

REDUCCIÓN DE CICLOS DE MEDICIÓN EN LA CALIBRACIÓN DE RECIPIENTES VOLUMÉTRICOS

Elvia Funes^a, Omar J. Purata^b, Haidee L. González^c, Sergio M. Nava^d

^{a,c}CIATEC, A.C., Omega 201 Col. Industrial Delta, León, Gto.

^bUniversidad de Guanajuato, Fracc. 1, Col. El Establo, Guanajuato, Gto.

^dCIMAT, A.C., Bartolomé de las Casas 312, Zona Centro, Aguascalientes, Ags.

^a(477) 710 0011 ext. 14100, efunes@ciatec.mx

Resumen: Se estudia la reducción de los ciclos de medición durante la calibración de recipientes volumétricos por el método gravimétrico, para disminuir el tiempo de ejecución de la misma, manteniendo la calidad de la medición expresada como incertidumbre de medida expandida. La reducción de los ciclos se basa en la evaluación de la *concordancia metrológica* entre los resultados de calibración obtenidos con seis ciclos contra los obtenidos con un número menor de ciclos. La población evaluada fue de 5 077 recipientes volumétricos calibrados en CIATEC entre 2012 y 2014. Los resultados demuestran que existe concordancia metrológica entre los resultados de calibración con cuatro o cinco ciclos y los obtenidos con seis ciclos de medición.

1. INTRODUCCIÓN

De acuerdo con [1], la calibración de un recipiente volumétrico implica la determinación del volumen que ocupa un líquido de prueba en un recipiente volumétrico, a la marca del aforo, a la temperatura de referencia de 20 °C. Dicho volumen se representa como $V_{20\text{ °C}}$ y su determinación implica medir: la masa del recipiente volumétrico vacío, la masa del agua destilada en el recipiente lleno hasta la marca del aforo, y la temperatura en el seno del agua destilada contenida en el recipiente. A esta secuencia de operaciones se le denomina ciclo de medición. El ciclo de medición se repite cuatro veces para medidas volumétricas metálicas [2]; diez veces para aparatos operados por pistón [3]; o de cinco a diez veces para recipientes volumétricos, según recomendaciones del Centro Nacional de Metrología (CENAM).

Aun cuando no se especifica en ninguna norma el número de ciclos que deben realizarse para los recipientes volumétricos, debe existir un balance entre la disminución de los errores aleatorios y la disminución de grados de libertad en la incertidumbre Tipo A, cuando se reduce el número de ciclos.

Por otra parte, en CIATEC se realizaron estudios de tiempos y movimientos de los servicios acreditados con la entidad mexicana de acreditación (ema), los cuales permiten ver que una reducción de seis a cinco ciclos de medición, resulta en una disminución aproximada del 14 % del tiempo consumido en la calibración, mientras que reducir los ciclos hasta solo cuatro reduciría el tiempo de la calibración en aproximadamente un 28 %. Sin embargo, se debe

cuidar el no afectar la calidad de las mediciones expresada como incertidumbre expandida.

El objetivo del presente estudio es analizar la reducción del número de ciclos de medición a realizar durante la calibración de recipientes pertenecientes a las sub-áreas de micro, pequeños y medianos volúmenes, manteniendo la calidad de la medición expresada como incertidumbre de medida expandida.

2. METODOLOGÍA

El presente estudio se basa en la evaluación de la *concordancia metrológica*, definida como la comparación entre dos resultados de calibración del mismo instrumento, en condiciones de repetibilidad, con distinto número de mediciones repetidas, de tal forma que el valor central de uno de los resultados cae dentro del intervalo que abarca la incertidumbre de medida expandida del resultado de referencia [4]. La concordancia metrológica se evalúa entre los resultados de calibraciones simuladas, generadas con los datos reales de los primeros dos, tres, cuatro y cinco ciclos de medición, y el resultado de la calibración que emplea seis ciclos de medición. La estrategia del desarrollo del trabajo es la siguiente:

- Definir la población de estudio
- Seleccionar los elementos de la muestra
- Simular los resultados de calibración para n ciclos de medición, con $2 \leq n < 6$
- Evaluar la concordancia metrológica entre los resultados de calibración para los n ciclos y los resultados a los seis ciclos

2.1. Población de estudio

Se incluyen 5 077 recipientes volumétricos que se calibraron, entre 2012 y 2014 en CIATEC, A.C., bajo el procedimiento acreditado ante la ema (V-06), en cuyo cálculo del $V_{20\text{ °C}}$ y su incertidumbre asociada, se ejecutaron seis ciclos de medición.

2.2. Muestra seleccionada

Se censaron 1 623 recipientes y se muestrearon 554 de los restantes, para dar un total de 2 177 recipientes analizados. El muestreo se realizó en dos etapas y fue proporcional al número de servicios realizados en el periodo de tiempo referido.

2.3. Simulación de resultados de calibración

Durante las simulaciones de los resultados de calibración para n ciclos de medición, con $2 \leq n < 6$, se obtuvieron los datos de:

- a) $V_{20\text{ °C}}$
- b) La incertidumbre de medida expandida con un factor de cobertura, $k = 2$, $U(V_{20\text{ °C}}, k=2)$.
- c) La incertidumbre de medida expandida con un factor de cobertura estimado a partir de los grados efectivos de libertad, $U(V_{20\text{ °C}}, k_{eff})$.

Estos datos se emplearon para compararlos con los correspondientes cuando se utilizaron los seis ciclos de medición, mediante la evaluación de la concordancia metrológica.

2.4. Evaluación de la concordancia

La concordancia metrológica entre la calibración con n ciclos de medición y con seis ciclos de medición, establece que $(V_{20\text{ °C}})_n$ deberá encontrarse dentro del intervalo de valores de $(V_{20\text{ °C}})_{n=6}$, es decir:

$$(V_{20\text{ °C}} - U)_{n=6} \leq (V_{20\text{ °C}})_n \leq (V_{20\text{ °C}} + U)_{n=6} \quad (1)$$

3. RESULTADOS

Tabla 1. Proporción de recipientes con concordancia metrológica con respecto a la calibración con seis ciclos de medición con $U(V_{20\text{ °C}}, k=2)$.

n (No. de ciclos)	Concordantes con $n = 6$	Porcentaje de concordantes
2	2 137	98,16 %
3	2 174	99,86 %
4	2 177	100,0 %
5	2 177	100,0 %

Tabla 2. Proporción de recipientes con concordancia metrológica con respecto a la calibración con seis ciclos de medición con $U(V_{20\text{ °C}}, k_{eff})$.

n (No. de ciclos)	Concordantes con $n = 6$	Porcentaje de concordantes
2	2 167	99,54 %
3	2 177	100,0 %
4	2 177	100,0 %
5	2 177	100,0 %

4. DISCUSIÓN

De las Tablas 1 y 2 es clara la concordancia total entre los resultados de calibración cuando se realizan cuatro o cinco ciclos de medición con respecto a la ejecución de seis ciclos de medición, ya sea con la incertidumbre de medida expandida con el factor de cobertura igual a dos, o con el factor estimado a partir de los grados efectivos de libertad.

5. CONCLUSIONES

Se definió el término concordancia metrológica como un indicador de equivalencia de la calidad de las mediciones de un mismo mensurando en condiciones de repetibilidad. Luego se demostró la concordancia metrológica entre los resultados de calibración de recipientes volumétricos cuando se emplean cuatro o cinco ciclos de medición con respecto a la utilización de seis ciclos de medición.

REFERENCIAS

- [1] Guía técnica sobre trazabilidad e incertidumbre en los servicios de calibración de recipientes volumétricos por el método gravimétrico, entidad mexicana de acreditación, a.c. – Centro Nacional de Metrología, 2009.
- [2] NMX-CH-049-IMNC-2006, Instrumentos de medición – Medidas volumétricas metálicas de cuello graduado para líquidos – Métodos de calibración, Instituto Mexicano de Normalización y Certificación, A.C. (Ciudad de México, México)
- [3] ISO 8655-6:2002, Piston-operated volumetric apparatus – Part 6: Gravimetric methods for the determination of measurement error, International Organization for Standardization (Ginebra, Suiza)
- [4] E. Funes, *Tesina*: Optimización de ciclos de medición en la calibración de recipientes volumétricos, Centro de Investigación en Matemáticas, A.C., 2015.