

# INCERTIDUMBRE EN LA CALIBRACIÓN DE VISCOSÍMETROS BROOKFIELD

Trujillo S., Schmid W., Lazos R., Galván M. del C.  
Centro Nacional de Metrología, Laboratorio de Viscosidad  
Apdo. Postal 1-100 centro, C.P. 76000. Querétaro, Qro.  
Tel: (4) 211-05-00, Fax (4) 211-05-68  
[strujill@cenam.mx](mailto:strujill@cenam.mx), [mgalvan@cenam.mx](mailto:mgalvan@cenam.mx)

**Resumen:** Utilizando materiales de referencia certificados de viscosidad conocida, se determina la constante (factor F) para una combinación husillo/velocidad seleccionada del viscosímetro Brookfield. La estimación de la incertidumbre en la determinación del factor F (durante la calibración del viscosímetro), se desarrolla siguiendo el método propuesto por la Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM). Se presentan las fuentes de incertidumbre que intervienen en la calibración, usando como herramienta para la organización de las fuentes de incertidumbre el llamado diagrama de árbol. Se expone la cuantificación y reducción de las fuentes para llevar a cabo la combinación de las mismas. Se discuten los resultados.

## INTRODUCCIÓN

Los viscosímetros Brookfield son utilizados frecuentemente para realizar mediciones de viscosidad de una variedad de materiales con comportamiento Newtoniano y no-Newtoniano. Debido a la importancia de tales mediciones en muchos campos de la industria, existe la necesidad de incluir las mediciones con viscosímetros Brookfield en los sistemas de aseguramiento de calidad. Esto requiere que las mediciones sean trazables a patrones nacionales, lo cual necesariamente involucra la calibración de instrumentos y la declaración de su incertidumbre.

Es una práctica común entre la mayoría de los usuarios de viscosímetros Brookfield efectuar la verificación del viscosímetro, sin hacer la determinación del valor del factor F para cada combinación husillo/velocidad, que es propiamente lo que se hace en la calibración.

Un grupo menor de usuarios que realiza la calibración calculando el valor de los factores F se enfrenta con el problema de estimar la incertidumbre de medición teniendo un modelo matemático que no incluye explícitamente la temperatura y por lo tanto no representa su influencia en la viscosidad.

La intención de este trabajo es presentar un método práctico para la calibración de viscosímetros Brookfield y para la estimación de la incertidumbre del factor F.

La estimación de incertidumbre se basa en el método propuesto por la Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM) [1] [2].

## CALIBRACIÓN

Los viscosímetros Brookfield determinan la viscosidad de fluidos midiendo la fuerza necesaria

para hacer girar un elemento inmerso (husillo) en el fluido de prueba. El husillo gira por la acción de un motor síncrono a través de un resorte calibrado. La deformación del resorte se observa en un indicador analógico, siendo la deformación proporcional a la viscosidad del fluido. La calibración de los viscosímetros Brookfield incluye la determinación del factor F, definido por la ecuación (1)

$$F = \frac{h_R}{L_R} \quad (1)$$

donde  $L_R$  es la lectura de viscosidad dinámica en el viscosímetro cuando se usa un líquido de referencia a una velocidad, husillo y tamaño de muestra determinados.

El factor  $F$  es una constante para cada combinación husillo/velocidad del viscosímetro que se utiliza. Para una combinación husillo/velocidad 1/50, la calibración de un viscosímetro Brookfield modelo RV, se llevó a cabo utilizando el líquido de referencia 710-10 con un valor de viscosidad dinámica certificado por el CENAM de 111,141 mPa·s.

La magnitud de influencia más importante en esta calibración es la temperatura  $T$ , que tiene una relación directa con la viscosidad del líquido de referencia. Un aumento de temperatura resulta en una disminución de la viscosidad y viceversa. Este cambio de la viscosidad  $\Delta h_R$  está dado por la siguiente relación:

$$\Delta h_R = -h_R \cdot U_R \cdot \Delta T \quad (2)$$

donde  $\Delta T$  es la diferencia que pudiera existir entre la temperatura durante la calibración y la temperatura nominal de certificación del líquido de referencia declarada en el certificado (si durante la calibración

del husillo, el líquido se mantiene estable a 25,0 °C y el líquido de referencia esta certificado a 25,0 °C;  $DT = 0$ .  $\Delta T$  no debe ser mayor de 0,5 °C), y  $U_R$  es el coeficiente de temperatura de la viscosidad del líquido de referencia:

$$U_R = -\frac{1}{h_R} \cdot \frac{dh_R}{dT} \quad (3)$$

Con estas relaciones, la viscosidad a la temperatura durante la calibración se determina por:

$$h_R = h_{MR} - h_{MR} \cdot U_R \cdot \Delta T \quad (4)$$

Donde  $h_{MR}$  es la viscosidad a la temperatura de referencia.

El factor  $F$  a la temperatura de referencia es considerado como el mensurando.

Considerando las variaciones de temperatura durante la calibración o una diferencia entre la temperatura de calibración y la temperatura nominal de certificación del líquido de referencia, se obtiene finalmente la siguiente expresión para el **mensurando**  $F$ :

$$F = F(h_{MR}, L_R, \Delta T) = \frac{h_{MR} - h_{MR} \cdot U_R \cdot \Delta T}{L_R} \quad (5)$$

## IDENTIFICACIÓN Y ORGANIZACIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE

### Líquido de Referencia:

La información relevante sobre el líquido de referencia se encuentra en el certificado de calibración. La fuente de incertidumbre relacionada con el líquido de referencia es:

- Incertidumbre de  $h_{MR}$

### Lectura:

Para las lecturas que se obtienen con el viscosímetro Brookfield, las fuentes de incertidumbre son:

- Repetibilidad de las mediciones:  
Variaciones causadas por la habilidad del metrólogo en la toma de lecturas, y por fluctuaciones de la temperatura.
- Resolución del viscosímetro Brookfield.

### Temperatura:

La temperatura del fluido a la que se mide la viscosidad se controla por medio de un baño termostático. El baño fue caracterizado anteriormente respecto a la estabilidad de la temperatura [3]. Las fuentes de incertidumbre relacionadas con efectos de temperatura son:

- Resolución del termómetro utilizado.
- Calibración del termómetro.
- Estabilidad y variaciones espaciales de la temperatura en el baño termostático.

El diagrama de árbol de la figura 1 muestra la relación de las fuentes de incertidumbre con el mensurando e indica las posibles correlaciones que pueden existir entre diferentes fuentes de incertidumbre.

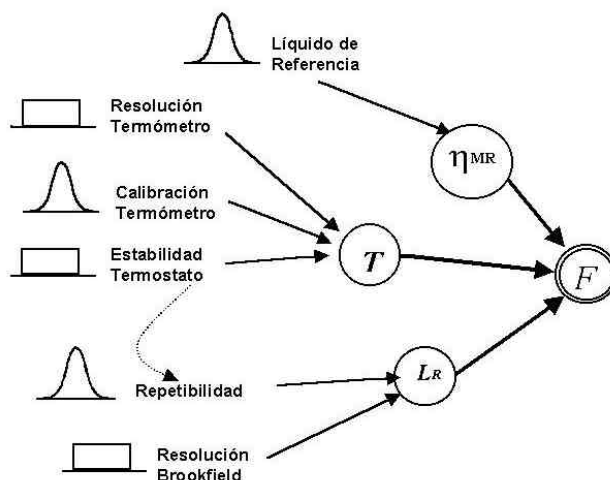


Figura 1. Diagrama de árbol de las fuentes de incertidumbre en la determinación del factor  $F$  para un viscosímetro Brookfield

## CUANTIFICACIÓN Y REDUCCIÓN

### Líquido de Referencia:

El certificado de calibración indica para  $h_{MR}$  una incertidumbre de 0,422 mPa·s con  $k = 2$ , por lo tanto, el valor de la incertidumbre estándar es:

$$u(h_{MR}) = \frac{0,422 \text{ mPa}\cdot\text{s}}{2} = 0,211 \text{ mPa}\cdot\text{s} \quad (6)$$

El número de grados de libertad se considera infinito.

## Lectura:

### a) Repetibilidad de las mediciones:

Se tomaron cinco lecturas consecutivas para obtener  $L_R$  de acuerdo a los datos de la tabla 1.

$i$	1	2	3	4	5	$L_R = \frac{1}{5} \cdot \sum L_i$
$L_i$	55,5	56,0	55,0	55,5	56,0	55,6

**Tabla 1. Lecturas obtenidas con el viscosímetro Brookfield y el líquido 710-10 en la calibración de la combinación husillo/velocidad 1/50.**

La incertidumbre estándar por repetibilidad se obtiene calculando la desviación estándar experimental de la media:

$$u = \frac{1}{\sqrt{n}} \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (7)$$

$$u(L_{R,rep}) = \frac{1}{\sqrt{5}} \cdot \sqrt{\frac{1}{4} \cdot \sum_{i=1}^5 (L_i - L_R)^2} = 0,187$$

$$u(L_{R,rep}) = 0,187 \text{ unidades de lectura (u de L).}$$

El número de grados de libertad es 4.

### b) Resolución del viscosímetro:

La resolución del viscosímetro es de 0,5 u de L. La incertidumbre estándar se calcula con base en una distribución rectangular:

$$u(L_{R,res}) = \frac{0,5}{\sqrt{12}} = 0,144 \text{ u de L} \quad (8)$$

El número de grados de libertad se considera infinito. Es conveniente notar que la contribución por repetibilidad es más alta que la debida a la resolución.

## Medición y desviación de la temperatura

### a) Resolución del termómetro

La resolución del termómetro digital es de 0,1 K. La incertidumbre estándar se calcula en base de una distribución rectangular:

$$u(T_{res}) = \frac{0,1 \text{ K}}{\sqrt{12}} = 0,029 \text{ K} \quad (9)$$

El número de grados de libertad se considera infinito.

### b) Calibración del termómetro

El certificado de calibración del termómetro indica una incertidumbre de 0,02 K con  $k = 2$ . Por lo tanto, la incertidumbre estándar es:

$$u(T_{cal}) = \frac{0,02 \text{ K}}{2} = 0,01 \text{ K} \quad (10)$$

El número de grados de libertad se considera infinito.

### c) Estabilidad y variaciones espaciales de la temperatura en el baño termostático

Por medio de la caracterización [3] se determinó que las variaciones de la temperatura del baño termostático están dentro de un intervalo de  $\pm 0,2$  K. Por desconocer la distribución real, se supone una distribución rectangular y se obtiene para la incertidumbre estándar:

$$u(T) = \frac{0,4}{\sqrt{12}} = 0,115 \text{ K} \quad (11)$$

El número de grados de libertad se considera infinito.

## COMBINACIÓN

Para poder obtener las diferentes contribuciones a la incertidumbre combinada, se calcula primero el **coeficiente de sensibilidad  $c_x$**  de cada fuente  $x$  mediante la ecuación (5):

$$F = \frac{h_{MR} - h_{MR} \cdot U_R \cdot \Delta T}{L_R}$$

Los valores de las magnitudes relevantes son:

$h_{MR} = 111,141 \text{ mPa}\cdot\text{s}$  a 25 °C (del certificado del líquido de referencia.)

$U_R = 0,0527 \cdot 1/\text{K}$  a 25 °C (del certificado del líquido de referencia)

$L_R = 55,6 \text{ u de L}$  (mediciones realizadas, ver tabla 1)

$DT = 0 \text{ K}$  (La calibración se realiza a 25,0 °C)

### Líquido de Referencia:

$$c_h = \frac{\partial F}{\partial h_{MR}} = \frac{1 - U_R \cdot \Delta T}{L_R} = \frac{1}{L_R} = 1,80 \cdot 10^{-2} \text{ (u de L)}^{-1} \quad (12)$$

(puesto que  $DT = 0$ )

### Lectura:

Las dos fuentes de incertidumbre relacionadas con la lectura del viscosímetro (repetibilidad y resolución) tienen el mismo factor de sensibilidad:

$$c_L = \frac{\partial F}{\partial L_R} = -\frac{h_{MR}}{L_R^2} = -3,60 \cdot 10^{-2} \frac{\text{mPa}\cdot\text{s}}{(\text{u de L})^2} \quad (13)$$

### Temperatura:

Igual que en el caso de la lectura, las tres fuentes de incertidumbre relacionadas con la temperatura (resolución y calibración del termómetro y estabilidad de temperatura en el baño) tienen el mismo factor de sensibilidad:

$$c_T = \frac{\partial F}{\partial \Delta T} = -\frac{h_{MR} \cdot U_R}{L_R} = -0,105 \frac{\text{mPa}\cdot\text{s}}{(\text{u de L}) \cdot K} \quad (14)$$

La **contribución de cada** fuente de incertidumbre se obtiene finalmente multiplicando su respectivo factor de sensibilidad con su incertidumbre estándar (ver tabla 2).

$$u_i(y) = c_i \cdot u(x_i) \quad (15)$$

La **incertidumbre combinada** de  $F$  se obtiene por la suma cuadrática de las contribuciones individuales asumiendo que las fuentes están débilmente correlacionadas:

$$u_c = \sqrt{\sum_i [c_i \cdot u(x_i)]^2} = 1,56 \cdot 10^{-2} \frac{\text{mPa}\cdot\text{s}}{\text{u de L}} \quad (16)$$

Aplicando la recomendación de la GUM [2] se calculan 49 grados efectivos de libertad, que corresponden a un valor de la función  $t$  de Student de 2,05 para un nivel de confianza de 95% aproximadamente.

## RESULTADOS

### Factor F

El factor  $F$  del viscosímetro se calcula sustituyendo los valores de  $h_{MR}$ ,  $U_R$ ,  $L_R$  y  $DT$  en la ecuación (5), resultando:

$$F = 1,999 \text{ mPa}\cdot\text{s}/(\text{u de L})$$

### Incertidumbre expandida

La incertidumbre expandida para un nivel de confianza de alrededor de 95 % se obtiene multiplicando la incertidumbre combinada con el factor de cobertura  $k = 2,05$ :

$$U = k \cdot u_c = 0,03198 \frac{\text{mPa}\cdot\text{s}}{\text{u de L}}$$

## Informe del Resultado

finalmente el resultado de la calibración se puede representar de la siguiente manera:

$$F = (1,999 \pm 0,032) \text{ mPa}\cdot\text{s}/(\text{u de L}) \text{ con } k = 2$$

## DISCUSIÓN

En la tabla 2, el cálculo numérico se presenta como la contribución total de todas las fuentes de incertidumbre relacionadas con la medición de la lectura  $L_R$ , con la temperatura  $T$ , y con el material de referencia  $h_{MR}$ . Como manera alterna, evidentemente equivalente al esquema anterior, la incertidumbre combinada se obtiene mediante la suma de las tres contribuciones, la lectura  $L_R$ , la temperatura  $T$  y la viscosidad del líquido de referencia  $h_{MR}$  de manera integrada (ver Tabla 3). La ventaja es la mejor visualización por la separación de las contribuciones de cada magnitud.

En el presupuesto de incertidumbres (tablas 2 y 3) se observa a la estabilidad de la temperatura como la fuente de mayor contribución a la incertidumbre en la calibración del viscosímetro Brookfield. La segunda fuente de mayor contribución se observa en la repetibilidad. Si se quisiera reducir la incertidumbre de calibración, se debería mejorar la estabilidad de la temperatura en el baño y/o aumentar el número de mediciones de lectura.

## CONCLUSIONES

Se presenta el método para la calibración de viscosímetros Brookfield con materiales de referencia certificados.

Se muestra la estimación de la incertidumbre en la determinación del factor  $F$  a una temperatura de referencia para un husillo y una velocidad fijos usando el método de la GUM [2]. Se ejemplifica el cálculo numérico con datos obtenidos en el laboratorio. Se expresa la incertidumbre como una incertidumbre expandida con el factor de cobertura correspondiente a 49 grados efectivos de libertad. Se encuentra que la temperatura es la fuente que aporta la mayor contribución a la incertidumbre.

Debe hacerse énfasis en que para aplicar la estimación de incertidumbre mostrada a una calibración particular, deben tomarse en cuenta los resultados de medición, certificados de calibración y especificaciones de los equipos que se utilicen en tal calibración.

## REFERENCIAS

- [1] Schmid W., Lazos Rubén - Guía para estimar la incertidumbre de la medición -Abril de 2000 ("Guía-CNM").
- [2] Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, PIM, IEC, IFCC, ISO, IUPAP, IUPAC, OILM (1995).
- [3] Galván M. del C. Trujillo S.- Caracterización de un baño termostático Tamson TV 7000. Próxima publicación- 2001

Nº	Magnitud de entrada $X_i$ ; Fuente de incertidumbre	Valor estimado $x_i$	Fuente de información	Incertidumbre original	Tipo, Distribución	Incertidumbre estándar $u(x_i)$	Coefficiente de sensibilidad $c_i$	Contribución $u_i(y)$
1	Material de Referencia $\eta_{MR}$	111,141 mPa·s	Certificado de calibración	0,4 22 mPa·s	B normal, k=2	0,211 mPa·s	$1,80 \cdot 10^{-2} 1/u$ de L	$0,38 \cdot 10^{-2}$ mPa·s/u de L
2	Lectura $L_R$	55,6 (u de L)	---	---	---	---	---	---
2ª	Repetibilidad	---	Mediciones repetidas	0,187 u de L	A normal, k=1	0,187 u de L	$-3,60 \cdot 10^{-2}$ mPa·s/(u de L) <sup>2</sup>	$0,67 \cdot 10^{-2}$ mPa·s/u de L
2b	Resolución viscosímetro	---	Escala	0,5 u de L	B, rectangular	0,144 u de L	$-3,60 \cdot 10^{-2}$ mPa·s/(u de L) <sup>2</sup>	$0,52 \cdot 10^{-2}$ mPa·s/u de L
3	Temperatura $\Delta T$	0,0 K	---	---	---	---	---	---
3ª	Resolución termómetro	---	Escala	0,1 K	B, rectangular	0,029 K	$-0,105$ mPa·s/(u de L)·K	$0,31 \cdot 10^{-2}$ mPa·s/u de L
3b	Calibración termómetro	---	Certificado de calibración	0,02 K	B normal, k=2	0,01 K	$-0,105$ mPa·s/(u de L)·K	$0,11 \cdot 10^{-2}$ mPa·s/u de L
3c	Estabilidad temperatura	---	Pruebas	$\pm 0,2$ K	B, rectangular	0,115 K	$-0,105$ mPa·s/(u de L)·K	$1,21 \cdot 10^{-2}$ mPa·s/u de L
	Factor del viscosímetro $F$	1,999 mPa·s/u de L	---	---	---	---	---	$1,56 \cdot 10^{-2}$ mPa·s/u de L

Tabla 2. Presupuesto de incertidumbres

Nº	Magnitud de entrada $X_i$ ; Fuente de incertidumbre	Valor estimado $x_i$	Fuente de información	Incertidumbre original	Tipo, Distribución	Incertidumbre estándar $u(x_i)$	Coefficiente de sensibilidad $c_i$	Contribución $u_i(y)$
1	Material de Referencia $\eta_{MR}$	111,141 mPa·s	Certificado de calibración	0,4 22 mPa·s	B normal, k=2	0,211 mPa·s	$1,80 \cdot 10^{-2} 1/u$ de L	$0,38 \cdot 10^{-2}$ mPa·s/u de L
2	Lectura $L_R$	55,6 u de L	---	---	---	0,236 u de L	$-3,60 \cdot 10^{-2}$ mPa·s/(u de L) <sup>2</sup>	$0,85 \cdot 10^{-2}$ mPa·s/u de L
2ª	Repetibilidad	---	Mediciones repetidas	0,187 u de L	A normal, k=1	0,187 u de L	---	---
2b	Resolución viscosímetro	---	Escala	0,5 u de L	B, rectangular	0,144 u de L	---	---
3	Temperatura $\Delta T$	0,0 K	---	---	---	0,119 K	$-0,105$ mPa·s/(u de L)·K	$1,25 \cdot 10^{-2}$ mPa·s/u de L
3ª	Resolución termómetro	---	Escala	0,1 K	B, rectangular	0,029 K	---	---
3b	Calibración termómetro	---	Certificado de calibración	0,02 K	B normal, k=2	0,01 K	---	---
3c	Estabilidad temperatura	---	Pruebas	$\pm 0,2$ K	B, rectangular	0,115 K	---	---
	Factor del viscosímetro $F$	1,999 mPa·s/u de L	---	---	---	---	---	$1,56 \cdot 10^{-2}$ mPa·s/u de L

Tabla 3. Presupuesto de incertidumbres (método alternativo)