

EVALUACIÓN DE PROCEDIMIENTOS PARA CALIBRACIÓN DE MICROBALANZAS CON EL OBJETIVO DE MINIMIZAR LA COMPONENTE DE INCERTIDUMBRE DEBIDA A LA INCERTIDUMBRE DE CALIBRACIÓN DE LAS PESAS PATRÓN

Ing. Claudia Santo
Laboratorio Tecnológico del Uruguay-LATU
Avda. Italia 6201- Montevideo- Uruguay
Tel 005982 601 3724; Fax 0059826018554; csanto@latu.org.uy

Resumen: El presente trabajo presenta la comparación de dos procedimientos para calibración de microbalanzas que se diferencian en la forma de realizar el ensayo de exactitud.

En el primer procedimiento dicho ensayo se realiza utilizando pesas patrón E1 en puntos distribuidos uniformemente en el rango de pesada. En el segundo procedimiento se realiza una calibración en la capacidad máxima de la balanza con una pesa calibrada, aplicando para el resto de los puntos una variante del método de cargas de sustitución.

Se demuestra que el segundo procedimiento conduce a una incertidumbre menor, requiriendo el uso de una sola pesa calibrada.

1. INTRODUCCIÓN

Las tolerancias de las pesas OIML [2] que cubren el rango de calibración de las microbalanzas (es decir de valores nominales de hasta 20 g), son tales que aún en el caso de utilizar pesas E1 calibradas, la incertidumbre expandida de calibración de las mismas corresponde a varias divisiones de las microbalanzas. Esta situación lleva a que muchas veces ésta sea la fuente de incertidumbre de mayor importancia en la calibración de este tipo de equipos.

2. DATOS EXPERIMENTALES

Para llevar a cabo la comparación de los procedimientos de calibración propuestos se seleccionó una balanza disponible en el laboratorio, sobre la cual se relevaron los datos experimentales según lo indicado en cada uno de los procedimientos.

La misma tenía las siguientes características:

- Carga máxima: 20 g
- Resolución: 0,001 mg

2.1.- Procedimientos de calibración

Ambos procedimientos propuestos difieren en lo que refiere a la ejecución de la prueba de exactitud.

Las pruebas de repetibilidad y excentricidad se realizan en ambos casos según lo indicado en la Guía SIM para la calibración de instrumentos de pesar no automáticos [1].

La prueba de repetibilidad, se realiza con 10 repeticiones con un valor de carga igual a la capacidad de la microbalanza (en este caso 20 g), mientras que la prueba de excentricidad se realiza con una carga igual a un medio de la capacidad de la microbalanza (en este caso 10 g).

2.1.1.- PROCEDIMIENTO 1.

En el primer procedimiento la prueba de exactitud se lleva a cabo según lo recomendado en [1] (punto 5.2., prueba para los errores de las indicaciones), en 10 cargas distribuidas uniformemente en el rango de pesada.

Para realizar la misma se utilizan pesas patrón clase E1. Según [2], las pesas recomendadas para calibración de balanzas clase I son pesas clase E2, estando el uso de las pesas clase E1 previsto sólo para diseminación y mantenimiento de los patrones de masa. No obstante, con el propósito de disminuir las incertidumbres de

calibración para el caso que nos ocupa, se eligen pesas clase E1 (las mejores disponibles según [2] para realizar esta calibración). Para cada carga se realizan dos lecturas, expresándose el error como la diferencia entre la media de las dos lecturas realizadas y el valor de masa convencional de las pesas patrón utilizadas (proveniente del/los certificado/s de calibración).

$$E_i = \bar{L}_i - M_{conv-i} \quad (1)$$

Donde:

E_i – Error correspondiente al i-ésimo punto ensayado de la escala de la balanza

\bar{L}_i - Promedio de las dos lecturas realizadas en el ensayo de exactitud para el punto i.

M_{conv-i} - Valor de la masa convencional de la/s pesas patrón utilizadas para la calibración del punto i según su/s certificado/s de calibración.

2.1.2. Procedimiento 2

En el procedimiento alternativo propuesto se calibra primero la microbalanza con pesa/s patrón en su capacidad máxima. Esta calibración se realiza utilizando las 10 repeticiones ya realizadas para el ensayo de repetibilidad. Para el cálculo del error en la carga máxima se tomará la diferencia entre el promedio de las 10 lecturas realizadas en el ensayo de repetibilidad (en este caso de 20 g) y el valor de la masa convencional de la/s pesas usadas.

$$E_c = \bar{L}_c - M_{conv-c} \quad (2)$$

Donde:

E_c – Error correspondiente a la carga máxima de la microbalanza.

\bar{L}_c - Promedio de las diez lecturas realizadas en el ensayo de repetibilidad (carga máxima).

M_{conv-c} - Masa convencional de la/s pesa/s patrón utilizadas.

Para evaluar los errores en el resto de los puntos del intervalo de calibración, en lugar de calibrar cada punto con pesas patrón, se aplica el método de cargas de sustitución (según lo descrito en el

ítem 4.3.3. de [1]). En dicho método se hace la alusión de que los errores en la balanza son una función continua sin pendientes pronunciadas de la lectura y por lo tanto cuando la diferencia en las lecturas no es significativa, se tendrán errores que no diferirán significativamente. Esto nos permite asumir que cargas de valor nominal cercano, tendrán el mismo error.

En este caso se aplica la variante de que en lugar de calibrar la carga de sustitución utilizando la balanza, se tara la balanza con la carga de sustitución prevista y se agrega una sobrecarga (constante para todos los puntos de calibración seleccionados), relevándose la lectura de la microbalanza luego de agregada la sobrecarga.

Para este ensayo se utilizan pesas no necesariamente calibradas como cargas de sustitución. Las mismas pueden ser por ejemplo pesas clase F2 o M1, de forma de asegurar que las cargas nominales se encuentran lo suficientemente cercanas al valor nominal como para asegurar la constancia del error en este pequeño intervalo, pero no se necesita corregir por el error de cada pesa. Se debe tener en cuenta que este método es aplicable a microbalanzas que presenten tara sustractiva para toda la capacidad de la misma.

El procedimiento consiste entonces en:

- a) tarar la microbalanza con cargas correspondientes a puntos uniformemente distribuidos en el rango de calibración. En el caso de la microbalanza en cuestión seleccionaremos 10 puntos uniformemente separados en el rango de la microbalanza: 0 g, 2 g, 4 g, 6 g, 8 g, 10 g, 12 g, 14 g, 16 g, 18 g. Se comenzará entonces con una carga de tara nula, siguiéndose en forma sucesiva con el resto de las cargas de tara seleccionadas.
- b) agregar en el platillo una sobrecarga de valor nominal igual a la diferencia entre dos valores consecutivos de los seleccionados para el ensayo (en este caso 2 g). La pesa utilizada con este propósito tampoco necesita estar calibrada, pero debe seleccionarse siempre la misma pesa como sobrecarga.
- c) Se registra la lectura luego de agregar la sobrecarga. Se retira la sobrecarga, se tara nuevamente, se vuelve a agregar la sobrecarga y se registra una nueva lectura. Para el cálculo de los errores se

- considerará el promedio de las dos lecturas.
- d) Se repiten los puntos b) y c) para todos los puntos seleccionados.

Si la balanza es perfectamente lineal todas las lecturas correspondientes a igual sobrecarga debieran coincidir para las distintas cargas, razón por la cual este ensayo de exactitud puede utilizarse también para evaluar la linealidad de la microbalanza.

Tenemos entonces que:

$$E_1 = \bar{I}_1 - M_{cref} \quad (3)$$

Para evaluar el error para el escalón siguiente (en este caso 4g), sólo deberemos sumar el error ya estimado para el punto anterior (2g) según (3) y sumarle el error para la sobrecarga (2g) en este punto. Esto se hace según la ecuación (4).

$$E_2 = E_1 + \bar{I}_2 - M_{cref} \quad (4)$$

·
·
·

Aplicando en forma consecutiva el mismo razonamiento tenemos que:

$$E_n = E_{n-1} + \bar{I}_n - M_{cref} \quad (5)$$

Donde:

E_n - Error correspondiente al n-ésimo punto calibrado.

\bar{I}_n - Promedio de las dos lecturas en el n-ésimo punto del ensayo de exactitud.

M_{cref} - Masa convencional de la pesa utilizada como sobrecarga.

Combinando (3), (4) y... (5), resulta:

$$E_n = \sum_{i=1}^n \bar{I}_i - nM_{cref} \quad (6)$$

Para la capacidad máxima (n=10) se tiene:

$$E_{10} = E_C = \sum_{i=1}^{10} \bar{I}_i - 10M_{cref} \quad (7)$$

Combinando las ecuaciones (2) y (7), podemos entonces despejar M_{cref} :

$$M_{cref} = \frac{\sum_{i=1}^{10} \bar{I}_i - E_C}{10} \quad (8)$$

Queda demostrado de esta manera que el valor de M_{cref} , no necesita ser conocido y por lo tanto la pesa utilizada con ese propósito tampoco necesita estar calibrada.

Sustituyendo la ecuación (8) en (6) se tiene:

$$E_n = \sum_{i=1}^n \bar{I}_i - n \frac{\sum_{i=1}^{10} \bar{I}_i - E_C}{10} \quad (9)$$

o

$$E_n = \sum_{i=1}^n \bar{I}_i - n \frac{\sum_{i=1}^{10} \bar{I}_i}{10} + \frac{n}{10} E_C \quad (10)$$

Con esta ecuación pueden estimarse los errores correspondientes a todos los puntos de calibración seleccionados, lo asegura la trazabilidad de la microbalanza en dichos puntos.

También puede evaluarse la incertidumbre de calibración en los mismos puntos.

$$u_{En}^2 = \sum_{i=1}^n u(\bar{I}_i)^2 + n^2 \frac{\sum_{i=1}^{10} u(\bar{I}_i)^2}{100} + \frac{n^2}{100} u(E_C)^2 \quad (11)$$

Donde

u_{En} - Incertidumbre estándar en el error correspondiente al n-ésimo punto calibrado.

$u(\bar{I}_i)$ - Incertidumbre estándar correspondiente a la indicación I_i .

$u(E_C)$ - Incertidumbre estándar correspondiente al error en la capacidad máxima.

Teniendo en cuenta que:

- en cada punto de calibración se evalúa el error para la sobrecarga, tarando con la carga correspondiente a ese punto y por lo tanto la componente de incertidumbre por excentricidad en el caso de considerarse se estimaría sobre el valor de la sobrecarga y no de la carga total,
- es posible aplicar la sobrecarga en forma centrada, por ser en general una sola pesa de (2g en este caso).

Sería entonces válido aproximar para este caso la incertidumbre por excentricidad correspondiente a cada lectura a cero (al igual que en el ejemplo G1.3 de [1]), siempre y cuando la microbalanza no presente un problema importante con la carga excéntrica, lo cual se evalúa en la prueba de excentricidad prevista (Se fijará entonces una tolerancia, por ejemplo de 5 divisiones de la balanza, para la diferencia máxima obtenida en la prueba de excentricidad, caso para el cual puede demostrarse que la componente debida a la excentricidad para una sobrecarga bastante inferior a la carga aplicada para dicho ensayo y además aplicada en forma centrada, es despreciable).

Con esta aproximación, la incertidumbre en una indicación cualquiera estará dada por la suma de las componentes debidas a la resolución en cero, resolución en la indicación y la repetibilidad, las cuales son constantes para todos los puntos de calibración seleccionados. Por esta razón la incertidumbre en la indicación puede considerarse constante en el intervalo de calibración.

$$u(l_1) = u(l_2) = \dots = u(l_i) = u(l) \quad (12)$$

Entonces la ecuación (11) puede expresarse como:

$$u_{En}^2 = n(u(I)) + \frac{n^2}{10}(u(I))^2 + \frac{n^2}{100}u(E_c)^2 \quad (13)$$

3. RESULTADOS

3.1. Resultados del ensayo de repetibilidad.

CARGA/mg	LECTURA/mg
20000,0017	20000,003
20000,0017	20000,002
20000,0017	20000,002
20000,0017	20000,001
20000,0017	20000,001
20000,0017	20000,000
20000,0017	19999,999
20000,0017	20000,001
20000,0017	20000,000
20000,0017	20000,002
DIF. MAX/ mg	0,004
DESVÍO STD,/mg	0,0011
LECTURA MEDIA/mg	20000,0011
ERROR MEDIO /mg	-0,0006

3.2. Resultados del ensayo de excentricidad.

POSICION	CARGA/mg	LECTURA/mg
1	10000,0177	10000,017
2	10000,0177	10000,015
3	10000,0177	10000,016
4	10000,0177	10000,018
5	10000,0177	10000,018
6	10000,0177	10000,016

3.3. Resultados del ensayo de exactitud - Procedimiento 1.

CARGA/mg	LECTURA/mg	ERROR/mg-M1
2000	2000,011	0,0008
4000	4000,019	-0,0011
6000	6000,012	0,0041
8000	8000,021	0,0029
10000	10000,015	-0,0030
12000	12000,027	-0,0012
14000	14000,037	-0,0011
16000	16000,027	0,0011
18000	18000,038	0,0019
20000	20000,001	-0,0008

3.4. Resultados del ensayo de exactitud – Procedimiento 2.

TARA /mg	CARGA ADICIONAL /mg	LECTURA /mg	CARGA /mg	ERROR /mg
0	2000,0100	2000,012	2000,010	0,001
2000	2000,0100	2000,010	4000,010	0,000
4000	2000,0100	2000,010	6000,010	-0,001
6000	2000,0100	2000,012	8000,010	0,000
8000	2000,0100	2000,012	10000,010	0,001
10000	2000,0100	2000,009	12000,010	-0,001
12000	2000,0100	2000,010	14000,010	-0,002
14000	2000,0100	2000,011	16000,010	-0,002
16000	2000,0100	2000,013	18000,010	0,000
18000	2000,0100	2000,011	20000,010	0,000

3.5. Presupuestos de Incertidumbre

3.5.1. Presupuesto de Incertidumbre –Procedimiento 1

Presupuesto de Incertidumt										Distribución	g.libertad
Valor nominal	2000	6000	8000	10000	12000	14000	16000	18000	20000		
Pesa patrón	0,0020	0,0029	0,0035	0,0030	0,0050	0,0058	0,0059	0,0065	0,0040	normal	100000
Resolución,do	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	rectangular	100000
Resolución,d1	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	rectangular	100000
Repetibilidad	0,0008	0,0008	0,0008	0,0008	0,0008	0,0008	0,0008	0,0008	0,0008	normal	9
Excentricidad	0,0001	0,0003	0,0003	0,0004	0,0005	0,0006	0,0007	0,0008	0,0009	rectangular	100000
u	0,0022	0,0031	0,0037	0,0032	0,0051	0,0059	0,0060	0,0066	0,0042		
gl efectivos	501	1874	3775	2126	12963	21388	22516	30209	6321		
k	2,01	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00		
U	0,0044	0,0061	0,0073	0,0063	0,0102	0,0119	0,0120	0,0133	0,0084		

3.5.2. Presupuesto de Incertidumbre – Procedimiento 2

Presupuesto de Incertidumbres										Distribución	g.libertad	
Valor nominal	2000	4000	6000	8000	10000	12000	14000	16000	18000	20000		
nEc/10	0,0004	0,0008	0,0012	0,0016	0,0020	0,0024	0,0028	0,0032	0,0036	0,0040	normal	100000
Resolución,do	0,0003									0,0003	rectangular	100000
Resolución,d1	0,0003									0,0003	rectangular	100000
Repetibilidad	0,0008									0,0003	normal	9
u(l)	0,0009	0,0009	0,0009	0,0009	0,0009	0,0009	0,0009	0,0009	0,0009	0,0005	normal	15
A	0,0009	0,0012	0,0015	0,0018	0,0020	0,0022	0,0023	0,0025	0,0026		normal	15
B	0,0001	0,0006	0,0008	0,0011	0,0014	0,0017	0,0020	0,0022	0,0025		normal	9
u	0,0010	0,0016	0,0021	0,0026	0,0031	0,0037	0,0042	0,0046	0,0051	0,0040		
gl efectivos	22	36	47	58	67	75	82	87	90	103642		
k	2,13	2,07	2,05	2,04	2,04	2,03	2,03	2,03	2,03	2,00		
U	0,0021	0,0033	0,0044	0,0054	0,0064	0,0074	0,0084	0,0094	0,0104	0,0081		

$$A = \sqrt{n}(u(I)); B = \frac{n}{\sqrt{10}}(u(I))$$

3.6. ERRORES

CARGA/mg	ERROR/mg PROCED. 1	ERROR/mg PROCED. 2
2000	0,0008	0,0010
4000	-0,0017	0,0001
6000	0,0068	-0,0009
8000	0,0056	0,0001
10000	-0,0030	0,0012
12000	-0,0012	-0,0008
14000	-0,0017	-0,0018
16000	0,0038	-0,0018
18000	0,0046	0,0003
20000	0,0027	0,0003

4. DISCUSIÓN

Como se observa las incertidumbres expandidas para las cargas más bajas del rango de calibración que se logran por el procedimiento 2 son aproximadamente la mitad de a las que se logran por el procedimiento 1. Esto es importante ya que éstas son las cargas que la mayoría de los usuarios utiliza en general en este tipo de balanzas. En el resto del rango de calibración las incertidumbres son siempre inferiores por el procedimiento 2, aunque en menor proporción.

La componente de incertidumbre que controla para cargas bajas en el procedimiento 1 es la dada por la proveniente de las pesas patrón. Esta componente se disminuye si utilizamos el procedimiento 2.

En este último procedimiento la componente de incertidumbre que controla es la de repetibilidad, por lo tanto las observaciones previas son válidas en el caso de microbalanzas con buena repetibilidad.

Se observa que en el método de cargas de sustitución habitual (que se aplica generalmente cuando las pesas con que se cuenta no llegan a la capacidad máxima de la balanza) se asegura la trazabilidad de la balanza en todo el rango de calibración utilizando una pesa o conjunto de pesas inferior a la capacidad máxima, razón por la cual la incertidumbre alcanzada para la capacidad máxima es mayor que la que se lograría si se calibrara directamente con pesas patrón.

A diferencia de esto en el procedimiento 2 se cuenta con una pesa igual a la capacidad máxima de la balanza (pesa de menor incertidumbre relativa en el intervalo de calibración), y se utiliza el valor de la misma para dar trazabilidad a la balanza en todo el rango, lográndose con esto incertidumbres inferiores que las que se logran con la aplicación

directa de pesas patrón (de mayor incertidumbre relativa de calibración cuanto inferior es su valor nominal).

En el procedimiento 1 se evaluaron los errores en puntos uniformemente distribuidos en la escala de la microbalanza, pero sin evaluarse la linealidad de la misma, por lo que si es necesario interpolar, tal cual lo recomienda la Guía SIM, debemos introducir una nueva componente por no linealidad, la cual conduciría a incertidumbres aún mayores en los valores interpolados.

La evaluación de linealidad por el procedimiento 2 podría hacerse con incertidumbres inferiores a las del procedimiento 1, utilizando los datos provenientes de las indicaciones con la sobrecarga. Esta evaluación no es objeto del presente trabajo.

5. CONCLUSIONES

En conclusión vemos que con el procedimiento 2 (procedimiento alternativo propuesto al de la Guía SIM), se logran incertidumbres menores si la repetibilidad de la microbalanza es buena. En el caso de una repetibilidad no tan óptima, aún podemos lograr una buena incertidumbre de calibración aumentando el número de repeticiones por punto en el ensayo de exactitud. Debemos tener en cuenta que la incertidumbre por calibración de las pesas en el procedimiento 1 no puede disminuirse ya que estamos en el mejor de los casos, es decir utilizando pesas E1 corregidas por su valor de calibración.

El procedimiento 2 tiene además la ventaja de utilizar una única pesa E1 calibrada para dar trazabilidad a la balanza en todo el intervalo de calibración, mientras que el procedimiento 1 necesita pesas calibradas que cubran todos los puntos seleccionados de calibración (serían necesarias 6 pesas calibradas).

AGRADECIMIENTOS

Se agradece la cooperación de la Ing. Joselaine Cáceres en la lectura y realización de sugerencias para redacción del presente trabajo.

REFERENCIAS

- [1] Guía SIM para la calibración de los instrumentos para pesar de funcionamiento no automático. – 2008.
- [2] Recomendación OIML R111:2004.