

INCERTIDUMBRE EN LA CALIBRACIÓN DE VISCOSÍMETROS CAPILARES

Wolfgang A. Schmid
Rubén J. Lazos Martínez
Sonia Trujillo Juárez

Nota: El presente ejercicio ha sido desarrollado bajo aspectos didácticos y lleva por esto algunas simplificaciones. Para aplicarlo a un caso específico, deben tomarse en cuenta los resultados particulares de esa medición o calibración, informes y certificados de calibración, características de los equipos, métodos, condiciones ambientales, habilidades del personal y todos los elementos relevantes particulares de ese sistema de medición.

El Marqués, Qro., México, julio de 2000.

INCERTIDUMBRE EN LA CALIBRACIÓN DE VISCOSÍMETROS CAPILARES

Wolfgang A. Schmid, Rubén J. Lázos Martínez, Sonia Trujillo Juárez

Julio de 2000

Resumen: Se presenta la estimación de la incertidumbre en la calibración de un viscosímetro capilar utilizando materiales de referencia

1. Principio de medición y el mensurando

La viscosidad cinemática n de un líquido se determina con viscosímetros capilares, midiendo el tiempo t requerido para que un volumen determinado, indicado por las dos marcas M1 y M2 (ver Fig. 1), fluya por el capilar. El tiempo t y la viscosidad n están relacionadas solamente por una constante C del aparato, que está dada por características específicas del viscosímetro utilizado (p. ej. diámetro y longitud del capilar, volumen entre las marcas M1 y M2):

$$n = C \cdot t \quad (1)$$

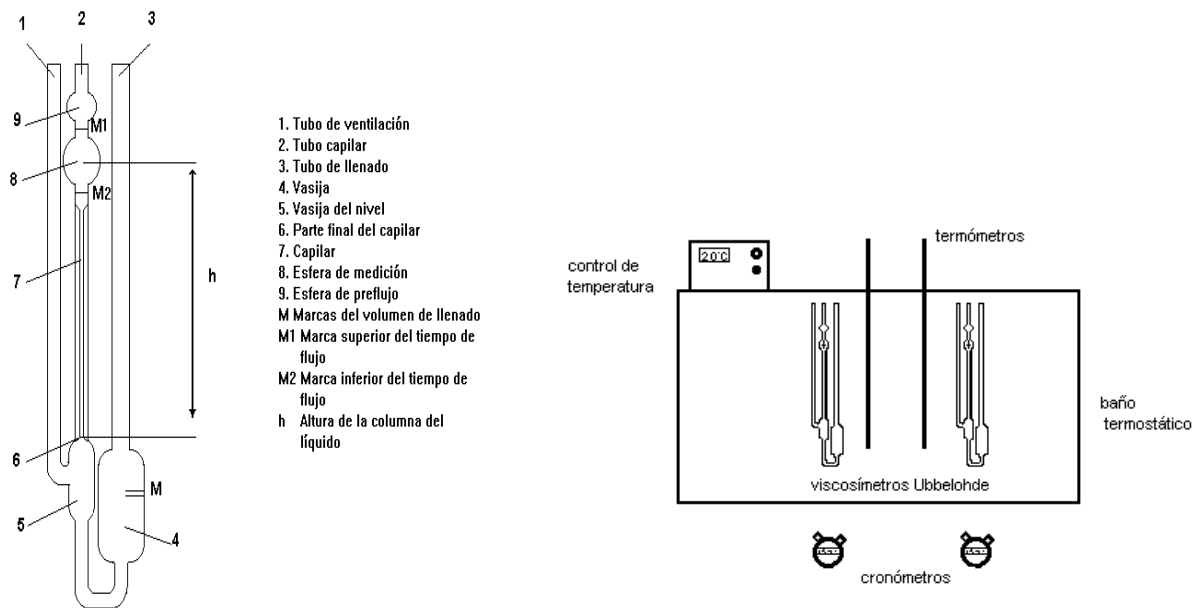


Fig. 1: Viscosímetro capilar tipo Ubbelohde y su calibración en un baño termostático

Generalmente se obtiene esta constante mediante calibración del viscosímetro con un líquido de referencia certificado de viscosidad conocida n_R , por la siguiente relación:

$$C = \frac{n_R}{t_R} \quad (2)$$

donde t_R es el tiempo de flujo del líquido de referencia en el viscosímetro.

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 \mathbf{Dn}_R está dado por la siguiente relación:

$$\boxed{\Delta \mathbf{n}_R = -\mathbf{n}_R \cdot U_R \cdot \Delta T} \quad (3)$$

donde \mathbf{DT} es la desviación entre la temperatura durante la calibración y la temperatura de referencia (declarada en el certificado del líquido de referencia), y U_R es el coeficiente de temperatura de la viscosidad del líquido de referencia:

$$U_R = -\frac{1}{\mathbf{n}_R} \cdot \frac{d\mathbf{n}_R}{dT} \quad (4)$$

Con estas relaciones la viscosidad a la temperatura actual de la calibración se determina por:

$$\mathbf{n}_R = \mathbf{n}_{MR} - \mathbf{n}_{MR} \cdot U_R \cdot \Delta T \quad (5)$$

donde \mathbf{n}_{MR} es la viscosidad a la temperatura de referencia.

Considerando variaciones de temperatura durante la calibración o una diferencia entre la temperatura de calibración y la temperatura nominal de certificación del líquido de referencia, el *mensurando* C se obtiene finalmente por:

$$\boxed{C = C(\mathbf{n}_{MR}, t_R, \Delta T) = \frac{\mathbf{n}_{MR} - \mathbf{n}_{MR} \cdot U_R \cdot \Delta T}{t_R}} \quad (6)$$

2. Identificación y organización de las fuentes de incertidumbre

1) Líquido de Referencia:

El certificado de calibración contiene la información relevante sobre el líquido de referencia. Las fuentes de incertidumbre relacionadas con el líquido de referencia son:

- a) Incertidumbre de \mathbf{n}_{MR}
- b) Incertidumbre de U_R : Si la calibración se realiza a la temperatura de referencia (indicada en el certificado), el efecto es muy pequeño, por lo cual no se considera en este ejemplo.

2) Medición del tiempo de flujo

El tiempo de flujo del líquido se mide con un cronómetro. Las fuentes de incertidumbre son:

- a) Repetibilidad de las mediciones:
- b) Variaciones causadas en primera instancia por el metrólogo, y aparte de eso por fluctuaciones de la temperatura.
- c) Resolución del cronómetro utilizado para las mediciones.
- d) Calibración del cronómetro.

e) Reproducibilidad de las mediciones, por ejemplo por diferentes metrólogos: No se considera en ese ejemplo.

3) *Medición y desviación de la temperatura*

El viscosímetro está instalado en un baño termostático, para seleccionar y controlar la temperatura deseada. El baño fue caracterizado anteriormente respecto a la estabilidad de la temperatura. Las fuentes de incertidumbre relacionadas con efectos de temperatura son:

- a) Resolución del termómetro utilizado.
- b) Calibración del termómetro.
- c) Estabilidad de la temperatura en el baño termostático.

El siguiente diagrama de árbol muestra la relaciones de las fuentes de incertidumbre con el modelo matemático e indica las posibles correlaciones que pueden existir entre diferente fuentes de incertidumbre:

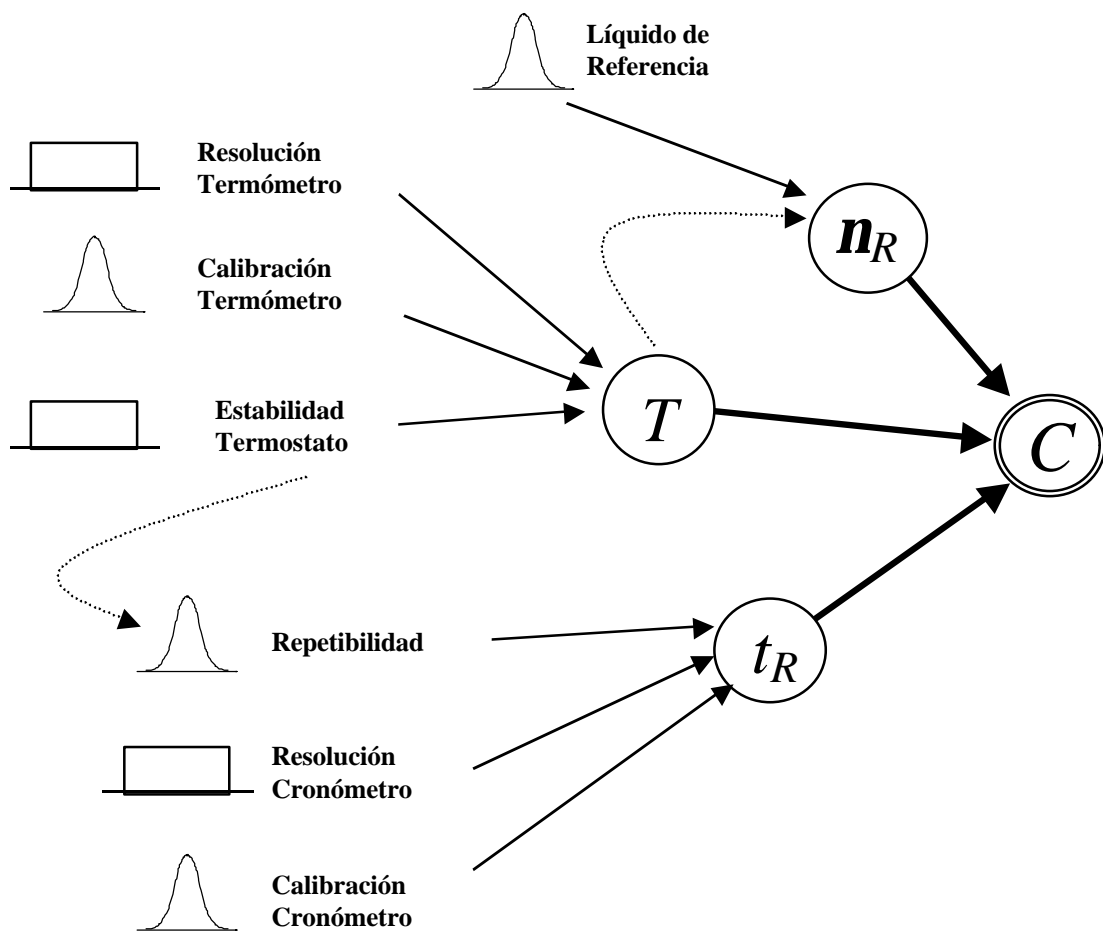


Fig.2: Diagrama de árbol de las fuentes de incertidumbre

4 Otras fuentes no incluidas

En la práctica se presentan otras fuentes de incertidumbre no consideradas para el propósito de este ejemplo, algunas de las cuales son:

a) Reproducibilidad:

Para detectar la influencia del metrólogo en la medición del tiempo con el cronómetro, se recomienda realizar pruebas de reproducibilidad (medición realizada por diferentes metrólogos) e incluir el resultado como fuente adicional de incertidumbre.

b) Verticalidad:

La desviación de la vertical del eje del tubo capilar provoca errores que son reducidos mediante una alineación cuidadosa. Generalmente resulta una contribución a la incertidumbre muy pequeña. Por ejemplo, una desviación máxima de la vertical de 1° contribuye típicamente con una incertidumbre estándar relativa de 0,06% [2].

c) Campo gravitacional

El campo gravitacional g influye en la constante C del viscosímetro. La calibración del viscosímetro toma en cuenta el campo gravitacional local, es decir del lugar donde se realizó la calibración. Cuando se utiliza el viscosímetro en otro sitio, debe tomarse en cuenta el cambio de g mediante una corrección o una contribución adicional a la incertidumbre de C . Típicamente se pueden encontrar variaciones del campo gravitacional de $0,01\text{m/s}^2$, lo cual puede dar lugar a contribuciones de hasta el 15% de la incertidumbre de la constante del viscosímetro.

d) Calibración a una temperatura diferente a la temperatura de referencia:

Si la calibración del viscosímetro se realiza a una temperatura diferente a la que fue calibrado y certificado el líquido de referencia, esto es si $DT \neq 0$, debe realizarse una corrección de n_{MR} utilizando el coeficiente de temperatura U_R y considerar la estimación de la incertidumbre de esta corrección.

3. Cuantificación y reducción

1) Líquido de Referencia

El certificado de calibración indica para n_{MR} una incertidumbre de $0,63 \text{ mm}^2/\text{s}$ con $k = 2$

$$\Rightarrow \text{Incertidumbre estándar: } u(n_{MR}) = \frac{0,63 \text{ mm}^2/\text{s}}{2} = 0,315 \text{ mm}^2/\text{s}$$

Se le asocian 200 grados de libertad.

2) Medición del tiempo de flujo

a) Repetibilidad de las mediciones:

Se toma cinco mediciones repetitivas y se calcula la media para obtener t_R :

i	1	2	3	4	5	$t_R = \frac{1}{5} \cdot \sum t_i$
t_i	421,61 s	421,58 s	421,61 s	421,37 s	421,58 s	421,55 s

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

$$u(t_{R,rep}) = \frac{1}{\sqrt{5}} \cdot \sqrt{\frac{1}{4} \cdot \sum_{i=1}^5 (t_i - t_R)^2} = 0,045 \text{ s}$$

El número de grados de libertad asociado a esta fuente es de 4 (número de lecturas menos uno).

b) Resolución del cronómetro:

La resolución del cronómetro es de 0,01 s. La incertidumbre estándar se calcula en base de una distribución rectangular:

$$u(t_{R,res}) = \frac{0,01 \text{ s}}{\sqrt{12}} = 0,0029 \text{ s}$$

Se asocian 50 grados de libertad.

c) Calibración del cronómetro:

El certificado de calibración del cronómetro indica una incertidumbre de 0,2 s con $k = 2$.

$$\Rightarrow \text{Incertidumbre estándar: } u(t_{R,cal}) = \frac{0,2 \text{ s}}{2} = 0,1 \text{ s}$$

Se le asocian 200 grados de libertad.

3) Medición y desviación de la temperatura

a) Resolución del termómetro

La resolución del termómetro digital es de 0,005 K. La incertidumbre estándar se calcula en base de una distribución rectangular:

$$u(T_{res}) = \frac{0,005 \text{ K}}{\sqrt{12}} = 0,0014 \text{ K}$$

Se le asocian 50 grados de libertad.

b) Calibración del termómetro

El certificado de calibración del termómetro indica una incertidumbre de 0,02 K con $k = 2$.

$$\Rightarrow \text{Incertidumbre estándar: } u(T_{cal}) = \frac{0,02 \text{ K}}{2} = 0,01 \text{ K}$$

Se le asocian 200 grados de libertad

c) *Estabilidad de la temperatura en el baño termostático*

Se determinó que las variaciones de la temperatura del baño termostático están dentro de un intervalo de $\pm 0,05$ K. Por desconocer la distribución real, se supone una distribución rectangular y se obtiene para la incertidumbre estándar:

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

Se le asocian 29 grados de libertad.

4. Combinación

Para poder obtener las diferentes contribuciones a la incertidumbre combinada, hay que calcular primero el *coeficiente de sensibilidad* c_x de cada fuente x en base de ecuación (6):

$$C = \frac{n_{MR} - n_{MR} \cdot U_R \cdot \Delta T}{t_R}$$

Los valores de las magnitudes relevantes son:

$n_{MR} = 175,482 \text{ mm}^2/\text{s}$	a 20° C	Certificado del líquido de referencia
$U_R = 9,9 \cdot 10^{-3} \cdot 1/\text{K}$	a 20° C	Certificado del líquido de referencia
$t_R = 421,55 \text{ s}$		Mediciones, ver 3.2.a
$DT = 0 \text{ K}$		La calibración se realiza a 20° C

Los coeficientes de sensibilidad relacionados con las respectivas magnitudes de entrada se determinan de la siguiente manera:

1) *Líquido de Referencia:*

$$c_n = \frac{\partial C}{\partial n_{MR}} = \frac{1 - U_R \cdot \Delta T}{t_R} = \frac{1}{t_R} = 2,37 \cdot 10^{-3} \frac{1}{\text{s}} \quad (\text{puesto que } DT = 0)$$

2) Tiempo de flujo:

Las tres fuentes de incertidumbre relacionadas con el tiempo de flujo (2a), (2b) y (2c) tienen el mismo factor de sensibilidad:

$$c_t = \frac{\partial C}{\partial t_R} = -\frac{n_{MR}}{t_R^2} = -9,87 \cdot 10^{-4} \frac{\text{mm}^2}{\text{s}^3}$$

3) Temperatura

Igual que en el caso del tiempo de flujo, las tres fuentes de incertidumbre relacionadas con la temperatura (3a), (3b) y (3c) tienen el mismo factor de sensibilidad:

$$c_T = \frac{\partial C}{\partial \Delta T} = -\frac{n_{MR} \cdot U_R}{t_R} = -4,12 \cdot 10^{-3} \frac{\text{mm}^2}{\text{s}^2 \cdot \text{K}}$$

La **contribución de cada** fuente de incertidumbre se obtiene finalmente multiplicando su respectivo factor de sensibilidad con su incertidumbre estándar: $u_i(y) = c_i \cdot u(x_i)$ (ver Anexo A).

La **incertidumbre combinada** de C se obtiene por la suma cuadrática de las contribuciones individuales:

$$u_c = \sqrt{\sum [u_i(C)]^2} = \sqrt{\sum [c_i \cdot u(x_i)]^2} = 7,65 \cdot 10^{-4} \frac{\text{mm}^2}{\text{s}^2}$$

5. Incertidumbre expandida, informe del resultado

La **incertidumbre expandida** para un nivel de confianza de alrededor de 95 % se obtiene por multiplicación de la incertidumbre combinada con el factor de cobertura $k = 2$ (dado que el número efectivo de grados de libertad es 230, la diferencia con el valor de $t_{95,45}$ (230) no es significativa) :

$$U = k \cdot u_c = 15,3 \cdot 10^{-4} \frac{\text{mm}^2}{\text{s}^2}$$

La constante del viscosímetro C se calcula con los valores de n_{MR} , U_R , t_R y DT :

$$C = 4162,8 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}^2,$$

así que finalmente el resultado de la calibración se representa de la siguiente manera:

$$\boxed{C = (4163 \pm 15) \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}^2} \quad \text{con } k = 2$$

6. Discusión

El cálculo numérico se simplifica en cierta forma, calculando la contribución total de todas las fuentes de incertidumbre relacionadas con la medición del tiempo t_R y con la temperatura T (o sea su incertidumbre respectiva). Deben tenerse en mente las suposiciones de que las contribuciones a la incertidumbre por falta de reproducibilidad, falta de verticalidad del viscosímetro, cambios en el campo gravitacional son despreciables para las condiciones de calibración consideradas. En el caso del material de referencia la incertidumbre indicada en el certificado ya representa la incertidumbre total de n_{MR} , ya que que no se toman en cuenta otras contribuciones.

Para obtener la incertidumbre combinada se combinan finalmente las tres contribuciones (totales) debidas a la medición del tiempo t_R , a la temperatura T y a la viscosidad del líquido de referencia n_{MR} . Este método alternativo proporciona exactamente el mismo resultado y está representado en la segunda tabla del Anexo A, considerando los errores de redondeo en la expresión del número de grados de libertad de cada fuente.

Referencias

- [1] Schmid W., Lazos Rubén - **Guía para estimar la incertidumbre de la medición** - Publicación CNM-INC-PT-001, abril de 2000.
- [2] DIN 51562-4 Measurement of kinematic viscosity by means of the Ubbelohde viscometer. Part 4: Viscometer calibration and determination of the uncertainty of measurement.

Autor(es): Wolfgang Alfons Schmid, Coordinador Científico de la División de Óptica y Radiometría, CENAM, wschmid@cenam.mx, Tel (52) 4 2 11 05 54; Fax (52) 4 2 11 05 53
Ruben J. Lazos Martínez, Coordinador Científico del Area de Metrología Mecánica, CENAM, rlazos@cenam.mx, Tel (52) 4 2 11 05 00 ext. 3807, Fax (52) 4 2 11 05 68
Sonia Trujillo Juárez, Responsable del Laboratorio de Viscosidad, División de Flujo y Volumen, CENAM, strujill@cenam.mx, Tel (52) 4 2 11 05 00 ext. 3819, Fax (52) 4 2 11 05 68

Anexo A-1: Presupuesto de incertidumbre

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 $u_i(y)$	Grados de libertad
1	Material de Referencia ν_{MR}	175,482 mm ² /s	Certificado de calibración	0,63 mm ² /s	B normal, k=2	0,315 mm ² /s	$2,37 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$7,47 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}^2$	200
2	Tiempo de flujo t_R	421,55 s	---	---	---	---	---	---	
2a	Repetibilidad	---	Mediciones repetidas	0,045 s	A normal, k=1	0,045 s	$-9,87 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}^3$	$0,44 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}^2$	4
2b	Resolución cronómetro	---	Escala	0,01 s	B, rectangular	0,0029 s	$-9,87 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}^3$	$0,03 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}^2$	50
2c	Calibración cronómetro	---	Certificado de calibración	0,2 s	B normal, k=2	0,1 s	$-9,87 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}^3$	$0,99 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}^2$	200
3	Temperatura ΔT	0 K	---	---	---	---	---	---	
3a	Resolución termómetro	---	Escala	0,005 K	B, rectangular	0,0014 K	$-4,12 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^2/\text{K} \cdot \text{s}^2$	$0,06 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}^2$	50
3b	Calibración termómetro	---	Certificado de calibración	0,02 K	B normal, k=2	0,01 K	$-4,12 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^2/\text{K} \cdot \text{s}^2$	$0,41 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}^2$	200
3c	Estabilidad temperatura	---	Pruebas	0,1 K	B, rectangular	0,029 K	$-4,12 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^2/\text{K} \cdot \text{s}^2$	$1,20 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}^2$	29
	Constante del viscosímetro C	$4162,8 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}^2$	---	---	---	---	---	$7,65 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}^2$	No. efectivo de grados de libertad = 230

Anexo A-2: Presupuesto de incertidumbre según el método discutido en el capítulo 6 :

Nº	Magnitud de entrada X_i Fuente de incertidumbre	Valor estimado x_i	Fuente de información	Incertidumbre original	Tipo, Distribución	Incertidumbre estandar $u(x_i)$	Coefficiente de sensibilidad c_i	Contribución $u_i(y)$	Grados de libertad
1	Material de Referencia ν_{MR}	175,482 mm ² /s	Certificado de calibración	0,63 mm ² /s	B normal, k=2	0,315 mm ² /s	$2,37 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$7,47 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}^2$	200
2	Tiempo de flujo t_R	421,55 s	---	---	---	0,110 s	$- 9,87 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}^3$	$1,08 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}^2$	94
2a	Repetibilidad	---	Mediciones repetidas	0,045 s	A normal, k=1	0,045 s	---	---	---
2b	Resolución cronómetro	---	Escala	0,01 s	B, rectangular	0,0029 s	---	---	---
2c	Calibración cronómetro	---	Certificado de calibración	0,2 s	B normal, k=2	0,1 s	---	---	---
3	Temperatura ΔT	0 K	---	---	---	0,0307 K	$- 4,12 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^2/\text{K} \cdot \text{s}^2$	$1,27 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}^2$	36
3a	Resolución termómetro	---	Escala	0,005 K	B, rectangular	0,0014 K	---	---	---
3b	Calibración termómetro	---	Certificado de calibración	0,02 K	B normal, k=2	0,01 K	---	---	---
3c	Estabilidad temperatura	---	Pruebas	0,1 K	B, rectangular	0,029 K	---	---	---
	Constante del viscosímetro C	$4162,8 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}^2$	---	---	---	---	---	$7,65 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}^2$	No. efectivo de grados de libertad = 219

Anexo B: Lista de símbolos utilizados

[Regresar al Prefacio](#)

n	viscosidad cinemática
n_R	viscosidad cinemática del líquido de referencia
n_{MR}	viscosidad cinemática del líquido de referencia a la temperatura de referencia
Dn_R	variación de la viscosidad del líquido de referencia debido a una variación de temperatura
t_R	tiempo de flujo del líquido de referencia en el viscosímetro
t	tiempo de flujo del un líquido en el viscosímetro
C	constante de aparato (viscosímetro utilizado)
U_R	coeficiente de temperatura de la viscosidad del líquido de referencia
T	temperatura
DT	desviación entre la temperatura durante la calibración y la temperatura de referencia
$u(x_i)$	incertidumbre estándar de la fuente de incertidumbre de x_i
$u_i(C)$	contribución de la fuente i a la incertidumbre combinada de C
u_c	incertidumbre combinada
U	incertidumbre expandida
c_x	factor de sensibilidad para la magnitud x