiación de polarización  $\alpha$  y con un vector de onda en un pequeño intervalo de aproximadamente  $\kappa'$  (es decir, con la frecuencia angular en el intervalo entre  $\omega$  y  $\omega + d\omega$  y propagar en una dirección dentro del rango del ángulo sólido  $d\Omega$  sobre  $\kappa'$ ). Supongamos que la radiación de este tipo es incidente sobre el cuerpo de modo que la potencia  $\phi_i(\kappa', \alpha)d\omega d\Omega$  es incidente por unidad de superficie del cuerpo. La capacidad de absorción es la fracción  $a(\kappa', \alpha)$  de esta radiación absorbida por el cuerpo. Por conservación de la energía, el resto de la potencia incidente se refleja entonces en varias direcciones si suponemos que el cuerpo sea suficientemente grueso como para que ninguna radiación incidente se transmita a través de él. La capacidad de absorción depende de la naturaleza del cuerpo y de su temperatura,  $T$ . Esto describe las propiedades del cuerpo como un absorbente de la radiación.

El cuerpo emite radiación y absorbe una fracción de la radiación incidente. En condiciones de equilibrio, donde la temperatura del cuerpo es la misma que la de su recinto, la energía del cuerpo debe permanecer sin cambios. Por lo tanto los procesos de emisión y absorción deben equilibrar de modo que **la energía radiada por el cuerpo es igual a la potencia absorbida por el mismo** para cualquier elemento particular de la zona del cuerpo, para cualquier dirección de polarización particular y para cualquier intervalo de frecuencias.

El principio del equilibrio detallado también se puede aplicar para estimar la radiación emitida por un cuerpo. En una unidad de área esta potencia de radiación del cuerpo  $\phi_i(\kappa, \alpha)$  es incidente por unidad de frecuencia y de ángulo sólido sobre el vector  $\kappa$ ; una fracción  $a(\kappa, \alpha)$  de esta es absorbida, el resto se refleja. El proceso inverso se produce con la misma probabilidad. En este proceso una cantidad de potencia  $\phi_e(-\kappa, \alpha)$  es emitida por esta zona del cuerpo por unidad de frecuencia y rango de ángulo sólido sobre la dirección  $-\kappa$ . Al equiparar las potencias involucradas en estos dos procesos, se obtiene

$$\phi_e(-\kappa, \alpha) = a(\kappa, \alpha)\phi_i(\kappa, \alpha) \quad (1.32)$$

$$\frac{\phi_e(-\kappa, \alpha)}{a(\kappa, \alpha)} = \phi_i(\kappa, \alpha) \quad (1.33)$$

Los valores en el lado izquierdo de la ecuación 1.33 dependen sólo de la naturaleza del cuerpo y de su temperatura. La potencia incidente, la cantidad en el lado derecho de la ecuación 1.33, depende solamente de la temperatura del campo de radiación de equilibrio dentro de la caja. Existe, por lo tanto, una relación muy estrecha entre la emisividad y la absorptividad de un cuerpo. "Un buen emisor de radiación es un buen absorbente de la radiación y viceversa" (declaración cualitativa de la "ley de Krichhoff").

Un caso particularmente simple surge si  $a(\kappa, \alpha) = 1$  para toda polarización, frecuencia y dirección de la radiación incidente. Un cuerpo que tiene esta propiedad es un absorbente perfecto de la radiación y se llama un "cuerpo negro". Para un cuerpo negro

$$\phi_e(-\kappa, \alpha) = \phi_i(\kappa, \alpha) \quad (1.34)$$

La mejor aproximación a un cuerpo negro es un pequeño agujero en la pared de un recinto. Cualquier radiación incidente sobre este orificio desde el exterior queda atrapada dentro de la caja con una probabilidad insignificante de escapar a través del agujero como resultado de varias reflexiones, por lo que puede ser considerado como un absorbente perfecto. La emisividad del agujero, es decir, el "derrame" de los fotones a través del orificio, es fácil de calcular en terminos del número medio  $f(\kappa)d^3\kappa$  de fotones por unidad de volumen y de una polarización dada  $c dt \cos \theta d^3\kappa$ ; fotones de este tipo golpean una unidad de área del cuerpo en el tiempo  $dt$ . Dado que cada fotón transporta  $\hbar\omega$  energía se obtiene  $\phi_i(\kappa, \alpha) d\omega d\Omega = (\hbar\omega)(c \cos \theta f(\kappa)d^3\kappa$  Expresando los componentes volumétricos  $d^3\kappa$  en coordenadas esféricas y empleando la relación  $\kappa = \omega/c$  se obtiene  $d^3\kappa = \kappa^2 d\kappa d\Omega = \frac{\omega^2}{c^2} d\omega d\Omega$ . Por lo tanto

$$\phi_i(\kappa, \alpha) = \frac{\hbar\omega^3}{c^2} f(\kappa) \cos \theta \quad (1.35)$$

Esto es independiente de la dirección de polarización  $\alpha$  ya que  $f$  no depende de esta, pero depende del ángulo  $\theta$  de la dirección de incidencia con respecto a la normal de la superficie, ver Figura 1.4. A partir de la expresión 1.33 uno para así obtener la potencia emitida por un cuerpo en la dirección  $\kappa' = -\kappa$

$$\phi_e(\kappa', \alpha) d\omega d\Omega = a(-\kappa', \alpha) \frac{\hbar\omega^3}{c^2} f(\kappa) \cos \theta d\omega d\Omega \quad (1.36)$$

Si el cuerpo absorbe isotrópicamente de modo que una  $a(-\kappa', \alpha)$  es independiente de la dirección  $\kappa'$  esto demuestra que la potencia emitida es proporcional a  $\cos \theta$ , donde  $\theta$  es el

ángulo entre la dirección de emisión y la normal de la superficie. Este resultado se conoce como la "Ley de Lambert".

Para encontrar la potencia total  $\phi_e(\omega)d\omega$  emitida por unidad de área en la gama de frecuencias entre  $\omega$  y  $\omega + d\omega$  para ambas direcciones de la polarización, la ecuación 1.36 debe integrarse sobre todas las posibles direcciones de emisión. Esto significa integrar sobre todos los ángulos sólidos en el rango de ángulo polar  $0 < \theta < \pi/2$  y rango de ángulo azimutal  $0 < \varphi < 2\pi$  y multiplique por 2 para incluir las dos direcciones de polarización. Dado que  $d\Omega = \sin \theta d\theta d\varphi$  y suponiendo por simplicidad que la absorptividad  $a = a(\omega)$  es independiente de la dirección y la polarización de la radiación incidente, se obtiene

$$\phi_e(\omega)d\omega = 2 \int_{\Omega} \phi_e(\kappa', \alpha)d\omega d\Omega = a(\omega) \frac{2\hbar\omega^3}{c^2} f(\kappa)d\omega \left( 2\pi \int_0^{\pi/2} \cos \theta \sin \theta d\theta \right) \quad (1.37)$$

○

$$\phi_e(\omega)d\omega = a(\omega) \frac{2\hbar\omega^3}{c^2} f(\kappa)d\omega \quad (1.38)$$

Aquí el lado derecho es proporcional a  $(\hbar\omega) f(\kappa) d^3k$ , es decir, la densidad de energía media de radiación  $\bar{u}(\omega)d\omega$  dentro de un recinto. Por lo tanto, puede expresarse explícitamente en términos de  $\bar{u}(\omega)$  mediante la expresión 1.35 para producir el resultado simple

$$\phi_e(\omega)d\omega = a(\omega) \left[ \frac{1}{4} c \bar{u}(\omega) d\omega \right] \quad (1.39)$$

Empleando la relación de equilibrio 1.22 para  $f(\kappa)$  o, de manera equivalente, la relación 1.29, se obtiene

$$\phi_e(\omega)d\omega = a(\omega) \frac{\hbar}{4\pi^2 c^2} \frac{\omega^3 d\omega}{e^{\beta\hbar\omega} - 1} \quad (1.40)$$

Para un cuerpo negro  $a(\omega) = 1$ , y esto se convierte en la famosa **ley de Planck** para la distribución espectral de la radiación del cuerpo negro.

La potencia total  $\phi_e^{(0)}$  emitida por unidad de superficie del cuerpo se obtiene mediante la integración de (1,40) sobre todas las frecuencias. Si un  $a(\omega)$  tiene un valor constante en el rango donde  $\phi_e(\omega)$  no es despreciable, entonces la integral es la misma que la encontrada en la obtención de la ecuación 1.30. De este modo se obtiene simplemente

$$\phi_e^{(0)} = a \left( \frac{1}{4} c \bar{u}_0 \right) = a(\sigma T^4) \quad (1.41)$$

Donde

$$\sigma \equiv \frac{\pi^2}{60} \frac{k^4}{c^2 \hbar^3} \quad (1.42)$$

La relación 1.41 es la denominada ley de Stefan-Boltzmann's y coeficiente  $\sigma$  es la constante de Stefan-Boltzmann. Su valor numerico es  $\sigma = 1.3806488 \times 10^{-23} \text{ J K}^{-1}$  [Reif, 1965]



## 1.9 PUNTOS FIJOS DE ALTA TEMPERATURA METAL-

### 1.9.1 Introducción

Los cuerpos negros de puntos fijos desempeñan un papel importante en la termometría radiación. Estas fiables y reproducibles fuentes de radiación son esenciales para llevar a cabo mediciones precisas.

Un cuerpo negro de punto fijo consiste en un crisol con una cavidad en configuración de cuerpo negro rodeada por el material del punto fijo, ver Figura 1.5. Durante la solidificación de una sustancia pura, la temperatura se mantiene estable hasta que todo el material se convierte en sólido y, si no se contamina con impurezas, esta temperatura de solidificación sigue siendo el mismo a lo largo del tiempo. La EIT-90 utiliza Ag, Au y Cu por encima de 960 °C, como puntos fijos de referencia. Por encima del punto de cobre (1084,62 °C) no se han encontrado sustancias puras adecuadas para ser utilizadas como un material de punto fijo.

Para reducir la incertidumbre de las temperaturas medidas por encima del punto de congelación del Cu, sería deseable disponer de una escala de interpolación para una nueva escala de temperatura en lugar de emplear el método de extrapolación utilizado en la EIT-90. Además, la escala de temperatura realizada por la EIT-90 es no única, porque están permitidos diferentes cuerpos negros de punto fijo como referencia. Por lo tanto, sería altamente deseable disponer de cuerpos negros de punto fijo de alta temperatura adicionales con alta reproducibilidad para implementar una futura escala de temperatura.

En 1996, el Comité Consultivo de Termometría (CCT) recomendó a los Institutos Nacionales de Metrología (INM) trabajar en el desarrollo de puntos fijos de alta temperatura por encima de 2300 K con una reproducibilidad mejor que 0,1 K [Preston-Thomas, 1990]. Existe una creciente necesidad de mayor precisión en la medida a altas temperaturas, por ejemplo, en la industria aeroespacial, nuclear, metalúrgica y de materiales. Debido a estos requisitos se han hecho varios intentos para construir puntos fijos de alta temperatura por encima del punto de cobre, que hasta hace poco era el punto fijo fiable de más alta temperatura [Woolliams, 2006].

Se han realizado estudios sobre los puntos fijos de metales puros tales como el punto de congelación de níquel (1728 K), el cobalto (1768 K), el hierro (1811 K), el paladio (1828 K), el platino (2041,3 K), el rodio (2236 K), el iridio (2719 K), el molibdeno (2895 K) y el tungsteno (3687 K) [Wark, 1999]. Todos ellos han sido recomendados como puntos de referencia secundarios por encima del punto de solidificación del cobre. Sin embargo, el problema de la construcción de estos puntos fijos es que el grafito no puede ser usado como el material del crisol, ya que se difundiría en el metal puro contaminándolo y modificando así la temperatura de transición. Para evitar este problema de contaminación se han utilizado crisoles de alúmina [Shaw, 1753]. Sin embargo, crisoles de alúmina son demasiado frágiles para su uso práctico a largo plazo y si se utiliza para la termometría de radiación tienen el problema intrínseco de poseer una emisividad muy inferior a la del grafito [Bedford, 2003], dando lugar a tener que aplicar grandes correcciones a la temperatura radiométrica.

Durante mucho tiempo el punto cobre parecía ser el límite superior de temperatura hasta que Yosiro Yamada del NMIJ en Japón concibió y desarrolló los puntos fijos eutécticos metal-carbono.[Yamada, 2002].

## 1.9.2 Sistemas de mezclas eutécticas binarias

Una fase en un material, en términos microestructurales, es una región que es diferente de otra en estructura y / o en composición. Los diagramas de fase, como el mostrado en la Figura 1.6 son representaciones gráficas, a diferentes temperaturas, presiones y composiciones, de las fases presentes en un sistema. La mayoría de los diagramas de fase se han desarrollado utilizando condiciones de equilibrio, científicos e ingenieros las usan para entender y predecir el comportamiento de los materiales [Smith, 1993]. La gran cantidad de información que se puede obtener a partir de un diagrama de fase reside en que este:

- Muestra de las fases presentes en diferentes composiciones y temperaturas en condiciones de enfriamiento lento (equilibrio).
- Muestra la solubilidad en estado sólido y el equilibrio de un elemento, o un componente en otro.
- Muestra la temperatura de solidificación inicial ni el nivel de una aleación se enfría en condiciones de equilibrio.
- Muestra las temperaturas de fusión de las diferentes fases.

La regla de las fases de Gibbs fue propuesta por Josiah Willard Gibbs en su documento histórico titulado "Sobre el equilibrio de sustancias heterogéneas", publicada entre 1875 y 1878. Se basa en consideraciones termodinámicas y permite calcular el número de fases que coexisten en equilibrio para cualquier sistema [Gibbs, 1961]. La regla es la igualdad:

$$F + P = C + 2 \quad (1.43)$$

Donde  $F$  es el número de grados de libertad,  $C$  es el número de componentes y  $P$  es el número de fases en equilibrio termodinámico entre sí.

El número de grados de libertad es el número de variables intensivas independientes; es decir, el mayor número de propiedades tales como la temperatura o la presión que se pueden variar de forma simultánea y arbitrariamente sin afectar a la otra. Un ejemplo de sistema de un componente es un sistema que implica un producto químico puro, mientras que los sistemas de dos componentes, tales como mezclas de agua y etanol, tienen dos componentes químicamente independientes, y así sucesivamente.

Muchos sistemas de aleaciones binarias tienen componentes con una solubilidad limitada en estado sólido. Las regiones con solubilidad restringida en cada lado del diagrama están designados como fases alfa y beta y se conocen como soluciones sólidas de terminales debido a que aparecen en los extremos del diagrama. En este tipo de sistemas binarios simples hay una composición específica conocida como la composición eutéctica que solidifica a la temperatura más baja, la temperatura eutéctica. [Smith, 1993].

La palabra eutéctico proviene de los eutéctica *eutektos* que significa fácilmente fundible. Durante la reacción eutéctica existen tres fases y que están en equilibrio, mientras que la reacción eutéctica está progresando, la fase líquida está en equilibrio con las fases sólidas.

Los puntos eutécticos están formados en las aleaciones mediante una reacción de solidificación polifásica invariable:



En el punto eutéctico, hay tres fases presentes ( sólido  $\alpha$ , sólido  $\beta$  y líquido,  $Liq$ ), las dos fases sólidas crecen simultáneamente a partir de la fase líquida. La reacción eutéctica se llama reacción invariante porque tiene lugar en condiciones de equilibrio; la composición de la aleación no se puede cambiar y, a presión constante, define una temperatura única. A presión constante, el punto eutéctico es fijo y no tiene grados de libertad. Esto se puede demostrar mediante regla de las fases de Gibbs, ecuación 1.44: hay tres fases y dos componentes; por lo tanto, hay 0 grados de libertad.

Independientemente de la composición de partida de la aleación, siempre habrá fenómenos de fusión y congelación a esta temperatura eutéctica.

En una aleación real a menudo hay algo de solubilidad en estado sólido de las dos especies; esto lleva a un diagrama de fases ligeramente más complicado. En los sistemas de M-C parte del carbono se disuelve en el metal. La reacción eutéctica se produce entre una fase rica en metal y carbono. Mientras se exceda la solubilidad del carbono sólido en el metal, se alcanzará la temperatura eutéctica.

Los diagramas de fase de los sistemas que tienen reacciones MC-C son más complejos, pero la parte relacionada con el funcionamiento de la transición eutéctica es que para el sistema M-C. En estos casos, la reacción eutéctica se produce entre un compuesto de carburo de metal y carbono puro.

### 1.9.3 Cuerpos negros de puntos fijos Metal-Carbono

Los puntos fijos eutécticos metal-carbono (MC), de metal-carburo de carbono (MC-C) y peritéticos carbono metal de carburo M (C) -C permiten el uso de los crisoles de grafito como el que se muestra en la Figura 1.7. Estos nuevos puntos fijos se basan en el uso de metales que tienen una reacción eutéctica con el carbono, la aleación eutéctica resultante es el material de punto fijo. El uso de tales materiales evita el problema de la contaminación cuando se utilizan crisoles de grafito, porque el grafito es uno de sus componentes, y por lo tanto este hecho permite el uso de grafito para la construcción de los crisoles de alta temperatura. Las ventajas del uso de crisoles de grafito son su mejor robustez y más alta emisividad en comparación con los crisoles de alúmina. Además, hay una ventaja intrínseca significativa mediante el uso de MC puntos fijos en crisoles de grafito. En primer lugar, la temperatura de transición eutéctica MC es independiente de la cantidad de carbono presente en la aleación, siempre que se excede la solubilidad de carbono sólido en el metal. Incluso esta última condición no es necesaria si se realiza en un crisol de grafito ya que el metal se disuelve de grafito procedente del propio crisol hasta que se alcanza la composición eutéctica. Del mismo modo, cuando la concentración de carbono en la aleación es hipereutéctica (es decir, una concentración demasiado alta de grafito para estar a la composición eutéctica), se formará grafito primero (es decir, se precipitará) durante la congelación hasta que el líquido restante llega a la composición eutéctica lo largo de la línea liquidus. El grafito precipitado no tiene ningún efecto en la temperatura de transición medida. Eutécticos binarios se forman a partir de dos materiales que han limitado la solubilidad sólida en los demás [Castro, 2011a].



# CAPÍTULO 2 ESTADO DEL ARTE EN RADIOMETRÍA PRIMARIA ABSOLUTA PARA TERMOMETRÍA

## 2.1 PRINCIPIOS BÁSICOS DE TERMOMETRÍA RADIOMÉTRICA PRIMARIA [MACHIN, 2012A]

La determinación de las temperaturas termodinámicas mediante termometría radiométrica (espectral) primaria absoluta requiere de lo siguiente:

- Un cuerpo negro de emisividad espectral conocida (y alta).
- La medida de la radiación espectral del cuerpo negro trazable a las unidades del SI.

La termometría radiométrica primaria se basa directamente en la ecuación de Planck (2.1). La radiancia espectral de un cuerpo negro ideal,  $L_{b,\lambda}(\lambda, T)$ , que es la potencia emitida por unidad de área por ángulo sólido, viene dada por la ley de Planck:

$$L_{b,\lambda}(\lambda, T) = \left(\frac{2hc^2}{\lambda^5}\right) \frac{1}{\exp\left(\frac{hc}{\lambda kT}\right) - 1} \quad (2.1)$$

Donde  $T$  es la temperatura termodinámica,  $k$  es la constante de Boltzmann,  $h$  es la constante de Planck,  $c$  es la velocidad de la luz en el vacío, y  $\lambda$  es la longitud de onda en vacío. La unidad de la radiación espectral es  $\text{W m}^{-2}\text{sr}^{-1} \text{nm}^{-1}$ .

La potencia espectral se determina mediante el uso de un detector de respuesta espectral conocida en una banda de longitud de onda particular y en un ángulo sólido definido.

Son posibles diferentes implementaciones prácticas de termometría radiométrica primaria absoluta pero todos requieren la siguiente infraestructura común de calibración:

- Por lo general, un detector en configuración de trampa calibrado en distintas longitudes de onda de un láser o monocromador; se utiliza un detector como referencia, cuya respuesta espectral se deriva de un radiómetro criogénico de sustitución eléctrica y una escala continua de responsividad espectral a la potencia, obtenido por interpolación con un modelo físico. Esto proporciona trazabilidad al vacío.
- Montaje experimental para la calibración de la respuesta espectral del radiómetro de filtro por comparación con el detector de trampa. Esto requiere una fuente monocromática, sintonizable en todo el ancho de banda del filtro del radiómetro, que se logra a menudo mediante el uso de un láser sintonizable que ilumina una esfera de integradora o, alternativamente, una fuente basada en monocromador. La determinación de longitud de onda del láser, o la calibración de la escala de longitud de onda del monocromador, proporciona trazabilidad hasta el metro. Para una calibración en responsividad espectral radiancia, la fuente debe ser también lambertiana

- Diseño experimental con dos aperturas de precisión circulares con diámetro y separación conocidos para realizar la calibración de la responsividad a la radiancia. Las áreas de estas aberturas y su distancia de separación proporcionan trazabilidad al metro.

## 2.2 RADIÓMETROS DE FILTRO

En principio, hay una serie de implementaciones diferentes del radiómetro filtro, pero en la práctica un radiómetro de filtro, como se puede ver en la Figura 2.1, está compuesto por un detector, un filtro espectralmente selectivo y un sistema óptico / geométrico con al menos una apertura; Además, para los sistemas con formación de imágenes, al menos una lente tiene que ser añadida. El filtro bloquea la mayoría de la luz entrante y sólo dejar pasar un corto rango espectral de longitudes de onda de alrededor de su valor nominal longitud de onda que se llama región de paso de banda del filtro. La gama de longitudes de onda que pasa es sólo de unos pocos nanómetros. Esto simplifica los cálculos ulteriores de las mediciones realizadas con el radiómetro.

La radiometría filtro es parte fundamental de la medición de la radiación óptica. Es la herramienta que proporciona el vínculo trazable desde el radiómetro criogénico hasta el "mundo real" de las fuentes policromaticas.

El radiómetro del filtro mide la potencia óptica emitida por una fuente dentro de una banda espectral particular y una geometría específica..

Los radiómetros de filtro se utilizan para medir la radiación de una fuente en configuración de cuerpo negro en una banda de longitud de onda particular. Esta medida, a través de la ley de Planck, determina temperatura de radiación del cuerpo negro y, por lo tanto, la salida espectral a todas ls longitudes de onda.

Como sistema de detector con filtro para la medida de la temperatura de una fuente de cuerpo negro, un radiómetro de filtro con sistema formación de imágenes es idéntico a un termómetro de radiación [filter-radiometría @ www.npl.co.uk].

## 2.3 MÉTODOS DE RADIOMETRÍA PRIMARIA ABSOLUTA PARA TERMOMETRÍA [MACHIN, 2012A]

Hay diferentes implementaciones prácticas de radiómetros primarios de banda espectral para la medida de la radiancia. Cada método implica un enfoque diferente para la realización de una escala termometría primaria. Los cuatro métodos más relevantes se resumen a continuación.

### 2.3.1 Métodos sin sistema de imagen

#### 2.3.1.1 El método de la potencia:

En este método el radiómetro está calibrado en responsividad espectral a la potencia,  $R_{\Phi}(\lambda)$ , y su fotocorriente es

$$i = \int R_{\Phi}(\lambda)\Phi_{\lambda}(\lambda)d\lambda \quad (2.2)$$

La responsividad a la potencia se determina por la calibración contra una fuente que no ilumina completamente el radiómetro. Para ser utilizado en termometría, el radiómetro tiene que encajar en un sistema geométrico, con dos aberturas para medir la radiación del cuerpo negro, véase la Figura 2.2. Para este método la uniformidad del detector es muy importante.

### 2.3.1.2 El método de la irradiancia

Si el radiómetro es calibrado para la capacidad de respuesta de la irradiancia espectral,  $R_E(\lambda)$ , la fotocorriente medida por el radiómetro es

$$i = \int R_E(\lambda)E_\lambda(\lambda)d\lambda \quad (2.3)$$

La responsividad espectral a la irradiancia del radiómetro de filtro montado con una apertura de precisión se determina frente a un detector de trampa de calibrado junto con una apertura de precisión calibrada, que define el área efectiva del detector trampa. Además, una irradiación uniforme tiene que ser producida a la entrada del radiómetro. En este método, la apertura está completamente irradiada por la fuente durante la calibración y el uso del radiómetro (véase la Figura 2.3).

## 2.3.2 Métodos con sistema de imagen

Los métodos de imagen suelen estar relacionados con la medida de fuentes de radiación (cuerpos negros) con un diámetro de apertura pequeño y que implican el uso de lentes de enfoque. Se crea una imagen dentro del radiómetro correspondiente al área de la fuente de interés.

### 2.3.2.1 El método híbrido

El método de la irradiancia se puede aplicar a cavidades de cuerpo negro más pequeños, mediante la introducción de una única lente, como se muestra en la Figura 2.4. La calibración se realiza generalmente por partes, con la responsividad irradiancia del radiómetro filtro y la transmitancia de la lente determinada por separado. Una vez más, se añade una apertura adicional a la lente para formar el sistema geométrico durante las mediciones de radiancia.

### 2.3.2.2 El método de la radiancia

Si se calibra el radiómetro en términos de responsividad espectral a la radiancia,  $R_L(\lambda)$  la fotocorriente medida por el radiómetro es

$$i = \int R_L(\lambda)L_\lambda(\lambda)d\lambda \quad (2.4)$$

La calibración de un sistema de este tipo es por comparación con una fuente de radiación conocida. El instrumento puede entonces determinar la radiación de cuerpo negro directamente. La configuración del radiómetro en este método es la misma tanto durante la calibración como en uso.

Dependiendo de las necesidades y limitaciones locales, cada laboratorio selecciona el mejor enfoque para radiometría des banda espectral con el fin de crear una escala de termometría primaria. En la tabla 2.1 se enumeran los métodos elegidos por los principales

laboratorios de todo el mundo para calcular las temperaturas termodinámicas absolutas de HTFPs, así como las incertidumbres alcanzadas, que se han publicado hasta la fecha.

## 2.4 JUSTIFICACIÓN DEL MÉTODO ELEGIDO POR EL CEM: EL MÉTODO DE LA RADIANCIA

Debido al limitado rendimiento de los hornos de alta temperatura disponibles, el gradiente de temperatura en la cavidad de calentamiento de los puntos fijos de alta temperatura es bastante grande. El correcto empleo de los puntos fijos, por otra parte, requiere una distribución de temperatura homogénea en toda la longitud de la celda del punto fijo para asegurar una fusión y solidificación homogéneas del material del punto fijo. En consecuencia, las células de punto fijo con pequeñas dimensiones son menos sensibles a los gradientes de temperatura dentro de una cavidad del horno y por lo tanto son ampliamente utilizados como puntos fijos de temperatura en termometría de radiación. [Anhalt, 2009].

Para estar lo más cerca posible al concepto teórico de cuerpo negro, con valores de emisividad cerca de la unidad, las cavidades de punto fijo deben tener pequeñas aberturas. Las dimensiones reducidas de células obligan a sus aberturas tener pequeñas dimensiones también, con diámetros comprendidos entre 3 mm y 6 mm; de hecho, las células del proyecto InK tienen 3 diámetros mm de abertura. La medición de las células con tales pequeñas aberturas requiere termómetros de radiación a base de lentes. Por lo tanto, el enfoque más directo de la termometría radiación absoluta es un radiómetro con sistema de enfoque diseñado apropiadamente basado en un radiómetro filtro con detector de silicio.

En esta situación, existen dos posibilidades para el CEM: el uso de un termómetro de radiación comercial (LP2), propiedad de la CEM y/o el desarrollo de un radiómetro filtro no comercial. Si se utiliza LP2, la calibración absoluta responsividad radiancia espectral tiene que ser hecha con el método de la radiancia debido a su diseño óptico complejo que incluye un telescopio y un Lyot stop.

En cuanto a los radiómetros de filtro no comerciales desarrolladas en el CEM, podrían ser diseñados y/o configurados para ser calibrados con el método de la irradiación o el método híbrido, pero hay una serie de inconvenientes y carencias que nos hizo descartar estos métodos tales como:

- La dificultad en la colocación de una apertura de precisión en la parte frontal del horno de alta temperatura y refrigerarla adecuadamente a fin de mantener la apertura de precisión a la misma temperatura que cuando se midió su diámetro.
- La ausencia en el CEM de cuerpos negros de gran apertura adecuados para ser medido en el horno Chino ®.
- El método de la irradiación podría ser un método fácil de aplicar en caso de que el laboratorio estuviera en posesión dos hornos de alta temperatura como, por ejemplo, en el caso del PTB, pero este método resulta complicado en un laboratorio que posea dos puntos fijos con diferentes diámetros de apertura, pero ambos deben ser medidos a la misma alta horno de temperatura como, por ejemplo, en el caso del NRC.



Además, los termómetros de radiación calibrados en el método de la radiancia han demostrado proporcionar las incertidumbres más bajas asociadas tanto a su calibración, así como para las mediciones de temperaturas termodinámicas realizadas con ellos, por lo que se decidió calibrar también los radiómetros no comerciales desarrolladas en el CEM, siguiendo el método de la radiancia también.

## 2.5 REALIZACIÓN Y DISEMINACIÓN DE TEMPERATURAS TERMODINÁMICAS POR ENCIMA DEL PUNTO DE LA PLATA EMPLEANDO EL MÉTODO DE LA RADIANCIA

### 2.5.1 Calibración absoluta de la radiancia espectral

La radiancia es el flujo de la energía radiante por unidad de ángulo sólido y por unidad de área proyectada por la superficie radiante. En unidades del SI, se expresa en vatios por metro cuadrado por estereorradián ( $W \cdot sr^{-1} \cdot m^{-2}$ ), ver Figura 2.6. Un radiómetro de filtro calibrado en responsividad absoluta a la radiancia puede medir la radiancia absoluta emitida por un cuerpo negro y, aplicando la ley de Planck, calcular su temperatura termodinámica. La calibración absoluta de un radiómetro de filtro en modo radiancia consiste en la medición de la corriente detectada por el radiómetro cuando está en frente de una fuente de radiación de radiancia conocida [Yoon, 2006].

La calibración del radiómetro filtro debe ser trazable a patrones primarios empleados para materializar las unidades de calibración: el vatio radiante y el metro.

Para obtener trazabilidad al vatio radiante, durante la calibración, la señal de la fuente de radiación se mide con el radiómetro de filtro y también con un patrón de transferencia denominado detector trampa. Para obtener trazabilidad al vatio radiante, el detector trampa está previamente calibrado contra un radiómetro criogénico de sustitución eléctrica, un patrón primario para la medición de potencia óptica radiante. El ángulo sólido de emisión de la fuente radiante se delimitado por dos aperturas de precisión. Una de ellas se coloca en la salida de la fuente de radiación y la otra en la entrada del detector trampa. La trazabilidad al metro se logra a partir de la calibración del diámetro de las aperturas y de la medición de la distancia entre ellas. En la Figura 2.7 se puede ver un esquema simplificado para la calibración de un radiómetro de filtro en responsividad absoluta a la radiancia.

Dado que los radiómetros de filtro y los patrones de transferencia no tienen la misma respuesta para todo el espectro de la radiación, la calibración deberá efectuarse en longitudes de onda discretas a través de la región de paso de banda del radiómetro y así determinar la capacidad de respuesta absoluta radiancia espectral para cada una de estas longitudes de onda. En unidades del SI, radiancia espectral se mide en vatios por metro cuadrado por estereorradián por nanómetro ( $W \cdot sr^{-1} \cdot m^{-2} \cdot nm^{-1}$ ). Esto significa que la fuente de radiación para la calibración absoluta del radiómetro de filtro debe ser monocromática. se pueden utilizar dos sistemas diferentes como fuentes monocromáticas: sistemas basados en láseres y sistemas basados en monocromadores.

La ley del coseno de Lambert dice que la intensidad radiante o intensidad luminosa observada desde una superficie o un radiador con capacidad de difusión ideal refleja

ideales es directamente proporcional al coseno del ángulo  $\theta$  entre la línea de visión del observador y la superficie normal [Fowles, 1975]. Se dice que una superficie es lambertiana cuando obedece a la ley de Lambert. Tal superficie tiene la misma luminosidad cuando se ve desde cualquier ángulo. Para simplificar los cálculos, la fuente de radiación para la calibración absoluta de radiómetros de filtro debe ser preferiblemente lambertiana.

La fuente de radiación para la calibración absoluta del radiómetro filtro debe ser una esfera integradora, un componente óptico que consta de una cavidad esférica hueca con su interior cubierto con un revestimiento reflectante difuso blanco, con pequeños agujeros como puertos de entrada y salida. Las esferas integradoras proporcionan radiación cuasi-lambertiana.

Para minimizar los errores experimentales, la calibración espectral se lleva a cabo normalmente en dos etapas, en primer lugar se determina la responsividad espectral relativa a lo largo del rango espectral determinado por el filtro del termómetro de radiación y luego se mide la calibración en responsividad absoluta a la radiancia espectral del instrumento por lo menos para una longitud de onda próxima a su longitud de onda central (CWL), en la zona más plana de la curva de respuesta espectral del radiómetro de filtro con el fin de reducir el efecto de la incertidumbre de la selección de longitud de onda.

Durante la calibración, la radiancia espectral calculada se compara con la fotocorriente generada en el termómetro de radiación para determinar la capacidad de respuesta absoluta a la radiancia espectral del termómetro de radiación de acuerdo con la siguiente ecuación [Mantilla, 2014]:

$$R_{RT}^L(\lambda) = G \frac{I_{ph,RT} R_{trap}^{\Phi}(\lambda_0)}{I_{ph,trap} A_{trap\_det}} R(\lambda) \quad (2.5)$$

En dicha ecuación,  $G$  es el factor geométrico:

$$G = \frac{2\pi r_1^2}{r_1^2 + r_2^2 + d^2 + \sqrt{(r_1^2 + r_2^2 + d^2)^2 - 4 \cdot r_1^2 \cdot r_2^2}} \quad (2.6)$$

Donde  $r_1$  corresponde al radio de la apertura de la esfera,  $r_2$  es el radio de la apertura del trap detector,  $d$  es la distancia entre las aperturas,  $I_{ph,RT}$  y  $I_{ph,trap}$  son las fotocorrientes obtenidos de la termómetro de radiación y el detector trampa, respectivamente, y  $R_{trap}^{\Phi}(\lambda_0)$  es la respuesta espectral del detector de trampa en la longitud de onda se realiza la calibración absoluta ( $\lambda_0$ ),  $A_{trap\_det}$  es el área de la apertura del detector, y  $R(\lambda)$  es la responsividad relativa del termómetro de radiación.

### 2.5.1.1 Determinación de la respuesta espectral absoluta del patrón de transferencia, trazabilidad al radiómetro criogénico [Zwinkels, 2010]

Uno de los principios básicos para la trazabilidad de todas las patrones de radiación óptica es el radiómetro criogénico. Se utiliza la técnica de sustitución eléctrica, en la que el calor producido por la potencia óptica incidente en una cavidad absorbente se compara con la potencia eléctrica requerida para calentar la cavidad a la misma temperatura.

El principio de funcionamiento de un radiómetro criogénico es el mismo que el de cualquier radiómetro de sustitución eléctrica pero con la ventaja de que la operar a temperaturas

bajas reduce todas las incertidumbres de los parámetros que limitan la exactitud por trabajar a temperatura ambiente

Dado que se necesita vacío en la cavidad radiación absorbente para trabajar a temperaturas tan bajas, es necesario colocar una ventana en la abertura de entrada de la cavidad y debido a que tales radiómetros utilizan normalmente radiación láser polarizada como fuente monocromática de radiación, requieren la medición de transmitancia de la ventana. Dicha ventana se coloca inclinada en el ángulo de Brewster respecto del camino óptico para minimizar la reflectancia. Sin embargo, hay excepciones noTablas a esta configuración; por ejemplo, en el NRC, el radiómetro se ha optimizado para el funcionamiento con un monocromador y los fotodiodos patrones de transferencia están contenidas dentro de la misma cámara de vacío, eliminando la necesidad de medidas de la transmisión de la ventana [Boivin, 1995].

El radiómetro criogénico mide la potencia radiante contenida dentro de un haz, nominalmente monocromático, de radiación. Se han reportado incertidumbres por debajo del 0,01% para mediciones de flujo radiante con este tipo de dispositivo.

También se han hecho esfuerzos para vincular la radiometría absoluta con la constante de Boltzmann mediante la medición de la radiación total (o exitancia) de un radiador de cavidad de cuerpo negro a la temperatura del punto triple del agua (conocida con exactitud por la definición de la kelvin) [Fox, 1990; Martin, 1998].

Los radiómetros criogénicos proporcionan una referencia para los patrones de transferencia, instrumentos más fáciles de utilizar, como los dispositivos basados en fotodiodos de silicio en configuración de trampa. Estas calibraciones de primer nivel pueden proporcionar incertidumbres expandidas tan bajas como 0,008% [Goebel, 1997]. Se han desarrollado modelos de eficiencia cuántica interna con el propósito de interpolar los resultados de la calibración entre las longitudes de onda de las líneas láser [Gentile, 1996; Kübarsepp, 2000; Werner, 2000]. Como resultado, la responsividad de los detectores trampa, y por tanto se puede determinar la eficiencia de conversión de fotones a electrones con incertidumbres expandidas de alrededor de 0,02% en condiciones óptimas [Werner, 2000; Campos, 2001].

### 2.5.1.2 Elementos de transferencia: detectores trampa

Los fotodiodos de silicio adecuados detectores de alta calidad de luz visible como convertidores de fotones a electrones. Son sensibles, su responsividad espacial es uniforme y la respuesta es lineal con respecto a la intensidad del flujo radiante. Los fotodiodos de silicio son también detectores rápidos y su responsividad deriva muy poco durante períodos prolongados de tiempo. La respuesta espectral de un fotodiodo de silicio puede ser modelado por [Zwinkels, 2010].

$$R(\lambda) = n \frac{e\lambda}{hc} [1 - \rho(\lambda)] [1 - \delta(\lambda)] \quad (2.7)$$

Donde  $n$  es el índice de refracción para longitudes de onda  $\lambda$  en el aire. Los factores de corrección están relacionados con la reflectancia  $\rho(\lambda)$  del detector y con las ganancias/pérdidas relativas  $\delta(\lambda)$  de los portadores de carga en el fotodiodo. El último

factor de corrección determina la eficiencia cuántica interna del fotodiodo mientras que la eficiencia cuántica externa también incluye pérdidas de fotones debido a la reflexión.

La responsividad,  $n \frac{e\lambda}{hc}$ , en la ecuación 2.7 se corresponde a un detector ideal, donde cada uno de los fotones entrantes produce un par electrón-hueco a medir en un circuito eléctrico externo. Este tipo de detector funcionaría como un par convertidor ideal de fotón a electrón con eficiencia de conversión próxima a la unidad.

En un fotodiodo real, la recombinación de los pares electrón-hueco reduce la capacidad de respuesta en comparación con un dispositivo ideal. En 1980, se publicaron una serie de documentos para determinar las pérdidas de recombinación en la interfaz Si-SiO<sub>2</sub> mediante técnicas de auto-calibración [Geist, 1980a, 1980b; Zalewski, 1980]. Cuando se combinaron con datos de reflectancia, estas medidas permitieron determinar la respuesta espectral  $R(\lambda)$  de los fotodiodos de silicio con una incertidumbre del 0,1% en las longitudes de onda mayores dentro del espectro visible [Geist, 1980].

Una manera conveniente de eliminar las pérdidas de reflexión especular es la de organizar varios fotodiodos en una configuración denominada de tipo trampa, donde la radiación reflejada por cada elemento es detectada por el siguiente (siendo insignificante la radiación que sale del dispositivo después de 5 reflexiones), y medir la fotocorriente combinado de todos los diodos. Véase la figura 2.9.

Los detectores de trampa son un estándar de transferencia radiométrica casi ideal capaces de transferir la escala absoluta de flujo radiante desde radiómetro criogénico hasta el usuario con una incertidumbre de menos del 0,02% en todo el espectro visible [Fox, 1990].

La propiedad más importante del detector de trampa es su próximo a la unidad eficiencia cuántica interna sin la necesidad de la aplicación de cualquier tensión de polarización inversa [Fox, 1991].

### 2.5.1.3 Calibración del diámetro de las aperturas y de la distancia

La trazabilidad al patrón nacional español del metro se logra calibrando el diámetro y la distancia entre las aperturas de precisión que conforman el ángulo sólido durante la calibración de la responsividad absoluta a la radiancia del radiómetro de filtro. Estos tres valores determinan el factor geométrico  $G$  de la expresión 2.5, calculado mediante la ecuación 2.6. Aunque los métodos de contacto podrían aplicarse si el palpador de medición toca ligeramente el borde de la apertura, los diámetros se determinan preferentemente utilizando métodos sin contacto.

La distancia entre las aperturas se puede medir con reglas de medir, barras de medir, calibres analógicos o digitales, micrómetros o cualquier otro dispositivo de medición de longitud calibrado y trazable al patrón nacional de longitud; Sin embargo, la interferometría es la mejor opción en cuanto a su baja incertidumbre asociada.

## 2.5.2 Caracterizaciones secundarias del radiómetro de filtro

La calibración en responsividad a la radiancia espectral del radiómetro de filtro es suficiente para calcular temperaturas termodinámicas. Sin embargo, para la completa determinación

del balance de incertidumbres asociado a esta medida, se deben realizar mediciones secundarias.

### 2.5.2.1 Uniformidad de la fuente de radiación

La esfera integradora utilizada para la calibración absoluta de la radiómetro de filtro se supone que es lambertiana y, por lo tanto, espacial y angularmente uniforme. Sin embargo, en la práctica, las esferas integradoras no son 100% uniforme. Su homogeneidad debe ser medida y añadida al balance de incertidumbres.

La homogeneidad espacial de la fuente de radiación se mide mediante el escaneo de la zona de medición del radiómetro de filtro a través de la apertura y el registro de la fotocorriente obtenida. El valor de no uniformidad de la fuente será la diferencia máxima observada, medida en porcentaje.

### 2.5.2.2 Transmisión fuera de banda

La transmisión fuera de la región de paso de banda de los filtros selectivos es varios órdenes de magnitud menor, pero no tiene valor cero exactamente. Una pequeña fracción de esta radiación fuera de banda pasa a través de filtro selectivo del radiómetro y es detectada por el fotodiodo de silicio. Esta es la llamada de transmisión fuera de banda (OOB). Por lo tanto, la señal medida con un radiómetro de filtro es la suma de la señal correspondiente a la región de paso de banda y la correspondiente a la región fuera de banda. Por otro lado, para la determinación de la temperatura absoluta de los HTFPs, sólo la región de paso de banda se tiene en cuenta. Por lo tanto, el porcentaje de la señal medida por el radiómetro filtro correspondiente a la transmisión OOB debe cuantificarse para aplicar correcciones a las temperaturas calculadas.

Out of band transmission is measured performing relative spectral responsivity calibrations of the filter radiometer in a wide wavelength range, from ultra violet range to the near infrared. For time saving reasons, the sampling step for this type of calibrations is several nanometers.

La de transmisión fuera de banda se mide mediante calibraciones de la respuesta espectral relativa del radiómetro de filtro en una amplio rango de longitudes de onda, desde el ultravioleta hasta el infrarrojo cercano. Por razones de ahorro de tiempo, el paso de muestreo para este tipo de calibraciones es de varios nanómetros.

### 2.5.2.3 Efecto del tamaño de la fuente

El efecto del tamaño de la fuente (SSE) cuantifica la influencia del entorno de la zona de medición en la señal del radiómetro o termómetro de radiación. El SSE es fruto de la difracción y la dispersión de la radiación y de las imperfecciones y las aberraciones ópticas dentro del sistema óptico de los termómetros de radiación, contribuyendo a la incertidumbre en las mediciones de temperatura [Hao, 2011; Lu, 2011].

El SSE de los termómetros de radiación se determina generalmente usando tanto métodos indirectos, utilizando un oscurecimiento central, como métodos directos, sin dicho oscurecimiento. Empleando el método indirecto, el SSE se calcula utilizando la siguiente ecuación [Dury, 2014]:

$$\sigma(d, d_0) = \frac{v(L,d) - v(L,d_0)}{v(L)} \quad (2.10)$$

Donde  $d$  es el diámetro de la fuente uniforme de radiación,  $d_0$  el diámetro del oscurecimiento central  $L$  la radiancia de la fuente. La señal medida cuando se observa la fuente no oscurecida es  $v(L)$ , La señal medida mientras se visualiza el oscurecimiento central con el diámetro de la fuente de radiancia,  $d$ , es  $v(L, d)$ , y la señal medida con el diámetro de la abertura variable en el diámetro de la obstrucción central,  $d_0$ , es  $v(L, d_0)$ . Si no existe radiación dispersa durante las medidas, entonces la señal  $v(L, d_0)$  debe ser igual a la señal medida con la fuente de radiancia apagada [Yoon, 2005].

El SSE es un factor de contribución al balance de incertidumbres asociado a la determinación de la temperatura absoluta, pero, si es suficientemente bajo, no habrá necesidad de hacer correcciones.

#### 2.5.2.4 Calibración del amplificador

El elemento sensible del radiómetro filtro, el fotodetector de silicio, genera una fotocorriente débil que debe ser amplificada antes de ser enviada al voltímetro digital (DVM) que se utiliza para medir la señal. La amplificación de la fotocorriente evita pérdidas de señal debido a la impedancia del cable de conexión y hace que dicha señal sea menos sensible a la influencia de la radiación electromagnética circundante. Las señales de entrada de fotocorriente típicas están en el rango del nanoamperio. El amplificador convierte esas fotocorrientes en voltios.

El amplificador requiere varios rangos de ganancia porque la intensidad de la fotocorriente obtenida alcanza diferentes niveles dependiendo de la intensidad de la fuente de radiación medida. Todas estas ganancias deben calibrarse con precisión suficiente para determinar la fotocorriente que corresponde a las lecturas en el DVM, que se emplearán para la conversión precisa de los voltios indicados por el DVM en los amperios generados por el fotodetector de silicio.

#### 2.5.2.5 Linealidad del radiómetro de filtro

Para la correcta determinación de las temperaturas termodinámicas a partir de la señal medida por un radiómetro de filtro, el instrumento debe tener un comportamiento lineal en todo su rango dinámico de trabajo. Esto implica que la relación entre la fotocorriente generada y la radiancia de la fuente debe permanecer hasta valores por encima de la temperatura más alta de operación, el punto fijo del Re-C [Saunders, 2011]. El amplificador es un componente importante del radiómetro del que depende en gran medida su linealidad, pero también la estabilidad del sistema óptico puede influir. Por lo tanto, es conveniente estudiar la linealidad radiómetro de filtro como un todo. Una de las diferentes técnicas existentes para medir la linealidad es método de adición de flujos [Sanders, 1972; Yoon, 2008]. En esta técnica, el radiómetro mide separadamente la señal a partir de dos fuentes de radiación diferentes con el mismo valor nominal radiancia,  $S_1$  y  $S_2$ , y después la señal de ambos simultáneamente,  $S_{1+2}$ . La linealidad del radiómetro de filtro, se puede expresar como,

$$Lin = \frac{S_{1+2} - dc}{S_1 - dc + S_2 - dc} \quad (2.12)$$

Donde  $dc$  es la corriente de oscuridad del radiómetro, la señal generada en ausencia de radiación. En un caso ideal, la linealidad debe ser 1. La no linealidad,  $NLin$  es la desviación del radiómetro filtro al comportamiento ideal

### 2.5.3 Determinación de la temperatura de radiación

Una vez que el radiómetro se calibra en responsividad absoluta a la radiancia espectral,  $R_{RT}^L(\lambda)$ ; pueden obtenerse temperaturas termodinámicas de puntos fijos a partir de los valores de fotocorriente medidos utilizando la expresión:

$$I_{ph} = \int R_{RT}^L(\lambda)L(\lambda,T)d\lambda \quad (2.14)$$

Donde  $I_{ph}$  es la fotocorriente medido en cada punto fijo y  $L(\lambda,T)$  es la radiancia espectral, calculada mediante la ley de Planck's a la temperatura  $T$ .

La temperatura termodinámica puede calcularse a partir de la ecuación 2.14 mediante dos procesos diferentes: el método iterativo y la aproximación de Sakuma-Hattori.

#### 2.5.3.1 Método iterativo

Un proceso iterativo es un algoritmo que implica el uso repetido de la misma fórmula o pasos. Típicamente, el proceso comienza con un valor de partida, que se introduce en la fórmula de iteración. El nuevo resultado se toma entonces como punto de partida y, a continuación, se introduce de nuevo en la fórmula. El proceso continúa repetidamente.

En este caso, una temperatura inicial aleatoria,  $T_0$ , se introduce en la ecuación de la ley de Planck's,  $L(\lambda,T) = \frac{c_1}{\lambda^2} \frac{1}{e^{\frac{c_2}{\lambda T}} - 1}$  y un valor de radiancia se calcula para cada una de las longitudes de onda de la región de paso de banda del radiómetro de filtro con el mismo paso de integración,  $\Delta\lambda$ , que se calibró el instrumento en responsividad espectral a la radiancia.

Después de esto, un método de integración numérica, tal como la regla de Simpson, se aplica para resolver la integral  $\int l(\lambda)S_{RT}^L(\lambda)d\lambda$  y estos valores obtenidos se comprueban en la expresión 2.14

Si  $T_0$  produce un error por debajo de la tolerancia establecida, este será el resultado del proceso iterativo y se le considerará como el valor de la temperatura termodinámica medida.

Si el error es mayor que la tolerancia,  $L(\lambda_c,T)$  se calcula a partir de la ecuación 2.14 para obtener una nueva temperatura,  $T_p$ , para repetir el proceso usando la expresión

$$T_p = \frac{c_2}{\lambda_c} \frac{1}{\log\left(\frac{c_1}{\lambda_c^5 L(\lambda_c,T)}\right) - 1} \quad (2.15)$$

El proceso se repite hasta que el valor de error está bajo el límite de tolerancia [Campos, 2013].

#### 2.5.3.2 Aproximación de Sakuma- [Saunders, 2003]

Alternativamente, la señal en la ecuación 2.14 puede aproximarse mediante una ecuación de interpolación algebraica en términos de varios parámetros ajustables. Ya que la termometría radiación está firmemente basada en la termodinámica a través de la ley de Planck, es posible desarrollar ecuaciones de interpolación no empíricas cuyos parámetros estén relacionados directamente con las características radiométricas del propio termómetro.

Para anchos de banda suficientemente estrechos una ecuación de interpolación está totalmente caracterizada por dos parámetros, la longitud de onda media,  $\lambda_0$ , y la varianza de la respuesta espectral,  $\sigma^2$ . Una forma de lograr esta caracterización, como fue sugerida por primera vez por Coates [Coates, 1977], y consiste en expandir la función de Planck como una serie de Taylor en torno a alguna longitud de onda,  $\lambda_0$ . Si se elige  $\lambda_0$  como la longitud de onda media de la respuesta espectral:

$$\lambda_0 = \frac{\int \lambda S_{RT}^L(\lambda) d\lambda}{\int S_{RT}^L d\lambda} \quad (2.16)$$

Utilizando la aproximación Wien a la ley de Planck la varianza se puede calcular como

$$\sigma^2 = \frac{\int (\lambda - \lambda_0)^2 S_{RT}^L(\lambda) d\lambda}{\int S_{RT}^L d\lambda} \quad (2.17)$$

La ecuación Sakuma-Hattori es una de esas ecuaciones de interpolación para termómetros de radiación que pueden ser generados eligiendo una forma funcional para la relación entre la longitud de onda efectiva y la temperatura [Sakuma, 1997]:

$$S = a_1 \exp\left(\frac{-c_2}{a_2 T + a_3}\right) \quad (2.18)$$

Donde:

$$a_1 = c_1 \int_0^\infty \frac{R_{RT}^L(\lambda)}{\lambda^5} d\lambda \quad (2.19)$$

$$a_2 = \lambda_0 \left[1 - 6 \left(\frac{\sigma}{\lambda_0}\right)^2\right] \quad (2.20)$$

$$a_3 = \frac{c_2}{2} \left(\frac{\sigma}{\lambda_0}\right)^2 \quad (2.21)$$

Para anchos de banda suficientemente estrechos la versión Planck de la ecuación Sakuma-Hattori se puede escribir como,

$$S = \frac{a_1}{\exp\left[c_2/\left(\lambda_0 \left(1 - \frac{6\sigma^2}{\lambda_0^2}\right) T + \frac{c_2\sigma^2}{2\lambda_0^2}\right)\right]^{-1}} \quad (2.22)$$

Una de las ventajas que esta ecuación tiene sobre la mayor parte de las otras ecuaciones de interpolación es que puede ser invertida para obtener  $T$  directamente en términos de  $S$ .



# CAPÍTULO 3 DISEÑOS Y MONTAJES EXPERIMENTALES

## 3.1 RADIANCÍMETRO CEM IO-CSIC

### 3.1.1 Requerimientos

Como se ha visto en el capítulo anterior, la calibración de la capacidad de respuesta absoluta a la radiancia de un radiómetro requiere una fuente de radiación lambertiana y monocromática, dos aperturas de precisión para determinar el factor geométrico y un patrón radiométrico de transferencia trazable a un radiómetro para medir la potencia óptica.

En las primeras etapas de esta investigación, los intentos iniciales para calibrar la responsividad absoluta a la radiancia de un termómetro patrón comercial fueron realizados con dos aperturas y un detector trampa del IO-CSIC. Una apertura se unió a la esfera y la otra al detector trampa. La distancia entre las aperturas se midió utilizando una barra de medición de precisión.

Este sistema resultó ser difícil de utilizar porque el reposicionamiento de los elementos ópticos entre las mediciones se realizó a ojo. En consecuencia, los resultados tuvieron una baja repetibilidad. Junto con esto, las incertidumbres relacionadas con la determinación de las áreas efectivas de ambas aperturas y su posición relativa también eran bastante grandes por lo que la incertidumbre asociada a la responsividad a la radiancia con esta configuración era inaceptable.

El equipo de trabajo pronto llegó a la conclusión de que, para mejorar la capacidad en termometría absoluta, era esencial desarrollar un nuevo estándar de referencia para la medición de la radiación emitida por la fuente de calibración. La solución propuesta fue desarrollar un nuevo dispositivo: el radiancímetro CEM IO-CSIC, un sistema fijo que contiene las dos aperturas de precisión y el patrón de transferencia con los requisitos fundamentales de ser compacto, geométrica y espectralmente estable con el tiempo, repetitivo y fácilmente calibrable con baja incertidumbres.

Para reducir las incertidumbres asociadas a la determinación de las áreas efectivas, se requerían nuevas aperturas de precisión. La estructura de los bordes es la característica más importante para asegurar que se puedan utilizar en la radiometría, han de garantizar una eficaz área óptica que sea independiente de la distribución angular de la radiación entrante. Para aperturas imperfectas, la radiación recogida después de la apertura depende en gran medida de la distancia entre la apertura y el detector. Para obtener una estructura de borde casi perfecta los bordes de la apertura deben ser tan afilados como sea posible, en el orden de 10 micras a 20 micras y tan pronunciados como sea posible. Este tipo de borde no es fácilmente obtenible [Hartmann, 2009].

Otro factor importante relacionado con el área de apertura es su redondez, el factor que más contribuye a la incertidumbre asociada a la calibración de las aperturas. Las aperturas de latón mecanizadas con diamante han demostrado para satisfacer los requisitos.

Dos aperturas de latón mecanizadas con diamante suministradas por Symons Mirror Technology Ltd. fueron adquiridas, una para ser colocado en la integración de la salida esfera con un diámetro nominal de 10 mm y otra con 3 mm de diámetro para limitar la radiación entrante al patrón de respuesta espectral. Aelio Arce de la división de longitud del CEM midió sus diámetros efectivos aplicando métodos imagen.

Para reducir la incertidumbre de calibración, el radiancímetro tenía que ser compacto y fácil de transportar para poder calibrar la distancia entre las aperturas con gran precisión una máquina de medición de tres ejes Mitutoyo ® Ultra Quick Vision, véanse las Figuras 3.7 y 3.8, antes y después de las calibraciones radiométricas para asegurar la distancia se mantuvo estable

Un sistema de control de la temperatura también se requiere para mantener las aperturas cerca de 20,5 °C, la temperatura a la que se realizan las calibraciones dimensionales y evitar cambios en la geometría entre calibraciones dimensionales y mediciones radiométricas.

Parala determinación de la radiancia de la fuente, se estimó oportuno colocar el radiancímetro justo en frente de la esfera radiante con ambos centros de las aperturas de precisión en el mismo eje óptico que el ángulo sólido de la radiancia de la esfera. El radiómetro filtro se colocaría detrás del radiancímetro a lo largo del mismo eje óptico. Durante el procedimiento de calibración, el detector de trampa tendría que ser separado manualmente de la estructura principal para medir la señal del radiómetro de filtro. Por lo tanto, se requiere un sistema de cinemático con alta repetibilidad que permita poner y quitar el detector de trampa de la trayectoria óptica.

### 3.1.2 Visión de conjunto del radiancímetro

Toda la estructura está montada en un raíl modelo PRL-12 proporcionada por Newport Corporation ®, ver Figura 3.1. Está hecho de aluminio anodizado mecanizado con precisión para una excelente linealidad y suave traslación.

Para la apertura de 10 mm, ha sido diseñada una caja refrigerada con una camisa de agua fabricada en aluminio anodizado. El soporte dispone de dos placas, también hechas de aluminio anodizado, para cubrir la abertura de precisión altamente reflectante y reducir la luz parásita durante las mediciones de radiancia. La temperatura se controla con un termistor y el punto de consigna del baño termostático que bombea el agua. El conjunto se ajusta para mantener la apertura en 20,5 °C.

El trap detector se ajusta al raíl mediante una base magnética cinemática de posicionamiento modelo M-BK-3 de Newport Corporation ®. Las bases cinemáticas permiten montar, quitar y reemplazar los componentes ópticos con una muy alta repetibilidad. Tres bolas de acero pulido en la parte inferior de la placa con un cono endurecido y la forma plana en la placa superior proporcionan un movimiento preciso en todo momento. Estas bases ahorran de tiempo en configuraciones donde los elementos de referencia, como el detector trampa, deben ser introducidos y retirados repetitivamente en una trayectoria óptica.

### 3.1.3 Diseño del detector trampa

En lo relativo a mediciones radiométricas, los detectores basados en fotodiodos de silicio son los patrones secundarios más comunes para la medición de la potencia óptica en el rango de longitudes de onda de 200 nm a 1000 nm. Los requisitos para un patrón de respuesta espectral ideal son:

- Una respuesta uniforme a través de su área activa.
- Alta relación señal a ruido.
- Buena linealidad.
- Constante de tiempo corta.
- Una respuesta espectral estable con el tiempo.
- Una respuesta espectral conocida de forma independiente y, preferentemente plana [Fox, 1991].

Todos estos requisitos se han tenido en cuenta durante el proceso de diseño del patrón de transferencia del CEM, un detector trampa denominado CEM-01 que contiene tres fotodiodos dispuestos de manera tal que la radiación entrante se refleja cinco veces entre las superficies de los fotodiodos. El detector debe tener espectral uniforme y responsividad espacial a través de su superficie.

Los fotodiodos elegidos para el CEM-01 son tres detectores de Hamamatsu ® modelo S1337-11 sin ventana y con áreas activas de 10 mm x 10 mm. Estos fotodiodos han demostrado tener una respuesta espectral lineal al menos entre 600 nm y 940 nm como se muestra en la Figura 3.2.

El contacto directo de la superficie activa del fotodetector con la humedad ambiente puede provocar derivas en su responsividad. Para evitar esto, el detector trampa será almacenado en un desecador en todo momento que no esté en uso.

Se puede formar condensación en la superficie del chip en ambientes sujetos a fluctuaciones bruscas de temperatura. Se espera que la camisa de agua del CEM-01 pueda evitar este tipo de fluctuaciones.

Estos tres fotodiodos se montarán en un soporte con una configuración trampa de luz, ver la Figura 3.3 y se conectarán eléctricamente en paralelo con una resistencia de conjunto de 0,6 GΩ.

El detector debe producir una corriente de oscuridad mínima. De acuerdo con las hojas de datos para los detectores de Hamamatsu ® S1337-11, es de esperar una corriente de oscuridad típica de 200 pA.

El cuerpo principal está mecanizado en aluminio anodizado. Tiene un diámetro exterior de 76 mm y una cavidad interna de 50 mm de diámetro. Dentro de sus paredes hay una camisa de agua y dos orificios para termistores de control de temperatura. La Figura 3.4 muestra una vista en sección simulada por ordenador del detector de trampa CEM-01.

CEM-01 ha sido diseñado centrado. Para facilitar los procedimientos de alineamiento, el centro de la apertura de la precisión y la entrada del soporte de detectores son coaxiales al

eje del cuerpo principal. Los tres fotodiodos Hamamatsu ® S1337-11 están conectados eléctricamente en paralelo a una conexión BNC hembra en la parte trasera del detector de trampa.

La Figura 3.5 muestra las piezas separadas del CEM-01 antes de ser ensambladas.

### 3.1.4 Caracterización del radiómetro

#### 3.1.4.1 Calibración absoluta del detector trampa frente al radiómetro criogénico del IO

La radiometría criogénica es la técnica más precisa disponible hoy en día que puede ser utilizado para materializar la escala de potencia óptica. Un radiómetro criogénico utiliza el principio de sustitución eléctrica que permite que la potencia radiante sea medida en unidades absolutas [Martin, 1985; Varpula, 1989; Hoyt, 1991].

La calibración de la respuesta absoluta del CEM-01 se realizó frente al radiómetro criogénico primario IO-CSIC. Se realizó a 647,1 nm usando un láser de iones de Kr modelo Innova I 301C fabricado por Coherent Inc. La potencia del láser utilizado en la calibración fue aproximadamente de 250  $\mu$ W. La responsividad absoluta medida se muestra en la tabla 3.1

Este valor se utilizará más tarde para la calibración respuesta espectral absoluta de los radiómetros de filtro en de 650 nm. Para longitudes de onda en el rango espectral de 600 nm a 700 nm, la responsividad del detector trampa se aproxima linealmente utilizando la expresión

$$S_{trap}^{\Phi}(\lambda) = \frac{n \lambda}{1.2395} \quad (3.1)$$

Donde  $n$  es la eficiencia cuántica del detector trampa y  $\lambda$  es la longitud de onda expresada en nanómetros.

#### 3.1.4.2 Uniformidad espacial

La uniformidad espacial del detector trampa se midió a lo largo del área de apertura de precisión a 647.1 nm usando un láser Kr estabilizado con un paso de 0,25 mm y un diámetro de spot de 200  $\mu$ m. Los resultados se muestran en la Figura 3.6; el valor numérico de la uniformidad espacial para el CEM-01 es 0,21%. Este valor se calcula a partir de la desviación estándar de los valores de medición dentro de un diámetro de 3 mm alrededor del centro de la apertura.

#### 3.1.4.3 Determinación del factor geométrico

Para una determinación precisa del factor geométrico  $\gamma$ , por lo tanto, para una correcta medición de la radiancia emitida por la esfera integradora, los siguientes parámetros deben permanecer estables:

- Los diámetros de las aperturas que forman la configuración de la geometría.
- La distancia entre las aperturas.
- El ángulo de cada apertura respecto al eje óptico.
- El desplazamiento perpendicular de las aperturas.

#### 3.1.4.3.1 Determinación del diámetro de las aperturas

El diámetro de las aperturas de precisión se mide en la división de longitud del CEM en una máquina de medición de tres ejes Mitutoyo ® Ultra Quick Vision trazable al metro.

Los diámetros se determinan mediante el sistema visual de la máquina Ultra Quick Vision, ver Figuras 3.7 y 3.8. La apertura se ilumina desde la parte inferior y una cámara, cuya posición se referencia al sistema de traslación XY de la máquina de medición, toma varias fotos a lo largo del borde de la apertura. Estas fotos son analizadas en un histograma de escala de grises, donde se cuentan los píxeles con el mismo valor de saturación. Los píxeles con un valor de gris medio camino entre el 100% negro y blanco 100% se considera que pertenecen al borde de la abertura. Siguiendo este procedimiento, se determinan 360 puntos a través de la abertura y se ajustan a una circunferencia por un proceso de ajuste por mínimos cuadrados. El diámetro de la circunferencia es el valor medido para el diámetro efectivo de las aperturas de precisión. El error de redondez es el factor asociado a esta medida que más contribuye por lo que es muy importante tener aperturas mecanizadas con gran precisión.

Los resultados de calibración se muestran en las tablas 3.2 y 3.3

#### 3.1.4.3.2 Alineamiento de las aperturas

Una vez calibrado, las aperturas se montan en el radiancemeter y se alinean mediante el uso de dos láseres coalineados entre sí y dispuestos uno en cada sentido.

#### 3.1.4.3.3 Alineamiento angular de las aperturas

The apertures are aligned to be parallel with each other and perpendicular to the optical axis by back reflecting a laser beam.

#### 3.1.4.3.4 Medida de la distancia

La máquina de medición de coordenadas Mitutoyo ® Ultra Quick Vision del área de longitud del CEM, que se muestra en la Figura 3.7, cuenta con un módulo de visión sin contacto y con un sistema de contacto basado en un palpador de activación por contacto TP-200 de la Revishaw ® que se muestra en la Figura 3.8. Ambos sistemas están referenciados a las escalas que la máquina tiene para cada eje. La sonda de activación por contacto tiene una punta de bola de rubí 3 mm de diámetro.

En primer lugar, la superficie de la apertura de 3 mm es tocada por la sonda en varios puntos. Las coordenadas de estos puntos son registrados por un paquete de software y se crea el plano de referencia. Del mismo modo, se miden varios puntos cerca del borde de la apertura de 10 mm. Finalmente algunos puntos se miden de nuevo cerca del borde de la apertura de 3 mm. Después de aplicar la corrección debida al radio de la sonda, el ángulo y la distancia entre las aperturas se determinan a partir de las coordenadas de los datos registrados. El ángulo entre las aberturas es menor de  $0,05^\circ$  y la distancia nominal, mostrada en la tabla 3.4 es de 107 mm.

Las principales fuentes de errores sistemáticos de estas medidas son las correspondientes a las escalas de los ejes y al diámetro de la bola del palpador. La determinación de estos

errores se lleva a cabo tomando medidas de un patrón de forma en la misma zona y en el mismo rango dimensional en el que la calibración se lleva a cabo. El patrón de forma es un estándar de longitud especial que consiste en una base rígida con un número de bloques patrón en su eje de simetría o eje neutro. Con esto, se verifica que el error combinado de las escalas y de la sonda es menor que el valor proporcionado por el fabricante y este valor se añade linealmente a la incertidumbre expandida.

El principio de medición de longitud por interferometría es la comparación de una longitud mecánica frente a una longitud de onda conocida de la luz. Esto se puede expresar en una ecuación simple:

$$l = (N + f)\lambda \quad (3.2)$$

donde  $l$  es la distancia medida,  $\lambda$  es la longitud de onda,  $N$  es un valor entero y  $f$  es un valor decimal ( $0 < f < 1$ ). Habitualmente los componentes ópticos están dispuestos de tal manera que las medidas de haz de luz exactamente el doble de la longitud requerida (es decir, es un sistema de doble paso), en cuyo caso las unidades de medida o franjas, son medias longitudes de onda.

$$l = (N + f)\frac{\lambda}{2} \quad (3.3)$$

Es decir, una franja de interferencia corresponde a una distancia o longitud igual a  $\lambda / 2$ . Mediante el uso de una fuente de luz de  $\lambda$  conocida, la medición de  $N$  y  $f$  conduce directamente a un valor de  $l$ . El patrón de forma se calibra en un comparador interferométrico CEM-TEK 1200 ®. Para determinar el diámetro de la punta de la bola de la sonda, se utiliza un bloque patrón de 10 mm. Este bloque está calibrado previamente por interferometría directa en un interferómetro de Twyman-Green.

La trazabilidad se logra calibrando ambos láseres, el del comparador interferométrico y el del interferómetro Twyman-Green, frente al patrón nacional español de la unidad de longitud del SI, el metro, un laser estabilizado He-Ne. El sistema consiste en una cavidad dentro de la cual hay un tubo de plasma y células de yodo. El tubo de plasma proporciona una ganancia sobre una región de frecuencia de alrededor de 1 GHz y la célula de yodo introduce una pérdida ya que existe una absorción coincidente con la transición de neón.

### 3.1.5 Problemas con el ángulo de aceptación de la trampa

Si los fotodiodos están conectados eléctricamente en paralelo y su corriente de corto circuito se mide en exposición a la radiación óptica, la responsividad  $R$  vendrá dada por

$$R(\lambda) = \frac{\varepsilon \times \lambda}{k} (1 - \prod_{i=1}^n \rho_i) \quad (3.4)$$

Donde  $\varepsilon$  es la eficiencia cuántica interna de los fotodiodos, suponiendo que es igual para todos ellos,  $\lambda$  es la longitud de onda,  $\rho_i$  es la reflectancia del fotodetector  $i$ , y  $n$  es el número de reflexiones que se producen dentro de la trampa. El número de reflexiones en un detector trampa típico es de cinco o seis, lo que significa que el porcentaje de luz incidente no absorbida es de menos del 0,5 % [Campos, 1998].

El detector debe ser lo suficientemente grande para ser llenado por el haz incidente; Por desgracia, se encontró en un análisis en 3D mediante software de ordenador que, para una distancia entre las aberturas de 110 mm, el haz secundario de la radiancia saliente de la esfera integradora crea una mancha más grande que el área de superficie activa de 10 mm X 10 mm de los fotodetectores. En consecuencia, una parte de la cuarta y quinta reflexiones del haz secundario se pierden; ya que no se absorben ni reflejan causando una pérdida de señal durante la calibración de la responsividad espectral a la radiancia.

Las Figuras 3.9 y 3.10 muestran los resultados de dicho análisis.

Estas pérdidas provocan una desviación en el comportamiento de la trampa entre su calibración en el modo de la potencia, que utiliza un pequeño rayo láser colimado y de pequeño diámetro y las mediciones de radiancia; en las que la capacidad de respuesta real de la trampa es ligeramente inferior a la esperada de ella calibración absoluta frente al radiómetro criogénico.

En un caso ideal, teniendo en cuenta una reflectancia del detector del 30%, no se absorbe un 0,34% de la radiación entrante en la trampa después de cinco absorciones-reflexiones. Según los cálculos, la trampa CEM-01 pierde un 0,41% en total.

Este problema podría resolverse mediante el aumento de la distancia entre las aperturas o disminuyendo el diámetro de la primera apertura, pero esto también reduciría la luz que entra en la trampa provocando una disminución en la fotocorriente generada.

Después de analizar todos estos aspectos se decidió seguir siendo la distancia entre las aberturas a 110 mm y aumentar la señal medida por la trampa en un 0,07%, la diferencia entre el caso ideal de un 0,31% no absorbido y el 0,41% calculado.

## 3.2 DISEÑO DE FIRA1 [HERNANZ, 2011]

Los termómetros de radiación comerciales tienen sus filtros interferenciales paralelos al fotodetector a lo largo de su camino óptico. Cuando se utiliza una fuente de láser para realizar la calibración de la respuesta espectral absoluta de dicho instrumento, aparecen franjas de interferencia en el espectro medido. Por lo tanto, los termómetros de radiación comerciales sólo pueden ser calibrados usando instalaciones basadas lámpara-monocromador no coherentes que proporcionan altas incertidumbres asociadas.

Para medir temperaturas absolutas con incertidumbres más bajas que la proporcionada por los termómetros de radiación, es necesario desarrollar radiómetros personalizados adecuados para calibraciones con láser. Esencialmente, esto significa tener un radiómetro filtro con su filtro óptico y su detector no paralelos.

El primer radiómetro diseñado por el CEM junto con el Instituto de Óptica del Consejo de Investigación Superior Español (CSIC), el radiómetro Filtro 1 (FiRa1), tenía un diseño simple que mostrado en la Figura 3.11: un radiómetro con sistema de imagen concebido para ser calibrado en el modo de radiancia, consistente en una lente de enfoque, un diafragma de campo, una lente de colimadora, un Lyot stop, un filtro interferencial de 650 nm no perpendicular al eje óptico, un fotodetector y un preamplificador. La lente de enfoque se encuentra en un telescopio y las partes restantes están montados en un cilindro con una

camisa de agua de refrigeración. El sistema de control de la temperatura reduce significativamente las derivas del radiómetro producidas por la sensibilidad del filtro interferencial y el preamplificador a la temperatura. Tanto el cilindro como el telescopio fueron mecanizados en aluminio anodizado negro. Los componentes situados dentro del cilindro, véase la Figura 3.12 se colocan en él en su distancia ideal calculado utilizando soportes hechos a medida para este fin.

### 3.2.1 Lente de enfoque

El sistema de imagen consistía en una lente de aumento 2:3 alojada en un telescopio. Teniendo en cuenta la posibilidad de medir fuentes con aperturas de diámetros nominales diferentes, entre 3 mm y 6 mm, el sistema de telescopio fue diseñado de tal manera que la lente de enfoque podrían ser desplazados a través del telescopio para enfocar. La lente elegida fue una lente biconvexa CVI Melles Griot ® con una distancia focal de 200 mm y 50 mm de diámetro.

### 3.2.2 Diafragma de campo

El diafragma de campo de FiRa1 es una apertura de precisión con un diámetro nominal de 3 mm. Se coloca en el plano donde la lente enfoca la imagen de origen.

### 3.2.3 Lente colimadora

Tras el diafragma de campo, una lente plano-convexa PLCX f50.0 de CVI Melles Griot ® con un diámetro de 25 mm se utiliza como lente colimadora en FiRa1. Esta lente hace imagen en el Lyot stop.

### 3.2.4 Lyot stop

El SSE es uno de las más componentes de la incertidumbre predominante en radiómetros con un diseño óptico simple. Se ha demostrado que la adición de una apertura tipo Lyot stop puede reducir significativamente el SSE de un radiómetro [Yoon, 2005]. FiRa1 tiene un Lyot stop de 1 mm de diámetro colocada a 50 mm de la lente de colimación, su distancia focal.

### 3.2.5 Filtro interferencial

FiRa1 utiliza un filtro de paso de banda modelo 10BPF10-650 de Newport Corporation, ® con una longitud de onda central (CWL) alrededor de 650 nm, con una transmitancia nominal de 60% en la longitud de onda máxima y una anchura de banda de 10 nm.

Si el filtro se coloca formando un pequeño ángulo respecto al eje óptico, todavía podrían producirse patrones de interferencia durante la calibración basada en láseres y ángulos grandes deforman la curva de transmitancia espectral del filtro moviendo el CWL, disminuyendo el pico transmitancia y el aumentando su ancho de banda.

Se realizó un estudio para determinar el mejor ángulo de inclinación para el filtro respecto del eje óptico. Un espectrofotómetro Lambda precisión 1050 de PerkinElmer ® se utilizó para este propósito.



El filtro de 650 nm se montó en una mesa de rotación y luego se colocó en el Lambda 1050 y se realizaron varios escaneos de 615 nm a 665 nm con un paso de integración de 0,5 nm a diferentes ángulos desde 0 °, normal al eje óptico, hasta 14 °. Los resultados se muestran en la Figura 3.13

Este estudio demostró claramente que el ángulo no puede ser superior a 4 °; de lo contrario, la transmitancia espectral del filtro va a cambiar aumentando el ancho de banda y disminuyendo demasiado la transmitancia.

En un estudio posterior, se realizaron escaneos de 630 nm a 670 nm con un paso de integración de 0,1 nm para ángulos entre 0 ° a 3 °. Tras el análisis de los resultados, se decidió elegir el valor de inclinación de 2 ° para el filtro interferencial. Por lo tanto, se diseñó un soporte de filtro con una inclinación de 2° respecto al plano normal a la trayectoria óptica en el interior del radiómetro. Los resultados se muestran en la Figura 3.14.

### 3.2.6 Fotodetector

Como elemento fotosensible, FiRa1 tiene un fotodiodo Hamamatsu ® S1336-44BQ con un área activa de 3,6 mm por 3,6 mm, una superficie suficiente para absorber el haz de luz colimado de 1 mm diámetro que pasa a través del Lyot stop. Este detector tiene una ventana de cuarzo para proteger la superficie sensible del polvo y la humedad, evitando un envejecimiento acelerado.

### 3.2.7 Preamplificador

La fotocorriente generada por el detector es bastante baja, de sólo unos pocos nanoamperios. Tal corriente es muy sensible a ruido electromagnético y a la impedancia del cable, por lo que se envía a un amplificador colocado justo detrás de él mediante un cable trenzado de unos 20 mm de largo, véase la Figura 3.15, para reducir las interferencias. La señal amplificada es menos sensible al ruido y a la impedancia del cable, por lo que puede ser enviado a un DVM para la medición usando cables de unos pocos metros de largo. El preamplificador de FiRa1 está hecho a medida, tiene dos rangos de ganancia de  $10^6$  A / V y  $10^7$  A / V, respectivamente, y se alimenta con una fuente de alimentación de 15 V.

El radiómetro FiRa1 se muestra en la Figura 3.16.

### 3.2.8 Problemas de funcionamiento de FiRa1

Para determinar la viabilidad de utilizar radiómetro filtro del CEM para medir la temperatura absoluta de HTFPs y sus incertidumbres relacionadas, las siguientes mediciones se realizaron en las instalaciones de termometría radiación NPL:

- NPL Co-C HTFP con una abertura de diámetro 3 mm utilizando un diafragma de campo de 3 mm y un filtro de 800 nm
- NPL Re-C HTFP con una abertura de 5 mm de diámetro usando un diafragma de campo de 1 mm y un filtro de 800 nm.

Para la medición del punto fijo del Co-C, la célula se introdujo en el horno Chino ® del NPL y FiRa1 fue alineado con la apertura de la celda del HTFP. FiRa1 se coloca aproximadamente a 500 mm de la abertura del punto fijo, la distancia focal de FiRa1, véase la Figura 3.17. La relación de ganancia seleccionada fue  $10^7$  V/A.

Una vez que el instrumento se alineó correctamente, se realizó un ciclo de fusión y solidificación del punto fijo del Co-C y la señal de FiRa1 registró. Los resultados, mostrados en la Figura 3.18, fueron bastante decepcionantes porque no se pudieron observar mesetas claramente. Aunque el radiómetro filtro estaba aparentemente bien alineado, los datos registrados se parecían más al perfil de horno que a un ciclo de fusión-solidificación de un punto fijo. Resultados similares se habían obtenido con FiRa1 en el CEM anteriormente.

El análisis de esta información llevó al personal del área de termometría del NPL, a sospechar sobre el tamaño de imagen de FiRa1 a su distancia focal nominal. Revisando sus especificaciones, se observó un error en el diseño de FiRa1: a 500 mm de distancia entre el objetivo y la lente de enfoque el tamaño del blanco es de 4,5 mm, 1,5 mm más grande que el diámetro de la cavidad de los puntos fijos, mm. Por lo tanto, la explicación de las lecturas anormales hechas con FiRa1 midiendo HTFPs fue que el radiómetro no sólo estaba midiendo el interior de la cavidad del cuerpo negro de las celdas de punto fijo, sino que su tamaño de blanco abarcaba también el entorno de la celda afectadas por el perfil de temperatura del horno. Con el fin de confirmar esta hipótesis, se preparó otra medición de un punto fijo de mayor diámetro empleando un diafragma de campo menor. Se realizaron cuatro ciclos, mostrados en la Figura 3.20 y esta vez los gráficos obtenidos con los datos registrados tenían la forma esperada.

Se concluyó que la sustitución del diafragma de campo podría resolver el problema de tamaño del blanco; Sin embargo, este cambio en la geometría del radiómetro afecta el rendimiento del sistema Lyot stop aumentando drásticamente el SSE del instrumento. Al mismo tiempo, la reducción del campo de visión reduce la señal medida por FiRa1 durante su calibración absoluta en responsividad a la radiancia con la consecuente reducción de la relación señal / ruido que afecta a la curva de respuesta espectral obtenida.

Se detectaron otros defectos de diseño en FiRa1 como:

- La lente de enfoque no era acromática y era una lente sencilla, una lente doble acromática podría proporcionar una SSE mucho más bajos.
- La lente de enfoque se sostiene en un telescopio fabricado en aluminio anodizado y tiene un diámetro pequeño, estas dos características combinadas generan un gran SSE cuando se emplea el filtro de 800 nm, porque en esta longitud de onda, el aluminio anodizado es altamente reflectante.
- La geometría óptica del radiómetro filtro se define por el diafragma de campo y el Lyot stop en lugar de quedar definido por la apertura de la lente de enfoque y el diafragma de campo.
- El sistema óptico no admite ajuste fino.
- El radiómetro de filtro es muy difícil alinear.

Tras el análisis de todas estas observaciones, se concluyó en dejar de trabajar con FiRa1 y diseñar un nuevo radiómetro a partir de cero, el radiómetro de filtro CEM número dos (FiRa2).

## 3.3 DISEÑO DE FIRa2 [DURY, 2013B]

Las deficiencias de diseño detectadas en FiRa1 lo descartan para la medición de HTFPs de  $\varnothing 3$  mm. La única oportunidad del CEM por participar en paquete de trabajo 1 del proyecto InK (WP1) fue la calibración absoluta del termómetro de radiación LP2. Aunque el LP2 es un dispositivo estable de alta calidad, con bajo SSE y baja no linealidad, sólo se puede calibrar en instalaciones basadas en sistema lámpara-monocromador que proporcionan incertidumbres de calibración más grandes que las instalaciones basadas en láseres. La incertidumbre asociada con la medida de las células HTFP con el LP2 son aproximadamente de 310 mK ( $k = 2$ ) en el punto de fusión de cobre, o alrededor de 1,1 K ( $k = 2$ ) en el punto de fusión del Re-C.

El CEM, en colaboración con el IO-CSIC, decidió desarrollar un nuevo radiómetro de filtro FiRa2 con el objetivo de reducir las incertidumbres alcanzados con el LP2 y superar los errores de diseño detectados en FiRa1.

Las etapas de diseño iniciales de FiRa2 comenzaron durante una estancia de tres meses en el NPL. Su diseño fue fuertemente influenciado por los sabios consejos proporcionados por Graham Machin y Dave Lowe de la división de estándares de temperatura y Emma Wooliams y Martin Dury del departamento de radiometría. Por lo tanto, el diseño FiRa2 se basa en radiómetro de filtro THOR del NPL que, a su vez, se basa en el AP1 del NIST y el pirómetro lineal LP3, especialmente en aquellos aspectos relacionados con la reducción del SSE.

### 3.3.1 Requerimientos de diseño de FiRa2

FiRa2 fue concebido exclusivamente para satisfacer las necesidades de medición HTFP por lo que no sería tan versátil como, por ejemplo, lo es un LP2. Esto permitió al equipo diseñar un instrumento sencillo centrado en mejorar la estabilidad de la geometría, teniendo en cuenta mantener el presupuesto lo más bajo posible. La Figura 3.21 muestra el prototipo CAD final a partir de la cual se desarrolló el radiómetro de filtro.

#### 3.3.1.1 Requerimientos de precisión

FiRa2 estaba destinado a ser un radiómetro de filtro de última generación, capaz de proporcionar la misma precisión que los más avanzados radiómetros de filtro de los laboratorios más prestigiosos de todo el mundo, como el NPL, el NIST o el PTB. El objetivo precisión para FiRa2 era el de lograr una incertidumbre expandida de 0,12%, lo que daría una incertidumbre radiométrica de 120 mK ( $k = 2$ ) en el punto de fusión del Cu y 600 mK ( $k = 2$ ) en el punto de fusión del Re-C.

#### 3.3.1.2 Requerimientos de la medida de las células de HTFPs

Dado que FiRa2 está diseñado exclusivamente para medir HTFPs para el WP1 del proyecto InK, los requisitos de rendimiento necesarios a tener en cuenta sólo son los relacionados con estas mediciones.

##### 3.3.1.2.1 Niveles de radiancia de las fuentes

Durante la fase de fusión, las células eutécticas Cu, Co-C, Pt-C y Re-C tendrán radiancias espectrales a 650 nm de  $\sim 0.95 \text{ W sr}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ nm}^{-1}$ ,  $\sim 11 \text{ W sr}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ nm}^{-1}$ ,

$\sim 189 \text{ W sr}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ nm}^{-1}$  y  $\sim 3600 \text{ W sr}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ nm}^{-1}$ , respectivamente. FiRa2 tiene que ser capaz de medir las radiancias a cada uno de estos niveles, lo que requerirá que su amplificador tenga un rango dinámico adecuado para cubrir estos niveles de radiancia.

#### 3.3.1.2.2 Estabilidad geométrica

FiRa2 también debería mantener su geometría dentro de un 0,01% entre la calibración y su uso (que será en frente de un horno a temperaturas de alrededor de 2.800 K).

#### 3.3.1.2.3 Geometría de la fuente y del horno

La fuente a medir es la abertura de la cavidad con las células HTFP, y tiene un diámetro de 3 mm. Las células tendrán 50 mm de largo y un diámetro exterior de 24 mm. Las mediciones eutécticas del WP1 se llevarán a cabo utilizando un horno modelo Chino ® IR-80. La apertura de la célula se situará aproximadamente a 250 mm de la parte frontal del horno Chino ®. El campo de visión del instrumento debe ser capaz de ver la apertura. Un instrumento con sistema de visualización de distancia focal 500 mm es capaz de ver la apertura sin obstrucciones.

#### 3.3.1.2.4 Opciones de alineamiento

Con el fin de ser dispositivo un fácil de alinear y a la vez mantener su diseño simple, el filtro y el detector de FiRa2 se montarán en un tubo y el sistema de alineamiento consistirá en un láser colocado en el extremo de la trayectoria óptica de FiRa2 en sentido inverso mediante la sustitución del tubo de soporte del filtro y detector por otro tubo con el láser montado en su interior.

#### 3.3.1.2.5 Efecto del tamaño de la fuente

Al basar FiRa2 en los diseños de NPL's THOR, el TRT del NIST y el LP3, el SSE podría reducirse hasta el punto de que él y la incertidumbre asociada a su medición resulten insignificantes.

#### 3.3.1.2.6 Dimensiones

FiRa2 debe ser lo más compacto posible para mantener su presupuesto bajo reduciendo así sus costes de fabricación y para que resulte fácil de transportar de las instalaciones de calibración radiométrica en el IO-CSIC hasta las instalaciones de medición de HTFPs en elCEM (Estos laboratorios están separadas por unos 25 km ).

FiRa2 se montará en posicionador vertical Melles Griot ® de alta carga que soporta un peso máximo de 30 kg, valor que se utilizaba como el límite superior para el peso de FiRa2.

#### 3.3.1.2.7 Estabilización de la temperatura

Los laboratorios de calibración radiométrica en el IO-CSIC y el laboratorio temperatura de radiación del CEM mantienen su temperatura estabilizada dentro de  $(23 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$ . Los filtros interferenciales son muy sensibles a la temperatura ambiente y requieren un equipo adicional para controlar y mantener su temperatura.

Los sistemas de enfriamiento termoeléctrico (TEC) basados en el efecto Peltier se usan habitualmente para mejorar el control de la temperatura; Sin embargo, se ha encontrado

que pueden producir ruido electromagnético y afectar a la fotocorriente generada en el fotodetector.

En lugar de TEC, se decidió utilizar un sistema de refrigeración por agua para FiRa2. Este sistema requiere equipo adicional: baño termostático y un termómetro para controlar y mantener la temperatura, pero es más eficaz y produce menos ruido eléctrico durante el funcionamiento; Además, la camisa de agua podría no sólo ser extendida a la zona de cercana al filtro, podría ser también utilizado para refrigerar la parte delantera del radiómetro y la apertura de campo que se verán sometidos a cargas de alta temperatura durante la medición de HTFPs. Ya que los preamplificadores son también muy sensibles a la temperatura, la camisa de agua también podría ser utilizada para refrigerar preamplificador de FiRa2.

### 3.3.2 Diseño del nuevo radiómetro

Después de reunir toda la información importante acerca de los requisitos para el nuevo radiómetro, comenzó su proceso de diseño. Los requisitos básicos para el nuevo radiómetro eran:

- Ser un termómetro de radiación de modo radiante con sistema de imagen.
- Ser capaz de calibrarse en el modo radiación con láser. Las superficies de filtro y detector deben permanecer no paralelos.
- Tener un bajo presupuesto a la vez que proporciona bajas incertidumbres. Los materiales y dimensiones de los componentes del radiómetro se seleccionarán teniendo en mente los costes de fabricación.
- Ser compacto y fácil de trasladar.
- Ser más fácil de alinear que FiRa1.
- Tener bajo SSE.
- Ser geométricamente estable
- Ser capaz de medir las células eutécticas dentro del Chino ®.

#### 3.3.2.1 Geometría definitoria de la radiancia

Las especificaciones geométricas de FiRa2 se enumeran en la tabla 3.5. La geometría de FiRa2 comprende dos aberturas: un diámetro de apertura objetivo 40 mm y un diafragma de campo de diámetro 0,9 mm con una separación de 333 mm entre ellos [Dury, 2013A]. Estas aberturas tienen filos de grosor inferior a 100 micras, porque las pruebas han demostrado que los diafragmas con tierras mayores de 100 micras pueden crear sensibilidad [Hartmann, 2009]. La Figura 3.22 muestra cómo la radiancia de la fuente medida viaja a través del camino óptico de FiRa2 hasta que llega a la superficie activa del fotodetector.

Como FiRa2 se está calibrando como todo, es importante que su geometría interna entre la calibración y el uso permanezca estable. Por lo tanto, ambas aberturas se han fabricado a partir de nitruro de silicio, seleccionado debido a su bajo coeficiente de expansión térmica. Se instalaron tres barras de acero al carbono que soportan los soportes de las aberturas. Se emplea acero al carbono porque tiene un coeficiente de expansión térmica baja y porque es mucho más barato que el invar, la mejor opción en términos de estabilidad térmica. La

combinación de varillas de acero al carbono con nitruro de silicio asegurará que FiRa2 mantenga su geometría estable dentro del  $\pm 0,01\%$ .

### **3.3.2.2 Geometría ideal**

Las dimensiones del radiómetro descrito producirían una imagen en el diafragma de campo de diámetro 1,5 mm. Este diseño comprende una lente de objetivo con una longitud focal de 200 mm, una apertura de objetivo 40 mm de diámetro y una parada de campo de diámetro 0,9 mm, separadas por 333 mm.

### **3.3.2.3 Tolerancias de fabricación y estabilidad**

Es importante que las aperturas conserven su forma (y dimensiones) y que la distancia entre ellos permanezca constante (dentro de un 0,01%) entre la calibración y el uso en las mediciones de HTFP.

### **3.3.2.4 Principales características de FiRa2**

FiRa2 tiene 70 cm de largo; la totalidad de su estructura se apoya en una base de hierro fundido. Se seleccionó este material con el fin de mantener la geometría del radiómetro estable porque es un material económico con un bajo coeficiente de dilatación ( $10,8 \times 10^{-6}$  m/mK). Sin embargo, el hierro fundido aumenta el peso del radiómetro porque es un material denso y debe ser protegida contra la corrosión con un recubrimiento especial.

Un tubo de lente refrigerado, que posee la lente de enfoque y la apertura de  $\varnothing 40$  mm, está unido a la montura frontal.

La parte central sujeta el diafragma de campo de  $\varnothing 0.9$  mm ennegrecido y tiene una cavidad de refrigeración alrededor de ella.

Entre los soportes centrales y traseros, un sistema de jaula de Thorlabs® sujeta la lente colimadora, el Lyot stop, y el tubo donde están montados el filtro interferencial y el fotodetector. Este tubo está alojado respectivamente en una camisa de agua refrigerada.

El amplificador de FiRa2 se coloca bajo el sistema de jaula en una caja hecha de encargo que refrigera y protege el dispositivo contra el ruido electromagnético externo.

Los cuatro camisas de agua (amplificador, filtro-detector, diafragma de campo y lente de enfoque) están interconectados por un circuito de refrigeración hecha con tubos de  $\varnothing 6$  mm que bombean el agua de refrigeración del baño termostático en el radiómetro y, después de pasar a través de él, volver al baño.

Dos termistores, uno colocado cerca del amplificador y otro cerca del diafragma de campo, están conectados a un termómetro ASL® F-100 para controlar la temperatura. Las principales características de Fira2 se resumen en la Figura 3.23:

### **3.3.2.5 Diseño y selección de la apertura**

La redondez de la apertura y el diafragma de campo de FiRa2 no son de mucha preocupación ya que será calibrado en responsividad a la radiancia espectral en todo su conjunto. Tolerancias razonables (mejor que 1/100 mm) en la redondez de apertura serían

acepTablas. Es de mayor preocupación de que las aperturas conservan su forma (y dimensiones) y la distancia entre ellos permanezca constante (dentro de un 0,01%) entre la calibración y el uso en las mediciones de HTFPs.

### **3.3.2.6 Elección de lente de enfoque**

Las lentes acromáticas están diseñados para minimizar la aberración. A diferencia de las lentes de simples, esto resulta en una longitud focal constante independiente de la apertura y mucho de mejor rendimiento fuera del eje. Por lo tanto, un sistema de magnificación acromático 2:3 fue elegido para la lente delantera FiRa2.

### **3.3.2.7 Sistema de magnificación**

Como ART del NIST y THOR del NPL, FiRa2 utiliza un Sistema de aumento 2:3, que comprende una lente acromática de diámetro 50,8 mm (con un revestimiento anti reflectante apropiado) con una distancia focal de 200 mm. Una apertura eutéctica 3 mm colocada 500 mm delante de la lente forma una imagen de diámetro 4,5 mm a una distancia de 333,33 mm de la apertura, donde se colocará el diafragma de campo.

### **3.3.2.8 Elección de la lente de enfoque**

Sólo se consideraron los lentes comerciales, ya que son más rentables que las lentes experimentales. Una lente acromática CVI Melles Griot ® 01LAO624 con un diámetro de 50 mm y una longitud focal de 200 mm fue elegida para la lente de objetivo de FiRa2 ya que este modelo ha demostrado que proporciona baja SSE [Dury, 2013a].

La lente ideal debería tener un diámetro muy grande, de tal forma que la luz no se difracte en sus bordes reduciendo el esparcimiento y las aberraciones; Sin embargo, las lentes de catálogo que están disponibles para su uso como lente del objetivo tienden a tener diámetros entre 50,0 mm a 50,8 mm. Como se han demostrado buenos resultados con lentes de estas dimensiones con el AP1 y THOR; se han utilizado lentes de catálogo similares en FiRa2.

### **3.3.2.9 Elección de la lente colimadora**

FiRa2 utiliza una lente plano-convexa CVI Melles Griot PLCX f50.0, como lente de colimadora, con un diámetro de 25 mm y un revestimiento anti-reflejo apropiado y una distancia focal de 50 mm.

La lente colimadora se coloca a 50 mm de distancia del diafragma de campo y producirá un haz colimado de 6 mm de diámetro. De acuerdo con los cálculos realizados, un Lyot stop de diámetro 6 mm debe colocarse a 57,5 mm de la lente colimadora para reducir el tamaño del efecto de fuente. El filtro y el detector se colocan detrás.

La lente colimadora del radiómetro produce una imagen de la apertura del objetivo en el Lyot stop, de la luz que pasa a través del diafragma de campo.

### 3.3.2.10 Protección, acceso y limpieza

Las ópticas de FiRa2 están encerrados para proteger la limpieza de los componentes internos. Una tapa frontal protege la lente del objetivo cuando no está en uso.

Los componentes se limpian antes de la calibración y luego permanecen intactos hasta la próxima calibración. Con la caja de cubierta del FiRa2 retirada, las lentes se pueden limpiar fácilmente con aire limpio soplado sobre la lente del objetivo. Las lentes recién limpiadas pueden cambiar rápidamente, así que conviene limpiar la lente y luego dejarlo un día más o menos, antes de calibrar el instrumento para la SSE y la responsividad a la radiancia espectral.

#### 3.3.2.11 Óptica de efecto del tamaño de la fuente

Las lentes de catálogo que ofrece el más bajo efecto de la fuente fueron elegidos en base a [Dury, 2014].

Se ha demostrado que la adición de un Lyot stop apropiado para el sistema óptico puede reducir significativamente el SSE de un radiómetro [Yoon, 2005] Por lo tanto, FiRa2 tiene un sistema de Lyot stop que consiste en una apertura de diámetro  $\varnothing$  6 mm hecha de 12,7 micras de película delgada de cobre altamente reflectante.

La lente colimadora y el Lyot stop se colocan en el camino óptico a través de un sistema de jaula THORLABS® a sus distancias nominales determinados por cálculos teóricos: la lente colimadora se sitúa a 50 mm del diafragma de campo y el Lyot stop se sitúa a 57,5 mm de la lente colimadora. La Figura 3.24 muestra un primer plano de la luz entrante que pasa a través de la lente colimadora de FiRa2, el Lyot stop, filtro interferencial y, finalmente, llega a la superficie activa del fotodetector.

El ajuste fino del Lyot stop y la lente colimadora se utiliza para mejorar el SSE. Una vez se encontró la posición ideal de la lente colimadora se fijó su posición y el mismo procedimiento se hizo con el Lyot stop.

#### 3.3.2.12 Filtro interferencial

El filtro interferencial que se utiliza en FiRa2 es el mismo filtro de 650 nm de Newport Corporation® utilizado en FiRa1. Su calibración para ser utilizado en FiRa1 demostró que es un filtro de banda estrecha (10 nm de ancho de banda en el medio) con una OOB bajo.

Para evitar la sensibilidad angular del filtro, se decidió colocar el filtro formando un plano normal al eje óptico e inclinar el detector 10° en su lugar, para evitar así las franjas de interferencia.

Es importante que el filtro es espacialmente uniforme por toda su superficie (mala uniformidad sugeriría problemas con el filtro, tales como agujeros o deterioro con la edad).

El filtro está montado en un tubo de lente que se aloja en una camisa de agua para mantener su temperatura estable en torno a los 20,5 °C.



### 3.3.2.13 Detector

El fotodetector utilizado en FiRa2 es un Hamamatsu ®. 1337-1010BR Estos detectores se han utilizado en radiómetros de filtro y detectores de trampa durante muchos años.

El detector debe ser lo suficientemente grande como para no ser completamente llenado por haz colimado que pasa por el Lyot stop. El diámetro del haz colimado que pasa a través del Lyot stop tendrá un diámetro de 6 mm, los detectores de Hamamatsu ® S1337-11 tienen un área activa de 10 mm x 10 mm.

El detector debe tener una resistencia *shunt* lo suficientemente alta como para producir el mínimo ruido Johnson. Para un detector de Hamamatsu ® 1337-1010BR, sería de esperar una resistencia shunt típica de 0,2 GΩ.

El detector debe tener capacitancia mínima. La capacitancia típica para un detector Hamamatsu ® 1337-1010BR, es de 1100 pF.

El detector se coloca junto con el filtro de interferencia en el mismo tubo de la lente, por lo que su temperatura también se mantiene estable la reducción de los cambios en la corriente oscura del detector..

### 3.3.2.14 Amplificador

De las medidas de calibración y medida de HTFPs con FiRa1, se descubrió que el amplificador para FiRa2 debe tener varias relaciones de ganancia de  $10^6$  V/A hasta  $10^9$  V/A. El amplificador FEMTO ® DLPCA-200 es un modelo usado en muchos Institutos Nacionales como el PTB, el NPL, el NIM y el NMIJ; Sin embargo, la experiencia con este amplificador en IO-CSIC demostró un comportamiento anormal en su rendimiento. Se le pidió al experto del PTB Klaus Anhalt en una comunicación privada su opinión acerca de este modelo de amplificador y este indicó que, desde su experiencia, es un buen amplificador, pero muy sensible a la temperatura ambiente y al ruido electromagnético.

Se decidió usar el FEMTO ® DLPCA-200 para FiRa2. Para evitar la sensibilidad a la temperatura y al ruido electromagnético, se diseñó para el dispositivo una carcasa de protección refrigerada por agua. El amplificador está conectado a la base del radiómetro bajo el sistema óptico, muy cerca del detector con el fin de conectar el detector al amplificador con un cable trenzado aislado tan corto como sea posible ya que la baja fotocorriente que viaja desde el detector al amplificador es muy sensible a la impedancia del cable y al ruido electromagnético.

Los rangos del amplificador fueron calibrados por Felix Raso del área de electricidad del CEM utilizando el patrón nacional de voltaje en corriente continua, trazable al SI a través del efecto Josephson [Josephson, 1973]. Los resultados se muestran en la tabla 3.6.

### 3.3.2.15 Alineamiento del radiómetro

El Sistema de alineamiento de FiRa2 consiste en la sustitución del tubo que contiene el filtro y el detector por otro con un láser verde. El haz de láser se desplaza en sentido inverso a través de la trayectoria óptica y crea un pequeño punto de alrededor de 1,5 mm de diámetro a 500 mm de la lente de enfoque de FiRa2. Tres sistemas de traslación de

precisión, uno para cada eje, se utilizan para colocar el punto del láser en el punto donde se desea alinear el radiómetro.

### **3.3.2.16 Tapa del radiómetro**

Se utiliza una tapa de acero inoxidable para cubrir el radiómetro; dos placas, también de acero inoxidable, se colocan una en la parte delantera y otra en la parte posterior del radiómetro para completar el cerramiento. Por encima de la tapa, dos asas de acero inoxidable permiten mover y manipular el radiómetro. Aparte de las barras de acero al carbono y la base de hierro fundido, el cual fue protegido contra la corrosión con un revestimiento protector, todas las piezas estructurales de encargo restantes de Fira2 se mecanizaron en aluminio. La figura 3.25 muestra una vista explosionada de todos los componentes estructurales de FiRa2.

El conjunto de la carcasa y las piezas situadas en el interior del equipo, a excepción de las barras estructurales, están pintados de negro con pintura negra Nextel ® Velvet. Se ha demostrado que este recubrimiento tiene el coeficiente de reflectividad más bajo entre muchos otros revestimientos [Dury, 2007].

El exterior de la tapa de Fira2 está pintado en negro para asegurar la estabilización térmica de los componentes internos con la temperatura ambiente del laboratorio.

### **3.3.2.17 Conectores**

FiRa2 está conectado a una serie de instrumentos para la medición y el control. Una serie de conectores pasan a través de la parte trasera del radiómetro:

- Los termistores para medir la temperatura en el termómetro F-100.
- Cable de tierra para conectar el amplificador FEMTO ® DLPCA-200 a tierra.
- Cable de alimentación para el amplificador FEMTO ® DLPCA-200.
- Cable de control para el amplificador FEMTO ® DLPCA-200
- Entrada de refrigeración de agua y los tubos de salida.
- Cable coaxial que conecta amplificador y DVM para la medición de la señal

El cable de medida se mantiene separado de las otras conexiones, ya que pueden ser una fuente de ruido.

Los componentes principales de Fira2 se enumeran en la tabla 3.7:

Las figuras 3.26 y 3.27 muestran al radiómetro FiRa2 durante la medición de un HTFP aljado dentro del horno Chino ® del CEM.

## 3.4 DISEÑOS EXPERIMENTALES DE CALIBRACIÓN

### 3.4.1 Experimento para la medida de Irradiancia espectral relativa [Mantilla, 2014]

La radiometría primaria es, en la actualidad, capaz de lograr incertidumbres competitivas con las medidas EIT-90 por encima del punto de plata aplicando una de las posibles técnicas, la calibración de la responsividad a la radiancia de un radiómetro con sistema de imágenes. Para llevar a cabo esta calibración, el IO-CSIC (Español Designado Instituto de intensidad luminosa y el flujo luminoso) ha colaborado con el CEM, permitiendo la trazabilidad a su radiómetro criogénico. Se ha utilizado una instalación basada en sistema de lámpara y monocromador para calibrar uno de los termómetros de radiación estándar del CEM.

Para calibrar radiómetros en modo radiancia, se pueden utilizar configuraciones experimentales con un láser de longitud de onda sintonizable o fija como fuente de radiación con el fin de obtener una mejor pureza espectral y una relación más alta de señal a ruido., en lugar de emplear fuentes blancas, Desafortunadamente, cuando se utiliza un láser para calibrar un radiómetro de filtro que tiene su filtro y detector colocados en paralelo, aparecen franjas de interferencia que forman un rizo en la medida de la distribución espectral del termómetro de radiación. Este patrón de interferencia es difícil de medir o cuantificar si se realizan pocas mediciones. La figura 3.28 muestra el diseño experimental para tal propósito.

En una primera aproximación a la medición de temperaturas de radiación termodinámicas absolutas en el CEM, un termómetro de radiación estándar KE ®-LP2 fue calibrado en el modo de la radiancia. Tiene un filtro interferencial con una longitud de onda central nominal de 650 nm y un ancho de banda de aproximadamente 10 nm.

Para comprobar la ausencia de transmisión fuera de banda del filtro interferencial, se llevó a cabo un análisis espectral de la respuesta radiómetro en todo el rango en el que el detector es sensible (300 nm a 1000 nm aproximadamente). Ninguna banda se encontró en esta exploración, por lo que este término podría ser desestimado en el balance de incertidumbres. A continuación se llevó a cabo la calibración entre 600 nm y 700 nm. Se utiliza una configuración simple para conocer la variación relativa de la capacidad de respuesta del radiómetro de una longitud de onda a otra, tomando la longitud de onda del punto de máxima señal como referencia.

Se ha utilizado la imagen de la rendija de salida de un monocromador como la fuente de radiación para estas mediciones. Un monocromador, modelo Spectra Pro 500M SP ®, con se ilumina con una lámpara incandescente halógena OSRAM ® de 500 W cuya corriente eléctrica se mantuvo constante dentro de 1 mA. Se ha instalado también un detector monitor de Si para corregir la estabilidad a corto plazo de la emisión de la lámpara.

La responsividad espectral relativa del LP2 es,

$$R_{rel,LP2}(\lambda) = \frac{\frac{I_{LP2}(\lambda)}{I_{TD}(\lambda)} \cdot \frac{M_{TD}(\lambda)}{M_{LP2}(\lambda)} \cdot R_{TD}(\lambda)}{\frac{I_{LP2}(\lambda_{ref})}{I_{TD}(\lambda_{ref})} \cdot \frac{M_{TD}(\lambda_{ref})}{M_{LP2}(\lambda_{ref})} \cdot R_{TD}(\lambda_{ref})} \quad (3.12)$$

Donde  $I_{LP2}(\lambda)$  es la fotocorriente medida por el LP2 a la longitud de onda,  $\lambda$ ;  $I_{TD}(\lambda)$  es la fotocorriente medida por el detector trampa de referencia a la longitud de onda,  $\lambda$ ;  $M_{TD}(\lambda)$  es la señal del monitor cuando se midió  $I_{TD}(\lambda)$ ;  $M_{LP2}(\lambda)$  es la señal del monitor cuando se midió  $I_{LP2}(\lambda)$ ;  $R_{TD}(\lambda)$  es la responsividad espectral del detector de referencia a la longitud de onda  $\lambda$  y  $\lambda_{ref}$  es la longitud de onda de referencia a la que se normaliza la curva. La calibración de la responsividad espectral absoluta se realizará a la longitud de onda  $\lambda_{ref}$ .

### 3.4.1.1 Efectos de convolución en la determinación de la responsividad espectral

Para determinar el ancho de banda a usar en las mediciones, se simuló la respuesta del termómetro para las funciones de responsividad esperados para diferentes anchos de banda y se comparó con el ancho de banda cero ideal.

Los monocromadores tienen micrómetros de precisión en sus rendijas de entrada y salida para ajustar la luz que dejan pasar a través de ellos, la cual describe una función triangular como se muestra en la figura 3.29.

La luz monocromática sólo podría obtenerse a partir de un monocromador en el caso ideal, donde los sedimentos están completamente cerrados. En la práctica, para una longitud de onda de referencia  $\lambda_0$ , hay un ancho de banda,  $\Delta\lambda$ , de luz que pasa a través del monocromador. Por convención, se considera  $\Delta\lambda$  como el ancho de la función de triángulo en la mitad del valor de pico y es habitual operar con un ancho de banda de 1 nm. La función de triángulo monocromador se puede expresar numéricamente como

$$\int_{\lambda_0-\Delta\lambda}^{\lambda_0+\Delta\lambda} p(\lambda)d\lambda = \Delta\lambda \quad (3.13)$$

La convolución de la función triángulo monocromador,  $p(\lambda)$  y la función espectral de la responsividad espectral del radiómetro a ancho de banda 0,  $R_0(\lambda)$  dan la capacidad de respuesta luminosa relativa efectiva,  $R_e(\lambda)$ :

$$R_e(\lambda) = \frac{\int_{\lambda_0-\Delta\lambda}^{\lambda_0+\Delta\lambda} R_0(\lambda)p(\lambda)d\lambda}{\int_{\lambda_0-\Delta\lambda}^{\lambda_0+\Delta\lambda} p(\lambda)d\lambda} \quad (3.14)$$

Antes de medir la respuesta espectral relativa del LP2 es necesario determinar dos parámetros a fin de lograr resultados consistentes: la anchura de la rendija y el paso de integración. El procedimiento para la obtención de estos parámetros es como sigue:

8. Obtener datos experimentales de una curva de responsividad espectral del LP2 con los parámetros  $\Delta\lambda = 0,5$  nm y paso Integración = 0,5 nm.
9. Crear por interpolación de una curva con un paso de integración de 0.005 nm para calcular una temperatura de referencia,  $T_{ref}$ , con la señal de medida en el punto de fusión del Re-C.
10. Calcular  $R_e$  de para diferentes anchos de ranura de 0,05 nm a 10 nm. Ver resultados en la figura 3.30.
11. Calcular  $R_0$  para diferentes pasos de integración de 0.005 nm a 2 nm. Ver resultados en la figura 3.31.

12. Cálculo de la temperatura para cada  $R_e$  y  $R_0$  utilizando la fotocorriente medida en el punto de Re-C y el método de integración de Simpson.
13. Comparación entre la temperatura de referencia ( $T_{ref}$ ) y las temperaturas calculadas para cada  $R_e$  ( $T_{e,\Delta\lambda}$ ) y  $R_0$  ( $T_{0,step}$ ). Ver tablas 3.8 y 3.9 para ver los resultados.
14. Análisis de los resultados y determinación de los futuros parámetros de calibración.

Los resultados de la tabla 3.8 muestran que el  $\Delta\lambda$  Ideal debe estar por debajo de 0,2 nm pero en la práctica, para obtener mejores relaciones  $s/n$  hasta 0,5 nm podría ser empleado. El paso de integración debe ser menor de 0,5 nm a tener un error despreciable en la temperatura.

Las diferencias en la señal fueron insignificantes para anchos de banda por debajo de 0,2 nm; por lo tanto, se seleccionó este ancho de banda para las mediciones. El flujo radiante emitido por la rendija a la salida del monocromador se midió con un detector trampa de silicio. Esta imagen se recoge lejos del monocromador con el fin de reducir al mínimo la luz difusa que viene, que, de hecho, ya es muy pequeña.

La indicación de la longitud de onda del monocromador se calibró dentro de la gama espectral de medición mediante el uso de una lámpara espectral de Ne, que emite varias líneas en el rango de interés, de modo que la longitud de onda se puede ajustar con precisión en el instrumento y se mide en detalle el ancho de banda para este rango. De hecho, teniendo en cuenta que la repetibilidad en la selección de la longitud de onda es muy alta, la incertidumbre de longitud de onda está limitada principalmente por la resolución del indicador. La función de ancho de banda resultó en una correcta función triangular para el ancho de banda de 0,2 nm utilizado para las mediciones. La transmisión fuera de banda del monocromador estaba por debajo de  $10^{-4}$ .

Las medidas de la respuesta espectral relativa se realizan de forma automática mediante el uso de un software de control específico desarrollado en Visual Basic® para seleccionar longitudes de onda en monocromador, mover el detector de trampa de referencia con una mesa de rotación de Newport Corp.® para medir la señal del LP2 y registrar las lecturas del detector de trampa, del LP2 y del detector monitor a través de un DVM.

La figura 3.32 muestra imágenes tomadas durante la calibración de la respuesta espectral relativa de LP2.

### 3.4.1.2 Medida de la longitud de onda

En las instalaciones basadas en monocromadores y una fuente de radiación de banda ancha, una lámpara incandescente pasa a través de la rendija de entrada de un monocromador que dispersa optomecánicamente la luz y transmite una parte estrecha de la señal óptica de la fuente de entrada. Los principales componentes de un monocromador son la rendija de entrada, la rendija de salida y un elemento de dispersión, como prismas o rejillas de difracción.

El modelo utilizado en este caso era Acton Research® Sp3ectra Pro 500. Tiene una rejilla de difracción como elemento de dispersión que se fundamenta en la dependencia del ángulo de reflexión sobre la longitud de onda de la fuente de radiación.

El sistema mecánico que mueve la rejilla para la selección de la longitud de onda debe ser calibrado. Para este propósito, se utilizó una lámpara de calibración Ne de Oriel®. Esta lámpara produce, intensas líneas estrechas fruto de la excitación de gas Ne. El valor de la longitud de onda de estas líneas es proporcionado por el fabricante, tomado de la literatura. La lámpara de calibración Ne se coloca en frente de la rendija de entrada, un fotodetector se coloca en la rendija de salida y se toman varias mediciones para diferentes líneas dentro del espectro en el que radiómetro va a ser calibrado más tarde.

Para cada una de estas líneas, se realizan varios barridos de unos pocos nanómetros con un paso de muestreo de 0,05 nm. Se obtienen curvas de respuesta espectral triangulares como la mostrada en la figura 3.33. La longitud de onda correspondiente al valor máximo de esta función triángulo es

$$\lambda_{max} = \frac{\sum_{\lambda_0}^{\lambda_f} \lambda_i S(\lambda_i)}{\sum_{\lambda_0}^{\lambda_f} S(\lambda_i)} \quad (3.15)$$

Donde  $S(\lambda_i)$  es la señal medida para la longitud de onda de calibración,  $\lambda_i$ . La corrección del monocromador en una longitud de onda de referencia,  $\lambda_{ref}$  es la diferencia entre el valor de referencia y el valor calculado:  $C(\lambda) = \lambda_{ref} - \lambda_{max}$

### 3.4.2 Diseños experimentales para la medida de la responsividad espectral absoluta a la radiancia

#### 3.4.2.1 Fuentes no coherentes [Mantilla, 2014]

Se ha utilizado una instalación basada en un monocromador y esfera integradora para la calibración absoluta del LP2, en combinación con una lámpara de alta estabilidad y de alta potencia que proporciona la radiación lambertiana, véanse las figuras 3.34 y 3.35. El sistema consta de una lámpara Oriel® UV Xe-Hg de 150 W colocada dentro de un soporte con un objetivo óptico de formación de imagen que enfoca el arco de la lámpara en la rendija de entrada del monocromador. La salida del monocromador es proyectada sobre la abertura de entrada de una esfera integradora de 5,8 cm de diámetro.

La rejilla de difracción utilizada en el monocromador es la de 1200 surcos/mm. La anchura de las rendijas de entrada y salida de del monocromador se fija a 0.6 mm resultando en un ancho de banda de nm. La relación máxima de señal a ruido es del 0,08% para el termómetro a calibrar, y se considera en el balance de incertidumbre de calibración.

Se utilizó una apertura de precisión de latón con un diámetro nominal de 10 mm para definir el área de cálculo de la radiancia espectral para mediciones absolutas. Se ha utilizado un detector trampa con tres elemento de Si y con una apertura de precisión a su entrada de 3 mm de diámetro, trazable a la radiómetro criogénico primario del IO-CSIC, para medir la potencia óptica a la salida de la esfera integradora. Conocidas las áreas efectivas de las aperturas y la distancia entre estas, se puede calcular el factor geométrico de la medida de la radiancia y con este obtener la radiancia espectral de la esfera. Antes de la construcción del radiancímetro, se midió la distancia entre las aperturas con una barra fija de medición.

La radiancia espectral calculada se compara con la fotocorriente generada en el termómetro de radiación para determinar la capacidad de respuesta absoluta a la radiancia espectral del termómetro de radiación aplicando las ecuaciones 2.5 y 2.6.

### 3.4.2.2 Fuentes coherentes

La calibración de la responsividad espectral absoluta a la radiancia de FiRa1 y FiRa2 se realizó en una instalación basada en láser con el fin de reducir las incertidumbres de calibración obtenidas durante la calibración del LP2. Ambos radiómetros se calibraron en el IO-CSIC en la longitud de onda de 650 nm. Se requiere una fuente de banda ancha para la calibración de 600 nm a 700 nm. El aparato usado para este propósito fue un láser de colorante Coherent® 599, que se muestra en la figura 3.36. Un esquema de la instalación de calibración se muestra en la figura 3.37.

Un láser de colorante se compone de un colorante orgánico mezclado con un disolvente que se hace circular. Se necesita una fuente de alta energía de la luz para conseguir el láser. En este caso se utilizó un láser de argón modelo INNOVA® Sabre Ion Laser System de Coherent® como láser de bombeo. Este dispositivo fue sintonizado en su línea de 488 nm y la potencia de salida se estabilizó en 5 W. Son necesarios espejos para hacer oscilar la luz producida por la fluorescencia del colorante, que se amplifica con cada paso a través del líquido. El espejo de salida tiene una reflectancia alrededor del 80%, mientras que todos los otros espejos tienen una reflectancia por lo general de más del 99,9%. Se hace circular la solución de colorante a altas velocidades. Se monta normalmente una rejilla de difracción de prisma o cualquier otro sistema de dispersión en la trayectoria del haz para permitir la sintonización de la longitud de onda [Comes, 1991]

La radiancia espectral calculada se compara con la fotocorriente generada en el termómetro de radiación para determinar la capacidad de respuesta absoluta a la radiancia espectral del termómetro de radiación aplicando las ecuaciones 2.5 y 2.6.

Los colorantes utilizados en estos láseres contienen moléculas orgánicas bastante grandes que presentan fluorescencia. La luz de bombeo de entrada excita las moléculas de colorante hasta el estado de estar listas para emitir radiación. En este estado, las moléculas emiten luz a través de fluorescencia, y el colorante resulta transparente a la longitud de onda de emisión del láser. En un microsegundo, o menos, las moléculas cambian a su estado triplete. En el estado de triplete, luz es emitida a través de fosforescencia. El colorante utilizado en este caso fue DCM especial.

Esta cavidad láser de colorante tiene un filtro birrefringente para la selección de longitud de onda. Las longitudes de onda de calibración se seleccionan moviendo manualmente la unidad de micrómetro que gira el filtro birrefringente. La potencia de salida habitual obtenida tras el láser de colorante tiene valores de potencia entre 250 mW y 600 mW.

La medición de longitud de onda de las fuentes de láser de onda continua (CW) se puede realizar utilizando un medidor de longitud de onda digital. Para esta tesis, se utilizó un medidor WA-1000 de EXFO Electro-Optical Engineering Inc.®.

Este dispositivo mide longitudes de onda contando las franjas de interferencia producidas por la radiación de láser de entrada en un interferómetro de Michelson. El WA-1000 tiene un sistema electrónico basado en un microprocesador que permite el conteo y análisis de

las franjas de interferencia de manera precisa. El cálculo del microprocesador corrige automáticamente la medida por el índice de refracción del aire, utilizando los datos de una serie de sensores de temperatura y presión, y convierte la medida resultante a unidades de nm,  $\text{cm}^{-1}$  o GHz.

La precisión de la longitud de onda medida es dependiente en el conocimiento de la longitud de onda láser de referencia. El WA-1000 utiliza un láser HeNe multimodo que no requiere calibración de la longitud de onda del láser de referencia para conseguir una precisión absoluta de  $\pm 500$  MHz.

El haz saliente del láser de colorante pasa a través de un estabilizador de potencia de Cambridge Research ® modelo LPC-232. Después, un divisor de haz divide el haz y una pequeña parte de la potencia de salida total, más del 5% del total, se dirige a la medidor de longitud de onda. El haz restante se conduce a una esfera integradora revestida de sulfato de bario con un diámetro interno de 250 mm. Una difusor giratorio se coloca en la abertura de entrada de la esfera integradora para eliminar el moteado del láser.

La fotocorriente medida por el detector trampa se convierte en voltios en un preamplificador SR570 de Stanford Research Systems ®. El detector trampa se aparta manualmente de la trayectoria óptica para medir la señal generada por el radiómetro de filtro. Ambas señales se miden en un DVM Hewlett Packard ® 3458A.

Las figuras 3.38, 3.39 y 3.40 muestran imágenes de este diseño experimental.

Análogamente, FiRa1 se calibró en el NPL en el rango del infrarrojo cercano sustituyendo el filtro de interferencia de 650 nm con otra con una longitud de onda central de 800 nm. La fuente láser sintonizable utilizada en este caso fue una unidad de láser Ti: Zafiro. El zafiro de titanio dopado ( $\text{Ti}^{3+}$ : zafiro) es un medio de ganancia de metales de transición utilizado en láseres sintonizables y láseres de estado sólido. Fue introducido en 1986, ya partir de entonces los de láseres de Ti:Zafiro reemplazaron rápidamente a la mayoría de los láseres de colorante, que habían dominado el campo hasta entonces.

La técnica de calibración por comparación requiere la fuente de radiación de la luz permanezca estable entre la medida del detector trampa y el radiómetro de filtro que se está calibrando. Esto se logra mediante el control activo de la radiación óptica.

En las instalaciones de calibración del radiómetro filtro primario del NPL, un láser Spectra Physics ® Nd:YAG bombea la cavidad Ti: zafiro, que se muestra en la figura 3.41a y proporciona una fuente sintonizable con una resolución de 0,1 nm de 750 nm a 850 nm, la región espectral de interés, que cubre el pico de transmitancia a 800 nm del filtro interferencial.

La intensidad del láser Ti: Zafiro se estabiliza a través de la célula Pockel, mostrada en la figura 3.41b, que se controla a través de un detector de monitor montado en la esfera integradora a fin de mantener una salida de luz constante. El láser se introduce en una fibra óptica, que pasa a través de un baño de ultrasonidos para mitigar el efecto de moteado de láser. La fibra óptica se une entonces a la esfera, véase la figura 3.42a, que ha sido diseñada para proporcionar una fuente de radiación uniforme. La luz resultante es



finalmente conducida a una mesa de traslación, que posiciona automáticamente el detector de trampa, ver figura y radiómetro filtro, ver figura 3,43 frente al haz de luz [Dury, 2013b].

Las aperturas de precisión sobre los detectores trampa y la esfera xcon una separación conocida configuran el factor geométrico. Los detectores trampa calibrados con al radiómetro criogénico, miden la radiación de la esfera y proporcionan trazabilidad a la calibración de FiRa1.

Después de crear un eje óptico utilizando dos diodos láser de alineamiento y la colocación de la esfera de integración en su posición, FiRa1 fue alineado. La ausencia de un sistema de alineación en el instrumento hizo que esta tarea resultara bastante difícil. Una vez que los experimentado investigadores NPL s podieron alinear el radiómetro en frente de la esfera, se inició la calibración

Como se esperaba, se detectó la luz esparcida durante las mediciones del detector trampa de referencia, pero los valores obtenidos fueron lo suficientemente estables como para calibrar el radiómetro. Se observó que la señal detectada por el radiómetro era muy baja debido a que el amplificador de instrumento tenía sólo dos ganancias concebidos para la medición de HTFPs, que proporcionan señales de muy alta, más que para su calibración, donde la fuente de luz no es tan intensa. Esto hizo que las señales registradas fueran bastante ruidosas debido a la baja relación señal-ruido alcanzada. Por lo tanto, la responsividad en la zona del pico de transmitancia del filtro no fue tan suave como se esperaba y el instrumento no presentó la suficiente resolución como para ver las franjas de interferencia. En conclusión, los datos obtenidos no fueron tan buenos como se esperaba para este tipo de instrumento.

## 3.5 SISTEMAS DE CARACTERIZACIÓN

### 3.5.1 Experimento para la determinación del ETF

El Efecto del Tamaño de la Fuente ha sido determinado por el método indirecto. Cuando se utiliza el método indirecto, es más adecuado para expresar la ecuación 2.10 como:

$$\sigma(d, d_0) = \frac{\Delta v(L, d, d_0) - v_b}{v(L, \infty) - v_b} \cong \frac{\Delta v(L, d, d_0) - v_b}{v(L, \infty)} \quad (3.16)$$

Donde  $\Delta v(L, d, d_0)$  es la señal del termómetro medida en en centro del *spot*,  $v_b$  es la señal correspondiente *spot*, medida cuando  $d = d_0$ ,  $v(L, \infty)$  es la señal del termómetro medida en la superficie fuera del *spot*. Esta aproximación solo se puede aplicar cuando  $v(L, \infty) \gg v_b$ .

En ek NPL, la fuente de radiación utilizada para las mediciones de la ESS, véase la figura 3.44, comprende una esfera integradora con un diámetro de 250 mm, iluminada por una lámpara de filamento de tungsteno, con un puerto de salida de 60 mm de diámetro y 14 aperturas con diámetros que van de los 2 mm a los 50 mm. Una placa acrílica transparente que incorpora un *spot* ennegrecido de 3 mm de diámetro simulando la apertura de una cavidad HTFP.

Como puede verse en la figura 3.4), el ETF se mide en el CEM utilizando una esfera integradora de un diámetro de 500 mm con mm de abertura de 100 mm de diámetro como fuente radiante, la esfera está iluminada por una lámpara Xenophot ® (24 V, 260 W) montada en el interior la esfera. Doce aperturas de acero inoxidable pintadas con recubrimiento negro NEXTEL © con diámetros de 10 mm a 90 mm y una placa de vidrio con una mancha central de cartón negro de 3 mm de diámetro pegado en ella son los componentes restantes de la instalación

### 3.5.2 Experimento de medida de la linealidad

Como se ha visto en la sección 2.1.1.8, el método del CEM para medir la linealidad es el de adición de flujos. En la configuración experimental del CEM, que se muestra en las figuras 3.4 y 4.47, la no linealidad se puede calcular utilizando la siguiente ecuación:

$$NLin = 1 - \frac{v_{1+2} - v_0'' - dc}{(v_1 - v_0 - dc) + (v_2 - v_0' - dc)} \quad (3.17)$$

Donde  $v_0$  es la señal de fondo medida cuando la lámpara 1 está abierta y la 2 bloqueada,  $v_0'$  es la señal de fondo medida cuando la lámpara 1 está cerrada y la 2 abierta y  $v_0''$  es la señal de fondo cuando ambas lámparas quedan abiertas. Se ha probado experimentalmente que la colocación de una pantalla negra entre las dos lámparas hace la señal de una lámpara no esté influenciada la otra, por lo que:

$$v_0'' = v_0' + v_0 \quad (3.18)$$

Por lo tanto, la linealidad se puede determinar usando la expresión matemática general 2,12. Las mediciones de linealidad de las señales correspondientes a temperaturas de 770 °C a 2000 °C se han realizado utilizando dos pares de lámparas de tungsteno de banda: dos lámparas de vacío POLARON (P900 y P11) y dos lámparas de gas POLARON ® (P901 y P6).

La linealidad en el intervalo entre 2000 °C a 2500 °C se midió usando el horno Chino ® IR-R80 de alta temperatura del CEM con una célula de cuerpo negro vacía en su interior. Un sistema de bloqueo se coloca delante del radiómetro; Este sistema tiene dos placas para bloquear la radiación entrante en dos mitades.  $v_1$  se mide con una placa colocada en su lugar,  $v_2$ . se mide con la otra placa en su lugar.  $v_{1+2}$  se mide con ninguna de las placas en su lugar. Esta configuración también satisface 3.18; Por lo tanto, la no linealidad también se calcula utilizando la expresión 3.17 para este sistema.

### 3.6 DETERMINACIÓN DE LA TEMPERATURA ABSOLUTA DE RADIACIÓN, HORNO CHINO ® Y HTFP'S

El horno utilizado para las mediciones de los puntos fijos eutécticos se muestra en la figura 3.48, se trata de un horno IR-R80 de Chino ® desarrollado por el Instituto Nacional de Metrología de Japón (NMIJ).

El Chino ® IR-R80 consta de un calentador cilíndrico de dimensiones de 113 mm de largo y 6 cm de diámetro que rodean el soporte de la celda. Este último consiste en un tubo de fibra carbono / carbono de alrededor de 280 mm de largo y 27 mm de diámetro interior con capacidad de albergar crisoles de punto fijo o una cavidad de cuerpo negro. Se colocan tubos aislantes de diferentes diámetros, separadas por espaciadores en ambos lados de la célula con el fin de mejorar la uniformidad de la temperatura. La temperatura puede ser controlada manualmente o por un pirómetro [Bourson, 2013].

Se utiliza un termómetro de radiación de fibra óptica en el lado posterior para controlar la temperatura del horno. Para temperaturas de hasta 2000 K el horno se purga con gas Ar para prevenir la oxidación de los componentes de grafito. Para temperaturas más altas el interior del horno puede ser purgado con He para evitar descargas electrostáticas o chispas. Cuando se abre el horno para medir, una unidad de purga permite reducir el riesgo de oxígeno que entra en el horno purgando la abertura frontal con N<sub>2</sub> [Anhalt, 2008].

Como laboratorio participante del paquete de trabajo 1 del proyecto InK, el CEM tuvo que tomar medidas de temperatura absoluta de Cu, Co-C, Pt-C y Re-C. Dos puntos fijos de cada tipo tuvieron que ser medidos. Antes de esto, como procedimiento de capacitación, se realizaron diferentes ciclos de fusión-solidificación para los puntos fijos del CEM del Co-C, Pt-C y Re-C para estimar la capacidad del laboratorio. Se realizaron tres ciclos para el Co-C y Re -C s con diferentes intervalos de temperatura (10 °C, 20 °C y 30 °C). En el caso del punto de Pt-C, se hicieron dos ciclos de con un paso de temperatura de 20 °C porque esta célula de punto fijo está llena de manera incompleta [Machin, 2010a]. La temperatura asignado al punto fijo fue la media de los diferentes puntos de inflexión de las curvas de fusión.

Se aplica un tratamiento de sobrecalentamiento al horno Chino ® se antes de la instalación de células bajo una atmósfera de Ar y He durante aproximadamente 1 h a aproximadamente 2.000 °C para las células Co-C y Pt-C y a 2500 °C en el caso del Re-C. Las células se instalan en el horno Chino ® envueltas en fieltro de grafito.

Los puntos fijos que se colocaron en la parte más homogénea del horno. Este lugar se ha determinado con las células del CEM por un método de ensayo y error: se considera el mejor lugar a aquel donde se obtuvo la mayor longitud y el final más aguda de la meseta de fusión. Las figuras 3.50 a 3.52 se muestran como evidencia de estas medidas.

Antes de la medición de la temperatura de las células, se utilizó una celda vacía para medir la respuesta horno para los ciclos de medición. Como método general, el horno se pone la temperatura superior del ciclo, como se puede ver en las figuras 3.53 a 3.55.



# CAPÍTULO 4 RESULTADOS DE LA CARACTERIZACIÓN DE LOS TERMÓMETROS DE RADIACIÓN Y DE LA MEDIDA DE LA TEMPERATURA DE PUNTOS FIJOS

## 4.1 CARACTERIZACIÓN DE LAS INSTALACIONES BASADAS EN LÁMPARAS

### 4.1.1 Calibración de los monocromadores

El monocromador es el elemento que determina la longitud de onda de funcionamiento en instalaciones basadas en lámparas. Para lograr calibraciones precisas de la respuesta espectral de los radiómetros de filtro, el monocromador debe ser calibrado en condiciones de uso. Los valores de referencia de longitud de onda se obtienen utilizando líneas de emisión atómica de un gas cerca de 650 nm de una lámpara de calibración espectral estilo lápiz Oriel® Ne. Estas lámparas están hechas de tubo de doble orificio de cuarzo con sus dos electrodos en un extremo sellado en un mango fenólico. Antes de la calibración, las rendijas monocromador donde ajustadas a la anchura que proporciona 1 nm a 50% de la longitud de onda máxima que significa que  $\Delta\lambda = 1$  en la ecuación 3.13.

Se realizaron cinco barridos para cada línea. Los resultados se muestran en las tablas 4.1, 4.2 y 4.3 donde  $\lambda_{Ref}$  es la columna correspondiente al valor de referencia de la lámpara de calibración, en la columna  $\lambda_{Meas}$  se muestra el valor pico promedio de los cinco barridos. Aplicando la ecuación 3.15 para cada valor de referencia, Corrección es la columna donde se muestra la diferencia entre el valor de referencia y el valor medido y en la última columna se muestra la desviación estándar del valor de corrección obtenido entre los diferentes barridos. Todas las unidades se expresan en nanómetros. Los resultados obtenidos para el monocromador utilizado en la calibración absoluta se muestran en la tabla 4.1, mientras que los de la utilizada en la calibración relativa se muestran en la tabla 4.2 cuando se utilizó la red de difracción de 600 líneas / mm y en la tabla 4.3 se muestran los valores correspondientes a la red de difracción de 1200 / mm.

Normalmente se aplica un valor medio de corrección para toda la gama del espectro utilizado. Sin embargo, las correcciones en la tabla 4.2 son bastante dependientes de la longitud de onda por lo que, como se puede ver en la figura 4.1, cuando se representan juntas las curvas de respuesta espectral relativas obtenidas con el mismo instrumento utilizando la red 600 ranuras / mm y la de 1200 ranuras / mm aplicando una corrección constante, ambas curvas no coinciden sino que aparecen desplazadas provocando una diferencia en la temperatura termodinámica calculada en función de la curva espectral utilizada.

Para resolver este problema, las correcciones de las tablas 4.2 y 4.3 se ajustaron a un polinomio de segundo grado de la forma  $\lambda_{corr} = a \lambda_{ind}^2 + b \lambda_{ind} + c$  donde  $\lambda_{corr}$  es el valor de longitud de onda corregida,  $\lambda_{ind}$  es la longitud de onda en el monocromador,  $a, b$

y  $c$  son los coeficientes del polinomio. Los coeficientes obtenidos para cada red de difracción se enumeran en las tablas 4.4 y 4.5.

Como puede verse en la figura 4.2, mediante el uso de estos polinomios para la corrección de la longitud de onda, las curvas de respuesta espectral obtenidos con cada red coinciden mucho mejor

### 4.1.2 Uniformidad especial de la esfera integradora

Dado que solo una pequeña fracción de la energía radiante de la fuente  $r$  pasa a través del monocromador, la esfera integradora utilizada para la calibración de la responsividad absoluta a la radiancia en la instalación basada en la lámpara, debe ser relativamente pequeña con el fin de obtener suficiente energía de la esfera para llevar a cabo la calibración. Una pequeña esfera proporciona más potencia de salida que una más grande para la misma potencia radiante de entrada; por otro lado, las esferas más grandes son más uniformes que las pequeñas.

En este caso, se utilizó una esfera de 50.8 mm de integración de Lab Sphere™ Su uniformidad espacial se midió usando un fotodiodo de silicio Hamamatsu® con una abertura de precisión  $\varnothing 1$  mm colocada delante de área sensible del detector foto para restringir su campo de visión. La abertura de 1 mm se colocó en el mismo plano del puerto de salida de la esfera y se realizó una de exploración a través de la superficie de irradiación con pasos de 1 mm mediante el uso de un sistema de traslación XZ, El fotodetector fue conectado a un preamplificador y después a un DVM cuyas lecturas se registraron en un ordenador. La figura 4.3 muestra la uniformidad de la esfera normalizada obtenida a partir de la media de tres exploraciones diferentes. Una vez que se optimizó el experimento, el valor medido para la uniformidad de esfera fue del 0,1% con una desviación estándar de 0,05%.

### 4.1.3 Uniformidad angular de la esfera

Según la ley del coseno de Lambert, la irradiancia o iluminancia incidente en una superficie cualquiera varía a razón del coseno del ángulo de incidencia,  $\theta$ . [Ryer, 1996].

Siendo  $r_1 = 5$  mm,  $r_2 = 1.5$  mm y  $d = 110$  mm los valores nominales elegidas para los parámetros que definen el factor geométrico de la calibración absoluta, véase la ecuación 2.6, se requiere la esfera de integración de seguir ley del coseno de Lambert al menos para una ángulo  $\theta$  de  $7^\circ$ .

Para comprobar si la esfera ley del coseno, se montó un fotodetector Hamamatsu® en una mesa de rotación cuyo eje se colocó en el mismo plano que el puerto de salida de la esfera y colineal al centro del puerto de salida. La figura 4.4 muestra la uniformidad angular normalizada de la esfera obtenida a partir de la media de tres exploraciones diferentes. Se puede observar que para la región de interés,  $\pm 3,5^\circ$  alrededor del vector normal al plano del puerto de salida de la esfera, la desviación de datos experimentales respecto a los valores teóricos es menor de un 0,5% en lo que, se puede concluir que la fuente sigue la ley del coseno de Lambert lo suficientemente bien

#### 4.1.4 Estabilidad de la lámpara de Xe

La estabilidad de la fuente radiante se determinó colocando un fotodetector Hamamatsu ® en frente del puerto de salida de la esfera y tomando lecturas cada 0,5 segundos durante 10 minutos, que es la duración de tiempo esperado para la medición absoluta.

Como puede verse en la figura 4.5, el sistema se mantuvo estable dentro de un 1% para todo el periodo y, promediando 14 valores consecutivos para cada medición absoluta, fue posible reducir este valor a un 0,1%. Por lo tanto, no se observó una tendencia significativa que forzara para caracterizar y el ruido por el valor medio global y la desviación estándar de las lecturas.

## 4.2 CARACTERIZACIÓN DE LOS EXPERIMENTOS DE CALIBRACIÓN BASADOS EN LÁSERES

### 4.2.1 Uniformidad especial de la esfera

En estas instalaciones la fuente de radiación, un láser de colorante, emite luz monocromática y cuasi-coherente con una potencia de salida entre 250 mW y 500 mW, dependiendo de la longitud de onda y el estado de optimización del sistema. Esto permite el uso de una esfera con un diámetro interno mayor que en el caso de las instalaciones basadas en lámparas.

La esfera de integración utilizada en el sistema basado en láser tiene un diámetro interno de 250 mm. Su uniformidad espacial se midió siguiendo el mismo procedimiento que en el apartado 4.1.2. Los resultados de la caracterización se muestran en la figura 4.6.

Se puede observar que esta esfera tiene una mejor uniformidad espacial que la esfera más pequeña utilizada en la instalación basada en luz visible-NIR, de hasta del 99,6% para el área limitada por los 10 mm de diámetro de la apertura de precisión.

No se midió la uniformidad angular de esta esfera asumiendo que sería mejor que el medido para la esfera pequeña y cumpliría de sobra con la ley del coseno de Lambert.

### 4.2.2 Estabilidad

La estabilidad de la fuente láser se midió colocando un fotodetector de Si en frente del puerto de salida de la esfera y registrando la señal durante 30 minutos usando un DVM con 500 ms de tiempo de integración y tomando una lectura cada 500 ms. Los resultados se ilustran en la figura (4.7).

Se puede observar que algunos valores son bastante dispersos respecto del valor medio, alrededor de 0.608 V. Por lo tanto, el valor de la estabilidad obtenido durante todo el período fue de alrededor del 2%. Sin embargo, promediando 14 valores consecutivos para cada medición absoluta, fue posible reducir este valor hasta un 0,1%. Por lo tanto, no se observó una tendencia significativa que forzara a caracterizar el ruido y corregir por el valor medio global y la desviación estándar de las lecturas.

## 4.3 CALIBRACIÓN DEL LP2 E INCERTIDUMBRES ASOCIADAS

### 4.3.1 Calibración de la responsividad espectral relativa a la radiancia

La calibración respuesta espectral relativa del termómetro de radiación LP2 se realizó usando la red de 600 ranuras / mm del monocromador SP-500 con un ancho de ranura de 0,3 mm y también con la red de 1200 ranuras / mm y una anchura de rendija de 0,6 mm. En ambos casos, se realizaron cinco barridos de 630 nm a 670 nm con un paso de muestreo de 0,2 nm. Fuera de esta región, las señales medidas son 40 dB más bajas que las correspondientes a la longitud de onda en la que se alcanza el pico de transmitancia.

La figura 4.8 muestra los resultados de estas medidas y también incluye una curva de respuesta espectral relativa del LP2 medida en las instalaciones del CEM en el año 2010 siguiendo un procedimiento similar. Se puede observar que los resultados de las tres diferentes calibraciones coinciden entre sí.

### 4.3.2 Calibración de la respuesta espectral absoluta a la radiancia

Aunque curva de respuesta espectral relativa del LP2 alcanza su máximo alrededor de los 649 nm, se decidió llevar a cabo la calibración absoluta en una región cercana al máximo en la que la respuesta es más plana, a 651.2 nm, para evitar errores debidos a la selección de longitud de onda.

Varios pares de mediciones se realizaron en la instalación para la calibración de la responsividad absoluta a la radiancia basada en lámparas, midiendo la fotocorriente generada por el termómetro de radiación LP2;  $I_{ph,RT}$ , véase la figura 4.9a y luego la fotocorriente del detector de trampa de referencia,  $I_{ph,trap}$ , véase la figura 4.9b.

Se asume que el factor geométrico se mantiene constante entre mediciones; su valor, calculado a partir de la ecuación 2.6 fue  $1,7627 \times 10^{-8} \text{ m}^2 \times \text{sr}$ .

Se calculó un valor de responsividad a la radiancia para cada par de mediciones,  $I_{ph,RT,i}$ , y  $I_{ph,trap,i}$  de la ecuación 2.5. El valor final obtenido del promedio de los resultados fue  $S_{LP2}^L(651.2) = 8,2984 \times 10^{-11} \text{ A / W m}^{-2} \text{ sr}^{-1}$ .

Este resultado se combinó con la curva de respuesta espectral relativa obtenida con la red de difracción de 1200 ranuras / mm, normalizada a 651,2 nm, para obtener la curva de responsividad espectral absoluta a la radiancia del LP2 de 630 nm a 670 nm. La curva resultante se muestra en la figura 4.10.

### 4.3.3 Transmisión fuera de banda

La transmisión fuera de banda del LP2 se midió en la instalación de calibración de la radiancia espectral relativa que se describe en la sección 3.4.1 en el rango de longitudes de onda de 400 nm a 800 nm con un paso de muestreo de 10 nm. Incluyendo en la exploración la longitud de onda de 651,2 nm. Los resultados obtenidos se muestran en la figura 4.11. Ha de tenerse en cuenta que la luz difusa del monocromador está bajo  $10^{-4}$ , por lo que los valores de respuesta espectral fuera de la banda de transmisión podrían estar fuertemente influenciado por la luz parásita.



### 4.3.4 Efecto del tamaño de la fuente

La dependencia del radiómetro o el termómetro de radiación respecto del área que rodea el área enfocada se describe como el efecto del tamaño de la fuente (SSE); minimizar la sensibilidad del radiómetro al SSE es crítico en las mediciones ópticas de baja incertidumbre. Se ha reportado que la colocación de una lente de colimación detrás del diafragma de campo del radiómetro y una abertura situada en la distancia de la imagen de la lente de colimación puede reducir drásticamente el SSE [Yoon, 2005].

Esta abertura se llama Lyot stop y se utiliza para bloquear la radiación procedente de la luz esparcida y también para bloquear la radiación difractada desde el borde de la lente objetivo. La apertura Lyot stop se convierte entonces en apertura definidora de la geometría del termómetro de radiación.

EL ETF del de LP2 se midió utilizando las instalaciones del CEM descritas en la sección 3.5.1. La figura 4.12 muestra en % el ETF del LP2. Se puede observar que LP2 tiene un SSE insignificante para las aberturas de radio habituales (por debajo de 10 mm), pero aumenta a medida que lo hace el radio y el efecto puede ser perceptible para una apertura de 200 mm de radio.

### 4.3.5 Linealidad

La suposición subyacente en el uso de la mayoría de los métodos de detección para la medición de la radiación óptica es que la señal de salida del detector es directamente proporcional al flujo de radiación de entrada. Esta proporcionalidad se define como la linealidad y, a la inversa, la salida de proporcionalidad se define como la no linealidad [Thompson, 1994].

Como se describe en la sección 3.5.2, la no linealidad se mide en el CEM aplicando el método de adición de haces, lo que supone que el flujo de la fuente permanece constante durante todas las mediciones y que el flujo total en el detector que llega por dos caminos diferentes es igual a la suma de los dos flujos.

Para producir señales de termómetro correspondiente a temperaturas de 700 °C a 2000 °C se utilizan dos pares de lámparas incandescentes de filamento de tungsteno. Un divisor de haz combina los caminos ópticos de estas dos fuentes diferentes, con el mismo valor nominal radiación, de manera que el instrumento puede detectar las dos señales entrantes. Las señales procedentes de cada fuente,  $S_1$  y  $S_2$ , se miden por separado y, a continuación, la señal de ambas fuentes se mide simultáneamente para obtener el valor  $S_{1+2}$ .

De 2000 °C a 2500 °C, la linealidad se midió utilizando el horno Chino® con una célula de cuerpo negro vacía alojada en su interior. Un montaje óptico de aluminio anodizado negro se coloca en frente de la lente de enfoque del radiómetro estudiado. Dos piezas idénticas se pueden colocar en esta montura de tal manera que pueden dividir el haz entrante en dos mitades.

Los resultados del coeficiente de no linealidad se representan como en función de la temperatura en la figura 4.13. Las barras de error indican la incertidumbre de medida. No hay que aplicar correcciones de linealidad a las mediciones realizadas con este termómetro.

### 4.3.6 Balance de incertidumbre para la medida de temperaturas absolutas

El cálculo de las incertidumbres relacionadas con las mediciones de temperaturas absolutas se basa en [Machin, 2010c], donde la incertidumbre en las medidas de temperatura se expresa como:

$$U_T = \sqrt{\left(\frac{\partial T}{\partial \lambda_0} U_{\lambda_0}\right)^2 + \left(\frac{\partial T}{\partial \sigma} U_{\sigma}\right)^2 + \left(\frac{\partial T}{\partial H} U_H\right)^2 + \left(\frac{\partial T}{\partial S} U_S\right)^2} \quad (4.1)$$

donde:

$$\frac{\partial T}{\partial \lambda_0} \approx \frac{T}{\lambda_0} \left(1 - 5 \frac{\lambda_0 T}{c_2'}\right) \quad (4.2)$$

$$\frac{\partial T}{\partial \sigma} \approx \left(\frac{30T^2}{c_2'} - \frac{12T}{\lambda_0} + \frac{c_2'}{\lambda_0^2}\right) \frac{\sigma}{\lambda_0} \quad (4.3)$$

$$\frac{\partial T}{\partial H} \approx \left(\frac{\lambda_0 T^2}{c_2'} \frac{1}{H}\right) \quad (4.4)$$

$$\frac{\partial T}{\partial S} \approx \left(\frac{\lambda_0 T^2}{c_2'} \frac{1}{S}\right) \quad (4.5)$$

Donde  $\lambda_0$  es la longitud de onda media,  $\sigma$  la desviación estándar de la curva de respuesta espectral,  $c_2' = c_2/n$  es la segunda constante de radiación,  $n$  es el índice de refracción del medio en el que el termómetro de radiación está inmerso, por lo general aire y  $H$  comprende los coeficientes relacionados con la calibración del instrumento.

Los tres primeros términos corresponden a la calibración del termómetro y el último a la incertidumbre en el uso del termómetro. La tabla 4.7 muestra el balance de incertidumbre de calibración del termómetro de radiación LP2 y el balance de la incertidumbre en las mediciones de temperatura de acuerdo con la ecuación. 4.1. Las diferentes fuentes de incertidumbre se calcularon de la siguiente manera:

- La incertidumbre asociada con  $\lambda_0$ , se ha estimado mediante la combinación de la incertidumbre de calibración del monocromador, 0,05 nm ( $k = 1$ ) y su deriva 0,05 nm (distribución rectangular) considerándose correlacionadas.
- La incertidumbre asociada a  $\sigma$  se ha estimado en 0,02 nm, extraída de la repetibilidad de las mediciones realizadas para la respuesta espectral relativa (distribución rectangular).

The uncertainty associated with  $\sigma$  has been estimated as 0,02 nm from the repeatability of the measurements done for relative spectral response (rectangular distribution)

- La incertidumbre asociada con  $H$  está compuesta por:
  - calibración del detector trampa: se estima como 0,05% ( $k = 1$ ) a partir de su calibración con respecto al radiómetro criogénico de sustitución eléctrica.

- Las áreas de las aperturas: se estima que es del 0,1% a partir de los certificados de calibración del departamento longitud del CEM ( $k = 2$ ).
- Distancia: se estima en un 0,1% (distribución rectangular).
- Uniformidad espacial y angular de la esfera: este componente se ha estimado en 0,12% (distribución rectangular).
- Coeficiente de temperatura de la trampa: no hay información disponible en el momento, pero basándose en [Machin, 2010c] este componente se considera insignificante.
- Estabilidad de la trampa: se estima una deriva máxima del 0,05% (distribución rectangular).
- Estabilidad de la fuente: se estima en un 0,1% a partir de las mediciones realizadas con el fotodiodo monitor (desviación estándar).
- Difracción en las aperturas: se estima en un 0,07%.
- Relación señal-ruido: se estima en un 0,08% a partir de las medidas realizadas (distribución rectangular)

- La incertidumbre asociada con uso del termómetro de radiación,  $U_S$  se compone de:

- SSE: se estima que es del 0,03% (distribución rectangular).
- No linealidad: Este componente se estimó utilizando el procedimiento descrito en la sección 4.3.5, en este rango de temperatura, la LP2 no linealidad es del 0,06% (distribución rectangular).
- Condiciones ambientales: se estima que es del 0,002% a partir de las especificaciones técnicas del termómetro por lo que puede considerarse despreciable.
- Deriva a largo plazo: Los registros de los mismos puntos fijos en diferentes años se muestran en la tabla 4.6. La máxima diferencia entre ellos también se muestra en la última fila.

La tabla 4.7 presenta el balance de incertidumbre para la calibración del termómetro de radiación LP2 y da la incertidumbre derivada de la temperatura correspondiente al componente de incertidumbre para varias temperaturas absolutas de HTFPs. En la última fila también se da la incertidumbre combinada.

## 4.4 CARACTERIZACIÓN DE FIRa1

### 4.4.1 Calibración de la responsividad espectral relativa a la radiancia.

Una vez montado FiRa 1 i por primera vez, fue llevado a la instalación de calibración espectral relativa descrita en la sección 3.4.1 y se realizaron varias medidas de prueba para comprobar si el dispositivo funcionaba correctamente. Estas mediciones se hicieron desde 640 nm a 660 nm con un paso de muestreo espectral de 0,2 nm y con el filtro interferencial 650 nm y con la ganancia del amplificador de  $10^7$  V/A. Las rendijas del monocromador se ajustaron a 0,6 mm y la red de difracción a 1200 ranuras / mm. Los resultados se muestran en la figura 4.14.

La curva resultante no fue utilizada para los cálculos de temperatura, se midió sólo para asegurarse de que el radiómetro de filtro podría medir suficiente señal como para ser calibrado. Se observó una relación señal-ruido de 20 dB, suficiente como para una medida relativa, pero lejos del valor deseable de 40 dB para una calibración de la responsividad absoluta a la radiancia. La baja de la señal también podría explicar la aparición ruido en la curva a lo largo de la región de máxima responsividad.

Sin embargo, tras el análisis de los resultados, se decidió seguir trabajando con FiRa1 y tratar de realizar su calibración absoluta en el sistema basado en láser de colorante con la esperanza de lograr una mejor relación señal-ruido.

### 4.4.2 Calibración de la responsividad espectral absoluta a la radiancia a 650 nm

La calibración absoluta de FiRa1 tuvo lugar en la instalación basada en láser del IO-CSIC descrita en la sección 3.4.2.2. La ganancia seleccionada para la calibración fue de  $10^7$  V/A y el filtro de interferencial montado en el radiómetro era el mismo filtro usado en la sección 4.4.1 con una longitud de onda central de 650 nm.

El filtro y el circuito del colorante del laser se limpiaron con metanol siguiendo las instrucciones de los respectivos fabricantes, una nueva mezcla colorante DCM especial fue preparada y se limpiaron los espejos de la cavidad láser de colorante 599. Después de realizar estas tareas de mantenimiento, el sistema se optimizó mediante la alineación de los espejos hasta que se produjo laseo dentro de la cavidad usando una potencia de bombeo de 250 mW. A continuación, la cavidad se cerró, la potencia de salida del láser de bombeo se elevó a 5 W y se optimizó la potencia de salida del láser de colorante mediante el ajuste de la posición del acoplador de salida. Era necesario para llevar a cabo el procedimiento de optimización cada vez que se utilizó el sistema hasta que la potencia de salida del láser de colorante alcanzara los 500 mW.

Se tenía la intención de realizar varios barridos de 600 nm a 700 nm con un paso de muestreo por debajo de 0,1 nm. Desafortunadamente, se encontró que las rutinas de operación con el láser de colorantes requirieron mucho más tiempo de lo esperado, por lo que finalmente sólo se podría lograr una calibración absoluta de 645 nm a 665 nm con un paso de muestreo de 1 nm, mostrada en la figura 4.15.

### 4.4.3 Calibración de la responsividad espectral absoluta a la radiancia a 800 nm

FiRa1 pasó tres meses en el NPL durante el año 2013. En este período, se llevaron a cabo varios experimentos de caracterización del radiómetro de filtro y también se llevaron a cabo mediciones de HTFP con él, pero, la medida más importante que se llevó a cabo durante la estancia en el NPL fue la calibración absoluta a 800 nm.

Las instalación para la calibración de radiómetros filtro del NPL opera en el rango del infrarrojo cercano con un láser sintonizable de titanio-zafiro por lo que se un nuevo filtro interferencial con una longitud de onda central de 800 nm y se montó en FiRa1. La ganancia operativa del calibración fue también la de  $10^7$  V / A.

La calibración se realizó de 750 nm a 850 nm con un paso de muestreo de 0,1 nm, un experimento que requiere mucho tiempo y que se hace posible por su automatización: Un tornillo controlado por ordenador traslada el filtro birrefringente del láser sintonizable hasta que el medidor de longitud de onda mide el valor deseado . Una vez que la longitud de onda permanece constante bajo un criterio de tolerancia establecido en 0,05 nm. La potencia radiante de la esfera se mantiene también constante, esto se consigue con un detector de retroalimentación. En primer lugar se registra la señal del detector de trampa de referencia; después se mueve el detector trampa fuera del haz y la señal del radiómetro filtro se registra y, finalmente, se mueve otra vez el patrón de transferencia a su posición original en frente de la esfera de integración y su señal se mide de nuevo para asegurar la sistema permanece estable durante la medida de este punto. Después de esto se busca la longitud de onda siguiente. La curva resultante se muestra en la figura 4.16.

### 4.4.4 Transmisión fuera de banda

El filtro interferencial es el componente más influyente en un radiómetro de filtro en cuanto al OOB,. Por lo tanto, la transmitancia del filtro de 650 nm utilizado en FiRa1 y FiRa 2 se midió de 200 nm a 1100 nm, con un paso de muestreo de 1 nm en un espectrofotómetro Perkin Elmer ® Lambda 1050 aplicando la técnica de cascada con el fin de mejorar su precisión de medida y para ampliar su rango de operación. Se realizaron tres exploraciones; la figura 4.17 muestra el resultado para el promedio de las mediciones de los diferentes ciclos.

Utilizando la técnica de cascada fue posible confirmar que la transmitancia del filtro en la región fuera de banda es cuatro órdenes de magnitud más baja que en la región del pico de transmitancia. Se concluyó que cualquier termómetro de radiación utilizando este filtro interferencial, tanto FiRa1 como FiRa2, tendrá una transmisión fuera de banda aceptable y este parámetro no sería un problema para la correcta determinación de la temperatura termodinámica de HTFPs. En consecuencia, se decidió continuar con otras tareas de caracterización de FiRa1.

El OOB de FiRa1 con el filtro interferencial de 800 nm se midió en el NPL en el montaje experimental STAIRS que consiste en un láser supercontinuo, un filtro de paso de banda sintonizable en longitud de onda, un control de retroalimentación para la estabilización de la energía y una óptica de acoplamiento de salida. FiRa1 y el amplificador del detector de

retroalimentación se conectaron a dos DVM diferentes, ambos conectados a un ordenador de control a través de puertos GPIB.

La medición del OOB se realizó de 400 nm a 1000 nm con un paso de muestreo de 1 nm. Para cada punto, se utilizó el detector de realimentación para la estabilización de la fuente durante 30 segundos; una vez que se estabilizó la fuente, la señal de FiRa1 se promedió durante 30 segundos y el valor resultante registró. FiRa1 fue medido en una ganancia constante de  $10^7$  V / A durante el experimento. El amplificador del detector referencia se situó en la ganancia de  $10^4$  V/A para el rango de entre 800 nm a 1000 nm y se subió a  $10^5$  V/A para el rango de 400 nm a 800 nm. Los resultados se muestran en la figura 4.18 en términos de respuesta espectral relativa.

#### 4.4.5 Efecto del tamaño de la fuente

El SSE de FiRa1 se estudió en el NPL por el método indirecto. Como se puede apreciar en la Figura 4,19, los valores obtenidos para FiRa1 fueron enormes, especialmente para las medidas con el filtro de 800 nm debido a la alta reflectividad del aluminio anodizado, del que está hecha telescopio del radiómetro, en el rango del infrarrojo cercano. También quedó claro que algunos componentes del radiómetro deben cambiarse como la lente de enfoque, la apertura diafragma de campo, la apertura Lyot stop y su distancia relativa con el fin de mejorar el radiómetro.

Se supone que el Lyot stop de FiRa1 reduce el SSE y, aunque según los resultados de hecho lo hace, el valor resultante es todavía demasiado alta. Esto indica que el sistema geométrico debe mejorarse pero el diseño del radiómetro hace esta tarea imposible de lograr, porque no hay posibilidad de ajuste fino de los componentes ópticos dentro del radiómetro.

Tras el análisis de los resultados, se decidió que la mejor estrategia a seguir fue diseñar un nuevo radiómetro filtro en lugar de tratar de mejorar la existente, porque había demasiadas deficiencias en el diseño original radiómetro.

#### 4.4.6 Rangos de ganancia del amplificador

Aparte de las incertidumbres inaceptables logradas con FiRa1, se encontró una falta de varios grados de diferencia entre las temperaturas absolutas calculadas para los HTFPs medidos respecto de sus respectivos valores nominales.

Los componentes del filtro de radiómetro se analizaron en detalle. Las sospechas cayeron sobre el comportamiento del amplificador durante la calibración absoluta de FiRa1 que podría ser no lineal si la corriente generada en el fotodiodo es demasiado pequeña y no puede superar transimpedancia de entrada del amplificador.

Considere el circuito básico representado en la figura 4.20, el fotodiodo funciona sin una tensión de polarización, en la disposición llamada de cortocircuito. La tensión de salida ( $V_{out}$ ) del amplificador es proporcional a la fotocorriente del diodo, como determina la transimpedancia de realimentación ( $R_f$ ). Desde el punto de vista del fotodiodo, el amplificador y la resistencia de realimentación aparecen con una impedancia de ( $R_f/A$ ) a través de sus terminales, donde  $A$  es la ganancia de bucle abierto del amplificador. Como en este caso  $A$  es del orden de  $10^7$  V/A, la impedancia de cortocircuito a través del

fotodiodo es muy pequeña en comparación con los valores típicos de resistencia *shunt* del fotodiodo ( $R_{sh}$ ).

Aunque los amplificadores operacionales ideales suelen ser modelados con una alta, si no infinita, impedancia de entrada, los de verdad generan una pequeña cantidad de corriente en los pines de entrada. Esta corriente de polarización de entrada es del orden de  $10^{-12}$  A to  $10^{-13}$  A [Eppeldauer, 1991].

Para determinar el comportamiento del amplificador durante la calibración del radiómetro filtro se llevó a cabo un experimento. En este experimento, se simuló la fotocorriente de un foto-diodo utilizando una fuente de alimentación que genera diferentes tensiones de entrada ( $V_i$ ). Esta tensión se mide usando un DVM y, a continuación, la señal de salida de la fuente de alimentación se conecta a una resistencia de referencia de  $10\text{ M}\Omega$  calibrada ( $R_{ref}$ ). La entrada del amplificador FiRa1 se alimentó con la fotocorriente de salida de la resistencia de referencia; este fotocorriente se calcula utilizando la expresión  $I = V_i / R_{ref}$ . La salida del amplificador de FiRa1 fue finalmente conectada a un DVM con el fin de medir la señal de salida del amplificador ( $V_o$ ). La relación de ganancia correspondiente a cada fotocorriente de entrada ( $I$ ) se calcula utilizando la relación rango de ganancia =  $V_o / I$ .

En los resultados de estas mediciones, que se muestran en la figura 4.21, se evidencia que el amplificador tiene un comportamiento no lineal para pequeñas fotocorrientes tales como los generados durante la calibración del radiómetro de filtro.

Aunque se podrían utilizar estos resultados para tratar de corregir la curva absoluta de responsividad espectral a la radiancia de FiRa1 y proporcionar así una mejor determinación de las temperaturas termodinámicas, se decidió dejar de trabajar con FiRa1 debido a sus defectos de funcionamiento y diseño y centrarse en el desarrollo de FiRa2.

## 4.5 CARACTERIZACIÓN DE FIRA2

Una vez FiRa2 fue montado, se midió el SSE y la linealidad el nuevo instrumento en el CEM.

### 4.5.1 Efecto del tamaño de la fuente

El SSE de FiRa2 se midió en las instalaciones del CEM que describe la sección 3.5.1. Las posiciones relativas entre colimador y Lyot stop, así como la distancia de ambos componentes hasta el diafragma de campo fueron ajustadas con precisión. Cada vez que se cambió la posición de uno de los componentes, se midió el SSE del instrumento para comprobar si el nuevo valor fue mejor o peor que el anterior. Este proceso se llevó a cabo tantas veces como fue necesario hasta que se obtuvo un valor óptimo de SSE. Los resultados finales se muestran en la figura 4.22.

En comparación con el SSE del LP2 que se muestra en la figura 4.12, el SSE de FiRa2 es ligeramente superior. Esto podría estar causado por el paralelismo existente entre el diafragma de campo y la lente de enfoque. Puesto que también son normales al eje óptico, puede estar ocurriendo interreflexiones entre ellos causando así un aumento del SSE. En cualquier caso el SSE es lo suficientemente para aperturas pequeñas de menos de 5 mm de radio.

### 4.5.2 Linealidad

La linealidad de FiRa2 se midió en las instalaciones del CEM descritas en la sección 3.5.2. El amplificador A/V es el componente del radiómetro de filtro que está más involucrado en la linealidad del instrumento por lo que su comportamiento debe ser estudiado cuidadosamente a lo largo de todo su rango de operación. FiRa2 utiliza cuatro diferentes ganancias de su amplificador Femto® DLPCA-200: Las ganancias LN-9 y LN-8 se utilizan para la calibración del instrumento:

- La señal medida durante la calibración es equivalente a una temperatura de 800 ° C. Es necesaria una relación señal a ruido de, por lo menos, tres órdenes de magnitud para la correcta calibración del termómetro de radiación.
- La ganancia LN-8 se utiliza para la medición del punto fijo del Cu y también para la medición del Co-C.
- La ganancia LN-7 se utiliza para la medición del Pt-C.
- La ganancia LN-6 se utiliza para la medición del Re-C.

Para todas las ganancias estudiadas, los resultados de calibración del amplificador Femto® DLPCA-200 evidenciaron un empeoramiento del rendimiento para señales de salida por encima de 8V. Por lo tanto, el criterio para cambiar de una a otra ganancia se basa en la señal de salida resultante; cuando se está cerca de 8 V, se selecciona una menor ganancia por lo que la señal de salida medida será de alrededor de 0,8 V.

Linealidad se ha medido para cada ganancia en un rango de señal equivalente a las temperaturas mínimas y máximas que opera el radiómetro de filtro para garantizar una medición exacta de cualquier temperatura termodinámica en el intervalo entre el punto fijo Cu (1084 °C) y la Re-C HTFP (2474 °C). Resultados de la caracterización se muestran en la



figura 4.23, donde la desviación de la linealidad en% se representa frente a la temperatura de la fuente.

Los resultados permiten evitar corrección por linealidad para este termómetro de radiación.

### 4.5.3 Transmisión fuera de banda

Ya que FiRa2 utiliza el mismo filtro interferencial que FiRa1, se ha asignado los mismos valores de OOB para FiRa2 que los que se muestran en la figura 4.17 de la sección 4.4.4.

## 4.6 CALIBRACIÓN DE FIRA2, INCERTIDUMBRES

### 4.6.1 Calibración de la responsividad espectral relativa a la radiancia

Una vez que se optimizó la posición de todos los componentes ópticos de FiRa2 y se determinaron valores finales de SSE y linealidad en el CEM, el instrumento fue cuidadosamente transportado a dependencias del IO-CSIC, a unos 25 km de distancia.

Se decidió iniciar la calibración de FiRa2 midiendo su responsividad espectral relativa a la radiancia en la instalación descrita en el apartado 3.4.1 para determinar la forma espectral de la curva de responsividad.

7 exploraciones se realizaron con un paso de muestreo de 0,2 nm desde 625 nm a 680 nm; señales medidas fuera de este rango son 40 dB inferiores a los obtenidos en la longitud de onda correspondiente al pico de transmitancia. Utilizando la ecuación 4.12, se calculó la respuesta espectral relativa correspondiente a cada exploración y, posteriormente, se promediaron los valores de estas 7 exploraciones. La figura 4.24 muestra la curva de respuesta espectral de FiRa2 resultante del promediado.

La responsividad máxima se obtuvo a 649,2 nm. Al 50% de la longitud de onda de pico, la curva es de 10 nm de ancho.

Los resultados de estas mediciones también se utilizan para determinar la región de paso de banda: Las señales fuera del rango entre 635 nm a 665 nm son  $10^{-3}$  veces menores que en la región del pico de responsividad y fuera de la región de 625 nm a 679 nm, las señales son  $10^{-4}$  veces menores.

### 4.6.2 Calibración de la responsividad espectral absoluta a la radiancia

Una vez que la respuesta espectral relativa de FiRa2 fue bien determinada, el instrumento se llevó a la instalación de calibración del IO-CSIC basado en láseres descrita en la sección 3.4.2.2. Las medidas absolutas realizadas en estas instalaciones son realizadas manualmente:

- Se selecciona la longitud de onda de salida del láser de colorante moviendo el micrómetro que mueve el filtro birrefringente hasta que el medidor de longitud de onda indica el valor deseado.

- El detector trampa de referencia se coloca y se retira manualmente en frente de la esfera integradora. De acuerdo con las especificaciones del fabricante, la base magnética utilizada para este propósito proporciona una repetibilidad mejor que 100 microrradianes.

La operación manual hace que este experimento consuma mucho tiempo. Por lo tanto, se decidió realizar mediciones absolutas solo en la región dentro de banda entre 635 nm y 665 nm, prestando especial atención a la longitud de onda máxima, 649 nm, y otras longitudes de onda donde FiRa2 alcanza sus valores máximos de responsividad.

Después de una serie de mediciones a lo largo de los días, se obtuvo una curva de los valores de responsividad absoluta a la radiancia del radiómetro filtro de 645 nm a 665 nm con un paso de integración de 1 nm que se representa en la Figura 4.25.

Existía mucho interés en comparar los resultados de las mediciones espectrales en las instalaciones de calibración relativa basada en lámparas frente a la calibración absoluta en la instalación basada en láseres. Esto se logró multiplicando cada valor de la curva de respuesta espectral relativa por el valor de la capacidad de respuesta espectral absoluta a la radiancia en la longitud de onda de máxima responsividad (649,2 nm) el mismo valor al que se normalizó la curva relativa.

Las curvas se muestran en la figura 4.26 donde la curva de puntos cuadrados azules es la que corresponde a las mediciones absolutas, mientras que la curva de la línea roja es la curva de respuesta basada en lámpara-monocromador.

Según los resultados, FiRa2 no parecía verse afectado por la coherencia de la fuente radiante, ya que ambas curvas se solapan en el gráfico. Así pues, se puede concluir que, debido a la disposición no paralela entre el detector de foto y el filtro interferencial, no hay efectos ondulantes parecían estar presentes durante las mediciones absolutas. Por lo tanto, los resultados obtenidos en la instalación de calibración basada en láser pueden considerarse fiables.

Después del análisis, se decidió calibrar FiRa2 de forma análoga a LP2 y combinar la curva relativa con el valor de la capacidad de respuesta espectral absoluta a la radiancia en la longitud de onda del pico, 649,2 nm. De esta manera, el instrumento podría ser calibrado de manera eficiente entre 625 nm y 680 nm con un paso de muestreo espectral 0,2 nm. Varias medidas absolutas en 649,2 nm fueron tomadas con el fin de comprobar la repetibilidad.

### 4.6.3 Incertidumbres

Las incertidumbres relacionadas con la calibración de FiRa2 y la determinación de temperaturas termodinámicas se calculan del mismo modo que para el LP2. Como se explica en la sección 4.3.6.1, se utilizan las ecuaciones 4.1, 4.2, 4.3, 4.4 y 4.5 para el cálculo de la incertidumbre. La tabla 4.8 muestra las incertidumbres obtenidas para FiRa2.

Se puede observar en la tabla 4.8a que las incertidumbres de calibración absolutos de FiRa2 son significativamente más bajos que los correspondientes a la calibración absoluta de LP2 del CEM que se muestra en la tabla 4.6a. Las principales razones de esta reducción

de la incertidumbre son la mejora de la medición de la distancia, la esfera de mejor uniformidad y la mayor relación señal/ruido conseguida con los láseres.

## 4.7 MEDIDA DE HTFP'S

Una vez fue terminada la calibración de FiRa2, el termómetro de radiación fue devuelto a las instalaciones del CEM con el fin de realizar mediciones de temperaturas termodinámicas de radiación.

### 4.7.1 Punto de inflexión [Woolliams, 2012b]

Las mesetas de fusión de los HTFPs son más repetitivas y tienen menos sensibilidad a ciclos previos de calentamiento-enfriamiento, esa es la razón por la que se utilizan para la determinación de la temperatura termodinámica del punto fijo. Sin embargo, dichas mesetas de fusión no son perfectamente planas, sino que presentan cierta inclinación dependiente de los pasos de temperatura. Esto obliga a, en lugar de promediar los valores registrados durante la transición, establecer un criterio para la determinación de cierto punto de la meseta de fusión como la referencia para el cálculo de la temperatura del punto fijo.

Se intentó utilizar un punto de la meseta con un significado físico, tales como los puntos de *liquidus* o el de *solidus* de la transición de fase pero se ha observado que estos puntos no son lo suficientemente repetitivos. Finalmente, se decidió utilizar el punto de inflexión de la meseta de fusión (POI) que no tiene un significado físico pero es muy repetitivo y está situado en el punto medio de la meseta.

El proceso para la determinación de la POI consiste en la aproximación de los datos experimentales correspondientes a la curva de fusión a un polinomio de tercer orden  $T = at^3 + bt^2 + ct + d$  y determinar el tiempo  $t = -b/3a$  en el que segunda derivada del polinomio es igual a cero, es decir, su punto de inflexión. Este valor se sustituye en el polinomio para conseguir la temperatura correspondiente. La figura 4.27 ilustra este proceso.

### 4.7.2 Medida de HTFP's con FiRa2

El primer punto fijo en ser medido con FiRa2 fue un punto fijo del Cu Isothech ® con una abertura de diámetro 3 mm. La célula se encuentra en un horno Lenton ® de tres zonas. Los resultados pueden verse en la figura 4.28 donde aparece la temperatura registrada en función del tiempo.

Después de la medición del Cu, se midieron los HTFPs del CEM de en un horno CHINO ® IR-R80. La primera célula en ser medida fue la del punto fijo del Co-C. Después de alinear FiRa2 con el horno a temperatura ambiente, se calentó la celda hasta 1294 °C, 30 °C por debajo del punto eutéctico del Co-C. Se realizaron tres ciclos con los pasos de  $\pm 30$  °C,  $\pm 20$  °C y  $\pm 10$  °C alrededor de la temperatura de fusión. Los resultados obtenidos para los se muestran en la figura 4.29.

Siguiendo un procedimiento similar, se midió el Pt-C. Se realizaron dos ciclos con pasos de  $\pm 20$  °C en torno a la temperatura de fusión. Los resultados se muestran en la figura 4.30,

donde la temperatura se representa gráficamente contra el tiempo. En este caso, el primer ciclo se utiliza para fines de alineamiento.

Los resultados de la medición de los puntos fijos Cu, Co-C y Pt-C fueron satisfactorios, las temperaturas calculadas eran repetitivos y tenía correcciones respecto a sus valores nominales dentro de sus incertidumbres asociadas. Por desgracia, este no fue el caso para las mediciones de Re-C.

La primera vez que se midió el Re-C del CEM con Fira2, se obtuvo una curva con una forma anormal. Aunque se comprobó el alineamiento del instrumento, los resultados inesperados de esta medida se atribuyeron a una desalineación, concluyendo que campo de visión de Fira2 no estaba completamente dentro de la cavidad del cuerpo negro de la célula del Re-C por lo que la medición se repitió al día siguiente.

Al día siguiente, se corrigió el alineamiento de Fira2 y se repitió la rutina de medición del Re-C. En esta ocasión, la curva resultante tenía la forma usual se puede esperar cuando se mide este tipo de célula; Sin embargo, la temperatura calculada fue de más de 2 °C por debajo de la temperatura de fusión nominal del Re-C, 2474 °C, aproximadamente el doble de la incertidumbre expandida calculada.

Se decidió entonces volver a calibrar FiRa2 y medir de nuevo el punto del Re-C después. Por lo tanto, el termómetro fue transportado al IO-CSIC para su recalibración. Se obtuvieron valores similares que en la calibración anterior: El resultado de la primera calibración responsividad radiancia espectral absoluta de Fira2 a 649,2 nm era  $1,63969^{\circ} \text{ A W}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ sr}^{-1}$  mientras que el resultado de la segunda calibración a la misma longitud de onda fue de  $1,62823^{\circ} \text{ A W}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ sr}^{-1}$ . La diferencia entre los resultados de ambas calibraciones puede justificarse por un cambio en la geometría de definición del radiómetro.

Por desgracia, cuando FiRa2 regresó de nuevo al CEM, no se pudo volver a medir el Re-C debido a su rotura. No fue hasta que las células del InK WP1 llegaron al CEM cuando se pudo medir un Re-C. Los resultados de la medición de una de las celdas del InK WP1 no fueron satisfactorios y se concluyó que FiRa2 estaba experimentando derivas. Los resultados de todas estas mediciones de Re-C se pueden observar en la figura 4.31, donde los registros de temperatura se representan como una función del tiempo.

Las temperaturas termodinámicas calculadas,  $t_{obs}$ , se resumen y se comparan con los valores de referencia correspondientes,  $t_{ref}$  en la tabla 4.9.

Las derivas observados en la medición de la temperatura de la celda del Re-C con FiRa2 a lo largo de los días obligó a descartar el uso del instrumento para las mediciones del InK WP1. Por otra parte, se hizo evidente que no había tiempo suficiente para realizar cambios en la configuración de FiRa2 con el fin de mejorar su estabilidad, recalibrar el instrumento y medir las células WP1 InK a tiempo. Esta es la razón por la que las mediciones WP1 InK finalmente fueron realizados con el LP2 a pesar que las incertidumbres asociadas a este instrumento son mayores que las de FiRa2. Por otro lado, se ha planeado para el futuro el estudio y la mejora del comportamiento de FiRa2.

### 4.7.3 Determinación de la temperatura termodinámica de los puntos fijos eutécticos del InK WP1 empleando el LP2

Debido a las razones expuestas anteriormente, las células InK WP 1 fueron finalmente medidas utilizando el LP2 del CEM calibrado en responsividad espectral absoluta a la radiancia.

El termómetro de radiación utiliza un filtro de densidad neutra para medir la señal de Re-C (0,01). Este filtro ha sido medido justo antes de las mediciones.

Los ciclos realizados para cada celda eutéctica se describen en [Woolliams, 2012b]. En el caso de las células de Re-C se realizaron sólo ciclos para la primera jornada de mediciones. Esta temperatura de punto de inflexión y otros como las temperaturas límite y liquidus superiores se calculan utilizando la plantilla EXCEL de suministrada por el laboratorio coordinador.

En las figuras de 4.32 a 4.35 se pueden observar los ciclos de medida para cada punto fijo, ya que diferentes células para cada HTFP se han utilizado en diferentes días, cada figura, que corresponde a un HTFP.

Las  $t_{\text{abs}}$  calculadas de los POI de los puntos eutécticos y la temperatura de congelación del Cu FP se muestra en la tabla 4.10.

Para comparar, en la Tabla 4.11 se muestran los valores  $t_{90}$  de las mismas medidas.

## 4.8 RESUMEN

Como se puede ver comparando los resultados de las tablas 4.10 y 4.11, los valores medidos se encuentran cerca de los valores nominales previamente publicados para estos HTFPs  $t_{\text{ref}}$  extraídos de la tabla 1.1. Sin embargo, las incertidumbres de las mediciones  $t_{\text{abs}}$  son similares a los valores  $t_{90}$ .



## CAPÍTULO 5 CONCLUSIONES FINALES

El trabajo aquí presentado es el resultado del primer intento de medir temperaturas termodinámicas de HTFPs de encima del punto del fijo Cu en España. Para lograr este objetivo, la división de temperatura del CEM y el Instituto de Óptica del Consejo Superior de Investigaciones Científicas español firmaron un convenio de colaboración para llevar a cabo la calibración absoluta en instalaciones IO-CSIC y mediciones de temperatura en el CEM. Estas son las principales conclusiones extraídas de este trabajo:

- En cuanto a los diseños experimentales:
  6. Los efectos de convolución pueden considerarse insignificante para una amplia gama de anchos de rendija del monocromador, valores similares de temperatura se pueden obtener utilizando las calibraciones espectrales relativas realizadas con diferentes anchos de rendija.
  7. Las medidas absolutas tienen mucho más impacto en el cálculo de la temperatura termodinámica que las mediciones espectrales relativas. Según los modelos numéricos, para la calibración de la responsividad espectral absoluta a la radiancia de un radiómetro de filtro, basta con medir en una sola longitud de onda y luego multiplicar la curva relativa, normalizada a la misma longitud de onda, por el valor resultante de la calibración absoluta.
  8. EL OOB 3. del radiómetro debe ser estudiado en mayor profundidad, deben ser desarrollados mejores experimentos para su determinación y estudiar su impacto en el cálculo de la temperatura termodinámica.
  9. La medida de distancias entre las aperturas antes y después de las mediciones radiométricas asegura que la geometría en el radiancímetro se mantiene estable y proporciona mediciones de radiancia absolutas fiables y repetitivas.
  10. La configuración geométrica del radiancímetro produce pérdidas por falta de absorción de todo el haz secundario proveniente de la esfera integradora. Estas pérdidas se han calculado y se han hecho correcciones al respecto.
- En cuanto a la calibración absoluta del LP2's:
  2. El LP2 es un termómetro de radiación muy estable y fiable con bajo SSE y baja no linealidad, incluso midiendo temperaturas cercanas a los 2500 °C. Este radiómetro se ha calibrado absolutamente. La mayoría de las incertidumbres más frecuentes asociadas a esta calibración se relacionan con la fuente de radiación utilizada para la calibración del LP2: estabilidad fuente y la homogeneidad de la esfera.

3. La incertidumbre asociada a la determinación de la temperatura termodinámica del HTFP al emplear el LP2 como un termómetro de radiación absoluta es similar a la proporcionada por los valores  $t_{90}$ .
- En cuanto a la calibración de FiRa1:
    4. Se ha caracterizado y calibrado en dos longitudes de onda diferentes el primer radiómetro filtro no comercial, FiRa1, desarrollado por el CEM / IO-CSIC.
    5. Las células de apertura pequeña no podían medirse con este instrumento, pero se midió con éxito un HTFP Re-C con una apertura mm  $\varnothing$  5.
    6. Los malfuncionamientos de FiRa1 han sido analizados y utilizados para diseñar un segundo radiómetro, FiRa2.
  - En cuanto a la calibración de FiRa2:
    6. El segundo radiómetro desarrollado como parte del presente trabajo, FiRa2, es un radiómetro de filtro económico con sistema de imagen optimizado para la medición de HTFPs.
    7. Las principales características que se buscaron durante el desarrollo de FiRa2 fueron su repetibilidad, estabilidad geométrica, robustez mecánica, sensibilidad térmica mínima, y protección contra la corrosión para evitar su envejecimiento.
    8. FiRa2 fue calibrado en una instalación basada en láser de colorante con baja incertidumbre.
    9. Debido a la falta de un sistema de visualización, las mediciones de HTFP fueron un poco difícil de hacer. La existencia de un ocular podría ser muy útil durante las medidas como mecanismo de control del alineamiento.
    10. Los resultados de la determinación de la temperatura absolutas obtenidas con FiRa2 fueron inconsistentes para temperaturas superiores al punto fijo del Pt-C.
  - A modo de resumen, las conclusiones generales sobre el trabajo realizado son:
    5. Se han cumplido los objetivos principales establecidos para esta tesis, se han adquirido conocimientos relacionados con la termometría absoluta de radiación, se han hecho calibraciones radiométricas absolutas y mediciones de temperatura termodinámica, y han sido estudiados los componentes de la incertidumbre que participan en todas esas medidas.
    6. Un radiómetro filtro con sistema de imagen ha sido diseñado y calibrado para su uso en la determinación de la temperatura termodinámica con baja



incertidumbre. Sin embargo, para mediciones por encima de 2.000 °C, derivas importantes se han observado en su comportamiento

7. Un termómetro de radiación comercial ha sido calibrado en términos de responsividad espectral absoluta a la con una incertidumbre similar a la proporcionada por la escala Internacional de temperatura de 1990.
8. Ha sido posible participar en paquete de trabajo 1 del proyecto InK y contribuir al desarrollo de la próxima escala internacional de temperatura.



# BIBLIOGRAFÍA

- [Anhalt, 2008] Anhalt, K. Radiometric Measurement of Thermodynamic Temperatures during the Phase Transformation of Metal-Carbon Eutectic Alloys for a New High-Temperature Scale above 1000 °. **2008**.
- [Anhalt, 2009] Anhalt, K.; Zelenjuk, A.; Taubert, D. R.; Keawprasert, T.; Hartmann, J. New PTB Setup for the Absolute Calibration of the Spectral Responsivity of Radiation Thermometers. *Int. J. Thermophys.* **2009**, *30*, 192–202.
- [Bedford, 1997] Bedford, R. E.; Bonnier, G.; Maas, H.; Pavese, F. Techniques for Approximating the International Temperature Scale of 1990. *Suppl. Inf. ITS-90* **1997**, 205.
- [Bedford, 2003] Bedford, R. E.; Bonnier, G.; Maas, H.; Pavese, F. Recommended Values of Temperature on the International Temperature Scale of 1990 for a Selected Set of Secondary Reference Points. *Metrologia* **2003**, *33*, 133–154.
- [Bejan, 2006] Bejan, A. *Advanced Engineering Thermodynamics*; 3rd ed.; John Wiley & Sons, **2006**; p. 888.
- [Bloembergen, 2011] Bloembergen, P.; Dong, W.; Bai, C. Y.; Wang, T. J. On the Impurity Parameters for Impurities Detected in the Eutectics Co-C and Pt-C and Their Role in the Estimate of the Uncertainty in the Eutectic Temperatures. *Int. J. Thermophys.* **2011**, *32*, 2633–2656.
- [Boivin, 1995] Boivin, L. P.; Gibb, K. Monochromator-Based Cryogenic Radiometry at the NRC. *Metrologia* **1995**, *32*, 565–570.
- [Bourson, 2013] Bourson, F.; Briauudeau, S.; Rougié, B.; Sadli, M. Determination of the Furnace Effect of Two High-Temperature Furnaces on Metal-Carbon Eutectic Points. In *AIP Conference Proceedings*; **2013**; Vol. 380, pp. 380–385.

- [Campo, 2008] Campo, M. D. del. Construcción Y Optimización de Células Del Punto Triple Del Mercurio Y Su Realización., Universidad Politécnica de Madrid, **2008**.
- [Campos, 1998] Campos, J.; Corredera, P.; Pons, A.; Corrons, A.; Fontecha, J. L. Reflectance Dependencies of Silicon Trap Detectors. *Metrologia* **1998**, *35*, 455–460.
- [Campos, 2001] Campos, J.; Corróns, A.; Pons, A.; Corredera, P.; Fontecha, J. L.; Jiménez, J. R. Spectral Responsivity Uncertainty of Silicon Photodiodes due to Calibration Spectral Bandwidth. *Meas. Sci. Technol.* **2001**, *12*, 1926.
- [Campos, 2013] Campos, J. De La Potencia a La Temperatura. In *5º Congreso Nacional de Metrología*; Madrid, **2013**; p. 5.
- [Castro, 2011a] Castro, P. High Temperature Fixed Points: Investigation of Influence Parameters on the Temperature Uncertainty by Thermal Modelling, Universidad de Valladolid, **2011a**.
- [Castro, 2011b] Castro, P.; Machin, G.; Villamañan, M. a.; Lowe, D. Calculation of the Temperature Drop for High-Temperature Fixed Points for Different Furnace Conditions. *Int. J. Thermophys.* **2011b**, *32*, 1773–1785.
- [Castro, 2014] Castro, P.; Machin, G.; Bloembergen, P.; Lowe, D.; Whittam, a. Thermodynamic Temperatures of High-Temperature Fixed Points: Uncertainties Due to Temperature Drop and Emissivity. *Int. J. Thermophys.* **2014**, 1341–1352.
- [Coates, 1977] Coates, P. B. Wavelength Specification in Optical and Photoelectric Pyrometry. *Metrologia* **1977**, *13*, 1–5.
- [Comes, 1991] Comes, F. J. Dye Lasers, 3rd Enlarged and Revised Edition, Vol. 1 Aus Der Reihe Topics in Applied Physics. *Berichte der Bunsengesellschaft für Phys. Chemie* **1991**, *95*, 105–106.

- [Dury, 2007] Dury, M. R.; Theocharous, T.; Harrison, N.; Fox, N.; Hilton, M. Common Black Coatings - Reflectance and Ageing Characteristics in the 0.32-14.3  $\mu\text{m}$  Wavelength Range. *Opt. Commun.* **2007**, *270*, 262–272.
- [Dury, 2013a] Dury, M. R.; Goodman, T. M.; Lowe, D. H.; Machin, G.; Woolliams, E. R. Development of a New Radiometer for the Thermodynamic Measurement of High Temperature Fixed Points. *AIP Conf. Proc.* **2013a**, *1552* 8, 65–70.
- [Dury, 2013b] Dury, M.; Woolliams, E. *THOR Design Document*; **2013b**; p. 78.
- [Dury, 2014] Dury, M. R.; Arneil, T. C.; Machin, G.; Goodman, T. M. Size-of-Source Effect Sensitivities in Radiometers. *Int. J. Thermophys.* **2014**, *35*, 1391–1400.
- [Eppeldauer, 1991] Eppeldauer, G.; Hardis, J. E. Fourteen-Decade Photocurrent Measurements with Large-Area Silicon Photodiodes at Room Temperature. *Appl. Opt.* **1991**, *30*, 3091–3099.
- [Fischer, 2007] Fischer, J.; Gerasimov, S.; Hill, K. D.; MacHin, G.; Moldover, M. R.; Pitre, L.; Steur, P.; Stock, M.; Tamura, O.; Ugur, H.; et al. Preparative Steps towards the New Definition of the Kelvin in Terms of the Boltzmann Constant. *Int. J. Thermophys.* **2007**, *28*, 1753–1765.
- [Fischer, 2012] Fischer, J. ; Fellmuth B.. *Proposal for a Nomenclature for the MeP-K*; Berlin, 2012; p. 2.
- [Fowles, 1975] Fowles, G. R. Introduction to Modern Optics.pdf, **1975**, 333.
- [Fox, 1990] Fox, N. P.; Martin, J. E. Comparison of Two Cryogenic Radiometers by Determining the Absolute Spectral Responsivity of Silicon Photodiodes with an Uncertainty of 0.02%. *Appl. Opt.* **1990**, *29*, 4686–4693.
- [Fox, 1991] Fox, N. P. Trap Detectors and Their Properties. *Metrologia* **1991**, *28*, 197.

- [Gautreau, 1999] Gautreau, R. *Modern Physics*; McGraw Hill, **1999**; p. 338.
- [Gavrilov, 2013] Gavrilov, V. R.; Khlevnoy, B. B.; Otryaskin, D. A.; Grigorieva, I. A.; Samoylov, M. L.; Sapritsky, V. I. AIP Conference Proceedings. In; 2013; Vol. **1552**, pp. 329–334.
- [Geist, 1980a] Geist, J. Silicon Photodiode Front Region Collection Efficiency Models. *J. Appl. Phys.* **1980a**, *51*, 3993.
- [Geist, 1980b] Geist, J.; Zalewski, E. F.; Schaefer, a R. Spectral Response Self-Calibration and Interpolation of Silicon Photodiodes. *Appl. Opt.* **1980b**, *19*, 3795–3799.
- [Gentile, 1996] Gentile, T. R.; Houston, J. M.; Cromer, C. L. Realization of a Scale of Absolute Spectral Response Using the National Institute of Standards and Technology High-Accuracy Cryogenic Radiometer. *Appl. Opt.* **1996**, *35*, 4392–4403.
- [Gibbs, 1961] Gibbs, J. W. *Scientific Papers*; Dover Publications: New York, **1961**.
- [Goebel, 1997] Goebel, R.; Pello, R.; Stock, K. D.; Hofer, H. Direct Comparison of Cryogenic Radiometers from the BIPM and the PTB. *Metrologia* **1997**, *34*, 257–259.
- [Hao, 2011] Hao, X.; Yuan, Z.; Lu, X.; Zhao, W. Size-of-Source Effect Difference between Direct and Indirect Methods of Radiation Thermometers. *Int. J. Thermophys.* **2011**, *32*, 1655–1663.
- [Hartmann, 2009] Hartmann, J. High-Temperature Measurement Techniques for the Application in Photometry, Radiometry and Thermometry. *Phys. Rep.* **2009**, *469*, 205–269.
- [Hernanz, 2011] Hernanz, M. L.; Campos, J.; Pons, A.; Martín, M. J.; Ferrero, A.; Rabal, A.; Campo, D. del; Villamarín, A. Diseño Y Caracterización de Un Termómetro de Radiación. In *7ª Reunión Española de Optoelectrónica*; **2011**; p. 2.

- [Hoyt, 1991] Hoyt, C. C.; Foukal, P. V. Cryogenic Radiometers and Their Application to Metrology. *Metrologia* **1991**, *28*, 163–167.
- [Josephson, 1973] Josephson, B. D. The Discovery of Tunnelling (Nobel Lecture). **1973**, *1*.
- [Keawprasert, 2011a] Keawprasert, T. Monochromator-Based Absolute Calibration of Standard Thermometer Keawprasert.pdf, Technischen Universität Berlin, **2011a**.
- [Keawprasert, 2011b] Keawprasert, T.; Anhalt, K.; Taubert, D. R.; Hartmann, J. Monochromator-Based Absolute Calibration of Radiation Thermometers. *Int. J. Thermophys.* **2011b**, *32*, 1697–1706.
- [Kübarssepp, 2000] Kübarssepp, T.; Kärhä, P.; Ikonen, E. Interpolation of the Spectral Responsivity of Silicon Photodetectors in the near Ultraviolet. *Appl. Opt.* **2000**, *39*, 9–15.
- [Lassila, 1997] Lassila, a; Hofer, H.; Ikonen, E.; Liedquist, L.; Stock, K. D.; Varpula, T. Intercomparison of Cryogenic Radiometers Using Silicon Trap Detectors. *Meas. Sci. Technol.* **1997**, *8*, 123–127.
- [Lienhard, 2010] Lienhard, J. H. Heat Transfer. *J. Heat Transfer* **2010**, *82*, 198.
- [Lu, 2011] Lu, X.; Yuan, Z.; Hao, X. Study on Reducing the Size-of-Source Effect of Pyrometers. *Int. J. Thermophys.* **2011**, *32*, 2579–2586.
- [Machin, 2007] Machin, G.; Bloembergen, P.; Hartmann, J.; Sadli, M.; Yamada, Y. A Concerted International Project to Establish High-Temperature Fixed Points for Primary Thermometry. *Int. J. Thermophys.* **2007**, *28*, 1976–1982.
- [Machin, 2010a] Machin, G.; Dong, W.; Martín, M. J.; Lowe, D.; Yuan, Z.; Wang, T.; Lu, X. A Comparison of the ITS-90 among NPL, NIM, and CEM, above the Silver Point Using High-Temperature Fixed Points. *Int. J. Thermophys.* **2010a**, *31*, 1466–1476.

- [Machin, 2010b] Machin, G.; Anhalt, K.; Bloembergen, P.; Hartmann, J.; Saunders, P.; Woolliams, E.; Yamada, Y.; Yoon, H. Cct/10-14. **2010b**, 1–4.
- [Machin, 2010c] Machin, G.; Anhalt, K.; Bloembergen, P.; Hartmann, J.; Sadli, M.; Saunders, P.; Woolliams, E.; Yamada, Y.; Yoon, H. *Realisation and Dissemination of Thermodynamic Temperature above the Silver Point (1234.93 K)*; **2010c**; p. 31.
- [Machin, 2012a] Machin, G.; Anhalt, K.; Bloembergen, P.; Sadli, M.; Saunders, P.; Yamada, Y.; Yoon, H. *MEP-K ABSOLUTE PRIMARY RADIOMETRIC THERMOMETRY EDITION 2012*. **2012a**.
- [Machin, 2012b] Machin, G.; Anhalt, K.; Bloembergen, P.; Sadli, M.; Saunders, P.; Yamada, Y.; Yoon, H. *MEP-K RELATIVE PRIMARY RADIOMETRIC THERMOMETRY EDITION 2012*. **2012b**, 2–5.
- [Machin, 2014] Machin, G.; Engert, J.; Gavioso, R. M.; Sadli, M.; Woolliams, E. R. The Euramet Metrology Research Programme Project Implementing the New Kelvin (InK). *Int. J. Thermophys.* **2014**, 35, 405–416.
- [Mantilla, 2014] Mantilla, J. M.; Hernanz, M. L.; Campos, J.; Martín, M. J.; Pons, a.; Del Campo, D. Monochromator-Based Absolute Calibration of a Standard Radiation Thermometer. *Int. J. Thermophys.* **2014**, 35, 493–503.
- [Martin, 1985] Martin, J. E.; Fox, N. P.; Key, P. J. A Cryogenic Radiometer for Absolute Radiometric Measurements. *Metrologia* **1985**, 21, 147–155.
- [Martin, 1998] Martin, J. E.; Haycocks, P. R. Design Considerations for the Construction of an Absolute Radiation Detector at the NPL. *Metrologia* **1998**, 35, 229–233.
- [Martín, 2013] Martín, M. J. Comparación de Las Distintas Formas de Materializar La Escala de Temperatura Con Termómetros de Radiación Por Métodos Indirectos. In *5º Congreso Nacional de Metrología*; Madrid, **2013**; p. 8.



- [Pavese, 2012] Pavese, F.; Beciet, G. M. M. *Modern Gas-Based Temperature and Pressure Measurements*; 2nd ed.; Springer US, **2012**; p. 652.
- [Preston-Thomas, 1990] Preston-Thomas, H. The International Temperature Scale of 1990(ITS-90). *Metrologia*, **1990**, *27*, 3–10.
- [Quinn, 1990] Quinn, T. J. *Temperature: Second Edition*; 2nd ed.; Academic Press, 1990; p. 508.
- [Reif, 1965] Reif, F. *Fundamentals of Statistical and Thermal Physics.pdf*; McGraw-Hill, **1965**; p. 660.
- [Ryer, 1996] Ryer, A. *Light Measurement*; **1996**; p. 64.
- [Sakuma, 1997] Sakuma, F.; Kobayashi, M. Interpolation Equations of Scales of Radiation Thermometers. In *proceedings of TEMPMEKO '96*; Marcarino, L. & B., Ed.; Torino, **1997**; pp. 305–310.
- [Sanders, 1972] Sanders, C. L. Accurate Measurements of and Corrections for Nonlinearities in Radiometers. *J. Res. Natl. Bur. Stand. Sect. A Phys. Chem.* **1972**, *76A*, 437.
- [Saunders, 2003] Saunders, P.; White, D. R. Physical Basis of Interpolation Equations for Radiation Thermometry. *Metrologia* **2003**, *40*, 195–203.
- [Saunders, 2011] Saunders, P. Correcting Radiation Thermometry Measurements for the Size-of-Source Effect. *Int. J. Thermophys.* **2011**, *32*, 1633–1654.
- [Shaw, 1753] Shaw, P. *A New Method of Chemistry*; Longman: London, **1753**.
- [Smith, 1993] Smith, W. F.; Hashemi, J. *Foundations of Materials Science and Engineering*; McGraw Hill: New York, **1993**.

- [Thompson, 1994] Thompson, A.; Chen, H. M. Beamcon III, a Linearity Measurement Instrument for Optical Detectors. *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.* **1994**, *99*, 751.
- [Todd, 2013] Todd, A.; Woods, D. J. Thermodynamic Temperature Measurements of the Melting Temperatures of Co–C, Pt–C and Re–C Fixed Points at NRC. *Metrologia* **2013**, *50*, 20–26.
- [Varpula, 1989] Varpula, T.; Seppa, H.; Saari, J. M. Optical Power Calibrator Based on a Stabilized Green He-Ne Laser and a Cryogenic Absolute Radiometer. *IEEE Trans. Instrum. Meas.* **1989**, *38*, 558–564.
- [Wark, 1999] Wark, K.; E.D. Richards. *Thermodynamics*; 6th ed.; McGraw Hill: New York, 1999.
- [Werner, 2000] Werner, L.; Fischer, J.; Johannsen, U.; Hartmann, J. Accurate Determination of the Spectral Responsivity of Silicon Trap Detectors between 238 Nm and 1015 Nm Using a Laser-Based Cryogenic Radiometer. *Metrologia* **2000**, *37*, 279–284.
- [Woolliams, 2006] Woolliams, E. R.; Machin, G.; Lowe, D. H.; Winkler, R. Metal (carbide)–carbon Eutectics for Thermometry and Radiometry: A Review of the First Seven Years. *Metrologia* **2006**, *43*, R11–R25.
- [Woolliams, 2012a] Woolliams, E. *Critical Analysis of Uncertainty Budgets*; Torino, 2012a.
- [Woolliams, 2012b] Woolliams, E. *Protocol for WP1 of the InK Project and WP5 of the HTFP Measurement Campaign*; 2012b.
- [Yamada, 2002] Yamada, Y.; Sasajima, N.; Sakuma, F.; Ono, F. Realizing Fixed Points above the Copper Point up to 2500 °C Using Metal–Carbon Eutectics. In *Proceedings of TEMPMEKO 2001*; Al., edited by B. F. et, Ed.; VDE Verlag: Berlin, 2002.

- [Yamada, 2013] Yamada, Y.; Anhalt, K.; Battuello, M.; Bloembergen, P.; Khlevnoy, B.; Machin, G.; Matveyev, M.; Sadli, M.; Wang, T. Construction of High-Temperature Fixed-Point Cells for Thermodynamic Temperature Assignment. *2013*, 335, 335–339.
- [Yoon, 2005] Yoon, H. W.; Allen, D. W.; Saunders, R. D. Methods to Reduce the Size-of-Source Effect in Radiometers. *Metrologia* **2005**, 42, 89–96
- [Yoon, 2006] Yoon, H. W. The Realization and the Dissemination of Thermodynamic Temperature Scales. *Metrologia* **2006**, 43, S22–S26.
- [Yoon, 2008] Yoon, H. W.; Gibson, C. E.; Khromchenko, V.; Eppeldauer, G. P.; Bousquet, R. R.; Brown, S. W.; Lykke, K. R. Thermodynamic Radiation Thermometry for the next SI. *Int. J. Thermophys.* **2008**, 29, 285–300.
- [Zalewski, 1980] Zalewski, E. F.; Geist, J. Silicon Photodiode Absolute Spectral Response Self-Calibration. *Appl. Opt.* **1980**, 19, 495.
- [Zwinkels, 2010] Zwinkels, J. C.; Ikonen, E.; Fox, N. P.; Ulm, G.; Rastello, M. L. Photometry, Radiometry and “the Candela”: Evolution in the Classical and Quantum World. *Metrologia* **2010**, 47, R15–R32.
- [BIPM, 2015] BIPM <http://www.bipm.org/en/measurement-units/history-si/temperature-scales/> (accessed Jan 12, 2015).
- [NPL, 2015] filter-radiometry @ [www.npl.co.uk](http://www.npl.co.uk/optical-radiation-photonics/radiometry+-detectors/research/filter-radiometry)  
[http://www.npl.co.uk/optical-radiation-photonics/radiometry+-detectors/research/filter-radiometry.](http://www.npl.co.uk/optical-radiation-photonics/radiometry+-detectors/research/filter-radiometry) (accessed Jan 13, 2015).



# ANEXO 1 REALIZACIÓN DE LA EIT-90 EN EL CEM

CEM calibra termómetros de radiación estándar mediante la realización directa de la EIT-90.

El procedimiento de calibración se puede resumir en los siguientes pasos:

- Referenciación al punto fijo del Cu.
- Medida de la linealidad usando lámparas de alta estabilidad de tungsteno hasta 2200 °C y un horno de alta temperatura hasta 2500 °C.
- Measurement of the relative spectral response using a monochromator and calculus of the effective wavelength.
- Medición de la respuesta espectral relativa usando un monocromador y el cálculo de la longitud de onda efectiva.

La estimación de incertidumbres se ha llevado a cabo utilizando el método descrito en [J. Fisher et al "Uncertainty budgets for realisation of scales by radiation thermometry" CCT/03-03 (CCT-WG5)] y se detalla a continuación. El modelo matemático utilizado es:

$$I_{phx} = I_{phx,m} - I_{ph,0} + \delta I_{SSE} + \delta I_{res} + \delta I_d + s_1 \delta T_u + s_1 \delta T_\varepsilon + s_1 \delta T_{imp} \quad (1)$$

Where:

- $I_{phx,m}$  la fotocorriente del termómetro, en A, medida con un DVM en el punto fijo del Cu.
- $I_{ph,0}$  es la corriente de oscuridad del termómetro.
- $\delta I_{SSE}$  es la corrección por el efecto del tamaño de la fuente,  $\sigma$ :  $\delta I_{SSE} = \sigma \times I_{phx,m}$
- $\delta I_{res}$  es la corrección por la resolución del multímetro.
- $\delta I_d$  es la corrección debido a la deriva multímetro entre calibraciones.
- $\delta T_u$  es la corrección debido a la falta de uniformidad del horno.
- $\delta T_\varepsilon$  es la corrección debido a la emisividad de cuerpo negro.
- $\delta T_{imp}$  es la corrección debido a las impurezas de punto fijo.
- $s_1$ , coeficiente de sensibilidad del termómetro, en A/°C, calculado usando la Ley de Wien:

Todas las correcciones anteriormente se consideran insignificantes, pero no sus incertidumbres.

$$\frac{dI}{I} = \frac{dL}{L} = \frac{c_2}{\lambda T^2} dT \rightarrow s_1 = \frac{\delta I}{\delta T} = \frac{c_2}{\lambda T^2} I \quad (2)$$

Utilizando la ley de propagación de incertidumbres de la ecuación 4.6 y asumiendo la independencia de las variables:

$$u^2(I_{phx}) \cong u^2(I_{phx,m}) + u^2(I_{ph,0}) + I_{phx,m}^2 u^2(\sigma) + u^2(\delta I_{res}) + u^2(\delta I_c) + u^2(\delta I_d) + s_1^2 u^2(\delta T_u) + s_1^2 u^2(\delta T_\varepsilon) + s_1^2 u^2(\delta T_{imp}) \quad (3)$$

Donde se considera  $(1 + \sigma^2) \cong 1$

La tabla 1 muestra el balance de incertidumbre para el LP2 a 650 nm.

$$\frac{c_1 \lambda^{-5}}{e^{c_2/\lambda T} - 1} = \varepsilon \frac{c_1 \lambda^{-5}}{e^{c_2/\lambda T'} - 1} \approx e^{-\frac{c_2}{\lambda T}} = \varepsilon e^{-\frac{c_2}{\lambda T'}} \Rightarrow \frac{\partial T}{\partial \varepsilon} = \frac{\lambda T^2}{c_2 \varepsilon} \quad (4)$$

El proceso utilizado para calcular la temperatura de radiación de un cuerpo negro (BB) se describe a continuación:

- Medición de la señal  $I_{ph}$  del termómetro a una temperatura  $T$ , ya corregida por la corriente de oscuridad.
- En caso de que se utiliza un filtro de densidad neutra, la fotocorriente medida se divide por el valor de la transmitancia del filtro,  $\tau$ .
- El SSE,  $\sigma$ , se corrige por las diferencias entre el radio efectivo punto fijo BB del Cu y el del BB que se mide.
- Cálculo del ratio respecto de la fotocorriente en el punto de Cu:

$$I_{ph} \Rightarrow \frac{I_{ph}}{\tau} \Rightarrow \frac{I_{ph}}{\tau} + \frac{I_{ph}}{\tau} \sigma \Rightarrow \frac{\frac{I_{ph}}{\tau} + \frac{I_{ph}}{\tau} \sigma}{I_{ph,x}} = \frac{I_{ph}}{I_{ph,x}} \frac{1}{\tau} (1 + \sigma) = Q(1 + \sigma) \quad (5)$$

La relación de la ecuación de Planck para calcular  $T$  (modelo matemático) es la siguiente:

$$Q(1 + \sigma) = \varepsilon \frac{e^{c_2/\lambda_e T_x} - 1}{e^{c_2/\lambda_e T} - 1} \cong \varepsilon e^{\frac{c_2}{\lambda_e} \left( \frac{1}{T_x} - \frac{1}{T} \right)} \Rightarrow T = \frac{1}{\frac{1}{T_x} - \frac{\lambda_e \ln Q(1+\sigma)}{c_2 \varepsilon}} \quad (6)$$

Donde:

- $Q$  es la relación entre las señales medidas por el termómetro.
- $I_{ph}$  es la señal de medida a una temperatura  $T$  corregida por la corriente de oscuridad.
- $I_{ph,x}$  se expresa en la ecuación 1
- $\tau$  es la transmitancia del filtro de densidad neutra del termómetro.
- $\sigma$  es el SSE.
- $\varepsilon$  es la emisividad del cuerpo negro .
- $\lambda_e$  es la longitud de onda efectiva del termómetro.
- $T_x$  Es la temperature del punto fijo.

Dado que la señal de la medición se registra en un DVM, es más conveniente para escribir  $Q$  en la forma:

$$Q = \left(1 + \frac{\Delta S(T)}{S(T)}\right) \left(1 + \frac{\Delta V(T)}{V(T)}\right) \frac{V(T)}{V(T_x)} \frac{1}{\tau} \quad (7)$$

Donde:

- El primer término expresa la falta de linealidad del termómetro.
- El segundo término expresa la falta de linealidad del voltímetro.

Si suponemos que la linealidad de la DVM es mucho mejor que la del termómetro, la expresión 7 se puede reescribir como:

$$Q \cong (1 + I_p) \frac{1}{\tau} \frac{V(T)}{V(T_x)} \quad (8)$$

Donde  $I_p$  es la no linealidad del termómetro de radiación.

$V(T)$  y  $V(T_x)$  se pueden expresar de manera más detallada:

$$V(T) = V - V_{dc} + \delta V_d + \delta V_{amb} + \delta V_g + \delta V_r \quad (9)$$

$$V(T_x) = +\delta V_d + \delta V_{amb} + \delta V_g + \delta V_r \quad (10)$$

Donde:

- $V$  y  $V_x$  son los valores medidos por el voltímetro a las temperaturas  $T$  y  $T_x$  respectivamente.
- $V_{dc}$  es la corriente de oscuridad.
- $\delta V_d$  es la corrección debida a la deriva del voltímetro.
- $\delta V_{amb}$  es la corrección debido a la influencia de las condiciones ambientales.
- $\delta V_g$  es la corrección debido a las variaciones de los coeficientes de ganancia en el termómetro.
- $\delta V_r$  es la corrección debido al ruido ya corto plazo la estabilidad en el termómetro.

Todas las correcciones anteriormente se consideran insignificantes, pero no sus incertidumbres.

Usando la ley de propagación de incertidumbres en (6), y las ecuaciones (8), (9) y (10), y suponiendo la independencia de las variables:

$$u^2(T) = \left(\frac{\delta T}{\delta Q} \frac{\delta Q}{\delta V(T)}\right)^2 u^2(V(T)) + \left(\frac{\delta T}{\delta Q} \frac{\delta Q}{\delta V(T_x)}\right)^2 u^2(V(T_x)) + \left(\frac{\delta T}{\delta Q} \frac{\delta Q}{I_p}\right)^2 u^2(I_p) + \\ + \left(\frac{\delta T}{\delta Q} \frac{\delta Q}{I_\tau}\right)^2 u^2(\tau) + \left(\frac{\delta T}{\delta \lambda_e}\right)^2 u^2(\lambda_e) + \left(\frac{\delta T}{\delta T_x}\right)^2 u^2(T_x) + \left(\frac{\delta T}{\delta \varepsilon}\right)^2 u^2(\varepsilon) + \left(\frac{\delta T}{\delta \sigma}\right)^2 u^2(\sigma) \quad (11)$$

Donde:

$$\frac{\delta T}{\delta Q} = \frac{\lambda_e T^2}{Q c_2} \quad (12)$$

$$\frac{\delta Q}{\delta V(T)} = (1 + I_p) \frac{1}{\tau V(T_x)} = \frac{Q}{V(T)} \quad (13)$$

$$\frac{\delta Q}{\delta V(T_x)} = -\frac{Q}{V(T_x)} \quad (14)$$

$$\frac{\delta Q}{\delta I_p} = \frac{1}{\tau} \frac{V(T)}{V(T_x)} = \frac{Q}{1 + I_p} \cong Q \quad (15)$$

$$\frac{\delta Q}{\delta \tau} = Q \tau \quad (16)$$

$$\frac{\delta T}{\delta \lambda_e} = \frac{T^2}{\lambda_e} \left(\frac{1}{T_x} - \frac{1}{T}\right) \quad (17)$$

$$\frac{\delta T}{\delta T_x} = \frac{T^2}{T_x^2} \quad (18)$$

$$\frac{\delta T}{\delta \varepsilon} = -\frac{\lambda_e T^2}{\varepsilon c_2} \quad (19)$$

$$\frac{\delta T}{\delta \sigma} = \frac{\lambda_e T^2}{c_2} \quad (20)$$

$$u^2(V(T)) = u^2(V) + u^2(V_{dc}) + u^2(\delta V_d) + u^2(\delta V_{amb}) + u^2(\delta V_g) + u^2(\delta V_r) \quad (21)$$

$$u^2(V(T_x)) = u^2(V_x) + u^2(V_{dc}) + u^2(\delta V_d) + u^2(\delta V_{amb}) + u^2(\delta V_g) + u^2(\delta V_r) \quad (22)$$

Se puede expresar (16) como:

$$u^2(T) = \left(\frac{\lambda_e T^2}{c_2}\right)^2 \frac{u^2(V(T))}{V^2(T)} + \left(\frac{\lambda_e T^2}{c_2}\right)^2 \frac{u^2(V(T_x))}{V^2(T_x)} + \left(\frac{\lambda_e T^2}{c_2}\right)^2 u^2(I_p) + \left(\frac{\lambda_e T^2}{\varepsilon c_2}\right)^2 u^2(\varepsilon) + \\ + \left(\frac{\lambda_e \tau T^2}{c_2}\right)^2 u^2(\tau) + \left[\frac{T^2}{\lambda_e} \left(\frac{1}{T_x} - \frac{1}{T}\right)\right]^2 u^2(\lambda_e) + \left(\frac{T^2}{T_x^2}\right)^2 u^2(T_x) + \left(\frac{\lambda_e T^2}{c_2}\right)^2 u^2(\sigma) \quad (23)$$

La tabla A.1.2 muestra el balance de incertidumbre de un termómetro de radiación LP2 a 650 nm.



## ANEXO 2 LISTA DE FIGURAS

### Capítulo 1: Temperatura de radiación: pasado presente y futuro

- Figura. 1.1** *Límites teóricos (línea sólida) y prácticos de la utilización de un termómetro de radiación con una incertidumbre expandida del 0,2% (línea de puntos) de la incertidumbre de temperaturas medidas de acuerdo a la EIT- [Hartmann, 2009].*
- Figura. 1.2** *Comparación de las incertidumbres asociadas a los diferentes métodos de radiometría primaria relativos utilizando el mismo pirómetro lineal IKE LP2 en el CEM [Martín, 2013].*
- Figura. 1.3** *Radiación en equilibrio dentro de una cavidad arbitraria.*
- Figura. 1.4** *Diagrama de emisión y absorción de la radiación por un cuerpo.*
- Figura. 1.5** *Alta temperatura del cuerpo Negro Punto Fijo Esquema.*
- Figura. 1.6** *Diagrama de fase de una aleación eutéctica binaria.*
- Figura. 1.7** *punto fijo de alta temperatura de industrias CHINO® en configuración de cuerpo negro con una apertura de 3 mm de diámetro.*

### Capítulo 2 Estado del arte en radiometría primaria absoluta para termometría.

- Figura 2.1** *Esquema de un radiómetro filtro con sistema de imagen.*
- Figura 2.2** *Esquema del método de la potencia.*
- Figura 2.3** *Esquema del método de la irradiancia.*
- Figura 2.4** *Esquema del método híbrido.*
- Figura 2.5** *Esquema del método de la radiancia.*
- Figura 2.6** *La radiancia describe la cantidad de luz que llega a un punto a partir de una fuente extendida en una dirección específica.*
- Figura 2.7** *Calibración radiancia espectral absoluta simplificado de un radiómetro filtro.*
- Figura 2.8** *Esquema del radiómetro criogénico de alta precisión del N.I.S.T.*
- Figura 2.9.** *Estructura esquemática de un detector trampa. Los planos de incidencia de los dos fotodiodos superiores son perpendiculares, haciendo que la reflectancia del detector insensible al estado de polarización del haz de luz incidente.*

### Capítulo 3: Diseños y montajes experimentales

- Figura 3.1** *Radiancímetro CEM Radiancemeter con sus aperturas descubiertas para la calibración de la distancia entre ambas.*
- Figura 3.2** *Curva de respuesta espectral de un detector de Hamamatsu ® S1337-11.*
- Figura 3.3** *Soporte de detectores.*
- Figura 3.4** *Esquema del detector trampa CEM-01.*
- Figura 3.5** *Componentes de CEM 01 antes de su montaje final.*
- Figura 3.6** *Uniformidad espacial de CEM-01 a 647.1 nm.*
- Figura 3.7** *Vista frontal de la máquina de medición de tres ejes de coordenadas del CEM durante la calibración de la distancia entre las aberturas de precisión del radiancímetro del CEM.*
- Figura 3.8** *Radiancímetro CEM-01 en el interior de la máquina de tres ejes Mitutoyo Ultra Quick Vision durante la medición de distancia entre aperturas.*
- Figura 3.9** *Pérdidas dentro del radiancímetro CEM-01 en el cuarto rebote.*
- Figura 3.10** *Pérdidas dentro del radiancímetro CEM-01 en el quinto rebote.*
- Figura 3.11** *Esquema de FIRA 1.*
- Figura 3.12** *Componentes ópticos de FIRA 1 (excepto la lente de enfoque).*
- Figura 3.13** *Dependencia de la transmitancia espectral del filtro respecto del ángulo de incidencia para valores de inclinación entre 0 ° y 14°.*
- Figura 3.14** *Dependencia de la transmitancia espectral del filtro respecto del ángulo de incidencia para valores de inclinación entre 0 ° y 3 °.*
- Figura 3.15** *Amplificador de FIRA 1.*
- Figura 3.16** *Vista de FIRA 1.*
- Figura 3.17** *FiRa 1 alineado para la medida de un punto fijo Co-C en un horno Chino ® en el NPL.*
- Figura 3.18** *Medida de un punto fijo Co-C con FiRa1 en el NPL.*
- Figura 3.19** *FiRa 1 alineado para la medida de un HTFP Re-C en un horno Thermo gauge ® en el NPL.*
- Figura 3.20** *Medida de un punto fijo Co-C con FiRa1 en el NPL.*
- Figura 3.21** *Radiómetro de filtro 2 del CEM (FiRa2) sin su tapa protectora.*

- Figura 3.22** *Vista seccionada de FiRa2 y el ángulo sólido medido.*
- Figura 3.23** *Esquema de los principales componentes de FiRa2's.*
- Figura 3.24** *Vista ampliada de la radiancia procedente de un HTFP pasando a través de los componentes ópticos de Fira2.*
- Figura 3.25** *Vista explosionada de los componentes estructurales de FiRa2's hechos de encargo.*
- Figura 3.26** *FiRa2 en frente del horno Chino ® durante la medida de un HTFP.*
- Figura 3.27** *Vista ampliada de FiRa2 en frente del horno Chino ® durante la medida de un HTFP.*
- Figura 3.28** *Esquema del diseño experimental del IO-CSIC para la calibración de la responsividad espectral relativa a la radiancia.*
- Figura 3.29** *Función triángulo del paso de banda de un monocromador.*
- Figura 3.30** *Responsividad espectral relative del LP2 para diferentes anchos de rendija.*
- Figura 3.31** *Responsividad espectral relative del LP2 para diferentes pasos de integración.*
- Figura 3.32** *Vista del diseño experimental del IO-CSIC para la calibración de la responsividad espectral relativa a la radiancia.*
- Figura 3.33** *Curva de respuesta espectral para la calibración de un monocromador a 650,65 nm.*
- Figura 3.34** *Esquema del diseño experimental del IO-CSIC para la calibración de la responsividad espectral absoluta a la radiancia basado en lámparas de incandescencia.*
- Figura 3.35** *Vista del diseño experimental del IO-CSIC para la calibración de la responsividad espectral relativa a la radiancia basado en lámparas de incandescencia.*
- Figura 3.36** *Cavidad laser de colorante Coherent ® 599 Standing Wave.*
- Figura 3.37** *Esquema del diseño experimental del IO-CSIC para la calibración de la responsividad espectral absoluta a la radiancia IO-CSIC basado en láseres de colorante.*
- Figura 3.38** *Radiancímetro CEM en el puerto de salida de la esfera integradora en el diseño experimental basado en láseres del IO-CSIC.*
- Figura 3.39** *FiRa2 el diseño experimental basado en láseres del IO-CSIC.*
- Figura 3.40** *FiRa1 el diseño experimental basado en láseres del IO-CSIC.*

- Figura 3.41** *Diseño experimental para la calibración de radiómetros de filtro primarios del NPL. (a): láser de bombeo Spectra Physics ® Nd:YAG (532 nm) . (b): estabilizador*
- Figura 3.42** *Diseño experimental para la calibración de radiómetros de filtro primarios del NPL. (a): esfera integradora (b): Trap detector de referencia.*
- Figura 3.43** *FiRa1 siendo calibrado en el diseño experimental para la calibración de radiómetros de filtro primarios del NPL.*
- Figura 3.44** *FiRa1 en el diseño experimental del NPL's para la calibración del SSE.*
- Figura 3.45** *Diseño experimental del CEM's para la calibración del SSE.*
- Figura 3.46** *Esquema del montaje experimental del CEM para la medida de la no linealidad.*
- Figura 3.47** *Lámparas de alta estabilidad empleadas para medir la linealidad en el CEM.*
- Figura 3.48** *(a) Cavidad del horno Chino ® IR-R80. (b):Punto fijo en preparación para ser introducido en el horno Chino ® IR-R80. (c):Vista general del horno Chino ®.*
- Figura 3.49** *Típica meseta de solidificación del (a) Cu y mesetas de fusión para el (b) Co-C, (c) Pt-C, y (d) Re-C . Todas estas medidas se realizaron con el termómetro LP2 del CEM.*
- Figura 3.50** *Determinación de la zona más uniforme para la medida del punto fijo del Co-C.*
- Figura 3.51** *Determinación de la zona más uniforme para la medida del punto fijo del Pt-C.*
- Figura 3.52** *Determinación de la zona más uniforme para la medida del punto fijo del Re-C.*
- Figura 3.53** *Ciclos de la medida del día 1 del Co-C junto con los cambios de temperatura del horno.*
- Figura 3.54** *Ciclos de la medida del día 1 del Pt-C junto con los cambios de temperatura del horno.*
- Figura 3.55** *Ciclos de la medida del día 1 del Re-C junto con los cambios de temperatura del horno.*

## Capítulo 4: Resultados de la caracterización de los termómetros de radiación y de la medida de la temperatura de puntos fijos

- Figura 4.1** *Curvas de respuesta espectral relativa del LP2 que obtuvieron con la red de 600 surcos / mm y la de 1.200 surcos / mm del monocromador IO-CSIC utilizando un factor de corrección constante para el valor de longitud de onda.*
- Figura 4.2** *Curvas de respuesta espectral relativa del LP2 que obtuvieron con la red de 600 surcos / mm y la de 1.200 surcos / mm del monocromador IO-CSIC utilizando un polinomio de segundo grado para la corrección de la longitud de onda.*
- Figura 4.3** *Uniformidad espacial de la esfera de 50.8 mm de diámetro.*
- Figura 4.4** *Uniformidad angular de la esfera de 50.8 mm de diámetro.*
- Figura 4.5** *Estabilidad temporal de la lámpara Xe UV .*
- Figura 4.6** *Uniformidad espacial de la esfera de 250 mm de diámetro.*
- Figura 4.7** *Estabilidad temporal del laser de colorante.*
- Figura 4.8** *Responsividad espectral relativa del LP2.*
- Figura 4.9** *Temperaturas medidas para el termómetro de radiación (a) y el detector trampa de referencia (b) durante la calibración absoluta del LP2.*
- Figura 4.10** *Curva de responsividad absoluta a la radiancia del LP2.*
- Figura 4.11** *Transmisión fuera de banda del LP2's.*
- Figura 4.12** *Efecto del tamaño de la fuente del LP2.*
- Figura 4.13** *Linealidad del LP2.*
- Figura 4.14** *Curva de responsividad espectral relativa de FiRa1's.*
- Figura 4.15** *Responsividad espectral absoluta a la radiancia de FiRa1's con el filtro de 650 nm.*
- Figura 4.16** *Responsividad espectral absoluta a la radiancia de FiRa1's con el filtro de 800 nm.*
- Figura 4.17** *Transmitancia del filtro interferencial de 650 nm medida aplicando el método de la cascada.*
- Figura 4.18** *Transmisión fuera de banda de FiRa1 con el filtro de 800 nm..*
- Figura 4.19** *Efecto del tamaño de la fuente de FiRa1 para distintas configuraciones.*
- Figura 4.20** *Esquema del circuito de un amplificador A/V.*

- Figura 4.21** *Calibración del rango de ganancia  $10^7$  V/A de FiRa1.*
- Figura 4.22** *SSE de FiRa2.*
- Figura 4.23** *No linealidad de FiRa2 para los cuatro rangos de ganancia del amplificador estudiados.*
- Figura 4.24** *Curva de responsividad espectral relativa de FiRa2.*
- Figura 4.25** *Curva de responsividad espectral absoluta a la radiancia de FiRa2.*
- Figura 4.26** *Respuesta espectral de Fira2 medida con la fuente de láser (puntos azules) y con la instalación que se basa en monocromadores (línea roja).*
- Figura 4.27** *Determinación del punto de inflexión de un punto fijo del Co-C medido con FiRa2*
- Figura 4.28** *Punto fijo del Cu medido con FiRa2.*
- Figura 4.29** *Punto fijo del Co-C medido con FiRa2.*
- Figura 4.30** *Punto fijo del Pt-C medido con FiRa2.*
- Figura 4.31** *Puntos fijos del Re-C medidos en distintos días con FiRa2.*
- Figura 4.32** *Medidas absolutas de las células Re-C del InK WP1 con el LP2.*
- Figura 4.33** *Medidas absolutas de las células Pt-C del InK WP1 con el LP2.*
- Figura 4.34** *Medidas absolutas de las células Co-C del InK WP1 con el LP2.*
- Figura 4.35** *Medidas absolutas de las células Cu del InK WP1 con el LP2.*

# ANEXO 3 LISTA DE TABLAS

## Capítulo 1: Temperatura de radiación: pasado presente y futuro

- Tabla 1.1** *Valores actuales de temperatura termodinámica para diferentes células de HTFP y sus incertidumbres asociadas. Se espera que estos valores se vuelvan a calcular con mayor precisión [Machin, 2012b].*

## Capítulo 2 Estado del arte en radiometría primaria absoluta para termometría.

- Tabla 2.1** *Estado del arte en radiometría de banda espectral para termometría absoluta.*

## Capítulo 3: Diseños y montajes experimentales

- Tabla 3.1** *Respuesta espectral absoluta del detector trampa CEM 01 a 647.1 nm.*
- Tabla 3.2** *Diámetro de la apertura de precisión colocada en el puerto de salida de la esfera durante la calibración absoluta responsividad la radiancia del radiómetro.*
- Tabla 3.3** *Diámetro de la apertura de precisión colocada delante del detector trampa durante la calibración absoluta responsividad la radiancia del radiómetro.*
- Tabla 3.4** *Distancia entre aperturas de precisión durante la calibración de la responsividad absoluta a la radiancia del radiómetro.*
- Tabla 3.5** *Parámetros y requisitos de diseño de FiRa2.*
- Tabla 3.6** *Valores de calibración para los rangos de ganancia del amplificador del radiómetro de filtro.*
- Tabla 3.7** *Componentes de FiRa2.*
- Tabla 3.8** *Diferencias de temperatura en el Re-C cambiando el ancho de rendija del monocromador de calibración.*
- Tabla 3.9** *Diferencias de temperatura en el Re-C cambiando el paso de integración de calibración.*

## Capítulo 4: Resultados de la caracterización de los termómetros de radiación y de la medida de la temperatura de puntos fijos

- Tabla 4.1** *Correcciones para la indicación de la longitud de onda del monocromador instalación UV de IO-CSIC utilizado para la calibración absoluta absoluta del termómetro de radiación LP2. Anchura de rendija: 1,43 mm.*

- Tabla 4.2** Correcciones para la indicación de la longitud de onda del monocromador del IO-CSIC utilizado para la calibración de las respuestas espectrales relativas del LP2 y FiRa2 utilizando la red de difracción de 600 líneas / mm y una anchura de rendija de 0,3 mm.
- Tabla 4.3** Correcciones para la indicación de la longitud de onda del monocromador instalación visible de IO-CSIC utilizando la red de 1200 líneas / mm y una anchura de rendija de 0,6 mm.
- Tabla 4.4** Coeficientes para el ajuste de los valores de corrección de longitud de onda de la tabla 4.2 a un polinomio de segundo grado de la red de 600 líneas / mm.
- Tabla 4.5** Coeficientes para el ajuste de los valores de corrección de longitud de onda de la tabla 4.3 a un polinomio de segundo grado de la red de 1200 líneas / mm.
- Tabla 4.6** Estabilidad del LP2 del CEM empleado para medir puntos fijos del Cu, Co-C, Pt-C y Re-C durante 7 años.
- Tabla 4.7** Balance de incertidumbre para las mediciones de  $t_{obs}$  con el LP2 asociadas a su calibración (a) y a su uso para la medida de temperaturas termodinámicas (b).
- Tabla 4.8** Balance de incertidumbre para las mediciones con FiRa2 asociadas a su calibración (a) y a su uso para la medida de temperaturas termodinámicas (b).
- Tabla 4.9** Mediciones de la  $t_{obs}$  del punto de inflexión de varios puntos fijos con FiRa2
- Tabla 4.10** Resultados del CEM para las mediciones  $t_{obs}$  del punto de inflexión de los puntos fijos del InK WP1 con el LP2.
- Tabla 4.11** Resultados del CEM para las mediciones  $t_{90}$  del punto de inflexión de los puntos fijos del InK WP1 con el LP2.

## Anexo 1 Realización de la EIT-90 realization en el CEM

- Tabla A 1.1:** Incertidumbre de la medición del punto fijo del Cu con el termómetro LP2 a 650 nm.
- Tabla A.1.2:** Incertidumbre para la medición de las temperaturas de puntos fijos con el termómetro LP2 a 650 nm referenciado al punto fijo del Cu. (1) Esta incertidumbre incluye incertidumbres en el monocromador y el cálculo numérico de la longitud de onda efectiva. (2) Se ha utilizado un filtro de densidad neutra de 0,01 para la medida a 2474 ° C.