

Memorias del



Simposio
Metrología
2016

Metrología para el bienestar y la competitividad

19 al 23 de septiembre, 2016

Santiago de Querétaro, Qro., México

Edición y compilación

Comité Técnico

Simposio de Metrología 2016

Memorias del Simposio de Metrología 2016

DERECHOS RESERVADOS © 2016, Centro Nacional de Metrología.
Carretera a Los Cués, km 4.5, Municipio El Marqués, Querétaro, México.

Todos los derechos están reservados. Ninguna parte de este documento puede ser reproducida, guardada en algún sistema de recuperación, o transcrita, en ninguna forma o por ningún medio electrónico, mecánico, de fotocopiado, grabado, o algún otro, con fines de lucro sin el previo permiso por escrito del Centro Nacional de Metrología.

Primera edición
Diciembre del 2016

Esta obra fue creada con los trabajos presentados en el Simposio de Metrología 2016 del CENAM con el propósito de difundir la cultura y avances de investigación y desarrollo en Metrología.

Se autoriza la reproducción del contenido de esta obra, siempre y cuando se cite la fuente.

Publicación digital, editada por el Centro Nacional de Metrología, (CENAM), México, 2016
Carretera a Los Cués, km 4.5, Municipio El Marqués, Querétaro, México. C. P. 76246
www.cenam.mx
Correo electrónico: servtec@cenam.mx
Teléfono: 442 211 0500 al 04
Edición: Comité Técnico del Simposio de Metrología 2016

ISBN 978-607-97187-8-7

CUERPO DIRECTIVO

Víctor José Lizardi Nieto
Director General del Centro Nacional de Metrología

César de Jesús Cajica Gómez
Director General de Administración y Finanzas

Yoshito Mitani Nakanishi
Director General de Metrología de Materiales

René David Carranza López Padilla
Director General de Metrología Eléctrica

José Salvador Echeverría Villagómez
Director General de Metrología Física

Ignacio Hernández Gutiérrez
Director General de Metrología Mecánica

Ismael Arturo Castelazo Sinencio
Director General de Servicios Tecnológicos

COORDINADOR GENERAL

Daniel Cárdenas García

COMITÉ TÉCNICO

Melina Pérez Urquiza
Carlos Alberto Galván Hernández
Héctor Alfonso Castillo Matadamas
Felipe León Hernández Márquez
Carlos Andrés Ortiz Cardona

Yadira Guadalupe Maldonado
Roberto Arias Romero
Alfredo Arturo Elías Juárez
Israel García Ruiz
Eduardo de Carlos López

PREFACIO

Cada dos años, desde 2002, el Centro Nacional de Metrología (CENAM) organiza el Simposio de Metrología con el objetivo de proporcionar un foro para la presentación y difusión de los resultados de las actividades de investigación y desarrollo tecnológico en metrología que se realizan en México y otros países.

En este evento se reúnen miembros de institutos nacionales de metrología, de laboratorios de calibración y ensayos, de la industria, de centros académicos y de investigación y desarrollo, y otros profesionales en metrología, para compartir información sobre sus avances y experiencias en materia de métodos e instrumentos de medición, patrones y materiales de referencia, estadística aplicadas a las mediciones, impacto de la metrología en los sectores productivos, en metrología y salud, cambio climático, nanotecnología y otros temas estratégicos para la comunidad metrológica.

En cada edición del Simposio de Metrología se ha fomentado la participación activa de la comunidad metrológica, así como de todos los profesionales involucrados en las mediciones para que expongan sus contribuciones en las diversas aplicaciones de este importante campo de la ciencia y la tecnología. Por lo anterior, el Simposio de Metrología es uno de los principales foros tecnológicos y de difusión del conocimiento en su género a nivel nacional, e incluso internacional.

El lema de este Simposio fue “Metrología para el bienestar y la competitividad”, ya que desde su establecimiento, el CENAM ha apoyado a los diversos sectores de la sociedad en la satisfacción de sus necesidades metrológicas con el fin de contribuir al bienestar de la población e incrementar la competitividad de las industrias.

Estas memorias contienen los trabajos técnicos que fueron revisados y aprobados para su presentación en el Simposio de Metrología 2016. Estoy seguro que serán de interés para todos aquellos que colaboramos en el trabajo metrológico.

Daniel Cárdenas García

Coordinador General del Simposio de Metrología 2016

CONTENIDO

Prefacio.....	iii
---------------	-----

Metrología primaria

Desarrollo de patrones y métodos de medición

FIRST DIRECT DC 10 V COMPARISON BETWEEN TWO PROGRAMMABLE JOSEPHSON VOLTAGE STANDARDS MADE OF (NbN)-BASED AND AMORPHOUS NIOBIUM SILICON (Nb _x Si _{1-x}) JOSEPHSON JUNCTIONS <i>Stéphane Solve, Regis Chayramy, Michitaka Maruyama, Chiharu Urano, Nobu-hisa Kaneko.....</i>	1
CALIBRACIÓN DE ESTROBOSCOPIOS UTILIZANDO UN SISTEMA DE MEDICIÓN DE FRECUENCIAS <i>Henry Díaz, Luis Palma.....</i>	3
INDUSTRIAL THERMAL RADIATION SOURCE FOR HIGH TEMPERATURE INFRARED THERMOMETER CALIBRATION <i>Frank Liebmann, Tom Kolat.....</i>	5
APLICACIÓN DE LA TÉCNICA DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X POR REFLEXIÓN TOTAL (TXRF) PARA ANALISIS DE ELEMENTOS EN NIVELES DE ng/g EN MUESTRAS DE AGUA <i>Esther Castro, Edith Zapata, José Antonio Salas.....</i>	7
AMPLIACIÓN DEL INTERVALO DE TRABAJO DEL PATRÓN PRIMARIO DE FLUJO RADIANTE <i>J. C. Molina, Juan José Soto Bernal, Hector A. Castillo M, Rosario Gonzalez.....</i>	9
AMPLIACIÓN DE LAS CAPACIDADES DE MEDICIÓN DEL PATRÓN NACIONAL DE FLUJO RADIANTE HACIA EL INFRARROJO Y SU IMPACTO EN LA CALIBRACIÓN DE MEDIDORES DE POTENCIA ÓPTICA PARA TELECOMUNICACIONES <i>Zeus E. Ruiz, Juan M. Ortiz-Meléndez, Héctor A. Castillo-Matadamas.....</i>	11
COMPARATIVO DE LAS NORMAS MÁS UTILIZADAS EN LA CALIBRACIÓN DE MANÓMETROS EN PRESIÓN RELATIVA <i>Juan M. López, Jorge C. Torres, Jesús Aranzolo.....</i>	13
COMPARATIVO DE LAS NORMAS MÁS UTILIZADAS EN LA CALIBRACIÓN DE BALANZAS DE PRESIÓN <i>Edgar A. Manríquez, Jorge C. Torres, Jesus Aranzolo.....</i>	15
RESULTADOS PRELIMINARES EN EL DISEÑO Y DESARROLLO DE UN MEDIDOR DE RADIACIÓN UV BASADO EN LED <i>N. Vidal-Medina, C. H. Matamoros-García.....</i>	17

INICIO DE MEDICIONES EN PUNTOS FIJOS EN EL CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA DE PANAMÁ <i>Fanny C. Castro, Ambar Lorenzo</i>	19
CALIBRACIÓN DE UN MEDIDOR DE FLUJO DE LÍQUIDOS UTILIZANDO COMO PATRÓN DOS MEDIDORES MÁSCOS CONECTADOS EN PARALELO <i>Víctor Hugo Vázquez Morales, José Manuel Maldonado Razo</i>	21
DESCRIPTION OF THE CALCULABLE PRIMARY STANDARD FOR ANTENNA GAIN MEASUREMENTS FROM 1 GHz TO 18 GHz AT CENAM <i>Luis Eduardo Carrión Rivera</i>	23
OPTIMIZACIÓN DEL MÉTODO DE CALIBRACIÓN DE HIGRÓMETROS EN LATU <i>Andrea Sica, Ofelia Robatto, María Belén Garcé</i>	25
DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN PATRÓN PARA LA CALIBRACIÓN DE MICROMANÓMETROS DIFERENCIALES <i>Constantino P, Acquarone A</i>	27
SISTEMA DE ESPECTROSCOPIA ÓPTICA DE REFERENCIA EN EL CENAM <i>Tatiana Ortega, Michel Medina, Carlos Matamoros</i>	29
GUÍA SIM PARA LA CALIBRACIÓN DE DENSÍMETROS DE TIPO OSCILATORIO <i>Luis Omar Becerra, Luis Manuel Peña, Arturo Dauded, César Augusto Mata</i>	31
ESTUDIO DE LA TEMPERATURA, HUMEDAD RELATIVA Y DENSIDAD COMO VARIABLES DE INFLUENCIA PARA LA MEDICIÓN DE LA TENSIÓN SUPERFICIAL DE PENTADECANO <i>Servín Víctor A, Becerra Luis O, Baldenegro Leonardo A, Dauded Arturo A, Rivera José L</i>	33
INCORPORACIÓN DE SISTEMA ESTÁTICO DE PESADO DE 200 kg AL PATRÓN NACIONAL DE FLUJO DE LÍQUIDOS DEL CENAM <i>Luis Bonifas Arredondo, Isaí Basaldúa Olvera</i>	35
APLICACIÓN DE LOS ESTUDIOS DE ESTABILIDAD Y HOMOGENEIDAD PARA LA CERTIFICACIÓN DE MATERIALES DE REFERENCIA EN DENSIDAD <i>César Augusto Mata, Luis Omar Becerra</i>	37
ESTUDIO DE LA DISTRIBUCIÓN DE TEMPERATURA EN CALEFACTOR DE TRANSFERENCIA TÉRMICA DE CORRIENTE <i>Sergio A. Campos Montiel, Sergio J. Jimenez Sandoval, René D. Carranza López Padilla</i>	39
CRITERIOS DE DISEÑO DE UN DIVISOR DE TENSIÓN RESISTIVO CON RESPUESTA PLANA EN FRECUENCIA PARA LA MEDICIÓN DE PARÁMETROS DE CALIDAD DE LA ENERGÍA ELÉCTRICA <i>Adrián de Jesús Castruita Romero, Sergio Antonio Campos Montiel, René David Carranza López Padilla</i>	41
DESARROLLO DE UN INTERFERÓMETRO LÁSER PARA CALIBRAR ACELERÓMETROS EN BARRA DE HOPKINSON <i>Gilberto M. Rivera V., Guillermo Silva P</i>	43

IMPLEMENTACIÓN DE ALGORITMO PARA LA DETERMINACIÓN DE AMPLITUD, FASE Y FRECUENCIA PARA MEDICIÓN DE SINCROFASORES <i>Marco A. Rodríguez Guerrero, René D. Carranza López Padilla</i>	45
EVOLUCIÓN DE LA OFERTA DE SERVICIOS DE CALIBRACIÓN DE POTENCIA ELÉCTRICA EN RADIOFRECUENCIAS DEL CENAM <i>Rafael Castañeda Castillo, Mariano Botello Pérez, Israel García Ruiz</i>	47
PATRÓN NACIONAL DE CAMPO EMITIDO EN FORMA RADIADA POR CABLES DE SUMINISTRO ELÉCTRICO DE 30 MHz A 300 MHz <i>Miguel Angel Muñoz Sancén, Israel García Ruíz</i>	49
DESARROLLO DE UNA FUENTE RADIANTE TIPO CUERPO NEGRO DE PUNTO FIJO DEL ALUMINIO <i>J-Efraín Hernández-López</i>	51
VALIDACION DE SOFTWARE PARA MEDICIÓN POR COORDENADAS <i>José Sánchez Vizcaíno, Sergio Padilla Olvera</i>	53
SISTEMATIZACIÓN Y OPTIMIZACIÓN DEL PROCEDIMIENTO DE LA CALIBRACIÓN PARA DENSÍMETROS DE TUBO VIBRANTE <i>Fabrizio Gómez R., Christian Bouchot, Jesús C. Sánchez Ochoa</i>	55
SULFUR HEXAFLORIDE: A NOVEL FIXED POINT FOR CONTACT THERMOMETRY <i>Sergey N. Dedyulin</i>	57
VALIDACIÓN DEL MÉTODO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE LA FRACCIÓN DE MASA DE Ca ⁺⁺ DE LECHE EN POLVO DESCREMADA (DMR-82b), MEDIANTE ESPECTROMETRÍA DE MASAS CON PLASMA ACOPLADO INDUCTIVAMENTE (ICP-MS) <i>Evelina B. Mercado P., Mariana Arce, O., Francisco Villaseñor O., Laura Regalado C.</i>	59
DESARROLLO DE SOFTWARE - HARDWARE PARA LA ADQUISICIÓN DE DATOS, PROCESAMIENTO DE SEÑALES Y AUTOMATIZACIÓN DEL PATRÓN NACIONAL DE FLUJO DE GAS TIPO CAMPANA “FTBP20 <i>Carlos Ochoa Díaz, Juan Carlos Gervacio Sánchez</i>	61
APLICACIÓN DE UN DISEÑO ORTOGONAL PARA LA CALIBRACIÓN DE UN CONJUNTO DE PESAS DE 1 kg A 100 g <i>Alarcón, Hugo E., Becerra, Luis O.</i>	63
COMPARISON OF TWO MODELS OF TABLE TOP WATT BALANCES <i>Luis Manuel Peña Pérez, Stephan Schlamming, Luis Omar Becerra Santiago, Frank Seifert, Shisong Li, Leon Chao, Michael Liu</i>	65
DETECCIÓN Y MEDICIÓN DE LA FRECUENCIA DE CORRIMIENTO (Frecuencia Offset) EN EL PEINE DE FRECUENCIAS ÓPTICAS DEL CENAM <i>Ricardo Gutiérrez-Gómez, Sergio López-Lopez</i>	67
CHARACTERIZATION OF THE STABILITY LIMIT OF AN ULTRA-STABLE LASER RESPECT TO 133Cs D2 LINE USING MODULATION TRANSFER SPECTROSCOPY <i>C. A. Ortiz, E. de Carlos, L. Hernández, J. M. López</i>	69
FORMA DEL ESPECTRO DE MASA EN UN ESPECTRÓMETRO TIPO TOF <i>Lautaro R. Varas, F. C. Pontes, G. G. B. de Souza</i>	71

ESTUDIO DE LA DISTRIBUCIÓN DE DENSIDAD EN EL SENO DE UN DENSÍMETRO DE TUBO VIBRANTE MEDIANTE SIMULACIÓN POR ELEMENTOS FINITOS CON INTERACCIÓN FLUIDO – ESTRUCTURA; CASO DEL ETANO EN LA REGIÓN CRÍTICA <i>R. P. Mendo, C. Bouchot, B. S. Noyola</i>	73
DESIGN OF A DIGITALLY ASSISTED BRIDGE FOR COMPARING FOUR-TERMINAL IMPEDANCES <i>A. H. Pacheco Estrada, J. A. Moreno Hernández, F. L. Hernández Márquez</i>	75
CALIBRACIÓN DE PATRONES DE POTENCIA ÓPTICA EN FIBRA EN EL INTERVALO VISIBLE DEL ESPECTRO <i>Juan Galindo-Santos, Concepción Pulido de Torres, José Luis de Miguel, Pedro Corredera</i>	77
PROGRESSES IN THE DEVELOPMENT OF CENAM'S PRIMARY STANDARD FOR MICROWAVE AND MILLIMETER-WAVE POWER UP TO 50 GHz <i>Mariano Botello-Pérez, Jae-Yong Kwon, Israel García-Ruiz, Hildeberto Jardón-Aguilar</i>	79
DISEÑO Y DESARROLLO DEL NUEVO SISTEMA DE MEDICIÓN PARA EL PATRÓN NACIONAL DE DENSIDAD <i>Tovar Zarate Luis Javier, Luz María Centeno González</i>	81
REDEFINICIÓN DEL KILOGRAMO <i>Tovar Zarate Luis Javier, Becerra Luis Omar, Hernández Ignacio</i>	83
PARÁMETROS DE UN MICROSCOPIO RAMAN CONFOCAL PARA LA DETERMINACIÓN DE VOLUMEN RAMAN CONFOCAL <i>Froylán Martínez-Suárez, Francisco Rodríguez-Melgarejo, Sergio Jimenez Sandoval</i>	85
DESARROLLO DEL MODELO MATEMÁTICO PARA LA CALIBRACIÓN EN MASA DE OBJETOS SÓLIDOS <i>Gregorio Alvarez Clara, Luis Omar Becerra Santiago</i>	87
MEJORA DEL PATRÓN NACIONAL DE CONDUCTIVIDAD TÉRMICA PARA FLUIDOS SIMPLES, RESULTADOS PRELIMINARES <i>Saúl García Duarte, Leonel Lira-Cortés</i>	89
EXTENSIÓN DEL PATRÓN NACIONAL DE HUMEDAD EN LA MAGNITUD DE TEMPERATURA DE PUNTO DE ESCARCHA <i>Dávila P. Jesús, Lira C. Leonel, Martines L. Enrique</i>	91
CRITERIOS DE DISEÑO TÉRMICO PARA UN INSTRUMENTO QUE UTILIZA LA TÉCNICA TRANSITORIA DEL HILO CALIENTE <i>Leonel Lira-Cortés, Saúl García Duarte, Luis Castro Silva</i>	93
MEJORA DE DISEÑO DE CRISOL Y CAVIDAD DE CUERPO NEGRO DE TEFLÓN <i>Kate Stephanie López Reyes, Daniel Cárdenas García, Hugo Rodríguez Arteaga</i>	95
DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN BAÑO TERMOSTÁTICO <i>Oscar J. González R., Leonel Lira C., Saúl García D.</i>	97
MEDICIÓN DE ORO A NIVEL TRAZA EN UNA MATRIZ DE SUELO <i>Edith Valle Moya, Faviola A. Solís González, María del Rocío Arvizu Torres</i>	99

SEPARACIÓN DE HIERRO POR INTERCAMBIO ANIÓNICO EN SUELO <i>María del Rocío Arvizu Torres, Diana Magdalena Cruz Gómez, Edith Valle-Moya</i>	101
ACCESORIOS Y MODIFICACIÓN DE PROCEDIMIENTOS PARA EL GENERADOR DE HUMEDAD DEL INTI <i>Javier García Skabar, Mariano Santaya</i>	103
FACTORES QUE INFLUYEN EN LA ESTIMACIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA PROMEDIO POR DISPERSIÓN DE LUZ DINÁMICA PARA NANOPARTÍCULAS <i>Karla M. Berthely Cardoso, Norma González Rojano</i>	105

Trazabilidad de las mediciones científicas

ESTUDIO DE VIABILIDAD DEL INCREMENTO DEL INTERVALO DE MEDICIÓN EN EL SISTEMA DE TRANSFERENCIA DE PAR TORSIONAL DE 20 kN·m <i>Torres Guzmán J. C., Segovia Arriola O., Gómez Chávez C. V.</i>	107
VERIFICACIÓN DE AMPLIFICADORES DIGITALES DE ALTA EXACTITUD PARA MEDICIONES DE FUERZA Y DE PAR TORSIONAL <i>Calixto Morales Aguillón, Jorge C. Torres Guzmán</i>	109
DETERMINACION DE PESA PATRON A USAR COMO PATRON DE CHEQUEO EN CALIBRACIONES DE PESAS DE ALTA EXACTITUD DEL LABORATORIO DE MASA DEL INM - COLOMBIA <i>Yineth P. Ochoa, Jorge D. García, Jhon J. Escobar</i>	111
CALIBRACIÓN DE UN BANCO DE CAPACITORES DEL SISTEMA DE MEDICION DE BAJAS CORRIENTES DEL PATRON PRIMARIO DE K'a y PATRONES SECUNDARIOS DE D'w PARA LA ENERGIA DE 60Co <i>Daniel de la Cruz H., Raymundo Cabrera V., José T. Álvarez R.</i>	113
EXTRAPOLACIÓN DE CALIBRACIÓN DE UN TRPS DE -190 °C a -196 °C <i>David Cywiak, David Licea Panduro</i>	115
THE NIST MAGNETIC SUSPENSION MASS COMPARATOR: A LOOK AT AUTOMATION <i>Corey Stambaugh, Edward Mulhern</i>	117
VACUUM MASS TRANSPORT FOR MASS METROLOGY AT NIST <i>Eric C. Benck, Edward Mulhern</i>	119
COMPARACIÓN DE CALIBRACIONES DE BALANZAS DE ALTA EXACTITUD UTILIZANDO MASAS PEQUEÑAS EN BALANZA PATRÓN O EN BALANZA BAJO CALIBRACIÓN <i>Francisco J. Flores M., Jorge C. Torres G.</i>	121
CÁLCULO DE PARÁMETROS DE CALIBRACIÓN PARA LA MEDICIÓN DE COEFICIENTES DE REFLEXIÓN Y TRANSMISIÓN CON AVR's <i>Susana Padilla-Corral, Israel García-Ruiz</i>	123
MEDICIÓN DE LA MASA DEL PROTOTIPO NACIONAL DEL METRO DE PLATINO IRIDIO M 25 <i>Luis Manuel Ramírez, Luis Omar Becerra, José Luis Rivera</i>	125

TRAZABILIDAD E INCERTIDUMBRE EN MEDICIONES CALORIMÉTRICAS <i>Juan Antonio Guardado Pérez, Dora Marina Gutierrez Avella</i>	127
ESTUDIO PILOTO PARA LA CALIBRACIÓN DE MEDIDORES DE FLUJO DE GAS EN PAÍSES MIEMBROS DEL SIM <i>Juan Carlos Gervacio, Roberto Arias Romero, John Wright, Henry Abril, Carlos Ochoa, Sergio Lupo</i>	129
ANÁLISIS DE LA CONVERSION DE HUMEDAD RELATIVA A TEMPERATURA DE PUNTO DE ROCÍO O ESCARCHA <i>Dávila P. Jesús, Martines L. Enrique</i>	131
CASOS DONDE LA DEFINICIÓN DE HUMEDAD RELATIVA DA LUGAR A INTERPRETACIONES INCORRECTAS <i>Dávila P. Jesús, Martines L. Enrique</i>	133

Sistema internacional de unidades

COMPARACIÓN DE TÉCNICAS DE INSTRUMENTACIÓN PARA MEDIR AISLAMIENTO SONORO EN LABORATORIO <i>Antonio Bautista Kuri, Santiago J. Pérez Ruiz, Ricardo Dorantes Escamilla</i>	135
REFURBISHING THE NIST 4.45 MN DEADWEIGHT FORCE STANDARD MACHINE <i>Rick Seifarth</i>	137
EL IMPACTO DEL NUEVO SISTEMA INTERNACIONAL DE UNIDADES (SI) EN LA METROLOGÍA ELÉCTRICA DE ALTA EXACTITUD <i>C. David Avilés Castro</i>	139
INFLUENCIA DE LA MEDICIÓN DEL VOLUMEN DE UN PISTÓN EN UNA BALANZA DE PRESIÓN <i>Jesús Aranzolo Suárez, José Luis Rivera Ramírez, Jorge Torres Guzmán</i>	141
ANÁLISIS DE RESULTADOS DE DIFERENTES MEDICIONES DE LA CONSTANTE DE GRAVITACIÓN UNIVERSAL G <i>María Guadalupe Contreras Calderón, Luis Omar Becerra Santiago</i>	143
ANÁLISIS DE LOS COEFICIENTES ESTADÍSTICOS DE FORMA PARA DETERMINAR LA NO LINEALIDAD DE UN MODELO DE MEDICIÓN <i>Martines López E., Lira Cortés L</i>	145
HACIA UNA NUEVA DEFINICIÓN DE LA UNIDAD DE TIEMPO DEL SI <i>J. M. López, E. de Carlos, C. A. Ortiz, R. Gutierrez</i>	147

Trazabilidad de las mediciones analíticas

RESULTADOS DE COMPARACIÓN CCM.P-K14 EN EL INTERVALO DE 1·10 ⁻⁴ Pa A 1.0 Pa <i>Verdejo Guerrero Y. C., Torres Guzmán J. C.</i>	149
THE TESTING VS CALIBRATION SITE AS A FUNDAMENTAL COMPONENT OF THE MEASUREMENT SYSTEM IN EMC AND RADIATED FIELDS METROLOGY <i>Luis Eduardo Carrión Rivera</i>	151

CALIBRACIÓN DE DETECTORES DE GASES POR DILUCIÓN DINÁMICA PARA MONITOREO DE ATMÓSFERAS EN ESPACIOS CONFINADOS <i>Elizabeth Ayala Blanco, Víctor Manrique, Jhon Angulo</i>	153
---	-----

Validación de métodos de medición de propiedades de los materiales

MANIPULACIÓN DEL PROGRAMA REFPROP PARA LA EVALUACIÓN DE PROPIEDADES TERMODINÁMICAS PARA LA MEDICIÓN DE FLUJO DE FLUIDOS <i>Roberto Arias</i>	155
MÉTODO PARA LA CARACTERIZACIÓN Y SELECCIÓN DE BANDAS DE MÍNIMA TRANSMISIÓN DE MATERIALES DE REFERENCIA PARA ESPECTROFOTOMETRÍA UV-VISIBLE COMO PATRONES DE MEDIDA <i>Jorge Pavel Victoria Tafoya, Gabino Estévez Delgado, Elisa López Loeza, Víctor Manuel Martínez Reyes, Mario Villanueva Flores</i>	157

Metrología para el bienestar

Medio ambiente y biodiversidad

DINÁMICA DE LA COMUNIDAD DE NEMATODOS DE SUELO AFECTADOS POR INCENDIO Y PLANTAS INVASORAS EN EL PARQUE ECOLÓGICO CHIPINQUE, SAN PEDRO GARZA GARCÍA, NUEVO LEÓN <i>Alejandro Peña R., María F. Morales A</i>	159
EL FUTURO DE LOS TÉRMOMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO <i>Rosa Hernández Nava, Enrique Martines López</i>	161
VALIDACIÓN DE UN SISTEMA DE CAPTURA DE OGM's EN IILUMINA <i>Maya-García F, Carvente-García RD, Perez-Agüeros SI, Santana Hernández ZI y Acatzi Silva AI</i>	163
DISEÑO DE LA MEDICIÓN DE RUIDO EN LA CIUDAD DE QUERÉTARO <i>Maricela Gamiño G., Andrés E. Pérez M., y Santiago Jesús Pérez R</i>	165
TECNOLOGÍAS FOTOCATALÍTICAS PARA EL TRATAMIENTO DE AGUAS GRISES <i>Eloy Iván Ornelas Gutierrez, María Guadalupe López Granada, Aarón Rodriguez López, Flora E. Mercader Trejo</i>	167
MEDICIÓN DE ARSÉNICO EN SUELO <i>Faviola A. Solís González, Edith Valle Moya, Griselda Rivera Sánchez, María del Rocío Arvizu Torres</i>	169
ESTUDIO NACIONAL COLABORATIVO PARA LA ARMONIZACIÓN DE LA METODOLOGÍA DÚPLEX DEL TERMINADOR NOS-RESPECTO AL GEN Le1 EN HARINA DE SOYA <i>María G. Barrera Andrade, Laura E. Tovar, Melina Pérez Urquiza</i>	171

ACTUALIZACIÓN DE LA NORMA NOM-081-SEMARNAT - DISCUSIÓN DE LOS LÍMITES MÁXIMOS PERMISIBLES Y MÉTODO DE MEDICIÓN <i>Razo Razo J. N., Pérez Matsumoto Andrés E., Llamas Llamas Osvaldo.....</i>	173
---	-----

Salud

ESTIMACIÓN DE DERIVA EN UN TERMÓMETRO ÓTICO <i>Daniel Cárdenas-García.....</i>	175
CARACTERIZACIÓN VOLUMÉTRICA DEL GLIOBLASTOMA MULTIFORME Y CORRELACIÓN CON EL TENSOR DE DIFUSIÓN MEDIANTE IMÁGENES DE RESONANCIA MAGNÉTICA <i>Filiberto A. Cortés, Miriam Flores, Sergio Moreno, Ernesto Roldan.....</i>	177
ENSAYO DE APTITUD DE ACEFATO EN AGUACATE PARA EL FORTALECIMIENTO DE LA CAPACIDAD DE MEDICIÓN DE LABORATORIOS DE INOCUIDAD ALIMENTARIA <i>Ávila C. Marco A, Ramírez A. Diana G., Arce O. Mariana, Hernández M. Victor H., Sainz U. Judith.....</i>	179
VARIACION DE LA SENSITIVIDAD Y COEFICIENTE DE CALIBRACION DE UNA MICROCAMARA DE IONIZACION EXTRADIN A1SL DEBIDO A CAMBIOS ESTRUCTURALES EN SU VOLUMEN <i>José T Álvarez Romero, Daniel de la Cruz Hernández, M. Raymundo Cabrera Vertti.....</i>	181
CALIBRACIÓN DE MONITORES FETALES POR METODO DE MEDICIÓN DIRECTA <i>Mariana Bedoya Patiño, Andrés F. Ramírez, Edilson Delgado-Trejos.....</i>	183
PROPUESTA DE VALIDACIÓN DE UN LISTADO DE PALABRAS BISILÁBICAS EN ESPAÑOL PARA LA MEDICIÓN DE LA INTELIGIBILIDAD DEL HABLA <i>Martínez Gutiérrez Daniel, Pérez Ruiz Jesús Santiago.....</i>	185
ANÁLISIS BIBLIOMÉTRICO EN EL CAMPO DE APLICACIÓN DE LA GESTIÓN METROLÓGICA EN EL SECTOR SALUD <i>Jhon Fredy Martínez G, Andrés F. Ramírez B., Carlos A. Acevedo, Gonzalo Narváez.....</i>	187
SOBRE LAS CARACTERÍSTICAS METROLÓGICAS DE LAS DETERMINACIONES APOYADAS EN LA PERCEPCIÓN <i>Enrique Villa - Diharce, Rubén J. Lazos – Martínez.....</i>	189

Seguridad

NECESIDADES METROLÓGICAS EN RADIOFRECUENCIA PARA ANTENA DE DETECCIÓN <i>José Esteban Cerda Palma, Marco Antonio Peyrot Solís.....</i>	191
REVISIÓN DE LOS MÉTODOS DE VERIFICACIÓN DE UN SISTEMA DE PESAJE DINÁMICO VEHICULAR <i>Ramírez Jiménez Sandra M., Becerra Santiago Luis O.....</i>	193
MEDICIÓN DE AISLAMIENTO Y DISCRIMINACIÓN DE POLARIZACIÓN EN ANTENAS DE POLARIZACIÓN CIRCULAR <i>Jorge Sosa Pedroza, Fabiola Martínez Z, Sergio Peña Ruiz.....</i>	195

Energías renovables

- SOLUCIÓN DE LA ECUACIÓN DE HAMILTON-JACOBI PARA UN COLECTOR SOLAR EN UN SISTEMA DE DESHIDRATACIÓN
Román Bravo C., José Eduardo Flores O......197
- CONVERSION DE DATOS OBTENIDOS POR ACTINÓGRAFO A DATOS UTILIZABLES EN EL ÁREA DE LA ENERGÍA SOLAR
Miguel Barragán Bueno......199

Uso eficiente de la energía

- ANÁLISIS COMPARATIVO EN LA MEDICIÓN DE ILUMINACIÓN EN ESPACIOS DE ESTUDIO Y SU EFICIENCIA ENERGÉTICA
Carlos F. González H., Miguel A. Franco N., Manuel J. Sol H., Oscar J. Guevara P......201
- IMPACTO ECONÓMICO DE LA NO ESTANDARIZACIÓN DE PATRÓN DE CALIBRACIÓN DE MEDIDORES DE GAS NATURAL EN LOS USUARIOS REGULADOS PARA COLOMBIA
Jorge Enrique Martínez Carvajal, Raúl Andrés Medina Romero, Rodrigo Fernando Augusto Cuellar......203

Metrología para la competitividad

Aplicaciones industriales

- CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE RADIACIÓN BAJO LAS CONDICIONES DE USO EN CAMPO
Hugo Rodríguez Arteaga, Daniel Cárdenas García......205
- CARACTERIZACIÓN Y MEDICIÓN DE MICRO PARTÍCULAS PARA OPTIMIZACIÓN DE PROCESOS DE PRODUCCIÓN
José Manuel Juárez García, Froylán Martínez Suárez......207
- CONFIABILIDAD METROLÓGICA DE UN MANÓMETRO TIPO BOURDON PARA APLICACIONES EN PROCESOS DE TRANSFERENCIA DE CALOR
Leonardo Pérez M., Fernando Pastor F., Cristian Pedraza Y., José Daniel H. Vásquez, Iván Ibañez A......209
- SERVICIO DE DISEMINACIÓN DE TIEMPO POR RED EN EL CENAMEP AIP
Raúl Fernando Solís Betancur......211
- DESARROLLO DE UN SISTEMA PARA LA GESTIÓN DE LA INFORMACIÓN PARA EL LABORATORIO PRIMARIO DE TIEMPO Y FRECUENCIA
Raúl Fernando Solís Betancur......213
- ELIMINACIÓN DE OUTLIERS: UNA ESTRATEGIA PARA REDUCIR LA INCERTIDUMBRE TIPO A EN LA CALIBRACIÓN DE BALANZAS
Ronald Barrios C., Mauro Castañeda E., Cristian Pedraza Y., José Daniel H. Vásquez, Iván Ibañez A......215

GUÍA SIM PARA LA CALIBRACIÓN DE HIDRÓMETROS, MÉTODO DE CUCKOW <i>Daued Arturo A, Becerra Luis O, Peña Luis M, Mata Cesar A</i>	217
THE ISO/IEC 17025 REVISION PROCESS <i>María del Rosario Rodríguez Báez, Carlos Antonio Rivera Orozco</i>	219
CRITERIOS PARA EVALUAR EL DESEMPEÑO DE LOS MEDIDORES DE FLUJO TIPO LINEAL EN LA DETERMINACIÓN DE LA CONFORMIDAD DE LOS SISTEMAS DE MEDICIÓN QUE EMPLEAN UCL <i>Manuel Antonio Ortiz Montuy Rodriguez, Uriel Inocencio Alegría Rodríguez, Jorge Pérez Vera</i>	221
METROLOGÍA PARA LA MEJORA DE LA PRODUCTIVIDAD: LA ECONOMÍA DE LAS MILÉSIMAS <i>Salvador Echeverría-Villagómez, Luis Zambrano-Valencia, Adriana Fernanda Rincón, Luz Adriana Castellón</i>	223
EXPERIMENTAL CHARACTERIZATION OF MACRO FIBER COMPOSITE SENSORS FOR CYLINDRICAL GUIDED WAVE GENERATION <i>Erick Rojas, Arturo Baltazar</i>	225
EVALUACIÓN DIMENSIONAL MEDIANTE TOMOGRAFIA COMPUTARIZADA EN UNA PIEZA DE RESINA COMPUESTA <i>S. Ontiveros Zepeda, J. Yagüe Fabra, R. Jiménez Pacheco, D. Acosta Higuera</i>	227
ESTUDIO DEL FENÓMENO FÍSICO DEL RECHINIDO EN LOS DISCOS DE FRENOS <i>Aldo A.G.G., Guillermo S.P., Mauricio R.A., Ángel I.G.G., Lisbeth H.L., Antonio L., Roberto A.P.U</i>	229
PROCEDIMIENTO DE MEDICIÓN PARA APLICACIÓN DE UN EQUIPO ÓPTICO DE LUZ BLANCA EN EL SECTOR AUTOMOTRIZ <i>Julieta Tiscareño, Jorge Santolaria, José A. Albajez, Agustín Brau, Margarita Valenzuela</i>	231
LA TRAZABILIDAD AL SI DE LAS MEDICIONES DE LONGITUD PARA LAS NANOTECNOLOGÍAS <i>Rubén J. Lazos-Martínez</i>	233
MEDICIONES ULTRASÓNICAS PARA CUANTIFICAR ESPESOR DE CAPA ENDURECIDA EN ACEROS TEMPLADOS POR INDUCCIÓN <i>Alfredo A. Elías, Ana L. López, Gilberto Loera, Antonio Salas, José L. Cabrera, Raúl Cárdenas</i>	235
OPTIMIZACIÓN DE PARÁMETROS CINEMÁTICOS DE UN BRAZO ARTICULADO DE MEDIR POR COORDENADAS MEDIANTE PLATAFORMA MULTI-REGISTRO <i>Agustín Brau, Raquel Acero Jorge Santolaria, Margarita Valenzuela, Ignacio Fonseca, Ramón A. Luque</i>	237
ESTADÍSTICA NO PARAMÉTRICA APLICADA EN LA SELECCIÓN DE PROBETAS PARA ENSAYO MECÁNICO DE TRACCIÓN <i>Khrissy Medeiros, José Daniel H. Vásquez, Iván Ibañez A</i>	239

FACTOR DE EMPUJE Y ACELERACIÓN DE GRAVEDAD: DOS PARÁMETROS CRÍTICOS EN LA CALIBRACIÓN DE BALANZAS <i>Carlos Rapalino G., Jorge Tapias M., Cristian Pedraza Y., José Daniel H. Vásquez, Iván Ibañez A.</i>	241
--	-----

UN VISTAZO A API 14.3 PARTE 2 – MEDICIÓN DE FLUJO POR MEDIO DE PLACA DE ORIFICO, EDICIÓN 2016 <i>Diego Nelson Moncada Benavides, Rocío Alejandra Roblero Aquino</i>	243
--	-----

Innovación

SOBRE EL COMPORTAMIENTO DE SENSORES RTD CON ENVOLTURA DE ALUMINIO: MEDICIONES REALIZADAS EN CHUQUICAMATA, CHILE, A 2870 M.S.N.M <i>Juan C. Echaurren</i>	245
---	-----

IMPLEMENTACIÓN DE UNA FUENTE DE RADIOFRECUENCIA COMO REFERENCIA EN LA INTERCOMPARACIÓN DE MEDICIÓN DE EMISIONES NO ESENCIALES PARA LABORATORIOS DE PRUEBAS ACREDITADOS EN LA DT IFT-008-2015 <i>José Zavala Chávez</i>	247
---	-----

REDUCCIÓN DE CICLOS DE MEDICIÓN EN LA CALIBRACIÓN DE RECIPIENTES VOLUMÉTRICOS <i>Elvia Funes, Omar J. Purata, Haidee L. González, Sergio M. Nava</i>	249
---	-----

DESARROLLO Y CARACTERIZACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE CERÁMICOS FERROELÉCTRICOS <i>Martínez Suárez Froylán, Muñoz Saldaña Juan</i>	251
---	-----

ELECTROSTATIC FORCE BALANCE METHOD FOR MILLIGRAM MASS METROLOGY <i>Gordon A. Shaw, Julian Stirling, Alexander Moses, Patrick Abbott</i>	253
--	-----

MEDICIONES DE ALTA EXACTITUD DEL VALOR ABSOLUTO DE LA ACELERACIÓN DE LA GRAVEDAD (g), EN EL CENAM <i>Alfredo Esparza Ramírez, Jorge C. Torres Guzmán</i>	255
---	-----

LA MEDICIÓN DEL NÚMERO DE DUREZA Y LA EVALUACIÓN DE PROPIEDADES ELÁSTICAS (MÉTODO MARTENS): NUEVAS CAPACIDADES EN EL LABORATORIO DE METROLOGÍA EN DUREZA DEL CENAM <i>Alfredo Esparza Ramírez, Fernando Martínez Mera</i>	257
--	-----

FUENTE DE RADIACION INFRARROJA CON GRADIENTES TÉRMICOS <i>Víctor Martínez Fuentes, Margarita Kaplun Mucharrafille, Estela Escoto Serrano</i>	259
---	-----

PROGRAMA ATÍPICO DE ENSAYOS DE APTITUD PARA LABORATORIOS QUE REALIZAN PRUEBAS DE HERMETICIDAD EN ESTACIONES DE SERVICIO QUE EXPENDEN GASOLINA Y DIESEL <i>Carlos Antonio Rivera Orozco, María del Rosario Rodríguez Báez</i>	261
---	-----

DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UNA CELDA ELECTROQUÍMICA PARA MEDICIÓN DE CONDUCTIVIDAD ELECTROLÍTICA EN INTERVALO MENOR A 1 uS/cm <i>Álvarez-Monjaraz, O. G., Villarreal-Castellon J., Mercader-Trejo F.E., López-Granada M.G., Larios-Durán E.R., Antaño-López R., Rodríguez-López A.</i>	263
AUTOMATIZACIÓN DEL SISTEMA HIDRÁULICO PARA LAS MÁQUINAS DE TRANSFERENCIA DE FUERZA <i>Jorge Vilchis Reyes Retana, Alejandro Cárdenas Moctezuma</i>	265
SISTEMA ULTRASONICO PARA INSPECCIÓN SEMI-AUTOMÁTICA DE CORDONES DE SOLDADURA USANDO ULTRASONIDO <i>Francisco Arroyo T., Ana L. López Sánchez, Alfredo A. Elías Juárez, Gilberto Loera Medrano</i>	267
TRAYECTORIA DE LAS MEDICIONES EN INGENIERÍA INVERSA DE PARTES Y COMPONENTES <i>Eusebio Jiménez López, Luis Andrés García Velásquez, Juan José Delfín Vázquez, Baldomero Lucero Velázquez, Víctor Manuel Martínez Molina</i>	269

Educación

USO DE ISO 19600 “SISTEMA DE GESTION DEL CUMPLIMIENTO – DIRECTRICES” PARA EL DESARROLLO DE COMPETENCIAS DE LAS PYMES EN MEXICO <i>Eduardo C. Mancilla Rodríguez</i>	271
CONSIDERACIONES AL IMPLEMENTAR EN MÉXICO LAS RECOMENDACIONES DE LA ORGANIZACIÓN INTERNACIONAL DE METROLOGÍA LEGAL OIML R 46-1/ - 2 Y OIML R 46-3 DE MEDIDORES DE ENERGÍA ELÉCTRICA ACTIVA O KILOWATTHORÍMETROS, EN CORRESPONDENCIA A LA NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-044-SCFI-2008 <i>Antonio Méndez Ruiz</i>	273
EXPERIENCIA DEL DESEMPEÑO DE LOS ESTUDIANTES SIDEPRO INCORPORADOS A PROYECTOS DE LA DIRECCIÓN DE MATERIALES DE REFERENCIA Y DE MATERIALES ORGÁNICOS DEL CENAM <i>Esther Castro, Edith Zapata</i>	275
ELABORACIÓN DE PLAN DE CALIDAD PARA LA GESTION EN LABORATORIO DE ENSAYO <i>Jessica M. López Ibarra</i>	277
ELECCIÓN OBJETIVA DE UN PROVEEDOR DE SERVICIOS DE CALIBRACIÓN USANDO EL PROCESO ANALÍTICO JERÁRQUICO <i>Omar J. Purata</i>	279
SITUACIÓN ACTUAL DE LA INTEGRACIÓN DE LA METROLOGÍA EN LA ACADEMIA EN MÉXICO <i>A. Ramos Jiménez, F. G. García Uribe, A. Rodríguez López, G. López Granada, R. Herrera-Basurto, F. Mercader-Trejo</i>	281

ESTUDIO COMPARATIVO DE MEDICIONES DE ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIA <i>Martínez-Soto, A., Mercader-Trejo F.E., López-Granada M.G., Álvarez-López, A, Larios-Durán E.R., Antaño-López R., Rodríguez-López A.....</i>	283
--	-----

APOYO AL SUBSISTEMA NACIONAL DE LA CALIDAD (SNCA) EN COLOMBIA A PARTIR IMPLEMENTACIÓN DEL SISTEMA DE GESTIÓN METROLÓGICA LEGAL (SGML) EN MUNICIPIOS DEL DEPARTAMENTO DE ANTIOQUIA. CASO DE ESTUDIO: ASESORÍA DEL INSTITUTO TECNOLÓGICO METROPOLITANO AL MUNICIPIO DE GIRARDOTA <i>Luis Fernando Giraldo Jaramillo, Nelson de Jesús Bedoya, Germán Alberto Cano.....</i>	285
--	-----

Transferencia tecnológica

PRIMER ENSAYO DE APTITUD EN PAR TORSIONAL PARA LABORATORIOS SECUNDARIOS EN CHILE <i>J Jesús Galván Mancilla, Jorge C. Torres Guzmán.....</i>	287
---	-----

ENSAYO DE APTITUD DE CALIBRACIÓN DE MANÓMETRO DIGITAL DE -8 kPa A - 80 kPa <i>Francisco J. Flores M., Jorge C. Torres G.....</i>	289
---	-----

COMPARACIÓN REGIONAL SUPLEMENTARIA EN PRESIÓN NEUMÁTICA RELATIVA DE 700 kPa A 7000 kPa, SIM.M.P-S10 <i>Jesús Aranzolo Suárez, Leonardo de la Cruz García, Jorge Torres Guzmán.....</i>	291
---	-----

COMPARACIÓN DE RESPUESTA DE PIRANÓMETROS DE LABORATORIOS DE PRUEBAS DE CALENTAMIENTO SOLAR <i>Héctor A. Castillo-Matadamas, Juan Carlos Molina-Vazquez, Amilcar Fuentes-Toledo, Guadalupe Moreno-Quintanar, Naghelli Ortega, José Miguel Rodríguez González, Juan Antonio Barrón Mancilla, Juan Jose Navarrete Gonzalez.....</i>	293
---	-----

COMPARACIÓN SIM-CAMET PARA VOLUMEN DE LÍQUIDOS DE 100 mL Y 5 mL <i>Sonia Trujillo, Yanisareth Chow, Orlando Pinzón.....</i>	295
--	-----

RESULTADOS DEL ENSAYO DE APTITUD EMA-CENAM EN LA CALIBRACIÓN DE PIPETAS DE PISTÓN DE 100 μ L Y 10 μ L <i>Sonia Trujillo Juárez, José Manuel Maldonado Razo.....</i>	297
--	-----

EFFECTO DEL AJUSTE A CERO Y CONEXIÓN EN LA CALIBRACIÓN DE UN PUENTE RLC <i>José Angel Moreno Hernández, Aleph Hain Pacheco Estrada.....</i>	299
--	-----

USO DE DIAGRAMAS DE YOUDEN EN RESULTADOS DE COMPARACIONES Y DE PRUEBAS DE APTITUD EN TERMOMETRÍA <i>Edgar Méndez-Lango, David Licea-Panduro.....</i>	301
---	-----

FIRST DIRECT DC 10 V COMPARISON BETWEEN TWO PROGRAMMABLE JOSEPHSON VOLTAGE STANDARDS MADE OF (NbN)-BASED AND AMORPHOUS NIOBIUM SILICON (Nb_xSi_{1-x}) JOSEPHSON JUNCTIONS

Stéphane Solve*, Regis Chayramy*, Michitaka Maruyama†, Chiharu Urano† and Nobu-hisa Kaneko†

* Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), Pavillon de Breteuil, F-92312 Sèvres Cedex, France

† National Metrology Institute of Japan (NMIJ), AIST, 1-1-1, Umezono, Tsukuba 305-8563, Japan

+33145077026 - stephane.solve@bipm.org

Abstract: The new BIPM primary travelling standard for which the array is made of amorphous niobium silicon Nb_xSi_{1-x} Josephson Junctions (JJ) has been directly compared to a NMIJ array of (NbN)-based JJ. The results show an excellent agreement of 5 parts in 10^{12} with a total combined uncertainty of less than 1 part in 10^{10} . As the low side of the NMIJ array is always connected to the reference potential of the measurement setup, we investigated possible systematic errors due to the leakage resistance to ground (LRG). The results show that a compromise needs to be found between the width of the quantum voltage step, ie noise reduction efficiency and the systematic voltage error introduced by the filter (capacitance LRG and line resistance of the precision leads).

1. INTRODUCTION

The BIPM has begun two pilot studies with its new transportable primary voltage standard based on a programmable Josephson junctions array (PJVS). The aim is to confirm that this new system could offer state-of-the-art of accuracy when operated as a transfer standard in the framework of the BIPM.EM-K10.a & b comparisons. Agreement between the current BIPM travelling standard based on an SIS Josephson junctions array [1] and the new system has already been achieved to 8 parts in 10^{12} in BIPM laboratories. The new PJVS for which the array is made of amorphous niobium silicon Nb_xSi_{1-x} Josephson Junctions (JJ) has been shipped to NMIJ (Japan) where a direct comparison has been conducted with a NMIJ array of (NbN)-based JJ. Those two different technologies have been compared for the first time at 10 V. Particular attention was given to the possible dominant source of systematic error arising from the operations of PJVS: leakage resistance to ground.

2. DESCRIPTION OF THE TWO PJVS AND MEASUREMENT SETUP

2.1. NMIJ PJVS

The NMIJ PJVS array is composed of a total of 524 288 NbN-based overdamped JJ. This allows a DC voltage of up to 17 V to be generated at a frequency of $f=15.7$ GHz with a resolution of 12 bits. During operation, the array is cooled down to a

temperature of 10 K with a Gifford MacMahon (GM) liquid-helium-free, cryocooler [2-3]. The RF source is a commercial signal generator with an external amplifier, The PJVS voltage is controlled using a custom-made 24 channel current source.

2.2. BIPM PJVS and Measurement setup

The new BIPM transportable PJVS is based on the NIST-design PJVS [4], using a JVS-650 bias source and for which the total number of junctions with all subarrays in series is 248 312. The RF source is a compact synthesizer which is located in the bias source chassis. The measurement setup is identical to the one operated in the BIPM on-site Josephson comparisons [5]: the two PJVSs were connected in series opposition, with the positive potential sides directly connected and the null detector inserted between the two low-potential sides (Fig. 1).

3. RESULTS OF THE COMPARISON AND INTERPRETATION

3.1. Measurements results

The first measurement results showed a repeatable systematic error of the amplitude of 6 nV in the direction of a possible leakage error on the NIMJ output leads. When removing one of the two filters from the output measurement leads, the systematic error dropped down to 4 nV. Moreover, when the filters were removed, the PJVS arrays agree to 5 parts in 10^{12} .

In our experiment, the low side of the NIMJ array was grounded and therefore offered an ideal path for the leakage current. This is consistent with the assumption of a leakage error on the two-stage filters located at the output of the NMIJ measurement leads.

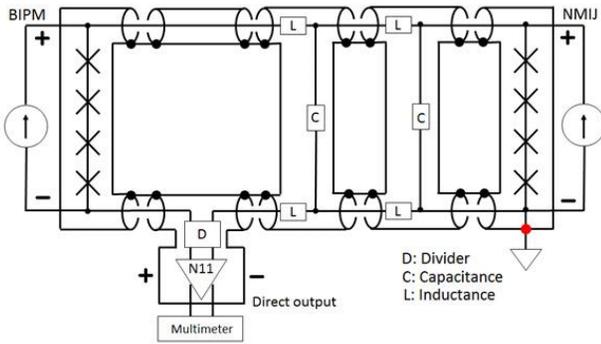


Fig. 1. Schematic of the comparison setup for the direct comparison of the two PJVS. A two-stage inductance-capacitance (LC) filter is inserted on NMIJ side.

3.2. Leakage to ground systematic error

The systematic voltage error is produced by the leakage current of the measurement setup flowing through a weak leakage resistance. In the present case, this resistance is the dielectric resistance of the capacitances of the filter installed on the precision output leads of the NMIJ PJVS. The systematic error ie voltage drop across the output filter is proportional to the ratio of the resistance in line (r) to the leakage resistance (R_L) and the PJVS nominal voltage [6]. Figure 2 shows the voltage difference recorded between the two PJVS as a function of the comparison nominal voltage. The absolute value of the slope of the linear fit, $(r/R_L) = (0.6 \pm 0.1) \times 10^{-9}$, confirms a leakage resistance of 33 G Ω if the line resistance is 20 Ω .

4. CONCLUSION

For the first time, an NMIJ PJVS and the new transportable BIPM PJVS based on the NIST-designed quantum voltage standard were compared directly at 10 V. Although the results exhibit an excellent agreement to 5 parts in 10^{12} , we found that the insertion of an (L,C) filter at the output of the measurement leads of the NMIJ array causes a double effect: it improves the quantum voltage step width by preventing any AC noise to the array [7] but

also introduces a systematic error (up to 8 nV) proportional to the ratio of the resistance in line (r), the capacitance leakage resistance (R_L) and the PJVS nominal voltage. A compromise must therefore be made between the filtering efficiency to obtain larger margins and the possible systematic voltage error that can be achieved on the generated voltage.

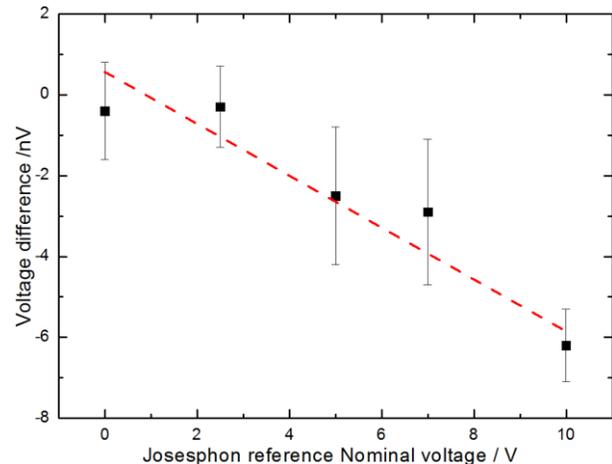


Fig. 2. Voltage difference between the two arrays as a function of the PJVS nominal voltage. The uncertainty bars represent the Type A uncertainty ($k = 1$). The dashed line is a linear fit applied to the experimental data.

REFERENCES

- [1] Solve S et al., IEEE Trans. Instrum. Meas. **60** 2366-71.
- [2] Yamamori H et al., Supercond. Sci. Technol., **21**, 105007(6), 2008.
- [3] Maruyama M et al., IEEE Trans. Instrum. Meas. **64** 1606-12.
- [4] Y. Tang et al., Metrologia 2012, **49** 635-43.
- [5] Solve S et al., Meas. Sci. Technol. 2012, **23** 124001.
- [6] Solve S et al., Metrologia 2013, **50** 441-451.
- [7] Behr R et al., IEEE Trans. Instrum. Meas. **52** 524-27.

CALIBRACIÓN DE ESTROBOSCOPIOS UTILIZANDO UN SISTEMA DE MEDICIÓN DE FRECUENCIAS

Henry Diaz, Luis Palma
 Instituto Nacional de Calidad (INACAL)
 Calle Las Camelias 815, San Isidro, Lima - Perú
 (511) 6408820 anexo 1512, hdiaz@inacal.gob.pe

Resumen: Los estroboscopios permiten medir la velocidad de giro de una maquina sin contacto físico, debido a que en el país no se contaba con un sistema o equipamiento adecuado para poder realizar su calibración se desarrolló un sistema de medición de frecuencias para poder calibrar estroboscopios por medición directa con una incertidumbre de medición mejor o igual que $0,1 \mu\text{Hz}/\text{Hz}$.

1. INTRODUCCIÓN

Los estroboscopios o lámparas estroboscópicas se utilizan principalmente para tener vistas instantáneas (congelar el movimiento) de las máquinas y conocer la velocidad del eje de rotación, leer información de piezas o detectar algún problema sin necesidad de detenerlas. En metrología los estroboscopios son utilizados ya sea como fuente o como patrón para la calibración de tacómetros ópticos. Debido a la importancia de estos instrumentos en el Laboratorio de Tiempo y Frecuencia del INACAL (antes SNM - INDECOPI) se desarrolló un sistema de medición de frecuencias utilizando como patrón un contador de frecuencias de tal forma que registre una lectura proporcional en Hertz (Hz) a la frecuencia de los impulsos de luz que genera el estroboscopio en revoluciones por minuto (rpm) para lo cual fue necesario tener en cuenta la siguiente relación: $1 \text{ Hz} = 60 \text{ rpm}$ [1].

2. CIRCUITO RECEPTOR DE IMPULSOS DE LUZ

El circuito receptor de impulsos de luz está conformado por una etapa de recepción de impulsos de luz y una etapa de acondicionamiento de señal, las cuales se encuentran alimentadas por una fuente de tensión continua de 5 V. La etapa de recepción de impulsos de luz consta de un fototransistor ST1KL3B para capturar los impulsos de luz emitidos por el estroboscopio de tal forma que el fototransistor convierte los impulsos de luz capturados en una señal de corriente cada vez que recibe estos impulsos de luz. Esta señal de corriente capturada tiene la misma frecuencia de los impulsos de luz emitidos por el estroboscopio. Se escogió el fototransistor ST1KL3B por tener alta sensibilidad, respuesta angular estrecha, permite detectar valores de frecuencias menores a 1 Hz y trabaja en el espectro de luz visible.

La etapa de acondicionamiento de señal consta de una resistencia de 10Ω y un comparador LM393N. Con la resistencia se acondiciona la señal de capturada en una señal de tensión de 1,8 V y con el comparador se limita el pase de señales que cuenten con una amplitud menor a 1,5 V, de tal forma que el comparador actúa como un filtro para evitar el pase de señales no deseadas. Finalmente se obtiene una señal acondicionada con la misma frecuencia de los impulsos de luz emitidos por el estroboscopio que puede ser medida con un contador de frecuencias. En la Fig. 1 se muestra el diagrama de bloques del circuito receptor de impulsos de luz.

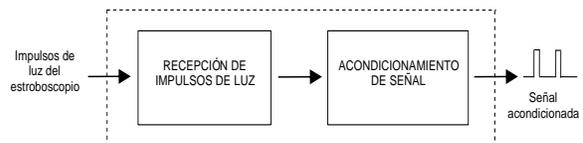


Fig. 1. Diagrama de bloques del circuito receptor de impulsos de luz.

3. SISTEMA DE MEDICIÓN DE FRECUENCIAS DEL INACAL

En el Laboratorio de Tiempo y Frecuencia del INACAL se distribuye una señal de 5 MHz proporcionada por nuestro oscilador de Cesio Symmetricom 5071A. Este patrón pertenece a la red virtual "SIM Time Network" [3], la cual es una red de comparaciones continuas de diversos osciladores patrones de los países del Sistema Interamericano de Metrología (SIM). Gracias a esta herramienta obtenemos trazabilidad válida al Tiempo Universal Coordinado (UTC) a través de los países que contribuyen al UTC. Esta frecuencia patrón es utilizada para mejorar la base de tiempo de nuestros equipos que cuenta con referencia externa, la cual es una técnica muy utilizada por diversos países. El

sistema de medición de frecuencias del INACAL está compuesto por un contador de frecuencias Fluke PM6690 y un circuito receptor de impulsos de luz. En la Fig. 2 se muestra una foto del sistema de medición de frecuencias.

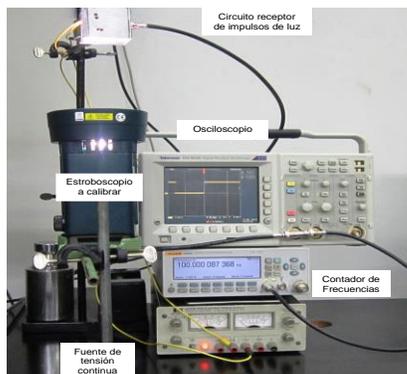


Fig. 2. Foto del sistema de medición de frecuencias.

4. CARACTERIZACIÓN DEL RUIDO DEL SISTEMA DE MEDICIÓN DE FRECUENCIAS DEL INACAL

El sistema de medición de frecuencias del INACAL debe ser caracterizado para poder evaluar el ruido del sistema de medición y su desempeño continuo, por tal motivo es necesario contar con un circuito de verificación simulando ser el estroboscopio, de tal manera que genere la señal periódica que será medida por el sistema de medición de frecuencias. El circuito de verificación está conformado por un sistema generador de pulsos de luz, compuesto por un generador de frecuencias Tektronix AFG3102 y un circuito emisor de pulsos de luz. Este sistema generador de pulsos de luz se describe en la referencia [1] y con este sistema es posible simular la señal que genera el estroboscopio, verificando el funcionamiento del sistema de medición y su inmunidad contra influencias externas.

Se cuenta con un historial de más de 2 años de datos realizando continuamente la caracterización del ruido del sistema de medición de frecuencias, por lo cual hemos podido comprobar que su aporte de incertidumbre es mejor o igual que 0,1 $\mu\text{Hz}/\text{Hz}$, el cual es un valor que no afecta la medición ya que es 1000 veces menor que el error máximo permisible de un estroboscopio considerado actualmente en el orden de 100 $\mu\text{Hz}/\text{Hz}$ (0,01%). En efecto, en la Fig. 3 se muestra la estabilidad obtenida en la caracterización del ruido del sistema de medición de

frecuencias en términos de la raíz de la varianza de Allan ($\sigma(\tau)$) [2] usando el software AMTyF [4], obteniendo un valor de alrededor de 0,01 $\mu\text{Hz}/\text{Hz}$ ($1,3 \times 10^{-8} \text{ Hz}/\text{Hz}$) para un tiempo de 1024 s. En la Fig. 3 se puede notar que conforme aumenta el tiempo la estadística se deteriora por la cantidad del número de datos.

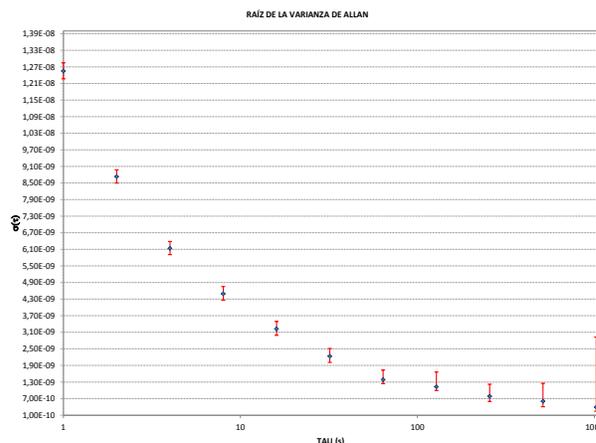


Fig. 3. Caracterización del ruido del sistema de medición de frecuencias en términos de la raíz de la varianza de Allan.

5. CONCLUSIONES

Este trabajo muestra que es posible calibrar estroboscopios utilizando un sistema de medición de frecuencias con una incertidumbre de medición mejor o igual que 0,1 $\mu\text{Hz}/\text{Hz}$.

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos al “SIM Time and Frequency Metrology Working Group” por sus diversos aportes y constante apoyo en la realización de este trabajo.

REFERENCIAS

- [1] Henry Diaz - Luis Palma (SNM - INDECOPI). Calibration of optical Tachometers using a generator system of light pulses. CPEM 2014.
- [2] CENAM - ema. Guía técnica sobre trazabilidad e incertidumbre en la metrología de tiempo y frecuencia. México. Abril 2008. Revisión 01.
- [3] The SIM Time Network. Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology (NIST). Volume 116, Number 2, March-April 2011.
- [4] Francisco Jiménez. CENAM. AMTyF Análisis de Mediciones de Tiempo y Frecuencia. Encuentro Nacional de Metrología Eléctrica 2005.

INDUSTRIAL THERMAL RADIATION SOURCE FOR HIGH TEMPERATURE INFRARED THERMOMETER CALIBRATION

Frank Liebmman, Tom Kolat
 Fluke Calibration
 799 E Utah Valley Dr, American Fork, Utah, EEUU
 +1 801-847-1154, frank.liebmman@flukecal.com

Abstract: Industrial level infrared thermometers are being increasingly designed to measure temperatures above 500 °C. A thermal radiation source is needed to calibrate these instruments. The infrared thermometers designed to measure these temperatures generally measure with a smaller field-of-view. This means there is a possibility of using a blackbody cavity as the thermal radiation source. This paper discusses an attempt to mount a cavity inside a thermocouple furnace. It discusses the measurements made to verify the emissivity of the cavity using radiation thermometers.

1. INTRODUCTION

In 2008, Fluke Calibration released a series of flat plate infrared calibrators with a temperature range of up to 500 °C. Since the release of these products, there has been increased demand for a calibrator to cover a higher temperature range. Recently Fluke Calibration has come out with a new thermocouple calibration furnace that with modification may serve as a solution for higher temperatures.

2. THEORY

The cavity installed in the furnace is of a cylindrical design with an apex angle of 120° with a diameter of 50 mm [1]. The cavity design uses a contact thermometer for traceability placing the thermometer as close as possible to the conical apex of the cavity bottom. The reason for this is to minimize temperature measurement error due to heat transfer between the probe's sensor and the cavity bottom surface [2].

The cavity bottom uniformity was measured by scanning the cavity bottom using a precision radiation thermometer with a small field of view. The contribution to the cavity measurement uncertainty was included in the uncertainty analysis. In order to calculate data needed for the blackbody emissivity model and to estimate uncertainty due to cavity bottom heat exchange, temperature gradient was measured along the cavity axis.

The cavity was modeled for emissivity using STEEP3 [3]. The results of this modeling are shown in Table 1.

Table 1. Results of STEEP3 modeling.

Temp (°C)	Isothermal		Non-Isothermal	
	3.9 μm	8 – 14 μm	3.9 μm	8 – 14 μm
300			0.9983	0.9997
660	0.9998	0.9991	0.9987	0.9998
960			0.9986	0.9997

In order to test the cavity design, measurements were made on the cavity. These measurements involved comparing the traceable readout temperature of a contact thermometer used in the furnace cavity. The radiation thermometers used for the comparison were precision radiation thermometers with pyroelectric detectors [4]. The contact thermometry data was taken with either a rhodium versus platinum standards thermocouple (TC) or platinum resistance thermometer (PRT). In all measurements, two chains of traceability to the *Système International d'Unités* (International System of Units or SI) were maintained, and the two measurements were compared using normal equivalence (E_n) [5][6]. Two different wavelengths were used for measurements at each temperature serving to reduce any doubts about the emissivity estimation due to the various influences of effective emissivity [3].

The traceability of the contact measurements came through the American Fork Primary Temperature Laboratory (AFL), through the National Institute of Science and Technology (NIST), to the SI. The traceability for the radiation thermometry measurements came through AFL, through NIST to the SI or through the *Physikalisch-Technische Bundesanstalt* (PTB). In all cases, there is always a contact measurement compared to a non-contact measurement for the determination of normal equivalence, both measurements being traceable.

3. RESULTS

The measurements were divided into four sets for organizational purposes. Only a portion of the results are reported in this paper due to the sheer number of tests. Data Set 1 and Data Set 2 compare the AFL bath cavity temperature to the furnace cavity temperature using the TC as a reference. Data Set 3 compare PTB data to the furnace data using the TC as the furnace reference. Data Set 4 compares the AFL bath cavity temperature to the furnace cavity temperature using the PRT as a reference. It should be noted that the measurements using a PRT showed larger uncertainty than those using a thermocouple as a reference. This was due mainly to the cavity bottom heat exchange uncertainty [2]. This was a result of the length of the PRT sensor and the heat flow mentioned previously. The results of this testing are summarized in Table 2.

4. DISCUSSION

In all cases the normal equivalence was well below unity. This validated two things. First, it shows a valid emissivity model of the cavity. Second, it showed that with the experimental uncertainties the reference probe provides sufficient traceability in the spectral bandwidths tested.

5. CONCLUSIONS

Based on the positive outcome of the results, AFL has added the furnace blackbody to their calibration capabilities in their scope of accreditation increasing the upper range of their capability to 1000 °C.

REFERENCES

- [1] DeWitt, D., Nutter, G., Editors, Theory and Practice of Radiation Thermometry, pp. 602 – 603, 658 – 661, 695 – 705, (Wiley Interscience, New York, 1988).
- [2] J. Fischer, et. al., Uncertainty budgets for calibration of radiation thermometers below the silver point, CCT-WG5 working document CCT-WG508-03, (BIPM, Sèvres, France, 2008).
- [3] Prokhorov, A., Monte Carlo Method in Optical Radiometry, Metrologia, Vol. 35, pp. 465-471, (BIPM, Sèvres, France, 1998) doi: 10.1088/0026-1394/35/4/44.
- [4] VDI/VDE Guideline 3511 Blatt 4: Temperature Measurement in Industry – Radiation Thermometry, (VDI, Düsseldorf, 2011).
- [5] ISO/IEC 17043:2010 Conformity assessment — General requirements for proficiency testing, 2010, (ISO, Geneva, 2010).
- [6] ILAC-G22:2004 Use of proficiency testing as a tool for accreditation in testing, (ILAC, Rhodes, Australia, 2004).

Table 2: Results of radiation thermometer comparisons.

Data Set	$\lambda / \mu\text{m}$	LAB / °C	FURN / °C	Diff / °C	$U_{\text{LAB}} / \text{K}$	$U_{\text{FURN}} / \text{K}$	E_n
Set 1	8 - 14	300.00	299.97	-0.03	0.20	0.45	-0.05
Set 1	8 - 14	500.00	499.61	-0.39	0.34	0.52	-0.62
Set 2	3.9	300.00	300.05	0.05	0.42	0.45	0.08
Set 2	3.9	420.00	420.21	0.21	0.60	0.48	0.27
Set 2	3.9	500.00	500.39	0.39	0.85	0.52	0.39
Set 2	3.9	300.00	300.14	0.14	0.42	0.60	0.19
Set 2	3.9	420.00	420.38	0.38	0.60	0.80	0.38
Set 2	3.9	500.00	500.45	0.45	0.85	1.04	0.34
Set 3	8 - 14	660.00	659.83	-0.17	0.24	0.60	-0.27
Set 3	8 - 14	810.00	810.02	0.02	0.31	0.80	0.02
Set 3	8 - 14	960.00	960.27	0.27	0.37	1.04	0.24
Set 3	3.9	660.00	659.90	-0.10	0.14	0.83	-0.12
Set 3	3.9	810.00	809.84	-0.16	0.19	1.15	-0.14
Set 3	3.9	960.00	959.67	-0.33	0.25	1.48	-0.22
Set 4	8 - 14	300.00	299.61	-0.39	0.20	0.65	-0.58
Set 4	8 - 14	500.00	499.72	-0.28	0.34	0.75	-0.34

APLICACIÓN DE LA TÉCNICA DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X POR REFLEXIÓN TOTAL (TXRF) PARA ANALISIS DE ELEMENTOS EN NIVELES DE ng/g EN MUESTRAS DE AGUA

Esther Castro¹, Edith Zapata² y José Antonio Salas¹

1. Centro Nacional de Metrología, km 4.5 Carretera a Los Cués, Municipio El Marqués Querétaro. tel 4422110500, ecastro@cenam.mx
2. Universidad Politécnica de Santa Rosa Jáuregui. Carretera Federal 57 QRO- SLP km. 31 + 150, Santa Rosa Jáuregui, 76220 Santiago de Querétaro, Qro

Resumen: La técnica de fluorescencia de rayos-X por reflexión total (TXRF) es considerada como potencial para ser usada en el análisis de aguas, ya sean residuales, potables o de mar. Actualmente bajo el auspicio de VAMAS se han llevado a cabo dos pruebas de ensayo para reunir evidencia técnica y crear un protocolo de medición que será usado como base para la elaboración de una norma ISO. Siguiendo esta línea, en la Dirección de Materiales de Referencia del CENAM se ha medido con esta técnica un material de referencia certificado (MRC) DMR 8k, dos muestras de pruebas de interlaboratorio (alto y bajo nivel) y un candidato a MRC desarrollado por un NMI. De estas mediciones se pudo observar que los elementos que presentaron mejores resultados son Cu, Zn, Mn, Ni, Rb y Fe. Se identificaron las fuentes que afectan en mayor escala la repetibilidad como la deposición de la muestra, las interferencias espectrales y el nivel de fracción masa del estándar interno.

1. INTRODUCCIÓN

Uno de los mayores intereses de las instituciones gubernamentales de salud y de ambiente en los países es por un lado asegurar la calidad de las aguas que suministran a los ciudadanos, y por otro cumplir con los límites máximos permisibles de contaminantes en aguas residuales que se vierten en los ríos y océanos [1]. La técnica de TXRF tiene la capacidad de medir niveles de fracción masa de ng/g, por lo que dentro del proyecto de Versalles de materiales avanzados y patrones (VAMAS), para promover nuevas normas internacionales se llevaron a cabo 2 pruebas interlaboratorio para evaluar el desempeño de la técnica para la medición de agua. Se sigue trabajando a nivel internacional en el desarrollo de un protocolo de medición [1]. La técnica de TXRF es atractiva debido a los límites de detección que puede alcanzar, a la posibilidad de la medición directa de las muestras, sin requerir ningún tipo de procesamiento y al bajo costo de las mediciones [2].

2. DESARROLLO

Materiales

Materiales de referencia certificados. DMR-8k disolución mutielemental del CENAM, el SRM 3119a disolución de galio del NIST, utilizado como estándar interno. *Reactivos.* Agua con una conductividad eléctrica máxima de 0.056 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

Técnicas analíticas

Fluorescencia de Rayos X de Reflexión total (TXRF) marca GNR modelo TX 2000.

Condiciones experimentales Se utilizó una radiación de Mo, operando a 40 kV y 20 mA, con un detector de SDD (*Silicon Drift Detector*).

Preparación de las muestras

Se analizaron tres submuestras de cada MRC y se midieron por quintuplicado, colocando 10 μl en el porta muestra de cuarzo y evaporando en placa caliente entre 100 °C -120 °C.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se midió el DMR-8k y los resultados se muestran en la tabla 1. El As y Pb no pueden cuantificarse simultáneamente debido a que sus líneas espectrales se sobreponen, sin embargo los elementos Cu, Ni y Zn se cuantificaron con una desviación estándar relativa (DER) entre 0.06 % y 5 %. Debido a la diferencia de los niveles de fracción masa en los que se encuentran los elementos, la medición con estándar interno se complica. Por ejemplo el Zn tiene un sesgo del 18.64 % respecto al valor certificado, ver la tabla 1. Cuando el estándar interno tiene una fracción masa cercana al Zn, 0.5 ng/g, el sesgo disminuye significativamente.

Tabla 1. Resultados de las mediciones del DMR-8k por TXRF.

DMR-8k Elemento	Valor certificado		Valor experimental		% sesgo
	mg/kg	%	Prom mg/kg	DER	
Cr	1.777	0.73	1.998	5.51	12.45
Cu	1.600	0.81	1.549	6.88	3.24
Ni	1.481	0.87	1.481	5.85	0.06
Pb+As	1.446	0.80	1.413	4.58	5.19
Zn	0.498	0.58	0.591	7.82	18.64

Las tres muestras para la prueba interlaboratorio eran de mayor complejidad, ya que eran una mezcla de 18 analitos en fracciones masa de 0.1 ng/g, 1.0 ng/g y 10 ng/g. Sólo se cuantificaron las muestras de nivel alto y medio. Para la muestra de menor concentración se identificaron 8 elementos y la cuantificación tuvo DER mayores al 30% por lo que no se enviaron resultados.

En la muestra de nivel alto se identificaron 8 elementos y se cuantificaron. Los resultados de acuerdo a z score máximo de 2.2 con $k=1$ respecto a los valores de consenso de la prueba [1]. En la muestra de nivel medio sólo se cuantificaron dos elementos cuyos z score fueron menores a 1 con $k=1.0$, lo 6 elementos restantes sólo se identificaron.

En el análisis de la muestra de la disolución multielemental preparada por un NMI, como candidato a MR, se identificaron y cuantificaron los elementos indicados en la tabla 2. Las incertidumbres relativas varían entre el 2 % y el 8%. La mayor contribución de incertidumbre fue debida al sesgo entre el valor de preparación y el de medición.

En TXRF se lleva a cabo un análisis de superficie, por lo que las irregularidades en la capa formada al colocar y evaporar la muestra afectan la repetibilidad. Así mismo, la altura de la muestra depositada influye cuando se depositan multicapas, ya que la incidencia de los rayos-X provenientes de la fuente de Mo es muy puntual y una variación mínima puede provocar que no haya resultado, o que varíe considerablemente.

Adicionalmente hay que considerar que la configuración del instrumento, la fuente de rayos X primarios de Mo, y el detector definen la sensibilidad para cada elemento. Por ejemplo el Cd no se puede determinar con una buena repetibilidad ya que la energía necesaria para excitar la línea espectral $K\alpha_1$ del Cd es de 23.17 keV. Para la línea de Mo $K\alpha$ la energía necesaria es de 17.52 keV, puede excitarse la línea espectral $L\alpha$ (3.13 keV) pero la eficiencia es muy baja por lo que prácticamente no se detecta este elemento [3].

Tabla 2. Resultados de las mediciones del MR en desarrollo por un NMI.

Elemento	mg/kg	$U_{\text{expandida}}$	U_{Relativa}
Cr	11.68	0.479	4.10
Mn	3.73	0.299	8.03
Ni	4.49	0.207	4.61
Cu	3.09	0.204	6.59
Zn	11.32	0.261	2.31

5. CONCLUSIONES

La realización de estas mediciones permitió identificar las principales fuentes que afectan la detección y confiabilidad de las mediciones a nivel de ng/g para muestras de agua. Dentro de las que están: la preparación de la muestra, las condiciones ambientales para evitar contaminación proveniente del laboratorio y del material de laboratorio, agua, reactivos etc., así mismo, la planicidad de la deposición de las muestras, el nivel de concentración del estándar interno y las interferencias espectrales. Debe mejorarse el procedimiento de preparación y deposición de la muestra para disminuir la variación en la repetibilidad de las mediciones. Se va a trabajar en la una preparación de la muestra realizando una separación de elementos antes del análisis para disminuir las interferencias espectrales entre elementos. Es necesario definir con esta configuración instrumental el alcance de medición es decir identificar qué elementos no se pueden medir con una buena repetibilidad. Esta técnica permite hacer análisis rápidos con una mínima preparación de muestra y sigue trabajándose para mejorar la calidad de las mediciones. La técnica esta propuesta para una norma ISO específicamente para la cuantificación de elementos en agua dentro del grupo técnico TC 201 *Surface chemical analysis*.

REFERENCIAS

- [1] L. Borgese, et al. First Total Reflection X-Ray Fluorescence round robin test of water samples: Preliminary results. *Spectrochimica Acta Part B*, (2014) 6-14.
- [2] R. Klockenkämper. *Total Reflection X-Ray Fluorescence Analysis*. John Wiley & Sons 1997.
- [3] R. Fernández-Ruíz. TXRF. Una gran desconocida. *Anal., Quím.* (2010), 106 (1), 5-12.

AMPLIACIÓN DEL INTERVALO DE TRABAJO DEL PATRÓN PRIMARIO DE FLUJO RADIANTE

J. C. Molina, Juan José Soto Bernal*, Hector A. Castillo M y Rosario Gonzalez*
 Centro Nacional de Metrología, km 4.5 carretera a los Cués, El Marqués, Qro. México.
 * Instituto Tecnológico de Aguascalientes (ITA), Av. Adolfo López Mateos #1801 Ote.
 Fracc. Bona Gens, C.P. 20256. Aguascalientes, Ags., México.

Resumen: La exactitud de la medición en potencia óptica con el radiómetro criogénico depende principalmente de una adecuada caracterización de la absorción de la cavidad y de la transmitancia de la ventana de Brewster. En este trabajo se presentan los sistemas establecidos en CENAM para la medición de la transmitancia de la ventana de Brewster y la absorbancia de la cavidad así como los resultados obtenidos en la medición de potencia óptica nominal a 100 μ W con una incertidumbre de 0.019 % ($k=2$) empleando fuentes láser He-Ne y Ar-Kr.

1. INTRODUCCIÓN

El origen de la trazabilidad en mediciones de potencia óptica en nuestro país, se encuentra en el patrón primario de flujo radiante establecido y mantenido en el laboratorio del radiómetro criogénico de la dirección de óptica y radiometría del Centro Nacional de Metrología (CENAM) [1]. El principio de medición para potencia óptica empleado en el CENAM es el de sustitución eléctrica. Este método permite alcanzar las incertidumbres más bajas usando un radiómetro criogénico [2]. Un radiómetro criogénico es básicamente un comparador de potencia óptica y potencia eléctrica que permite realizar la unidad del watt ("óptico") y por medio de este instrumento se calibra usualmente a una longitud de onda de referencia $\lambda = 632.8$ nm la responsividad de varios detectores de trampa como patrón secundario [1].

La exactitud de la potencia óptica medida por el radiómetro criogénico depende de la medición de los parámetros eléctricos, una adecuada caracterización de la transmitancia de la ventana de Brewster por donde ingresa el haz láser (τ) y la absorbancia de la cavidad (α), de tal forma que el flujo radiante (Φ) es;

$$\Phi = \frac{\Delta P_{el}}{\tau \cdot \alpha} \quad (1)$$

dónde ΔP_{el} potencia eléctrica indicada por el radiómetro (W), τ = transmitancia de la ventana de Brewster y α = absorbancia de la cavidad [1].

En este trabajo se presenta la metodología empleada en el laboratorio del radiómetro criogénico del CENAM para realizar la ampliación del intervalo

espectral de trabajo del patrón primario de potencia óptica.

2. DESARROLLO

2.1 Método y sistema de medición de la cavidad del radiómetro criogénico

La absorbancia de la cavidad se determina a partir de la reflectancia difusa ρ , empleando la relación $\alpha = 1 - \rho$ [3]. La medición de la reflectancia difusa se realiza empleando una cavidad similar a la empleada en el radiómetro criogénico para realizar las pruebas de absorbancia fuera del instrumento, también se emplea una esfera de integración, un patrón blanco y un fotodetector [3].

El método consiste básicamente en la comparación de la reflectancia difusa del patrón y la cavidad del radiómetro medida con un fotodetector de área adecuada. La reflectancia de la cavidad ρ_c está dada por la siguiente ecuación:

$$\rho_c = \frac{S_c - S_o}{S_s - S_o} \cdot \frac{\rho_s}{\delta} \quad (2)$$

Donde ρ_s es la reflectancia del patrón, S_s señal del fotodetector al colocar el patrón, S_c señal del fotodetector al colocar la cavidad, S_o señal del fotodetector en ausencia de patrón o cavidad y δ es el factor de corrección debido a cambios geométricos en la esfera de integración durante el proceso de medición [3].

El sistema de medición de reflectancia de la cavidad incluye los subsistemas de posicionamiento en un eje, de estabilización de la potencia del haz láser, filtrado espacial del haz y el sistema de mediciones

eléctricas [3]. La figura 1 muestra un esquema de este sistema de medición.

Como fuente de radiación se empleó un láser He-Ne a 632.8 nm y un láser Ar-Kr a 476 nm, 488 nm, 520 nm, 568 nm y 676 nm, ambos láseres estabilizados en potencia óptica.

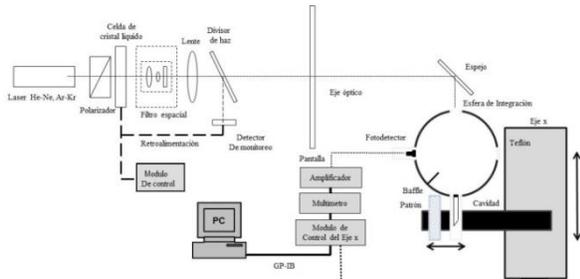


Fig. 1. Sistema de medición de la reflectancia espectral de la cavidad del radiómetro criogénico.

2.2 Método y sistema de medición de la transmitancia de la ventana de Brewster del radiómetro criogénico

El método de medición consiste en la determinación de la transmitancia (τ) a partir de la razón entre el flujo radiante transmitido a través de la ventana de Brewster con respecto al flujo incidente [4]. Y está dada por la siguiente ecuación [4]:

$$\tau = \frac{S_t}{S_i} \tag{3}$$

Donde S_t señal del detector de trampa cuando la luz es transmitida por la ventana y S_i Señal del detector de trampa en ausencia de la ventana. El sistema de medición se muestra en la figura 2.

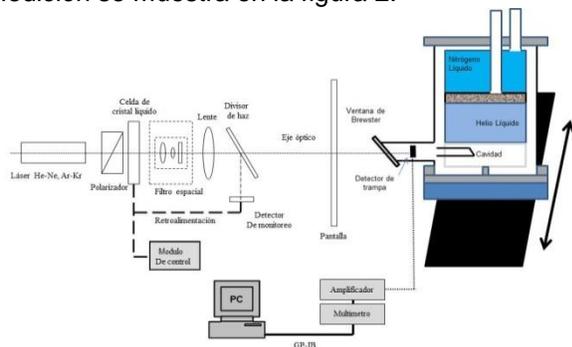


Fig. 2. Sistema de medición de la transmitancia espectral de la ventana de Brewster.

El sistema emplea como fuente de radiación un láser He-Ne y láser un Ar-Kr, él láser es estabilizado en

potencia con un sistema similar al empleado en las mediciones de la cavidad del radiómetro criogénico y para las mismas líneas de longitud de onda de referencia [4].

3. RESULTADOS

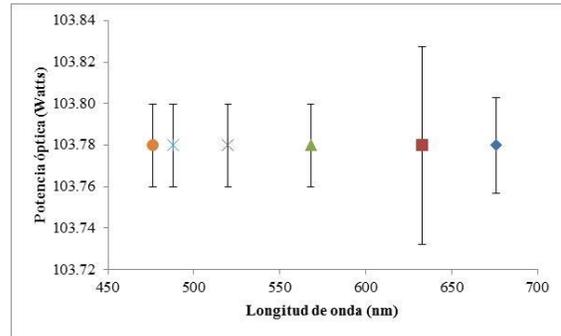


Fig. 3. Mediciones en potencia óptica para las líneas de referencia (nm) de 476 nm, 488 nm, 520 nm, 568 nm 632.8 nm y 676 nm.

4. CONCLUSIONES

Los sistemas de referencia presentados en este trabajo han permitido realizar mediciones con el radiómetro criogénico empleando un mayor número de longitudes de onda de referencia con una incertidumbre que va de 0.019% a 0.046%, con k=2 de la potencia medida. La variación en la incertidumbre fue causada por variaciones de la potencia óptica de cada fuente láser.

REFERENCIAS

[1] Mediciones de alta exactitud en potencia óptica y su impacto en las necesidades metrologías del país, J. C. Molina, J. C. Bermúdez, Jorge A. Huerta- Ruelas, Hector A. Castillo. Congreso internacional de investigación Academia Journals, Celaya Gto, México, Noviembre, (2012).

[2] C. C. Hoyt, P. V. Foukal, Metrologia 28 (1991), 163-167.

[3] Electrical substitution radiometer cavity absorptance measurement, JC Molina, Juan Jose Soto Bernal, Rosario Gonzalez. Measurement, 64:89-93, 2015.

[4] Establecimiento del sistema de medición de la transmitancia de la ventana de Brewster del patrón primario de potencia óptica (CNM-PNF-12), J.C. Molina, Juan José Soto Bernal, Hector A. Castillo M y Rosario Gonzalez. Congreso Academia Journals Celaya-2014.

AMPLIACIÓN DE LAS CAPACIDADES DE MEDICIÓN DEL PATRÓN NACIONAL DE FLUJO RADIANTE HACIA EL INFRARROJO Y SU IMPACTO EN LA CALIBRACIÓN DE MEDIDORES DE POTENCIA ÓPTICA PARA TELECOMUNICACIONES

Zeus E. Ruiz, Juan M. Ortiz-Meléndez y Héctor A. Castillo-Matadamas
 Centro Nacional de Metrología (CENAM)
 km 4.5 Carretera a los Cués, Municipio El Marqués, Qro. C.P. 76246 México
 Tel. 442 211 05 00 ext. 3354. correo electrónico: zruiz@cenam.mx

Resumen: En este trabajo se describe la ampliación de las capacidades de medición del patrón nacional de flujo radiante del Centro Nacional de Metrología hacia el infrarrojo cercano y su aplicación directa en la calibración de medidores de potencia óptica para telecomunicaciones específicamente a las longitudes de onda de 1 550 nm y 1 610 nm a 100 μ w de potencia. El sistema implementado fue utilizado para la calibración de 1 medidor de potencia de InGaAs y un detector piroeléctrico los cuales fungen como patrones en la calibración de medidores de potencia óptica y con los cuales se obtienen una mejoría en la exactitud de medida así como en su incertidumbre asociada.

1. INTRODUCCIÓN

Cuantificar adecuadamente la potencia de una radiación óptica transmitida a través de un sistema de comunicación basado en fibra óptica es una situación indispensable al verificar el correcto funcionamiento de un enlace óptico. Siendo el medidor de potencia óptica el instrumento más utilizado durante la instalación y mantenimiento de una red, la exactitud del instrumento y la calibración del mismo se vuelven parámetros críticos.

En México, las mediciones en potencia óptica tienen trazabilidad al watt óptico, unidad del Sistema Internacional de Unidades SI, a través del Patrón Nacional de Flujo Radiante (CNM-PNF-12).

El patrón nacional de flujo radiante es materializado a través del radiómetro criogénico mantenido en CENAM. El radiómetro criogénico es capaz de medir la potencia óptica de manera absoluta y su principio de medición es la sustitución eléctrica/óptica. Normalmente las calibraciones se realizan mediante un láser estabilizado a una longitud de onda de 633 nm. Sin embargo, con la intención de mejorar las capacidades de medición, se han realizado trabajos para ampliar el alcance de medida hacia el infrarrojo cercano incluyendo las longitudes de onda de 1 550 nm y 1 610 nm, las cuales son indispensables en el área de las telecomunicaciones [1].

2. DESARROLLO

2.1. Sistema de calibración de detectores en potencia óptica a 1 550 nm y 1 610 nm

El proceso de calibración de detectores en potencia óptica se basa en el método de comparación directa. El resultado se obtiene a partir del factor de corrección, FC, de acuerdo a la siguiente ecuación [2]:

$$FC = \frac{P_{patrón}}{P_{prueba}} \quad (1)$$

Donde:

FC: factor de corrección

$P_{patrón}$: potencia medida por el patrón

P_{prueba} : potencia medida por el detector bajo calibración

El sistema implementado se muestra en la figura 1

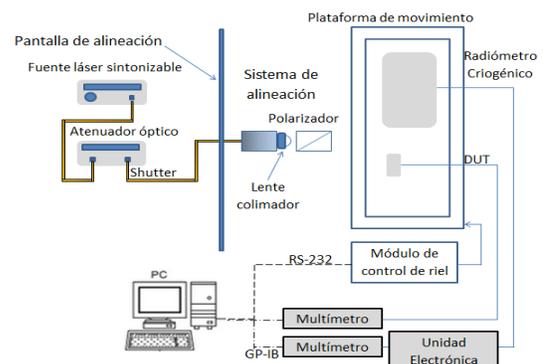


Fig. 1. Sistema de calibración con el radiómetro criogénico.

2.2. Sistema de calibración de medidores de potencia óptica en las ventanas de telecomunicaciones

El proceso de calibración de medidores de potencia óptica (MPO's) también se basa en la comparación directa entre las mediciones realizadas con el patrón y el detector bajo calibración, obteniendo un factor de corrección de acuerdo a la siguiente ecuación [3]:

$$FC_{MPO} = \frac{P_{patrón} \cdot P_{monitor2}}{P_{prueba} \cdot P_{monitor1}} \quad (2)$$

Donde:

- FC_{MPO} : factor de corrección del MPO
- $P_{patrón}$: medición del detector patrón
- P_{prueba} : medición del MPO bajo calibración
- $P_{monitor1}$: medición del detector de monitoreo cuando $P_{patrón}$ es leída
- $P_{monitor2}$: medición del detector de monitoreo cuando P_{prueba} es leída

El sistema implementado se muestra en la figura 2

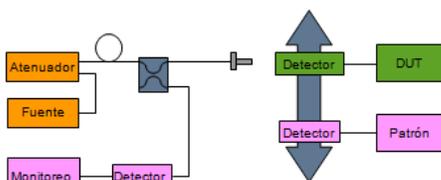


Fig. 2. Sistema de calibración de MPO's.

3. RESULTADOS

A continuación se muestran los resultados de la calibración del detector piroeléctrico a 1 550 nm y 1 610 nm, así como las fuentes de incertidumbre más representativas.

Tabla. 1. Resultado de la calibración del piroeléctrico.

Longitud de onda nominal λ	Factor de Corrección (FC)	Incertidumbre relativa expandida (k=2.02)
1 550 nm	1.012 8	0.25
1 610 nm	1.015 1	0.25

Tabla. 2. Presupuesto de incertidumbre en la calibración del piroeléctrico.

Fuente	Tipo/Distribución	Incert Estandar	Coef	Sens	Unidad	Coef Sens	Contribución
Rep./reproducibilidad/c							
entrado	A/Normal k=1	6.99E-04	1.00E+00		adim		6.99E-04
Transmitancia	A/Normal k=1	2.45E-04	1.00E+00		adim		2.45E-04
Absorbancia	B/Normal k=1	1.00E-04	1.00E+00		adim		1.00E-04
Resolución (P_{2c})	B/Rectangular k=1	7.07E-10	1.00E+04		1/W		7.07E-06
Medición radiómetro	normal	3.34E-08	1.00E+04		1/W		3.35E-04
Medición Piroeléctrico	B/Normal k=2	9.51E-08	1.00E+04		1/W		9.52E-04
					u		1.26E-03
					U		2.54E-03
					%		0.250%

A continuación se muestran los resultados de la calibración del medidor de potencia de InGaAs.

Tabla. 3. Resultado de la calibración del MPO.

Longitud de onda nominal λ	Factor de Corrección (FC)	Incertidumbre relativa expandida (k=2.02)
1 550 nm	0.9831	0.22
1 610 nm	0.9881	0.33

4. DISCUSIÓN

Al comparar el factor de corrección a 633 nm (FC:1.012 2) y los factores de corrección obtenidos a 1 550 nm y 1 610 nm del detector piroeléctrico se observa un comportamiento espectralmente lineal ya que el valor es prácticamente el mismo. Las pequeñas diferencias encontradas entre ellos están cubiertas por sus incertidumbres. Esta situación permitirá ampliar las capacidades de medición del detector no solo en los puntos medidos sino también a longitudes de onda cercanas a estos puntos.

La calibración del medidor de potencia de InGaAs usando el radiómetro criogénico como patrón de medida permitirá la disminución del nivel de incertidumbre de 0.81% a 0.33%, incluso considerando el peor de los escenarios que es a 1 610 nm donde el detector debido a la responsividad del material presenta una pendiente muy abrupta. Adicionalmente este nuevo arreglo permite eliminar un eslabón en la cadena de trazabilidad impactando de manera significativa en el presupuesto de incertidumbre de los servicios de calibración atendiendo de mejor manera a la demanda actual y las necesidades del país.

5. CONCLUSIONES

El trabajo muestra la ampliación de las capacidades de medición del radiómetro criogénico hacia el infrarrojo así como el impacto que tiene esta ampliación en la calibración de medidores de potencia óptica al disminuir la incertidumbre de medida. Esta mejora puede ser utilizada no solo en el área de las telecomunicaciones sino en beneficio de otros sistemas de medición como lo es el sistema de calibración de medidores de radiación solar a través de la confirmación de la linealidad espectral de detectores piroeléctricos.

REFERENCIAS

- [1] M. López, W.Schmid, "Calibración De Medidores De Potencia Óptica Utilizados En Sistemas De Fibra Óptica", Publicación Técnica CNM-MFO-PT-003, CENAM, 2000.
- [2] International Commission of Illumination, "Spectral Responsivity Measurement of Detectors, Radiometers and Photometers", CIE 202:2011
- [3] Subcommittee 86A, "Optical Fibres: Calibration of fibre-optic power meters", IEC/CEI-61315:2005, International Electrotechnical Commission, Geneva, Switzerland, (2005).

COMPARATIVO DE LAS NORMAS MÁS UTILIZADAS EN LA CALIBRACIÓN DE MANÓMETROS EN PRESIÓN RELATIVA

Juan M. López, Jorge C. Torres, Jesús Aranzolo
 Centro Nacional de Metrología. km 4.5 Carretera a los Cués, El Marqués, Querétaro, México
 Tel: (442) 2 11 05 00, mlopez@cenam.mx, jtorres@cenam.mx, jaranzol@cenam.mx

Resumen: En una gran cantidad de aplicaciones los instrumentos de medición son utilizados en función a su clase de exactitud y a los errores máximos permitidos asociados a esta. En la calibración de los instrumentos es muy importante elegir el método, el patrón, la norma así como las condiciones de calibración con el objetivo de obtener una incertidumbre de calibración apropiada para la clase de exactitud del instrumento. En el presente trabajo se presenta un comparativo de los alcances y limitaciones de las normas más utilizadas para la calibración de los manómetros de presión relativa.

1. INTRODUCCIÓN

La calibración de manómetros en presión relativa es un tema de importancia en diferentes sectores de la industria así como en aplicaciones científicas, la calibración de estos manómetros generalmente se realiza por comparación directa. En el desarrollo de este trabajo se realiza una comparación entre las normas más utilizadas para la calibración de manómetros en presión relativa para identificar la norma que se debe aplicar en función de las características metrológicas del instrumento así como el campo de aplicación.

2. MANÓMETROS RELATIVOS

La fuerza que ejerce un líquido, sólido o gas sobre una superficie se le conoce como presión, es decir, es la fuerza normal ejercida por unidad de área, la unidad para medir la presión es el pascal (Pa).

$$P = \frac{F}{A} \quad (1)$$

Donde:

F = Fuerza, generalmente expresada en newton (N)

A = Área, expresada en metros (m)

P = Presión, expresada en el sistema internacional de unidades como pascal (Pa).

El manómetro es un dispositivo que proporciona una respuesta directa en función de los cambios de presión en términos de magnitudes base, masa, longitud y tiempo. Cuando se habla de presión relativa se hace referencia a la presión medida respecto a la presión atmosférica.

Los principales manómetros para la medición de presión relativa son: manómetros tipo bourdón,

diafragma, fuelle/cápsula, piezoeléctricos y de resistencia.

3. NORMALIZACIÓN

Existen diferentes normas en las cuales se especifican los intervalos de medición de acuerdo a la clase de exactitud del instrumento. En la tabla 1 se indican las normas más comúnmente utilizadas así como las particularidades de cada una de ellas. En la tabla, n es cualquier número entero positivo, negativo o cero. El intervalo de medición para la norma OIML R 101 está comprendido entre 0.05 MPa y 1 000 MPa, mientras que para la norma OIML R 109 está comprendido entre 0.06 MPa y 250 MPa.

4. CONCLUSIONES

Se revisaron las normas más comunes utilizadas en la calibración de manómetros de presión relativa (OIML R101, OIML R109, ASME/ANSI B40.1, ASME/ANSI B40.7). Con base en estas normas es posible generar procedimientos de calibración.

Es importante conocer estas normas ya que al tener diferentes intervalos de medición así como errores máximos permitidos y diferentes clases de exactitud, puede ser que el instrumento bajo calibración no cumpla con lo especificado según determinada norma. Sin embargo, si se cuenta con las más utilizadas y conociendo cada una de ellas es muy posible que el manómetro para presión relativa pueda ser calibrado basándose en una norma distinta a la que en un principio se había seleccionado.

Tabla 1. Normas utilizadas en la calibración de manómetros de presión relativa.

Norma	Clase de exactitud	Intervalo de medición	Unidad	Número de puntos	Clase de exactitud	Error permisible			
						Clase de exactitud	< 25%	50%	> 75%
OIML R101	0.25, 0.4, 0.6, 1, 1.6, 2.5, 4 0.25, 0.5, 1, 2, 5	1*10 ⁿ , 1.6*10 ⁿ , 2.5*10 ⁿ , 4*10 ⁿ , 6*10 ⁿ 1*10 ⁿ , 2*10 ⁿ , 5*10 ⁿ	Pa	8	0.6, 0.1, 0.16 (0.15), 0.2, 0.25, 0.4, 0.5, 0.6 1, 1.6, 2, 2.5, 4, 5	El máximo error permisible: 0.8 A, para los instrumentos nuevos o reparados. A para instrumentos en servicio, donde A es la clase de exactitud.			
						Clase de exactitud	< 25%	50%	> 75%
OIML R109	0.06, 0.1, 0.16 (0.15), 0.25, 0.4, 0.6 0.1, 0.2, 0.5	1*10 ⁿ , 1.6*10 ⁿ , 2.5*10 ⁿ , 4*10 ⁿ , 6*10 ⁿ 1*10 ⁿ , 2*10 ⁿ , 5*10 ⁿ	Pa	8	0.06, 0.1, 0.16 (0.15), 0.2, 0.25, 0.4, 0.5, 0.6	El máximo error permisible: 0.8 A, para los instrumentos nuevos o reparados. A para instrumentos en servicio, donde A es la clase de exactitud.			
						Clase de exactitud	< 25%	50%	> 75%
ASME/AN SIB40.1	4A, 3A, 2A, 1A, A, B, C, D	0/1, 0/10, 0/100, 0/1000, 0/10000, 0/100000, 0/160000, 0/1600000, 0/16000000, 0/25000000, 0/250000000, 0/400000000, 0/4000000000, 0/6000000000, 0/60000000000	kPa	10	4A			0.1	
				5	3A, 2A, 1A, A			0.25	
				3	B, C, D			0.5	
								1.0	
								2.0	2.0
								3.0	3.0
								4.0	4.0
								5.0	5.0
				15	5A, 5AR			± 0.05% de la A. del I	
				10	4A, 4AR			± 0.05% de la A. del I	
				5	3A, 3AR, 2A, 2AR, A, AR			± 0.1% de la A. del I	
				3	B, BR			± 0.25% de la A. del I	
								± 1.0% de la A. del I	
								± 2.0% de la A. del I	
				ASME/AN SIB40.7	5A, 5AR, 4A, 4AR, 3A, 3AR, 2A, 2AR, A, AR, B, BR	0/10, 0/30, 0/60, 0/100, 0/200, 0/300, 0/600, 0/1000, 0/2000, 0/3000, 0/6000, 0/10000	psi	15	5A, 5AR
10	4A, 4AR							± 0.05% de la A. del I	

COMPARATIVO DE LAS NORMAS MÁS UTILIZADAS EN LA CALIBRACIÓN DE BALANZAS DE PRESIÓN

Edgar A. Manríquez, Jorge C. Torres, Jesus Aranzolo
 Centro Nacional de Metrología. km 4.5 Carretera a los Cués, El Marqués, Querétaro, México
 Tel: (442) 2 11 05 00, emanriqu@cenam.mx, jtorres@cenam.mx, jaranzol@cenam.mx

Resumen: La balanza de presión es un instrumento diseñado para medir y generar presión en un fluido, basado en el principio de equilibrio de la fuerza producida por la presión medida sobre un área conocida con la fuerza gravitacional de las pesas aplicadas sobre el ensamble pistón–cilindro. Son instrumentos muy confiables tanto para el sector industrial como para los laboratorios de calibración, son utilizados como patrones de referencia dadas sus propiedades metroológicas de estabilidad, precisión y exactitud, que a su vez estos instrumentos deben de ser calibrados con balanzas de presión del alta clase de exactitud.

1. INTRODUCCIÓN

La calibración de balanzas de presión (también llamadas manómetros de pistón o balanzas de pesos muertos) es un tema de importancia en diferentes sectores industriales así como en aplicaciones científicas y tecnológicas. La calibración de estos instrumentos se realiza por el método de flotación cruzada.

La flotación cruzada se realiza utilizando dos balanzas de presión las cuales están conectadas entre sí. Por medio de un fluido se transmite la presión en el sistema y se deben equilibrar las balanzas haciéndolas flotar al mismo tiempo contra la presión generada en el sistema, adicionando o quitando masa en el patrón y se monitorea la caída del pistón en el indicador de nivel. Los pistones deben estar en su nivel de referencia. Los tipos de calibración en flotación cruzada son: en presión o en área efectiva.

2. BALANZA DE PRESIÓN

Las balanzas de presión son instrumentos de medición primarios ya que miden la presión en términos de las magnitudes base: masa, longitud y tiempo. Estos instrumentos están compuestos generalmente por un ensamble pistón-cilindro, porta masas y un juego de masas.

La fuerza que ejercen las masas sobre la superficie del pistón-cilindro se le conoce como presión, es decir, la fuerza normal ejercida por unidad de área (ecuación 1).

$$P = \frac{m \cdot g}{A} \quad (1)$$

Donde:

m = masa en (kg)

g = aceleración gravitacional en (m/s²)

A = área en (m²)

P = presión en (Pa).

3. NORMALIZACIÓN

Existen diferentes normas en las cuales se especifican los intervalos de medición de acuerdo a la clase de exactitud del instrumento. En la tabla 1 se indican las normas más comúnmente utilizadas así como las particularidades de cada una de ellas, para balanzas de presión.

4. CONCLUSIONES

Se revisaron las normas más comunes utilizadas en la calibración de balanzas de presión (OIML R110, EAL G26). Con base en estas normas es posible generar procedimientos de calibración.

Es importante conocer estas normas ya que al tener diferentes intervalos de medición así como errores máximos permitidos y diferentes clases de exactitud, puede ser que el instrumento bajo calibración no cumpla con lo especificado según determinada norma.

Norma	Clase de exactitud	Intervalo de medición	VELOCIDAD DE CAIDA DEL PISTÓN						
OIML R110	0.005, 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2	1*10 ⁿ , 1.6*10 ⁿ , 2.5*10 ⁿ , 4*10 ⁿ , 6*10 ⁿ	Límite superior medición (MPa)	Máxima velocidad de caída del pistón para la clase de exactitud (mm/min)					
				0.005	0.01	0.02	0.05	0.1	0.2
			0.1 a 1 GAS > 1 GAS 0.6 a 6 LIQ. 6 a 500 LIQ.	1	1	1	2	2	-
				2	2	2	3	3	-
				0.4	0.4	0.4	1	2	3
		1.5	1.5	1.5	1.5	3	3		
		TIEMPO DE LIBRE ROTACIÓN giro = fabricante							
		1*10 ⁿ , 2*10 ⁿ , 5*10 ⁿ	Límite superior medición (MPa)	Tiempo de libre rotación para la clase de exactitud (min)					
				0.005	0.01	0.02	0.05	0.1	0.2
			0.1 a 6 6 a 500	4	4	3	2	2	2
6	6			5	3	3	3		
Número de puntos	10%,20%,30%,40%,50%,60%,70%,80%,90%,100%				10%, 20%, 40%, 60%, 80%, 100%				
EAL G26	0.004, 0.005	1.5 kPa a 7 MPa GAS / 1.5 kPa a 100 MPa GAS	Límite superior medición p = Presión	Máxima velocidad de caída del pistón para la clase de exactitud (min/carrera)					
				5 x 10 ⁻⁴ * p	5 x 10 ⁻⁵ * p				
			1.5 kPa a 7 MPa GAS	3	3				
			1.5 kPa a 100 MPa GAS	3	3				
			0.1 MPa a 500 MPa LIQ.	3	3				
		TIEMPO DE LIBRE ROTACIÓN giro = fabricante							
		0.1 MPa a 500 MPa LIQ.	Límite superior medición p = Presión	Tiempo de libre rotación para la clase de exactitud (min)					
				5 x 10 ⁻⁴ * p	5 x 10 ⁻⁵ * p				
			1.5 kPa a 7 MPa GAS	3	3				
			1.5 kPa a 100 MPa GAS	3	3				
			0.1 MPa a 500 MPa LIQ.	3	3				
		Número de puntos	10%,20%,40%,60%,80%,100%						

RESULTADOS PRELIMINARES EN EL DISEÑO Y DESARROLLO DE UN MEDIDOR DE RADIACIÓN UV BASADO EN LED

N. Vidal-Medina, C. H. Matamoros-García
 División de Óptica y Radiometría, Centro Nacional de Metrología,
 km 4.5 Carretera a Los Cués, 76246, Querétaro, México
 nvidal@cenam.mx

Resumen: Se presenta el diseño, desarrollo y los resultados de medición realizados para generar un prototipo de medidor de UV basado en un led de UV. Considerando la utilización de una fuente estable de radiación ultravioleta de estado sólido con radiación óptica centrada en los 365 nm y una óptica que colime la mayor cantidad de radiación UV al led UV que funciona como detector, se pretende desarrollar un dispositivo detector de radiación UV que pueda ser utilizado en la industria para garantizar los niveles de radiación necesarios en los procesos que incorporan radiación UV. Se presentan los resultados obtenidos en las primeras pruebas de caracterización del LED UV como detector, discutiendo las principales complicaciones en las mediciones necesarias, pequeña área de detección, alto ruido eléctrico en la etapa de amplificación, entre otros aspectos.

1. INTRODUCCIÓN

A partir de 2016 el Patrón Nacional de Dosis de Radiación UV que es mantenido en el Laboratorio de Dosimetría Óptica se actualizó mediante la integración de un conjunto de fuentes de estado sólido en longitudes de onda de 365, 331 y 254 nm lo cual arroja una mejora significativa en la estabilidad del flujo radiante (figura 1), además de la facilidad para controlar los parámetros de consumo eléctrico de la fuente UV para contar con diferentes intensidades para el proceso de calibración.

Éstas mejoras hicieron posible un mejor control en la fuente de radiación UV y facilitaron una reducción de la incertidumbre de medición en valores por debajo del 2.1% ($k=2$) para los servicios de calibración actualmente ofrecidos.

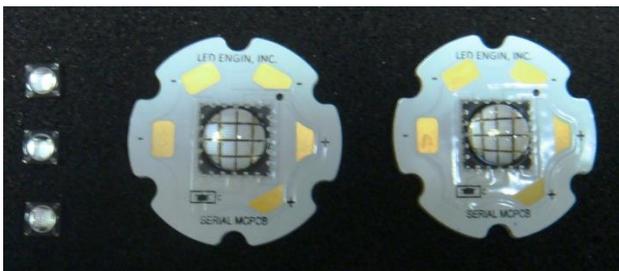


Fig. 1. Referencias de estado sólido para UV.

En las calibraciones realizadas se ha observado que los equipos comerciales presentan una alta variabilidad en sus lecturas y un deterioro significativo en los componentes donde incide la radiación UV (arreglo de difusor, filtro y detector de radiación óptica), provocando en todas las calibraciones, significativos errores sistemáticos en

la medición de radiación UV. Esto debido principalmente a que los detectores de radiación UV se basan en fotodetectores de silicio, filtros y elementos plásticos, que se ven seriamente deteriorados por la acción de la radiación UV. El prototipo de detector de UV en desarrollo tiene como objetivo evaluar el uso de un led de UV habilitado como detector para tratar de mejorar la estabilidad y reducir los errores sistemáticos con respecto a los detectores comerciales que actualmente se calibran en el Laboratorio de Dosimetría Óptica.

Se asume que el material de fabricación del led de UV soportara mejor el desgaste provocado por las altas dosis de radiación UV utilizadas en las aplicaciones industriales, pudiendo reducirse los altos errores sistemáticos y extender el periodo de calibración. Aquí se presentan los primeros resultados de este desarrollo.



Fig. 2. Materiales para el prototipo de detector de radiación UV.

2. DESARROLLO

El diseño del detector es simple y primeramente se monta el led que sirve como medidor sobre el eje

óptico de la referencia de UV a 365 nm, utilizando el mismo procedimiento para alinear los medidores de UV bajo calibración. Se coloca una lente de $f = 12$ mm para aumentar la cantidad de radiación incidente en el led usado como medidor (figura 2). Los cables del led se conectan a un amplificador operacional OPA3512, el cual está alimentado por una fuente de DC externa de ± 15 V.

La ganancia del amplificador operacional se puede regular para modificar el valor de tensión eléctrica que se genera al hacer incidir radiación sobre el led que sirve como detector. La señal eléctrica proveniente del amplificador es capturada por un multiplexor Agilent 23534A y registrada en una hoja de cálculo junto a los parámetros de alimentación de la referencia de UV, posteriormente se calcula la relación entre la cantidad de radiación que emite la referencia UV y la señal eléctrica que se genera en el led medidor de UV. A esta relación se le conoce como sensibilidad radiométrica.

3. RESULTADOS

Se hace incidir valores de irradiancia UV a 365 nm en 1.0, 2.5 y 5.0 mW/cm².

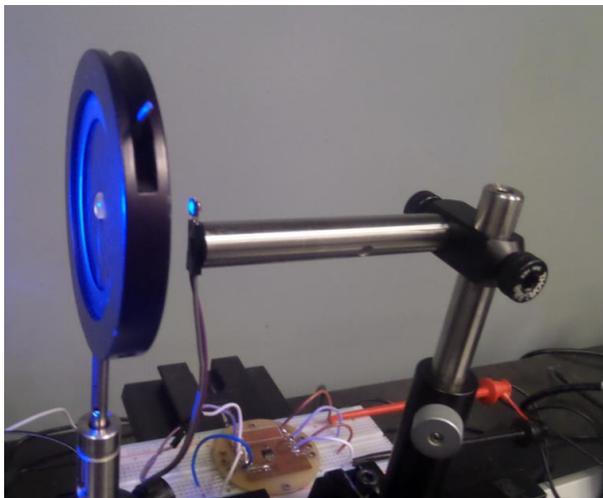


Fig. 3. Led UV medido con radiación UV a 365 nm.

Las mediciones realizadas indican que el led utilizado como medidor de UV requiere una gran cantidad de radiación para generar una señal limpia y clara que pueda relacionarse a una escala de medición similar a los medidores comerciales.

En valores relativamente pequeños de irradiancia UV (1 mW/cm²) la señal proveniente del led es muy cercana al ruido eléctrico que proviene del amplificador operacional (baja sensibilidad). Si el led

se irradia sin la lente no es posible distinguir cambios significativos en la salida del amplificador operacional (pequeña área de detección). Cuando los niveles de radiación son más grandes (5 mW/cm²), es posible obtener valores de tensión eléctrica suficientemente grandes para relacionarlos con una escala de medición funcional. Cambiando la distancia focal de la lente es posible aumentar la cantidad de radiación que incide sobre el led y la señal eléctrica se vuelve más estable.

4. CONCLUSIONES

Para bajos niveles de irradiancia este dispositivo puede no ser adecuado. Las mediciones que se realizan en la industria, encaminadas a medir los niveles de radiación de pequeñas fuentes de radiación (lámparas de descarga) tendrían errores de medición significativos. La baja señal no permite relacionar la señal eléctrica con una escala de medición aceptable.

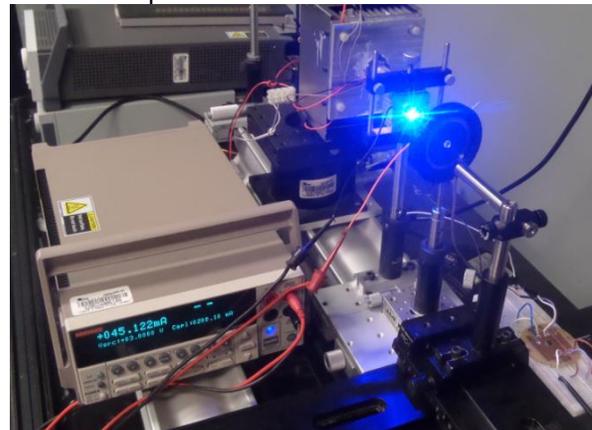


Fig. 4. Caracterización detallada del led UV.

5. TRABAJOS A FUTURO

Seguir con los trabajos de caracterización de led utilizados como medidor. Actualmente es posible adquirir diodos led de UV en forma de arreglo con conexiones internas en serie. Esto puede hacer que la señal proveniente del led pueda ser mejorada.

Es necesario medir este tipo de dispositivos durante periodos ms largos de tiempo, pues debe de caracterizarse la deriva que pueda presentarse en el led que sirve como medidor. La estabilidad y durabilidad de estos dispositivos es importante para desarrollar un medidor confiable que resista los efectos de la radiación UV.

INICIO DE MEDICIONES EN PUNTOS FIJOS EN EL CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA DE PANAMÁ

Fanny C. Castro, Ambar Lorenzo
 Centro Nacional de Metrología de Panamá
 Ciudad del Saber, Edificio 215, Ciudad de Panamá, Panamá
 (+507) 517-3100 fcastro@cenamep.org.pa

Resumen: El laboratorio de termometría del CENAMEP AIP, ha iniciado ensayos para la realización de puntos fijos; en este trabajo se plasman las primeras realizaciones de la escala ITS-90 en los puntos: agua, estaño, indio, galio y mercurio; esto con miras a lograr una meseta de medición para la calibración de termómetros de resistencia de platino por el método de puntos fijos.

1. INTRODUCCIÓN

El primer objetivo fue conseguir mesetas de medición para cada punto fijo ensayado (Sn, In, Ga y Hg) con una duración mínima de 4 horas y lograr reproducibilidades menores a 1 mK. El objetivo final es desarrollar el método de medición con los equipos que se tienen disponibles, en su mayoría mini-celdas selladas de puntos fijos (Sn, In, Ga).

Para la realización de los distintos puntos fijos tomamos como referencia los manuales de las celdas y medios de mantenimiento y se utilizaron dos SPRT de 25 Ω; el 0533 para el Sn e In y el 5057 para Ga y Hg.

2. DESARROLLO

Todas las mediciones fueron realizadas a corriente de 1mA. Graficamos la meseta completa y las mediciones las expresamos en términos de W ; también graficamos la reproducibilidad obtenida entre las realizaciones. Para determinar los valores de W se utiliza la ecuación:

$$W(T_{90}) = \frac{R(T_{90})}{R(273.16 K)} \quad (1)$$

Determinamos la reproducibilidad en el punto triple del agua de la siguiente manera [1]:

$$\Delta T_{mK} = \Delta R * \frac{dT}{dR} \quad (2)$$

Dónde: ΔR es diferencia en las mediciones en el punto triple del agua con respecto a la primera medición efectuada.

$$\frac{dT}{dR} = \left[R_{PTA} * \frac{dW}{dT} \right]^{-1} \quad (3)$$

Dónde: $\frac{dW}{dT}$ es la derivada con respecto a T_{90} de la W de referencia [1].

3. RESULTADOS

En la Tabla 1 se observa que la estabilidad de los sensores en el punto triple del agua (PTA) durante las pruebas realizadas, fue menor de ± 1 mK.

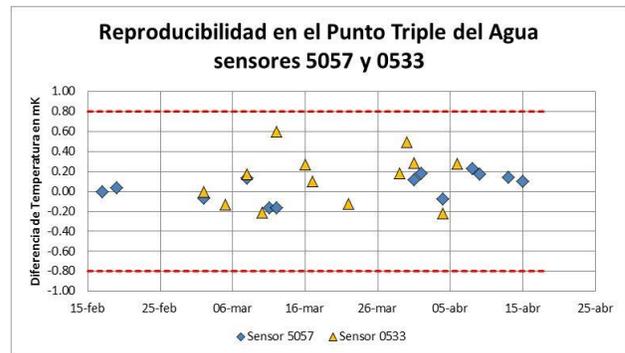
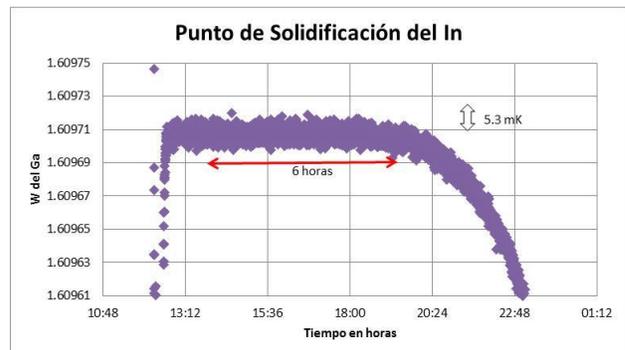


Tabla 1. Reproducibilidad en el PTA

Punto de solidificación de Sn e In

Las mesetas de medición fueron obtenidas mediante solidificación del metal con una duración inicial alrededor de 6 horas.



Gráfica 2. Punto de solidificación del In.

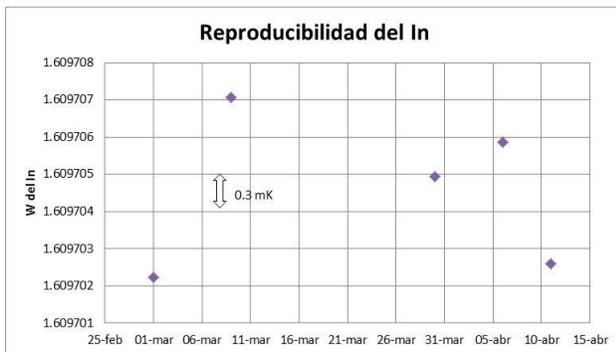
Punto de fusión del Ga y punto triple del Hg

En el caso del mercurio, una celda fabricada en el laboratorio [2], fue necesario aplicarle un pequeño

golpe mecánico para lograr su congelación y obtener el punto triple mediante la fusión del metal. Las primeras mesetas duraron entre 2 y 4 horas. Para el galio se obtuvieron inicialmente mesetas de 8 horas de duración.



A continuación se muestran las gráficas de reproducibilidad de algunos de los puntos fijos ensayados.



Gráfica 4. Reproducibilidad In.



Gráfica 5. Reproducibilidad Ga.

4. DISCUSIÓN

Se logró extender la duración de las mesetas en las realizaciones luego de ajustar los gradientes de los

hornos y baños, en el caso del Sn e In hasta 7 y 8 horas respectivamente y en el caso del Ga y el Hg se logró extender las mesetas hasta 12 y 10 horas respectivamente.

El puente de medición utilizado durante las pruebas es de corriente continua (CC); se utilizó uno de los resistores internos del mismo, que agrega un error aleatorio de $6 \mu\Omega/\Omega$, según las especificaciones del fabricante, a las lecturas de resistencia; esto se ve claramente en la dispersión de los datos graficados. Para eliminar errores ocasionados principalmente por la corriente de operación que se aplica a los sensores, y determinar la corrección por autocalentamiento, es necesario extrapolar a corriente de 0 mA; esto no se hizo debido a que la intención de este trabajo era graficar la duración de la meseta completa, por lo que no aplicamos una segunda corriente. La medición a dos corrientes diferentes se contempla en una etapa posterior a este trabajo.

5. CONCLUSIONES

Con el inicio de las mediciones en puntos fijos, nos queda el compromiso de seguir trabajando en busca de poder desarrollar el método de medición, contemplando ampliar el rango de los puntos; trabajar más con el lector para lograr una mejor configuración del mismo, utilizando resistores externos más estables; seguir trabajando en el ajuste de los medios de mantenimiento; aplicar de manera correcta las correcciones a los valores obtenidos y finalmente el análisis de estimación de incertidumbres. Como laboratorio, aún queda mucho trabajo por hacer, las pruebas que se han presentado en este trabajo son solo el inicio para lograr el objetivo final de tener el completo desarrollo del método de medición por puntos fijos.

REFERENCIAS

[1] H. Preston – Thomas, “The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)”, Metrologia, vol. 27, pag. 3-10, 1990.
 [2] R. Ortega, “Desing, Contruction and Test of a Mercury Triple Point Cell in CENAMEP AIP”, AIP Conf. Proc., vol. 1552, pag. 232-236, 2013.

CALIBRACIÓN DE UN MEDIDOR DE FLUJO DE LÍQUIDOS UTILIZANDO COMO PATRÓN DOS MEDIDORES MÁSCOS CONECTADOS EN PARALELO

Víctor Hugo Vázquez Morales, José Manuel Maldonado Razo
Centro Nacional de Metrología

Carretera a los Cués km 4.5, el Marqués, Querétaro, C.P. 76246

01 442 211 05 00 ext: 3764, 3766, vvazquez@cenam.mx, mmaldona@cenam.mx

Resumen: La máxima referencia en la medición de flujo de líquidos en nuestro país es el Patrón Nacional de flujo de líquidos (PNFL), este patrón es el encargado de dar trazabilidad a las mediciones de flujo de líquidos, con este patrón se calibran medidores de flujo másicos tipo coriolis, ultrasónicos, electromagnéticos, turbinas, desplazamiento positivo, etc. Este trabajo presenta el estudio de la calibración de un medidor de flujo de alto alcance utilizando como patrón de medición dos medidores másicos calibrados individualmente con el PNFL, estos medidores conectados en paralelo tienen un alcance de 18 000 kg/min.

1. INTRODUCCIÓN

El PNFL se fundamenta en el pesado estático de la masa de líquido colectada en un tiempo determinado, la cantidad de líquido colectada por unidad de tiempo define el flujo másico. El flujo volumétrico que pasa a través de un área de sección transversal en un intervalo de tiempo definido se determina a partir del flujo másico y la densidad del líquido.

- La incertidumbre expandida relativa del PNFL es 0.030 % para flujo másico y 0.038 % para flujo volumétrico para un nivel de confianza del 95 % aproximadamente.
- El PNFL cubre un intervalo de medida de 30 L/min - kg/min a 12 000 L/min – kg/min.
- Líquido de trabajo: agua.
- Intervalo de medida de presión manométrica de 0.16 MPa a 1 MPa.
- Material en contacto con el fluido: acero inoxidable.

Un medidor de flujo puede ser seleccionado para la transferencia de custodia de productos líquidos o para aplicaciones industriales, para ello hay una gran diversidad de medidores de flujo, por ejemplo, medidores de flujo tipo turbina, medidores de desplazamiento positivo, medidores ultrasónicos, medidores másicos. Los medidores de flujo son utilizados para la medición de flujo volumétrico y/o la determinación cantidad (volumen), flujo másico y/o la determinación cantidad (masa); siendo el medidor de flujo másico tipo coriolis el más utilizado, en la fig. 1 se muestra este tipo de medidor.

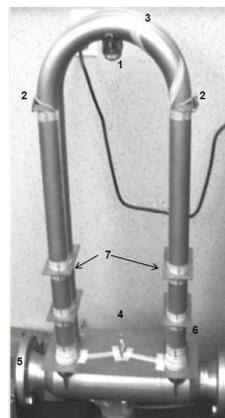


Fig. 1. Medidor de flujo másico tipo Coriolis de tubos en U (componentes: 1. Bobina excitadora, 2. Detectores electromagnéticos, 3. Tubos del sensor, 4. Conexiones eléctricas - señales, 5. Bidas de conexión al proceso, 6. RTD adherido a la pared exterior del tubo y 7. Absorbedor de vibración.).

El principio de medición de un medidor de flujo másico tipo coriolis se basa en el fenómeno que se presenta cuando un objeto sigue una trayectoria en un sistema rotatorio, cuando un fluido fluye a través de los tubos del sensor¹ en oscilación, se produce la fuerza de Coriolis. Esta fuerza origina una flexión (torsión) en sentidos opuestos entre la entrada y la salida del tubo sensor. Si el flujo másico a través del tubo en oscilación se incrementa, la flexión en los tubos es mayor, esta flexión provoca un cambio en la señal eléctrica de los detectores electromagnéticos montados a la entrada y salida de los tubos (fig 1, numeral 2), la ec. 1 presenta el modelo matemático que rige el comportamiento del medidor.

¹ Elemento de un instrumento de medición que está sometido directamente a la acción del mensurando.

$$q_m \cong K * \Delta t \quad (1)$$

Donde:

q_m : Caudal másico, kg/min.

K : Constante geométrica de proporcionalidad

Δt : Desfasamiento de señal, μ s.

2. CALIBRACION

2.1 Calibración de medidores patrón

El sistema de medición consta de dos medidores de flujo másico tipo coriolis, los cuales son utilizados como patrones móviles para realizar la calibración de medidores de flujo en sitio. La calibración de cada medidor del sistema de medición se realiza con el PNFL en el intervalo de medida de (500 a 10 000) kg/min en 7 puntos de medición, al utilizar estos medidores en paralelo se tiene un caudal máximo de medición de 18 000 kg/min.

Cada uno de los medidores másicos esta instrumentado con instrumentos de medición de temperatura y presión que a su vez tienen trazabilidad hacia patrones nacionales, los medidores están instrumentados según la norma API 5.6 "Measurement of Liquid Hydrocarbons by Coriolis Meter".

2.2 Calibración de medidores usando el sistema de medición

La calibración de un medidor con el sistema de medición puede realizarse en alguna de las siguientes modalidades:

1. Utilizando el medidor patrón M1
2. Utilizando el medidor patrón M2
3. Utilizando el medidor patrón M1 + el medidor patrón M2

Las mediciones se realizaron en el laboratorio de flujo de líquidos del CENAM utilizando la instalación del PNFL, usando agua como fluido de prueba. Las pruebas se realizaron en tres caudales Q_{min} , Q_{med} y Q_{max} . Para realizar las pruebas se usó un medidor de flujo másico tipo Coriolis de 8 pulgadas configurado en modo volumen o flujo volumétrico, con un intervalo de medición de 500 L/min a 12 000 L/min.

3. MODELO MATEMÁTICO

La ecuación utilizada para la obtención del factor de calibración del instrumento bajo calibración (IBC) es la siguiente:

$$FM = \frac{\text{Volumen del patrón}}{\text{Volumen del IBC}} \quad (2)$$

Donde: el volumen tanto del patrón como el IBC están referidos a condiciones base (20 °C y 101 325 Pa)

4. RESULTADOS

La evaluación de los resultados obtenidos se realiza por medio del valor de ζ score, mediante el modelo de la ec. 3, en todos los casos el valor de referencia es el determinado con el PNFL.

$$\zeta = \frac{FM_i - FM_{ref}}{\sqrt{u_{FM_i}^2 + u_{FM_{ref}}^2}} \quad (3)$$

Donde:

FM_i : es el valor del factor de calibración del IBC obtenido usando: el medidor M1, el medidor M2, el medidor M1 + medidor M2, FM_{ref} : es el valor del factor de calibración del IBC utilizando el PNFL.

u_{FM_i} : es la incertidumbre típica de FM estimada para cada caso.

$u_{FM_{ref}}$: es la incertidumbre típica de FM obtenida con el PNFL.

La evaluación del valor de ζ score se realiza para cada uno de los caudales de prueba.

5. CONCLUSIONES

- Los diferentes métodos de calibración deben ser consistentes.
- la repetibilidad del patrón debe ser en todos los casos $\leq 0,05$ % y se determinara empleado la desviación estándar experimental de 5 mediciones consecutivas.
- Los resultados de la comparación son aceptables si se cumple que $\zeta < 1$.

AGRADECIMIENTOS

Al equipo del laboratorio de automatización por su trabajo y dedicación en el diseño e implementación del sistema de adquisición de datos.

REFERENCIAS

- [1] ISO 10790:2015 "Measurement of fluid flow in closed conduits -- Guidance to the selection, installation and use of Coriolis flowmeters (mass flow, density and volume flow measurements)".
- [2] API 5.6 "Measurement of Liquid Hydrocarbons by Coriolis Meter".

DESCRIPTION OF THE CALCULABLE PRIMARY STANDARD FOR ANTENNA GAIN MEASUREMENTS FROM 1 GHz TO 18 GHz AT CENAM

Luis Eduardo Carrión Rivera
 Centro Nacional de Metrología
 Carretera a Los Cués km 4.5. El Marqués, Querétaro. C. P. 76246
 +52 442 2110500 ext. 3460 lcarrion@cenam.mx

Abstract: The purpose of this paper is to describe the main characteristics of the Primary Standard for Antenna Gain used at CENAM and its applications.

1. INTRODUCTION

Antenna Gain (G) is a parameter for an antenna that relates actual radiated power density to a theoretical power density for an isotropic antenna at a given distance. Testing laboratories use this parameter to obtain values of electric field in radiated-emission testing and immunity testing as well in electromagnetic compatibility applications. Telecommunication industry uses antenna gain for applications like wireless communications coverage prediction from a Base Station. CENAM establishment of a Calculable Primary Standard for Antenna Gain (PNGA) concluded in March 2015. This paper shows the main characteristics of this standard.

2. PHYSICAL REALIZATION OF ANTENNA GAIN

Antenna Gain is a derived quantity whose realization depends on the frequency range. Antenna Gain is measured in the Far-Field zone of the antenna, that is, where the value is independent from distance. Far-Field zone is a function of frequency and antenna dimensions, so, the electrically larger is an antenna, the greater distance to reach the Far-Field zone. Given these size limitations, antenna standards are physically different depending on the frequency ranges: from 1 kHz to 30 MHz loop antennas or monopole antennas are used, from 30 MHz to 1 GHz, resonant dipoles, meanwhile from 1 GHz to 110 GHz pyramidal horn antennas are used as calculable standards.

Pyramidal horn antennas have some attributes that make them suitable for standards: they can be easily manufactured and its gain value can be accurately calculated and reproduced. The accuracy of the standard can be transferred to other antennas by means of some high accuracy methods like the Standard Antenna Method (STA) or the Three Antenna Method (TAM). A previous publication on the

Primary Standard for Antenna Gain shows details about antenna parameters calculation [1]. Figure 1 shows the set of seven pairs of standard gain horn antennas (SGHA) available at CENAM.



Fig. 1. Standard Gain Horn Antenna set.

3. RESULTS

The Calculable Primary Standard for Antenna Gain covers the frequency range from 1 GHz to 18 GHz, with gain values ranging from 13.79 dB to 22.71 dB. The amplitude range does not necessarily mean that other values cannot be measured. In fact, when using the STA or TAM, any antenna gain value is possible. The more directive the radiation pattern is, the higher the antenna gain value. Having high antenna gain values leads to better uncertainties in antenna calibration. Uncertainty levels go from ± 0.21 dB to ± 0.68 dB (with $k = 2$ for a confidence level of about 95%) dependant on frequency. Details about results can be found in [2].

4. UNCERTAINTY ESTIMATION

As reported previously [1], mathematical model for antenna gain measurement is given by:

$$G = -13.78 + 10 \log_{10}[R] + 10 \log_{10}[f] + \frac{1}{2}[P_A - P_{Dir} + M_{21}] + E_{cc} \quad (1)$$

Where R [m] is the distance between antenna apertures, f [MHz] is frequency, P_A [dB] is the insertion loss when antennas are inserted, P_{Dir} [dB] is the direct connection insertion loss with no antennas present, M_{21} [dB] is the matching error correction and E_{cc} [dB] is the correction factor of the near field error. Table 1 shows the calculated uncertainty budget.

Table 1. Uncertainty Budget for 1 700 MHz.

G at 1 700 MHz		Model: $G = -13.78 + 10 \log_{10}[R] + 10 \log_{10}[f] + \frac{1}{2}[P_A - P_{Dir} + M_{21}] + E_{cc}$						
VI	VE	FI	PDF	$u(x)$	c. s.	$\frac{u(y)}{[dB]}$	ν	
R	10 m	Mastil oscillation	uniform	0.05 m	0.5	$\frac{10 \log e}{R}$	0.01	60
f	1 700 MHz	VNA frequency stability	uniform	0.21 MHz		$\frac{10 \log e}{f}$	0.00	120
P _A	-31.32 dB	Standard deviation	normal	0.02 dB	0.5		0.00	4
		VNA uncertainty in transmission	uniform	0.16 dB		0.05	60	
		Site imperfections	uniform	0.15 dB		0.04	80	
		Antenna alignment	uniform	0.51		0.18	40	
P _{Dir}	-7.87 dB	Standard deviation	normal	0.11 dB	0.5		0.03	4
		VNA uncertainty in transmission	uniform	0.05 dB		0.01	60	
M ₂₁	-0.02 dB	Mismatch uncertainty	uniform	0.00 dB	0.5	0.00	160	
E _{cc}	0.19 dB	Chart resolution from [3]	uniform	0.05 dB	1	0.03	100	
G	16.98 dB					u_c [dB]	0.20	
						v_{eff}	55	
						k	2.0	
						U [dB]	0.40	

Among all uncertainty sources, antenna alignment and site imperfections are of special interest because of their contribution to U .

4.1. Antenna alignment

Calculation for antenna gain is based on theoretical power received in the direction of maximum radiation. This maximum power is received when the antenna pair has its axis aligned in that direction. Otherwise, received power will decay as a function of radiation pattern. The more directive the radiation pattern is, the more uncertainty due to antenna misalignment. The contribution is calculated using:

$$u_{alignment} = 10 \log [1 + G_E(\theta)] \quad (2)$$

where $G_E(\theta)$ is the radiation pattern in θ direction, which is defined in [2] as the maximum tolerable misalignment. The value of θ depends on the capabilities of alignment for each laboratory.

4.2. Site imperfections

Antenna gain is also based on the direct-path received measured power. In order to avoid multipath in antenna calibration, antennas were placed at a height of 5 m over ground plane at CALTS-CENAM. This distance is sufficiently high to avoid such multipath interference. However, there is a slight response in the direct path due to radiation pattern. Therefore, estimation for uncertainty should be estimated using:

$$u_{site} = 10 \log \left[1 + G_E(\theta) \frac{R}{R'} \right] \quad (3)$$

which, in the worst case, adds (in-phase addition) or subtracts (out-of-phase addition) power from direct-path due to radiation pattern in the direction of specular reflection.

4.3. Other uncertainty sources

Table 1 shows other uncertainty sources, but its contribution to U can be negligible. Characterization of the VNA in both transmission and reflection can improve U . Using phase-matched cable can improve contribution due to P_{Dir} and P_A .

5. CONCLUSIONS

A Calculable Primary Standard for Antenna Gain was established in Mexico by using a calculable set of Standard Gain Horn Antennas in the frequency range from 1 GHz to 18 GHz. The Primary Standard of the Antenna Gain is the local realization of this derived quantity, which allows to establish domestic traceability to the SI Units by transferring its value and accuracy to other kind of antennas such as those used for EMC testing and for telecommunication services. by means of different calibration services available at CENAM.. Detailed information about this standard is published in an internal technical report and can be requested any time.

REFERENCES

- [1] L. E. Carrion, I. García Ruiz, “Avances en el establecimiento del Patrón Nacional de Ganancia de Antena”, *Memorias del Simposio de Metrología 2014*, October 2014.
- [2] Patrón Nacional de Ganancia de Antena. Informe Técnico. Centro Nacional de Metrología. Marzo de 2015.
- [3] E. H. Braun. “Gain of Electromagnetic Horns”. *Proceedings of the IRE*. January, 1953. Pp. 109-115.

OPTIMIZACIÓN DEL MÉTODO DE CALIBRACIÓN DE HIGRÓMETROS EN LATU

Andrea Sica, Ofelia Robatto y María Belén Garcé
Laboratorio Tecnológico del Uruguay
Av. Italia 6201.
(598) 26013724 y asica@latu.org.uy

Resumen: Debido a los requerimientos de la industria y de los laboratorios del Uruguay surgió la necesidad de aplicar un método de calibración de higrómetros que emplee tiempos de calibración menores y se obtengan menores valores de incertidumbre. Con este fin se adquirió un patrón de medición de punto de rocío y una cámara ambiental como generador de humedad. Para la utilización de este método se realizó su correspondiente validación. Este artículo explica los componentes que fueron tomados en cuenta en la citada validación y que factores se consideran en la estimación de la incertidumbre para la calibración de higrómetros.

1. INTRODUCCIÓN

En el Laboratorio Tecnológico del Uruguay (LATU) las calibraciones de higrómetros se realizaban empleando una cámara con sales saturadas y un termo higrómetro de tipo capacitivo como patrón de referencia. Este método de calibración producía deterioro en el sensor patrón, por lo que fue necesario cambiar el método de calibración por otro que no dañe los patrones de referencia. El método de sales requería tiempos de estabilización del entorno de 12 horas usando forzadores de aire y de 24 horas sin forzadores. Debido a la creciente demanda de calibraciones de equipos medidores de humedad relativa se volvió indispensable disminuir los tiempos de calibración anteriores.

Adicionalmente se constató la necesidad de algunos clientes internos de mejorar las capacidades de medida y calibración de los higrómetros.

Estas razones llevaron a nuestro laboratorio a adquirir un nuevo patrón de mejor calidad metrológica y a emplear como generador de humedad una cámara ambiental psicrométrica.

El patrón adquirido es un medidor de punto de rocío, que permite alcanzar valores de incertidumbre inferiores a los que se venían obteniendo.

Este nuevo método de calibración requirió el montaje del sistema de medición y su validación correspondiente.

Los resultados de la validación arrojan una sensible disminución de los valores para las capacidades de medida y calibración de nuestro laboratorio, además de contribuir a la mejora del aseguramiento de calidad de las mediciones.

2. DESARROLLO DEL MÉTODO DE CALIBRACIÓN DE HIGRÓMETROS

2.1. Materiales

Cámara ambiental modelo SH661, serie 92008977, patrón de espejo enfriado modelo S8000 serie 133464 termo higrómetro con dos sensores modelo 454 serie 0560.4540, bomba Sample gas pump P1.1E serie 10009205142281111200 001.

2.2. Armado del sistema de medición empleando el patrón de espejo enfriado

El patrón de medición de punto de rocío extrae aire por medio de una bomba peristáltica proveniente de la cámara ambiental, que envía a su interior para realizar la medición. Esta bomba debe operar a un valor de flujo comprendido entre 300 ml/min a 1000 ml/min.

El generador de humedad es una cámara psicrométrica que posee un volumen determinado de trabajo. Por lo que requirió un estudio de homogeneidad y estabilidad de la cámara de manera de validar el método de calibración y determinar las componentes correspondientes para la estimación de la incertidumbre final.

2.3. Toma de datos

Se utilizaron dos sensores de humedad, que inicialmente se colocaron juntos en el centro del volumen de trabajo de la cámara. De esta forma se determinó la diferencia de las lecturas entre los dos sensores.

Se realizaron tres estudios: uno de homogeneidad para determinar los gradientes de temperatura dentro de la cámara, otro de estabilidad para determinar los gradientes de temperatura en la cámara en el tiempo, y otro de la determinación del tiempo de régimen de la cámara. Para el estudio de homogeneidad de la

cámara se ubicaron los dos sensores de humedad tipo capacitivo, en diferentes posiciones dentro del volumen de trabajo de la cámara. En el centro de este volumen se encuentra ubicado el orificio de la cañería que extrae la muestra de aire que se envía al patrón de espejo enfriado.

La figura 3 muestra el esquema utilizado.

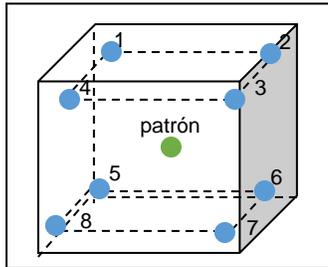


Fig. 3. Esquema de ubicación de los sensores para los estudios de estabilidad y homogeneidad.

Estos estudios se realizaron en 30 %HR, 50 %HR y 80 %HR, rotando los sensores entre las posiciones 1-3, 4-2, 5-7 y 6-8. Se registraron los valores de porcentaje de humedad relativa luego de alcanzado el estado de régimen o estacionario (tiempo mínimo de 20 minutos). Adicionalmente se registró el tiempo de estabilización de cada ensayo de homogeneidad realizado, de manera de establecer si existen diferencias notorias entre los resultados de homogeneidad y el tiempo de estabilización. Con este estudio se determina el tiempo de estado de régimen.

Al mismo tiempo que se registraron los resultados del estudio de homogeneidad se realizó determinación de la estabilidad de la cámara en el tiempo de medida habitual. El tiempo establecido para el estudio fue de 10 minutos, tomando medidas cada 30 segundos.

3. RESULTADOS

3.1. Resultados del estudio de homogeneidad

Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 1.

Puntos medidos	Máximo gradiente a 30%HR/%HR	Máximo gradiente a 50%HR/%HR	Máximo gradiente a 80%HR/%HR
1-3	0,948	1,577	3,496
4-2	1,010	1,764	2,416
5-7	0,665	0,804	1,149
6-8	1,547	1,288	2,227

Tabla 1: Variación de la homogeneidad de la cámara.

3.2. Resultados del estudio de estabilidad

Los resultados del estudio de estabilidad se muestran en la tabla 2.

Puntos medidos	Máximo gradiente a 30%HR/%HR	Máximo gradiente a 50%HR/%HR	Máximo gradiente a 80%HR/%HR
1-3	0,270	0,280	0,430
4-2	0,120	0,849	0,680
5-7	0,240	0,979	0,400
6-8	0,140	0,460	0,789

Tabla 2: Variación de la estabilidad de la cámara.

3.3. Resultados del estudio de tiempo de llegada a régimen de la cámara

Los resultados del estudio de tiempo de régimen se muestran en la tabla 3.

Puntos medidos	Tiempo a 30%HR/min	Tiempo a 50%HR/min	Tiempo a 80%HR/min
1-3	21	106	117
4-2	104	119	105
5-7	97	79	61
6-8	37	124	80

Tabla 3: Resultados de la determinación del tiempo de régimen.

4. DISCUSIÓN

Los máximos gradientes obtenidos en estos estudios de estabilidad y homogeneidad se utilizaron para evaluar las componentes de incertidumbre en el presupuesto de incertidumbre de la calibración de higrómetros empleando la cámara ambiental citada como generador de humedad. En el caso del estudio de estabilidad el máximo gradiente observado es 0.979 %HR. Para el estudio de homogeneidad a 30 %HR el máximo gradiente observado es de 1.547 %HR, para el estudio de homogeneidad a 50 %HR es de 1.764 %HR y para este estudio a 80 %HR es de 3.496 %HR.

5. CONCLUSIONES

La caracterización de la cámara ambiental y del patrón de espejo enfriado permitió optimizar los tiempos de calibración ya que se determinó el tiempo que necesita la cámara para entrar en régimen. Las incertidumbres en la calibración de higrómetros con este método son del entorno del 50 % de las obtenidas por el método de calibración con sales saturadas, atendiendo de esta forma a los requerimientos de la industria en el Uruguay.

DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN PATRON PARA LA CALIBRACIÓN DE MICROMANÓMETROS DIFERENCIALES

Constantino P, Acquarone A.
Laboratorio Tecnológico del Uruguay
Av. Italia 6201, Montevideo, Uruguay
+598 2 6013724 / Ext.1189 – pconstan@latu.org.uy

Resumen: Este trabajo resume los resultados de diseño, construcción y caracterización de un medidor de campana invertida con lectura digital, realizado completamente en el LATU (Laboratorio Tecnológico del Uruguay). El área efectiva del instrumento se calibra por dos métodos independientes, primero en forma dimensional y luego por comparación contra una balanza dinamométrica de pistón. Finalmente se discuten algunas particularidades del diseño propuesto.

1. INTRODUCCIÓN

El manómetro de campana invertida (o campana sumergida) es un antiguo aparato de medición de tipo primario en cuanto a que es calibrado a partir de magnitudes fundamentales de longitud y masa. El instrumento consta de un cilindro cerrado en su base superior, y sumergido parcialmente en un fluido que, a su vez, está contenido en un depósito también cilíndrico. En el esquema tradicional, este sistema se monta en una balanza de dos platos, con el depósito fijo. El diseño propuesto en este trabajo, sustituye la balanza de dos platos por una balanza digital de la cual se suspende la campana invertida, parcialmente sumergida en agua destilada. En este caso, se variará la presión dentro de la campana, observando la diferencia de masa en la balanza digital para el cálculo de la presión generada. Este equipo incluye mejoras a un prototipo similar realizado en LATU (Laboratorio Tecnológico del Uruguay) el 2014.

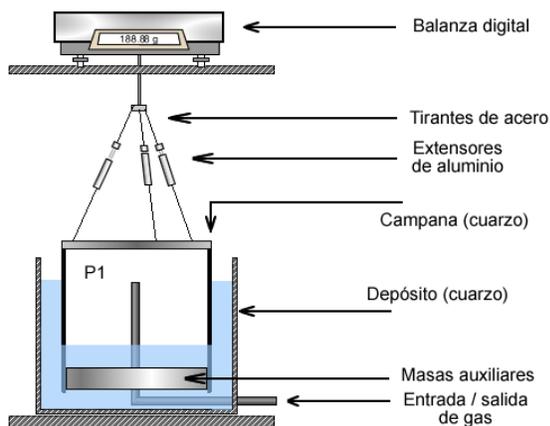


Fig. 1. Diagrama del instrumento propuesto.

El objetivo de este trabajo es la construcción de un instrumento que alcance una precisión adecuada

para la calibración de manómetros diferenciales corrientes de intervalos de presión ultra-bajos (1,5 kPa). Al mismo tiempo se busca minimizar la dificultad y el costo en la obtención de los materiales de manera que pueda repetirse la experiencia en laboratorios secundarios.

2. MATERIALES Y MÉTODO DE CÁLCULO

2.1. Materiales utilizados

.- La campana y contenedor están hechos de cuarzo y ambas piezas fueron adquiridos en el exterior. Constan de cilindros de cuarzo cerrados en una base de diámetro interior nominal 22 cm y 25 cm, con un espesor de 5 mm en ambos casos.

.- La campana está suspendida de 3 alambres de acero de 0.33 mm de diámetro.

.- Para nivelar el instrumento se dispusieron extensores de aluminio en cada uno de estos tirantes.

.- Al extremo sumergido de la campana se le acoplaron 4 kg de acero 304 de forma de bajar el centro de masa del elemento medidor mejorando la flotabilidad e incrementando el intervalo de operación a un mínimo de 1,5 kPa.

.- Para la medición de masa se utiliza una balanza Sartorius modelo CP34001S, con un intervalo de 34 kg y resolución 0,1 g.

2.2. Patrones utilizados en la calibración.

Reloj comparador Mitutoyo modelo ID-C112X, Bloques Patrón cerámicos grado 0 marca Mitutoyo. Micrómetro Mitutoyo modelo 293-265, balanza dinamométrica de pistón marca DH modelo 24610. Finalmente, se evalúa la repetibilidad del instrumento utilizando un módulo Fluke Modelo 700P01 con 0,0001 kPa de resolución.

2.3. Método de cálculo

El área efectiva se calcula a partir de medidas dimensionales según [1]:

$$A_e = A_i + \Delta A \cdot \frac{A_i - A_z}{A_r + A_i - A_z}$$

Siendo A_i el área interna de la campana, ΔA el área de sección correspondiente a la pared de cuarzo, A_z la sección del tubo de entrada de gas, mientras que A_r representa el área entre el diámetro exterior de la campana y el área interior del depósito.

Por su parte, para la evaluación A_e con el manómetro de pistón se realizaron medidas de masa correspondientes a 1500 Pa, calculando el área según:

$$A_e = \frac{\Delta M \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_m}\right) \cdot g}{P_e \cdot [1 + 2 \cdot \alpha \cdot (t - 20)]}$$

Siendo ΔM la diferencia de masas observadas en la balanza entre los estados de medición a presión atmosférica y con presión dentro de la campana, ρ_a y ρ_m , las densidades del aire circundante y de las masas respectivamente. g es la gravedad local, α , el coeficiente de deformación lineal del cuarzo, t la temperatura de ensayo y P_e la presión leída en el manómetro de pistón.

3. RESULTADOS



Fig. 2. Aparato construido y detalles.

Para evaluar la compatibilidad de los resultados en la calibración del área efectiva se calcula el error normalizado respecto de sus incertidumbres asociadas, obteniéndose un valor de $En = 0,56$ por lo que ambas medidas pueden considerarse compatibles. Finalmente, la mayor repetibilidad para

los puntos 0,5 kPa, 1,0 kPa y 1,5 kPa, obtenida como el desvío estándar de 10 medidas es de $7,7 \times 10^{-4}$ kPa.

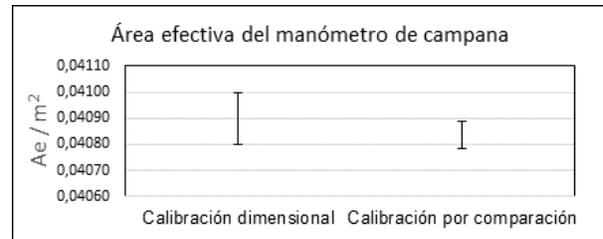


Fig. 3. Resultados comparativos de área efectiva.

4. DISCUSIÓN

Si bien se obtuvieron resultados aceptables, es pertinente mencionar que el diseño permite aun algún grado de optimización. En particular puede evaluarse nuevamente el tamaño de la campana ya que las mayores dificultades para caracterizar el equipo se encontraron en la calibración dimensional de la campana y el depósito. Por otra parte las características geométricas de los tubos de cuarzo de este diámetro no alcanzaron la calidad esperada, presentando variaciones en el diámetro medido de hasta 1 mm a diferentes alturas, incrementando la incertidumbre más de lo esperado. Esto puede ser corregido a diámetros menores sin afectar el desempeño general del equipo.

5. CONCLUSIONES

De las mediciones que se realizaron se concluye que el equipo construido presenta un desempeño adecuado para la calibración de micromanómetros de precisión media. El bajo costo total del equipo, la estabilidad a largo plazo y la posibilidad de calibración por el método dimensional constituyen importantes ventajas frente a otros patrones comerciales en estos intervalos de presión.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece al Sr. Jorge Venis del depto. de Ingeniería y Mantenimiento del LATU por su proactividad y experiencia volcadas a la elección y elaboración de distintas partes del instrumento.

REFERENCIAS

[1] D Zvizdic · L Grgec Bermanec · W Schultz · T Veliki "Characterization of LPM diving-bell manometer". IMEKO 20th TC3, 3rd TC16 and 1st TC22 International Conference.

SISTEMA DE ESPECTROSCOPIA ÓPTICA DE REFERENCIA EN EL CENAM

Tatiana Ortega, Michel Medina, y Carlos Matamoros
 Dirección de Óptica y Radiometría, Centro Nacional de Metrología
 km 4.5 carretera a los Cues, Municipio El Marqués, Querétaro, 76246
 +52 442 2110500, tortega@cenam.mx

Resumen: El Centro Nacional de Metrología está desarrollando un sistema para realizar espectroscopía óptica por la técnica de espectrofotometría UV-Vis, lo cual mejorará el sistema de referencia actual para las mediciones de Transmitancia y Absorbancia espectral. El presente trabajo presenta los avances y resultados iniciales en el establecimiento de este sistema.

1. INTRODUCCIÓN

El Centro Nacional de Metrología (CENAM) en cumplimiento de la misión y visión, debe establecer, mantener y mejorar sus patrones nacionales y sistemas de medición. El Grupo de Propiedades Ópticas de los Materiales de la Dirección de Óptica y Radiometría del CENAM está trabajando en el desarrollo de un nuevo sistema de espectroscopía óptica con el objetivo de mejorar el sistema con el que se establece el Patrón Nacional de Transmitancia, Absorbancia y Reflectancia espectral (PNF-3). Las mediciones de transmitancia y absorbancia son requeridas como control de calidad por diferentes sectores, como por ejemplo: petroquímico, alimentario, salud, automotriz, aeronáutico, textil, entre otros. Para lograr esto se ha realizado la adquisición de equipo de alta exactitud que nos permita establecer un método de medición que brinde la posibilidad de evaluar los efectos de las variables de influencia en la medición de la transmitancia y absorbancia espectral, para brindar trazabilidad a los sectores usuarios de estas magnitudes en el país y a nivel internacional.

2. MATERIALES Y METODOS

El nuevo sistema de referencia para las mediciones de transmitancia y absorbancia espectral, se está instalando en un laboratorio del edificio de laboratorios especiales lo que permitirá desarrollar métodos primarios de alta exactitud, con condiciones ambientales controladas (temperatura ± 0.1 °C y HR ± 10 %) para el desarrollo del proyecto.

2.1. Equipo

En general el sistema estará constituido por cuatro áreas principales: Fuentes de radiación óptica, monocromador, compartimento de muestras, y detector de radiación óptica.

Cada componente de cada área será controlado por medio de una PC y software desarrollado en CENAM para la adquisición y análisis de datos

Fuentes de radiación óptica.

Las fuentes de radiación que se han empleado son, una fuente incandescente-cuarzo-halógena (QTH), un diodo emisor de luz (LED), y láseres, con fuentes de poder de alta estabilidad.

Monocromador.

Es un monocromador marca Horiba, modelo FHR1000, con un alcance espectral de 185 nm a 1500 nm, es un dispositivo óptico que permite, seleccionar y transmitir una estrecha banda de longitudes de onda proveniente de la fuente de radiación óptica que produzca una amplia gama de longitudes de onda.

Compartimento de muestras.

Es el espacio físico donde se colocan las muestras de diferentes dimensiones, las cuales pueden ser sólidos translúcidos, celdas con muestras líquidas, materiales de referencia, entre otros, permitiendo realizar la medición de las propiedades ópticas del material a medir de acuerdo a la configuración requerida. Este espacio establece la disponibilidad para la medición de transmitancia y absorbancia espectral de los diferentes tamaños y formas de las muestras.

Detector de radiación óptica.

El detector usado es un fotodiodo de silicio (Si), Marca Hamamatsu S1337 con un alcance de longitud de onda de 190 nm a 1100 nm, el cual nos permite cubrir el intervalo espectral de trabajo de 400 nm a 750 nm. Al avanzar este trabajo se usará como detector un tubo fotomultiplicador (PMT) para la región ultravioleta (200 nm a 400 nm) y un detector

InGaAs (900 nm a 2500 nm), para contar con los detectores apropiados para cada región espectral.

Todo controlado por una PC y programas desarrollados específicamente para el propósito del proyecto, incluyendo tarjetas de adquisición de datos, microcontrolador (MSP430), que es el encargado del control de encendido y apagado de las fuentes de alimentación del monocromador.

2.2. Avance del proyecto

A la fecha se ha logrado la operación funcional del monocromador, la instalación de un par de fuentes de radiación óptica, las cuales son, una fuente QTH y una fuente LED, y el desarrollo de la interfaz por medio de un micro-controlador y la programación a través de LabVIEW. Este programa nos permite realizar la adquisición de datos del sistema de manera eficiente y practica en la selección de parámetros tales como, ancho de banda espectral, intervalo de datos y niveles de intensidad de la radiación proveniente de las fuentes ópticas.

El programa permite que el usuario sea capaz de seleccionar un intervalo de longitud de onda de 185 nm hasta 800 nm con una resolución de 0.01 nm y un ancho de banda que va desde 0.3 nm hasta 1.7 nm, controlando las aperturas de las rendijas que van desde 0.0 mm hasta 2.0 mm, también decidirá qué tipo de medición o tipo de barrido espectral.

- Tipo 1 (medición discreta): entrega lecturas en un solo punto.
- Tipo 2 (medición continua): va de un punto inicial a un final a una velocidad definida, tamaño del incremento en cada paso del monocromador.

Así mismo se da la opción de seleccionar el número de lecturas y el tiempo de espera entre cada lectura de la adquisición de datos, y el tiempo de encendido de nuestra fuente de radiación.

3. RESULTADOS

Los resultados de mediciones de transmitancia de un material en el sistema desarrollado se compararon con los resultados medidos del mismo material con el espectrofotómetro de referencia comercial, logrando los resultados mostrados en la figura 1. En dicha comparación se observa concordancia en los resultados. Los errores sistemáticos son menores a la incertidumbre de la repetibilidad de las lecturas. En la región de 485 nm a 510 nm hay un de error del 4.83%.

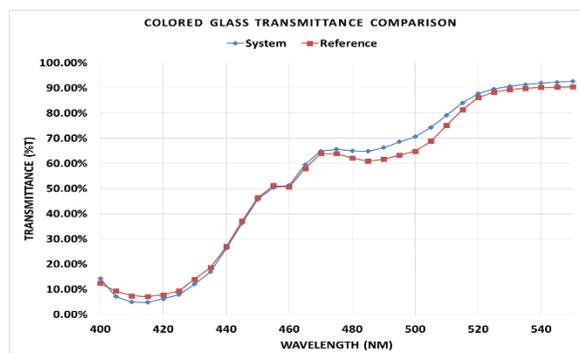


Fig. 1. Comparación de los resultados de mediciones del sistema desarrollado contra el sistema referencia actual.

4. DISCUSIÓN

Los resultados iniciales indican que los instrumentos adquiridos al momento satisfacen los requisitos establecidos y que el desarrollo del sistema avanza de forma apropiada. Se está trabajando en la parte de transmitancia dentro del espectro visible con la fuente de QTH, las mejoras a realizar serán usando una fuente de radiación de Deuterio para la región ultravioleta y la instalación del tubo fotomultiplicador (PMT).

La ventaja de este sistema es la adecuación del compartimento de muestras donde podremos instalar los accesorios para medir muestras solidas desde 1 cm x 1 cm hasta 10 cm x 10 cm.

5. CONCLUSIONES

Los resultados iniciales observados en la figura 1 indican que el desempeño del monocromador es muy satisfactorio y las mediciones iniciales apuntan a que se está en el camino correcto para establecer el sistema de referencia de espectroscopía óptica. Los siguientes meses permitirán continuar con la configuración del sistema, instalación de otros componentes y nuevas pruebas de desempeño.

REFERENCIAS

- [1] W. A. David, E. A. Edward, K. T. Benjamin, C. C. Catherine, "Regular Spectral Transmittance", NIST Special Publication, 250-69, pag. 11-28, 2011.
- [2] ORIBA Jobin Yvon inc., Optical Spectroscopy, "FHR Fully Automated Imaging Spectrometer User's Manual", www.jobinyvon.com, 1-66, 2008.

GUÍA SIM PARA LA CALIBRACIÓN DE DENSÍMETROS DE TIPO OSCILATORIO

Luis Omar Becerra, Luis Manuel Peña,
Arturo Dauded, César Augusto Mata
Centro Nacional de Metrología
km 4.5 Carretera a los Cués, El Marqués, Querétaro, México
+52 442 211 05 73, lbecerra@cenam.mx

Resumen: En este trabajo se presenta la Guía SIM para la Calibración de Densímetros de Tipo Oscilatorio, documento que ha sido discutido por el Grupo de Trabajo de Masa y Unidades Relacionadas del SIM (SIM-MWG7) con la intención de armonizar los métodos para la calibración de los instrumentos para la medición de densidad de tipo oscilatorio entre los países del SIM (Sistema Interamericano de Metrología). El documento ofrece una guía a las entidades nacionales de acreditación sobre los requerimientos mínimos para la calibración de los densímetros de tipo oscilatorio, y por otro lado, propone procedimientos prácticos para los laboratorios de calibración de densímetros de tipo oscilatorio.

1. INTRODUCCIÓN

En este trabajo se presenta la Guía SIM para la calibración de densímetros de tipo oscilatorio, fabricados con alcance de medición hasta de 3000 kg m⁻³. La incertidumbre expandida de calibración ($k=2$) puede ser hasta de 0.02 kg m⁻³, en función de las características propias del instrumento bajo calibración y para un valor de temperatura de 20 °C.

El alcance de calibración de los densímetros de tipo oscilatorio puede variar en función de la disponibilidad de los materiales de referencia.

La Guía Técnica establece los requisitos mínimos para la calibración de densímetros de tipo oscilatorio por el método de comparación contra patrones de medida (Materiales de Referencia Certificados en densidad, MRCs), para garantizar la uniformidad en la estimación de incertidumbre de calibración y la evaluación de la trazabilidad de los patrones de medición de laboratorios en la calibración.

2. CLASIFICACIÓN DE LOS DENSÍMETROS DE TIPO OSCILATORIO E INCERTIDUMBRE REQUERIDA

De acuerdo a la norma internacional ISO 15212 (*Oscillation-type density meters*), existen dos tipos de densímetros de tipo oscilatorio que pueden ser identificados con claridad:

- Instrumentos de laboratorio
- Instrumentos de proceso para líquidos homogéneos

Los instrumentos, en función de su factor de fabricación y resolución tienen asociado un error máximo permitido, y por consiguiente una incertidumbre máxima (esperada) para su calibración,

Tabla 1. Incertidumbre máxima requerida en calibración de los densímetros de tipo.

Error Máximo Permitido (emp) kg m ⁻³	Resolución kg m ⁻³	Factor	Inc. máx. requerida en calibración, $U_{req, k=2}$ kg m ⁻³
1.0	0.1	1/10	0.33
0.5	0.1	1/5	0.17
0.20	0.01	1/20	0.067
0.10	0.01	1/10	0.033
0.05	0.01	1/5	0.025

3. PROCEDIMIENTO GENERAL PARA LA CALIBRACIÓN

Los densímetros de tipo oscilatorio de laboratorio pueden ser calibrados tanto en las instalaciones del usuario como en las instalaciones del proveedor de calibración, por su parte los densímetros de tipo oscilatorio de proceso, pueden ser calibrados en campo, instalados en la línea, o en laboratorio en instalaciones especiales que simulen condiciones de operación en cuanto a flujo, temperatura, presión, y si es el caso viscosidad, etc.

El procedimiento de calibración de los densímetros de laboratorio incluye la comparación de las

indicaciones del densímetro contra los valores de densidad de referencia (valores de los MRCs, o medidos por un densímetro de características superiores). La calibración en general se realiza a 20 °C y a presión atmosférica, a excepción de que el usuario acuerde una o varias temperaturas diferentes.

4. MODELO DE MEDICIÓN

Para obtener la corrección de la indicación del densímetro se calcula el promedio de las indicaciones registradas durante la calibración y se calcula la corrección del instrumento según el siguiente modelo matemático:

$$E = I - \rho_{ref} \quad (1)$$

Donde,

E	es el error de indicación del densímetro de tipo oscilatorio, kg m ⁻³
I	es el mejor estimado de la indicación del instrumento, kg m ⁻³
ρ_{ref}	es el valor de referencia de densidad a la temperatura t_x y presión p_x de medición, kg m ⁻³

La unidad de medida es el kilogramo por metro cúbico kg m⁻³, sin embargo pueden ser utilizados los múltiplos o submúltiplos de la unidad de densidad p.ej. gramo por centímetro cúbico, g cm⁻³.

5. INCERTIDUMBRE ASOCIADA AL ERROR DE INDICACIÓN

Para la estimación de la incertidumbre del error de indicación, es necesario utilizar el modelo de medición lo más completo posible, de ello depende que la estimación de incertidumbre sea lo más apegada posible a la realidad. Para la estimación de incertidumbre del mensurando (error de indicación), es necesario estimar los valores de incertidumbre de todas las magnitudes de entrada del modelo de medición, así como calcular los coeficientes de sensibilidad correspondientes, para finalmente combinar sus contribuciones en el cálculo de la incertidumbre estándar combinada asociada al error de indicación del instrumento bajo calibración. La incertidumbre asociada al error de indicación, usualmente se informa como una incertidumbre expandida a un nivel de confianza de aproximadamente 95 %.

6. MEDICIÓN DE DENSIDAD DE LÍQUIDOS UTILIZANDO UN HIDRÓMETRO CALIBRADO

En la industria es necesario medir la densidad de fluidos con densímetros de tipo oscilatorio calibrados para la determinación de la densidad de líquidos con la mayor exactitud posible.

En la Guía se presenta el modelo de medición a utilizar en el uso normal de un instrumento calibrado el cual incluye las principales correcciones y fuentes de incertidumbre a considerar.

7. CONCLUSIONES

La Guía SIM para la calibración de densímetros de tipo oscilatorio es un documento original que presenta una propuesta para la calibración de este tipo de instrumentos con la intención de armonizar el método de calibración y ofrecer al usuario la posibilidad de obtener resultados de densidad con trazabilidad e incertidumbre apropiadas a las características del instrumento.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] SIM Guidelines on the calibration of oscillation type density meters, SIM MWG//cg-02/v.00 2016, ISBN 978-607-97187-4-9, 978-607-97187-6-3, 978-607-97187-2-5, 978-607-97187-0-1.
- [2] ISO/IEC – Guide to the expression of Uncertainty in Measurements, second edition 1995.
- [3] ISO 15212-1:1998 (E), Oscillation-type density meters. Part 1: Laboratory instruments.
- [4] ISO 15212-2:2002 (E), Oscillation-type density meters. Part 2: Process instruments for homogeneous liquids.
- [5] Luis O Becerra, Luis M Peña, Arturo A Daued – Incertidumbre requerida en la evaluación de la conformidad de instrumentos para la medición de densidad, Octubre 2012, Simposio de Metrología 2012.

ESTUDIO DE LA TEMPERATURA, HUMEDAD RELATIVA Y DENSIDAD COMO VARIABLES DE INFLUENCIA PARA LA MEDICIÓN DE LA TENSIÓN SUPERFICIAL DE PENTADECANO

Servín Víctor A^a, Becerra Luis O^a, Baldenegro Leonardo A^b, Daued Arturo A^a, Rivera José L.^a

^aCentro Nacional de Metrología

km 4.5 Carretera a los Cués, El Marqués, Querétaro. México

^bCentro de Ingeniería y Desarrollo Industrial

Av. Playa Pie de la Cuesta 702, Desarrollo San Pablo, Querétaro, Qro. México

(442) 2 11 05 00 - vservin@cenam.mx

Resumen: La determinación de la magnitud de tensión superficial de líquidos está dada en función de varios factores que afectan el comportamiento que tienen las moléculas de un líquido en su superficie al estar en contacto con un gas u otro líquido. En el presente trabajo se muestran los resultados experimentales de la medición de tensión superficial de Pentadecano, un líquido utilizado como material de referencia en mediciones de densidad para la calibración de hidrómetros, donde el factor de tensión superficial juega un papel importante.

1. INTRODUCCIÓN

La manera de determinar el valor de tensión superficial de líquidos es muy variado debido a que se pueden clasificar de acuerdo al principio utilizado, donde existen métodos basados en la medición de fuerza (métodos: placa, anillo), en la medición de presión (métodos: capilar, presión de una burbuja,) o en la medición de una forma geométrica (métodos: gota colgante, ángulo de contacto) [1].

Para las moléculas que conforman un líquido es energéticamente favorable estar rodeadas de otras moléculas del mismo tipo. Las moléculas se atraen entre sí por diferentes interacciones como fuerzas de Van Der Waals o enlaces de hidrógeno. En la superficie, las moléculas están sólo parcialmente rodeadas por otras, el número de moléculas adyacentes es menor por lo que no les favorece energéticamente [2].

2. TENSIÓN SUPERFICIAL DE PENTADECANO POR EL MÉTODO DEL ANILLO

En particular, el método del anillo (o también llamado método DuNoüy en honor al creador de esta metodología) utiliza como principio de medición la fuerza necesaria para poder desprender un anillo que se sumerge a una determinada profundidad en el líquido, este se comienza a sacar y se la fuerza máxima en que es desprendido de la superficie del líquido [3].

2.1. Cálculo de tensión superficial

$$\gamma = \frac{P}{4\pi R} \cdot F \quad (1)$$

donde;

F Factor de corrección de tensión superficial.

R Radio del anillo utilizado.

P Fuerza necesaria para desprender el anillo de la superficie del líquido, la cual se calcula de la siguiente manera:

$$P = m \cdot g \quad (2)$$

donde;

m Masa censada por una celda de carga.

g Aceleración de la gravedad local.

Las mediciones se realizaron utilizando dos factores correspondientes a temperatura y humedad relativa.

2.2. Factor de corrección de tensión superficial

Existe una corrección necesaria para mejorar la precisión en la medición de la tensión superficial dada por [4]:

$$F = \left(\sqrt{\left(\frac{4b}{\pi^2} \cdot \frac{1}{R^2} \right) \left(\frac{P}{D-d} \right) + c} \right) + a \quad (3)$$

Donde;

a Constante igual a 0.725.

b Constante igual a 0.0009075.

c Constante igual a 0.04534 - 1.679 (r/R).

D Densidad de la fase más densa.

d Densidad de la fase menos densa.

r Radio del alambre que conforma el anillo.

R Radio del anillo.

3. RESULTADOS

Se llevaron a cabo mediciones de tensión superficial de Pentadecano y se obtuvieron resultados al utilizar

los dos factores previamente mencionados a tres diferentes niveles. La *Fig. 1.* muestra el instrumento marca Dataphysics utilizado en el presente trabajo. También se aprecia el detalle del anillo experimental, fabricado con una aleación de platino-iridio.



Fig. 1. Tensiómetro y anillo utilizados.

La temperatura de la muestra fue de 15 °C, 20 °C y 25 °C. La humedad relativa ambiental fue de 30 %, 50 % y 70 %. Los resultados obtenidos se muestran en la *Fig. 2.*, mismos que fueron validados con las expresiones (1), (2) y (3) en una hoja de cálculo.

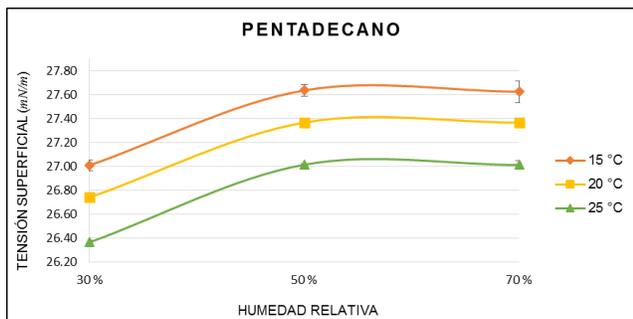


Fig. 2. Resultados experimentales de tensión superficial de Pentadecano.

4. DISCUSIÓN

Una ventaja relevante es que la metodología utilizada en el presente trabajo presenta similitudes a las condiciones a las que se hacen las mediciones de densidad, como es el caso del método de pesada hidrostática [5]. Por lo tanto, su uso permite mejorar las mediciones de densidad de líquidos y calibración de hidrómetros [5]. Es evidente que la temperatura tiene un efecto en la tensión superficial al disminuir a medida que la temperatura aumenta. Este comportamiento está reportado en la literatura para otros líquidos como el agua, aceites y alcoholes. La diferencia está en que se utilizaron distintos métodos como el del capilar y la gota colgante, y son muy pocos los reportes que usan el método del presente trabajo [6 - 7].

Así mismo, la humedad afecta las mediciones de tensión superficial en el líquido, en el rango de 30 % a 50 % de humedad relativa, donde la variación fue considerable. En el de 50 % a 70 % la variación fue mínima, mostrando ser un comportamiento característico de este líquido en particular.

5. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se observa el efecto de dos factores en la medición de la tensión superficial del Pentadecano.

El aumento de la temperatura disminuye la tensión superficial que puede ser asociado al incremento de energía en la interface del líquido. Por otro lado la variación de la humedad relativa del aire provocó un incremento del valor de la tensión superficial.

AGRADECIMIENTOS

Para el desarrollo de este trabajo se hace un atento reconocimiento y agradecimiento a las personas que han colaborado directa e indirectamente en las instituciones de CENAM y CIDESI.

REFERENCIAS

- [1] Elias I Franses, Osman A Basaran, and Chien-Hsiang Chang, Techniques to measure dynamic surface tensión, *Colloid & Interface Science* 1996, 1:296-303.
- [2] Hans-Jürgen Butt, Karlheinz Graf, Michael Kapp, *Physics and Chemistry of Interfaces* pag. 5, 2003 Wiley-VCH Verlag & Co. KGaA
- [3] Du Nouy, P. Lecomte, *J.Gen.Physiol.* 1,521 (1919).
- [4] H. H. Zuidema and George W. Waters, *Ring Method for the Determination of Interfacial Tension, Industrial and Engineering Chemistry, Vol. 13, Mayo 1941.*
- [5] Guía Técnica para la calibración de densímetros de inmersión (hidrómetros) por el método de Cuckow / Mayo 2016. Centro Nacional de Metrología, Entidad Mexicana de Acreditación.
- [6] G. J. GITTENS, Variation of surface tension of water with temperature, *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol. 30, No. 3, July 1969.
- [7] José L. Pérez-Díaz, Marco A. Álvarez-Valenzuela, Juan C. García-Prada, The effect of the partial pressure of water vapor on the surface tension of the liquid water-air interface, *Journal of Colloid and Interface Science* 381 (2012) 180–182.

INCORPORACIÓN DE SISTEMA ESTÁTICO DE PESADO DE 200 kg AL PATRÓN NACIONAL DE FLUJO DE LÍQUIDOS DEL CENAM

Luis Bonifas Arredondo, Isaí Basaldúa Olvera
Centro Nacional de Metrología
Carretera a los Cués km 4.5, El Marques, Querétaro, México
+52 442211 0500
lbonifas@cenam.mx

Resumen: Actualmente el patrón nacional de flujo de líquidos del CENAM cuenta con un intervalo de medición de 30 kg/min a 12 000 kg/min utilizando para ello dos tanques de pesado con capacidades de 10 000 kg y 1 500 kg. Sin embargo, y debido a la importancia de dar trazabilidad a la industria, farmacéutica y alimenticia principalmente es necesario que el PNFL (Patrón Nacional para Flujo de Líquidos) cuente con un sistema de pesado para realizar mediciones en caudales bajos, ya que actualmente esto implica tiempos de colección grandes, además de diseñar y construir una tobera más pequeña, por ello se ha contemplado la incorporación de un sistema estático de pesado de 200 kg al Patrón Nacional de Flujo de Líquidos.

1. INTRODUCCIÓN

El Patrón Nacional para Flujo de Líquidos se fundamenta en el pesado estático de la masa colectada de líquido, la cantidad de líquido colectada por unidad de tiempo es determinada gravimétricamente para obtener el flujo másico (q_m). El flujo volumétrico (q_v) que pasa a través de un área de sección transversal en un intervalo de tiempo definido se determina mediante la densidad del líquido.

En la actualidad el sistema estático de pesado para la calibración de medidores de flujo utilizando agua como fluido de trabajo del Centro Nacional de metrología cuenta con dos sistemas de pesado (10 000 kg y 1 500 kg), logrando así la calibración de medidores de flujo en un intervalo de medida de 30 kg/min hasta 12 000 kg/min, cubriendo así con las necesidades de la industria en las mediciones de flujo de líquidos en el intervalo especificado.

En el Centro Nacional de Metrología ha surgido la necesidad de desarrollar un sistema estático de pesado para dar trazabilidad a las mediciones de medidores de flujo con intervalos de medición por debajo de los 30 kg/min, por lo que se desarrolló el sistema estático de pesado de 200 kg, que formara parte del PNFL.

2. DESARROLLO DEL SISTEMA ESTÁTICO DE PESADO DE 200 kg

En esta sección se describe cada una de las etapas que se realizaron para el desarrollo del sistema estático de pesado de 200 kg.

2.1. Desarrollo del software

Para la adquisición y manejo de datos en el sistema de medición se utilizó tecnología cRIO y la plataforma de programación gráfica LabVIEW de National Instruments™. La interface con el usuario contempla rutinas para: calibración de medidores de flujo, calibración del sistema de pesado de 200 kg y caracterización de la válvula diverter, así como la manipulación manual de los componentes que integran el sistema. Los datos obtenidos durante dichas rutinas son enviados en forma automática a una hoja de cálculo donde serán analizados.

2.2. Componentes del sistema

El sistema estático de 200 kg está conformado por los siguientes componentes:

Instrumento para pesar de 300 kg marca: Metler Toledo, Modelo KC300S, Número de serie 2543507

Medida volumétrica marca Volumex de acero inoxidable 304, con una capacidad de 200 L, Marca: Volumex, Modelo MVE-200.

Servomotor de la marca Kollmorgen, Modelo AKM41H-ANCNC-00, número de serie 130520202, con las siguientes características: torque de 1.96 Nm, 6 000 RPM, potencia de 0.96 kW

Válvula diverter, fabricada en el CENAM. Este dispositivo es usado para dirigir el flujo alternativamente hacia el sistema estático de pesado y hacia el dren.

Sistema de adquisición de datos (pulsos, presión, temperatura, tiempo y densidad), Hardware marca: National Ins, Modelo:cRIO-9074

2.3. Caracterización de la válvula diverter

Una de las correcciones a los cálculos del flujo másico está la realizada a la válvula diverter. El movimiento de la diverter, además de que debe ser lo suficientemente rápido (menor que 0.1 s, ISO 4185, "Measurement of liquid flow in closed conduits-Weighing method", First edition – 1980-12-15) también determina el inicio y paro del conteo del tiempo.

Este error puede determinarse y ser evaluado para su corrección experimentalmente, mediante el método descrito en el Anexo A "Corrections on the measurement of filling time" de la norma ISO-4185, "Measurement of liquid flow in closed conduits-Weighing method", First edition – 1980-12-15, El cual se describe a continuación:

Se estabiliza el flujo donde se desea realizar la prueba con la válvula de control, una vez estabilizado se llena el tanque de 200 kg, se registra la masa y tiempo de llenado, se vacía y se deja estabilizar por 30 segundos, posteriormente se realizan 25 cambios para llenar el tanque sin restablecer el tiempo de cada cambio realizado, una vez terminado los 25 cambios se vacía nuevamente el tanque, para completar la corrida se realiza un segundo llenado del tanque. Se determina el promedio de la masa de las dos llenadas del tanque, el resultado obtenido se compara con la masa totalizada por los 25 cambios. Si la masa totalizada por los 25 cambios es aproximadamente igual a la que se determinó por el promedio de las dos llenadas se puede mostrar que el error Δt es aproximadamente igual a:

$$\Delta t = \frac{t}{n-1} \left\{ \frac{q}{q'} \times \frac{\sum_1^n \Delta m_i / \sum_1^n t_i}{(m_1 - m_0)/t} - 1 \right\}$$

Donde:

$(m_1 - m_0)/t$ es la razón de flujo determinado por el procedimiento estándar.

$\sum_1^n \Delta m_i / \sum_1^n t_i$ es la razón de flujo determinada por la masa totalizada en el tiempo de los 25 cambios.

q y q' son la razón de flujo durante el procedimiento estándar y los 25 cambios respectivamente.

Este procedimiento debe ser repetido en todo el intervalo de medida de los flujos en los que se desea utilizar el sistema estático de pesado de 200 kg.

2.4. Pruebas del sistema estático de 200 kg.

Las pruebas de validación del sistema de 200 kg consisten en la calibración de un medidor de flujo másico tipo coriolis calibrado previamente con el tanque de pesado de 1 500 kg a diferentes caudales dentro de su intervalo de medición y a diferentes condiciones de operación, con la finalidad de comparar los resultados obtenidos con ambos sistemas de pesado 1 500 kg y 200 kg.

3. RESULTADOS

En esta sección se describen los resultados de la calibración del medidor de flujo utilizando el sistema de pesado de 1 500 kg y el de 200 kg para cada uno de los caudales de prueba, los resultados se evalúan utilizando el error normalizado y la incertidumbre típica de cada una de las mediciones.,

4. DISCUSIÓN

La principal ventaja que se tiene con la incorporación del sistema de 200 kg al Patrón Nacional de Flujo de Líquidos es que los tiempos de calibración de los medidores de flujo se reducen sustancialmente en el intervalo de 30 kg/min a 200 kg/min además de la ampliación en el alcance al disminuir el flujo mínimo de operación. .

5. CONCLUSIONES

Con la incorporación del sistema de 200 kg al Patrón Nacional de flujo de Líquidos, se incrementa el intervalo de medición, pudiendo así realizar la calibración de medidores de 25 mm (1 pulgada) y 13 mm (½ pulgada), además se lograr reducir sustancialmente los tiempos de calibración en caudales menores a 200 kg/min.

APLICACIÓN DE LOS ESTUDIOS DE ESTABILIDAD Y HOMOGENEIDAD PARA LA CERTIFICACIÓN DE MATERIALES DE REFERENCIA EN DENSIDAD

César Augusto Mata, Luis Omar Becerra
Centro Nacional de Metrología, CENAM
km 4.5 Carretera a Los Cués, El Marqués, Querétaro, México
tel: (442) 2110500, ext. 3955, correo electrónico: cmata@cenam.mx

Resumen: La densidad está definida como la relación entre la masa y el volumen de un cuerpo o sustancia, la unidad de esta magnitud en el SI es el kg m^{-3} , y sus múltiplos o submúltiplos. La medición de esta magnitud es usada en diversas industrias para control de calidad o también en la verificación de compra-venta de líquidos, como el petróleo. Para realizar la correcta medición de ésta es necesario tener instrumentos bajo control metrológico adecuado para la actividad en particular. Entre estos instrumentos están los densímetros de tipo oscilatorio, instrumentos que requieren para su calibración, materiales de referencia certificados en densidad.

1. INTRODUCCIÓN

En este trabajo se presenta la forma en que se aplican los estudios de estabilidad y homogeneidad en la producción de Materiales de Referencia Certificados (MRC) en Densidad con trazabilidad a los Patrones Nacionales de Densidad.

Estos MRC tienen una gran importancia debido a que son utilizados para la evaluación o validación de procedimientos de medición, y como patrones de medición para la calibración de los densímetros de tipo oscilatorio, instrumentos que a su vez, se utilizan en la industria de procesamiento de alimentos, de cosméticos, de bebidas azucaradas, de bebidas con alcohol, petroquímica, en el control ambiental, entre otras; y su principal aplicación es el control de calidad de la producción.

Se describen como son aplicados los estudios de homogeneidad y estabilidad en la certificación de MRCs en Densidad, estudios estadísticos que son de gran importancia en la evaluación de sus resultados e incertidumbre asociada a dichos MRCs.

2. MATERIALES DE REFERENCIA CERTIFICADOS EN DENSIDAD

Para la producción de materiales de referencia certificados en densidad es necesario realizar el análisis de las propiedades y características físicas y químicas de los líquidos que son candidatos a MRC. Entre las principales propiedades a considerar es que tengan un coeficiente de expansión térmica muy pequeño, debido a que si son grandes los cambios de temperatura tendrán un efecto importante en el valor de la densidad y es de la misma forma con el coeficiente de compresibilidad.

Para realizar las mediciones para los estudios de homogeneidad y estabilidad se deben de mantener en su estado a temperatura ambiente, porque si son líquidos volátiles se tendrá dificultad para llevar a cabo su medición en el densímetro digital. También es importante considerar que debido a que es necesario manipularlo durante todo el procedimiento de la producción los materiales no deben generar gases tóxicos, ni tener efectos secundarios para la salud del personal que lo usará, se debe considerar el cuidado del medio ambiente y la seguridad.

Al seleccionar el líquido, se continúa con la caracterización del valor de densidad, los estudios de homogeneidad y estabilidad. Al tener los resultados de estos se puede concluir si es un líquido con las características para ser un material de referencia certificado. Es necesario realizar la evaluación de las incertidumbres de medición, y de los estudios de homogeneidad y estabilidad para así obtener los valores que se entregan en el certificado del material de referencia certificado.

2.1. Estudio de caracterización del valor de densidad

Para obtener el valor de densidad en la caracterización del líquido se realizan las mediciones en un sistema automatizado para obtener las mediciones de la pesada hidrostática, aplicando el principio físico del teorema de Arquímedes. En este sistema se pesa un patrón nacional sólido de densidad sumergido en el líquido a medir su densidad, a una temperatura de referencia, y una masa calibrada que es medida en el aire.

El sistema automático para la medición de la densidad del líquido, es un sistema que se diseñó y

construyó por personal del CENAM. Este sistema realiza automáticamente la medición de la densidad del líquido siguiendo un procedimiento de pesada hidrostática. De las mediciones realizadas en este sistema, se obtiene el valor de la densidad del líquido con trazabilidad al patrón nacional de densidad.

El valor de la densidad del MRC se obtiene de la siguiente expresión:

$$\chi_{MRC} = \chi_{car} + \delta\chi_{eb} + \delta\chi_{ilp} + \delta\chi_{icp} \quad (1)$$

Donde:

χ_{MRC} = valor de la densidad del líquido certificado

χ_{car} = valor de la densidad obtenido de la caracterización del lote

$\delta\chi_{eb}$ = error debido a la variación entre botellas (homogeneidad)

$\delta\chi_{ilp}$ = error debido a la inestabilidad a largo plazo

$\delta\chi_{icp}$ = error debido a la inestabilidad a corto plazo

2.2. Estudios de estabilidad y homogeneidad

Estudio de Homogeneidad

La homogeneidad se define como: la condición de tener una estructura o una composición uniforme con respecto a una o más propiedades específicas; para este caso, densidad del líquido.

Para realizar la evaluación de la homogeneidad se hace un estudio aplicando el diseño de experimento de un factor completamente aleatorio con análisis de varianza. Y al final se obtienen un valor de F_0 que es comparado con el factor crítico de una prueba de estadística F para los grados de libertad y punto porcentual de la distribución.

Para obtener este valor de F se aplican las sumas de cuadrados (SS) y los cuadrados medios (MS). Para considerarse homogéneos el valor de F_0 debe ser menor al valor crítico de F.

Estudio de Estabilidad

La estabilidad se define como: la capacidad de un material de referencia, cuando se almacena bajo condiciones específicas, para mantener un valor de una propiedad declarada dentro de los límites especificados durante un periodo de tiempo definido. El estudio de estabilidad se basa en el análisis de regresión lineal y la aplicación de la prueba estadística t de Student, para así obtener valores de b_0 y de b_1 para la ecuación de regresión lineal:

$$\rho = b_0 + b_1 t, \quad t = \text{tiempo en meses} \quad (2)$$

Para un MR estable se espera que b_1 sea cero. A continuación se hace un análisis de varianza para obtener el valor de t (que es diferente a la t de la ecu. 2); que va a ser comparado con el valor de la t_c para un estadístico t de Student con 95% de confianza.

3. RESULTADOS

La aplicación de estos estudios aunados a otros como la revisión de sus características físicas y de manejo, son muy importantes para definir de entre los candidatos a MRC en Densidad cuales finalmente se pueden certificar. Actualmente se tienen disponibles dos MRC en valores de densidad aprox. 998 kg m⁻³ y 794 kg m⁻³. La temperatura y presión de certificación es 20 °C y 81 kPa respectivamente.

4. DISCUSIÓN

Actualmente se tienen dos materiales de referencia, el agua y la polialfaolefina; sin embargo, es objetivo de la Dirección de Masa y Densidad generar más MRC en Densidad para tener una mayor gama de valores de densidad nominales disponibles para las diferentes aplicaciones y necesidades de los usuarios.

5. CONCLUSIONES

La realización de las pruebas de homogeneidad y estabilidad a los MRC se realizan con base a la norma NMX-CH-165-IMNC-2008 equivalente a la ISO Guide 35:2006.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] NMX-CH-165-IMNC-2008 Materiales de referencia – Principios generales y estadísticos para la certificación.
- [2] NMX-CH-164-IMNC-2006 Materiales de referencia – Requisitos generales para la competencia de productores de materiales de referencia.
- [3] Julio C. Díaz Jiménez, “Caracterización de líquidos para ser usados como Material de Referencia Certificados en Densidad”, Tesis para obtener el grado de Maestro en Ciencias en Ingeniería Química, Instituto Tecnológico de Aguascalientes, febrero de 2007.
- [4] J. Díaz, L. Becerra, L. Centeno, F. Castillo, U. Bravo; “Desarrollo de Materiales de Referencia Certificados en Densidad”, Simposio de Metrología 2010, Querétaro, Qro.

ESTUDIO DE LA DISTRIBUCIÓN DE TEMPERATURA EN CALEFACTOR DE TRANSFERENCIA TÉRMICA DE CORRIENTE

Sergio A. Campos Montiel¹, Sergio J. Jimenez Sandoval², René D. Carranza López Padilla¹

¹Centro Nacional de Metrología, CENAM.
 km 4.5 Carretera a los Cués
 Municipio El Marqués
 76246 Querétaro, México.

²Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional, CINVESTAV.
 Libramiento Norponiente 2000, Fraccionamiento Real de Juriquilla, 76230 Querétaro, México.

acampos@cenam.mx / (+52) 442 2 11 05 00 Ext. 3431

Resumen: Este trabajo presenta el avance de la investigación para el diseño de una transferencia térmica de corriente para el CENAM, se enfoca principalmente en la distribución de temperatura en un calefactor de corriente unifilar al circular una corriente eléctrica a través de este.

1. INTRODUCCIÓN

Este proyecto está enfocado en proveer independencia metrológica al CENAM de institutos nacionales de metrología en el extranjero con el diseño y construcción de patrones de transferencia térmica calculable para los patrones nacionales de potencia eléctrica, tensión y corriente eléctrica alterna.

2. PATRONES DE TRANSFERENCIA TÉRMICA

Un patrón de transferencia térmica consta de tres procesos fundamentales, primero la transformación de energía eléctrica a energía térmica a través de un elemento calefactor, posteriormente la energía térmica disipada por el elemento calefactor debe ser censada y finalmente transformada a una tensión en corriente continua, minimizando las pérdidas y asegurando una relación entre la entrada y la salida que proporcione una alta linealidad y estabilidad. La figura 1, ejemplifica que el valor eficaz de las corrientes eléctricas son equivalentes cuando producen la misma potencia promedio en un elemento puramente resistivo. De esta manera la trazabilidad de una señal de corriente eléctrica alterna con o sin distorsión es trazable a la señal de corriente eléctrica continua.

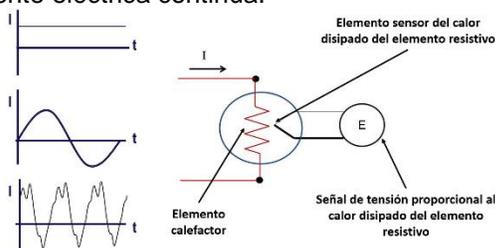


Fig. 1. Diagrama de una transferencia térmica.

3. MODELO MATEMÁTICO PARA OBTENER LA DISTRIBUCIÓN DE TEMPERATURA EN UN CALEFACTOR DE CORRIENTE UNIFILAR

El siguiente análisis proporciona información de la temperatura en cualquier punto del calefactor de corriente en estado estable. Se asume la Ley de Enfriamiento de Newton, es decir, la tasa de transferencia de calor por convección o por emisividad, es proporcional a la diferencia de temperatura entre el objeto calentado y el medio circundante [2]. La figura 2 presenta un calefactor de corriente unifilar, la curva encima de este muestra la distribución de temperatura a lo largo del calefactor y sus terminales [1].

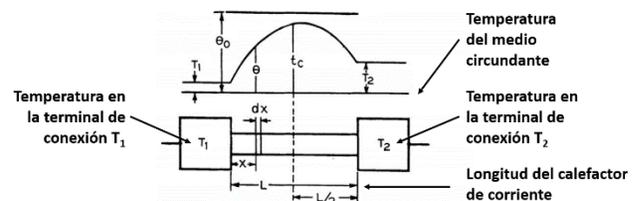


Fig. 2. Distribución de temperatura en calefactor de corriente.

Donde,

- L : longitud del calefactor
- a : área de sección transversal uniforme
- k : conductividad térmica del material
- ρ : resistividad eléctrica del material
- T_1 y T_2 : terminales de conexión del calefactor.
- w : razón de potencia disipada por unidad de tiempo por unidad de longitud
- c : razón de enfriamiento por unidad de tiempo por unidad de longitud

- θ : valor de la temperatura en un punto determinado x del calefactor de corriente
- θ_0 : incremento de temperatura sobre el medio de enfriamiento si todo el calor generado se disipara por convección

La velocidad a la cual el calor es conducido en el calefactor de corriente en la dirección positiva de x , por unidad de tiempo a través de unidad diferencial de longitud dx es;

$$ak \left(\frac{d^2\theta}{dx^2} \right) = -(w - c\theta) \quad (1)$$

El signo negativo de la ecuación (1) es por la razón de que la dirección del flujo de calor en la dirección positiva de x en cualquier punto tiene un signo que es siempre opuesto a la del gradiente de temperatura en ese punto. Integrando la ecuación (1) y aplicando condiciones de frontera establecidas en la figura 2;

Condiciones de frontera $\begin{cases} x = 0 \rightarrow \theta = T_1 \\ x = L \rightarrow \theta = T_2 \end{cases}$

$$\theta = \theta_0 - \left[\frac{(\theta_0 - T_1) \cdot \sinh(Ln - xn) + (\theta_0 - T_2) \cdot \sinh(xn)}{\sinh(Ln)} \right] \text{ donde } n = \sqrt{\frac{c}{a \cdot k}} \quad (2)$$

La ecuación (2) proporciona la temperatura en cualquier punto a lo largo del calefactor de corriente sujeto a convección a o desde su superficie, y conducción a través del calefactor a o desde sus terminales, cuando el calor es añadido o retirado uniformemente de este. Puede expresarse más apropiadamente a través de las propiedades eléctricas del calefactor de corriente, sustituyendo para w , la potencia generada por unidad de longitud en términos de la caída de tensión sobre el calefactor V , y su resistencia eléctrica $\frac{L \cdot \rho}{a}$, como se muestra en la siguiente ecuación [1]. Por simplicidad de representación $y = (L - x)$.

$$\theta = \frac{w}{ak} \cdot \left[\frac{\sinh(Ln) - \sinh(yn) - \sinh(xn)}{n^2 \sinh(Ln)} + \frac{T_1 \sinh(yn) + T_2 \sinh(xn)}{\sinh(Ln)} \right] \quad (3)$$

La tabla 1 presenta las características de la aleación, las dimensiones y la corriente aplicada al calefactor de corriente para describir la distribución de temperatura utilizando la ecuación anterior.

Tabla 1. Valores utilizados en el modelo matemático.

Aleación: Níquel-Cromo (80Ni-20Cr)		
Conductividad térmica	6 667	kS/m
Conductividad eléctrica	15	W/(mK)
Características del calefactor de corriente		
Longitud	20	mm
Ancho	300	μm
Espesor	50	μm
Corriente aplicada	0.1	A

4. RESULTADOS

Los resultados obtenidos de este análisis permiten definir una geometría óptima del calefactor con respecto a la corriente que circula a través de este y analizar su distribución de temperatura. La figura 3 presenta la distribución de temperatura en el calefactor de corriente unifilar.

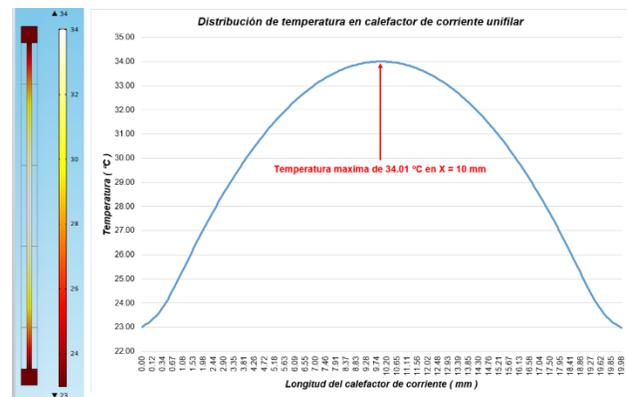


Fig. 3. Distribución de temperatura en calefactor de corriente unifilar.

5. CONCLUSIONES

Este trabajo presenta el análisis de la distribución de temperatura en un calefactor de corriente con respecto a su geometría y a las características intrínsecas del material utilizado para su construcción en película delgada.

REFERENCIAS

- [1] W. N. Goodwin, R, The compensated thermocouple ammeter, A. I. E. E. committee on instruments and measurements, winter convention, New York, N. Y., Jan. 28-31, 1936.
- [2] Frank P. Incropera, David P. DeWitt, Fundamentals of Heat and Mass Transfer, John Wiley & Sons, Fourth Edition, ISBN: 0-471-30460-3.

CRITERIOS DE DISEÑO DE UN DIVISOR DE TENSIÓN RESISTIVO CON RESPUESTA PLANA EN FRECUENCIA PARA LA MEDICIÓN DE PARÁMETROS DE CALIDAD DE LA ENERGÍA ELÉCTRICA

Adrián de Jesús Castruita Romero, Sergio Antonio Campos Montiel, René David Carranza López Padilla
 Centro Nacional de Metrología
 km 4.5 Carretera a los Cués. El Marqués Querétaro. C.P. 76246
 442-211-05-00 / acastrui@cenam.mx

Resumen: Este trabajo presenta los criterios de diseño de un divisor de tensión resistivo que reúne características de patrón de referencia para medición en el intervalo de frecuencias desde corriente continua hasta 6 kHz y con una relación de división de 240:1. Este patrón se desarrolla para su uso en la medición de parámetros de calidad de la potencia. Este trabajo se orienta a disminuir los efectos de las magnitudes de influencia en la relación de transformación del divisor, lo cual permitirá cuantificar los errores sistemáticos del divisor, de manera que se puedan corregir, manteniendo su nivel de patrón metrológico.

1. INTRODUCCIÓN

Para proveer trazabilidad a la medición de parámetros de calidad de la potencia eléctrica en condiciones estáticas, el Laboratorio de Potencia y Energía Eléctrica del CENAM desarrolló un patrón de medición de referencia, en el cual, el divisor resistivo de tensión constituye una parte fundamental. La figura 1 presenta el sistema de referencia desarrollado.

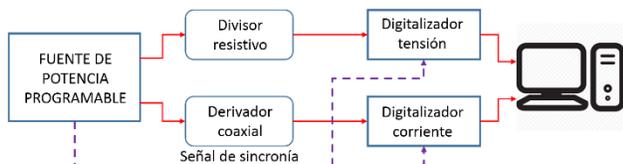


Fig. 1. Diagrama a bloques del sistema de referencia de parámetros de calidad de la potencia.

2. CRITERIOS DE DISEÑO

El divisor resistivo diseñado por el CENAM está basado en criterios de construcción que permitirán desarrollar un modelo eléctrico del mismo que proporcione información de su función de transferencia, según la cual sea posible determinar la magnitud de la relación de división de tensión dentro de un intervalo de frecuencias. Adicionalmente, el diseño permitirá obtener información sobre su desempeño respecto de la temperatura y la potencia disipada. El alcance operativo del divisor de tensión es para una tensión de entrada de 120 V y una tensión de salida de 0.5 V. El intervalo de frecuencias es de cero Hertz hasta 6 kHz.

Alta impedancia de entrada igual a 1 MΩ. El divisor resistivo no debe drenar corriente eléctrica en el nodo en que se mide la tensión de interés. Respecto de la potencia que pueda disipar, esta depende de la impedancia del mismo y el cuadrado de la corriente. Para medición de tensiones eléctricas nominales de 120 V, se espera que la impedancia de entrada del divisor resistivo sea igual que 1 MΩ, por lo que se tendrá una corriente máxima sustraída del nodo de la tensión a medir igual o menor a 100 μA. De manera similar, la potencia disipada por el divisor resistivo es de 10 mW.

Impedancias parasitas que cambian con la frecuencia y con la temperatura: utilizar resistores con las menores componentes inductivas y capacitivas especificadas por el fabricante para obtener el mejor desempeño con respecto del incremento de la frecuencia y a las variaciones de la temperatura.

Dependencia del valor de resistencia con respecto a la temperatura: utilizar resistores de bajo coeficiente térmico, TCR, por sus siglas en ingles.

Dependencia del valor de resistencia con respecto a la potencia de trabajo: se utilizan resistores de bajo coeficiente de potencia resistivo, el cual indica el cambio del valor nominal del resistor con respecto a la potencia de trabajo. Es imperativo que los resistores trabajen por debajo del 25% de su potencia nominal para evitar su degradación.

Valor de resistencia en corriente continua del divisor resistivo: permite calibrar periódicamente el divisor resistivo en corriente continua con trazabilidad al efecto Hall cuántico. Su valor y desempeño con respecto a la frecuencia es determinado por su modelo eléctrico, posteriormente es confirmado con calibraciones periódicas en diferencia CA-CC en tensión eléctrica alterna.

Campos eléctricos externos: se utiliza una configuración coaxial en el divisor resistivo, la cual está protegida con un blindaje eléctrico.

Auto inductancia en el circuito de corriente. Se utilizan resistores no inductivos y un diseño coaxial del divisor resistivo [1].

Guarda equipotencial: se diseña una guarda equipotencial, mostrada en Figura 1, que tiene el propósito de formar una capacitancia distribuida, que, en conjunto con el divisor resistivo, formen un filtro de paso bajo con una frecuencia de corte mayor a 6 kHz. De esta manera, el divisor resistivo puede operar con amplitud y fase constante dentro de este ancho de banda. Sin la guarda equipotencial, existen corrientes capacitivas que desvían la corriente del divisor resistivo hacia el blindaje del mismo. Estas corrientes no pasan por el resistor dispuesto al final del divisor resistivo, por lo que la relación de división tiene un error sistemático que es difícil de corregir. Por otro lado, estas corrientes capacitivas resultan en que la frecuencia de corte del divisor resistivo sea mucho menor a 6 kHz.

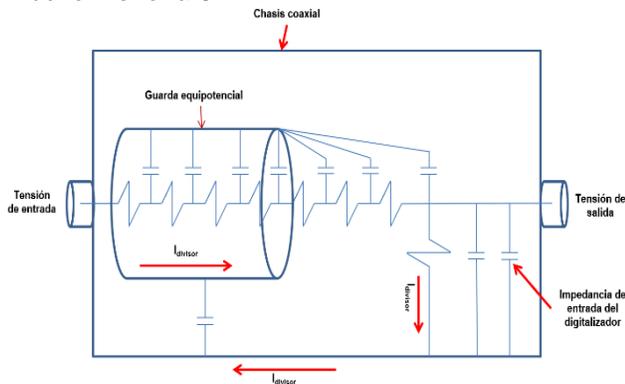


Fig. 2. Diagrama eléctrico del divisor resistivo de tensión.

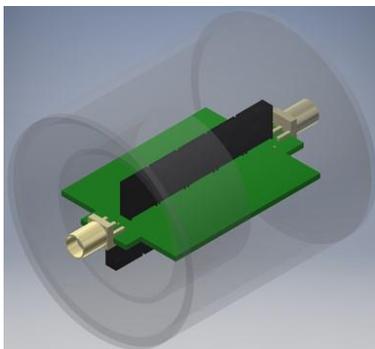


Fig. 3. Diseño en CAD del Divisor resistivo de tensión con guarda equipotencial y blindaje de corriente de retorno a tierra.

La figura 3 muestra el blindaje equipotencial, el blindaje de retorno de corriente a tierra y los conectores de conexión tipo SMB los cuales aseguran un intervalo de operación en frecuencia de corriente continua a 4 GHz.

3. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO

En el simposio se presentarán los resultados de caracterización de:

- 1) Su respuesta en amplitud con respecto a la frecuencia.
- 2) Su estabilidad del valor de resistencia con respecto a la señal de tensión de entrada, específicamente, cambios de su valor con respecto a la potencia disipada.
- 3) Desempeño con respecto a señales de tensión con alta distorsión armónica.
- 4) Estabilidad del valor nominal del divisor resistivo de tensión a corto y largo plazo.

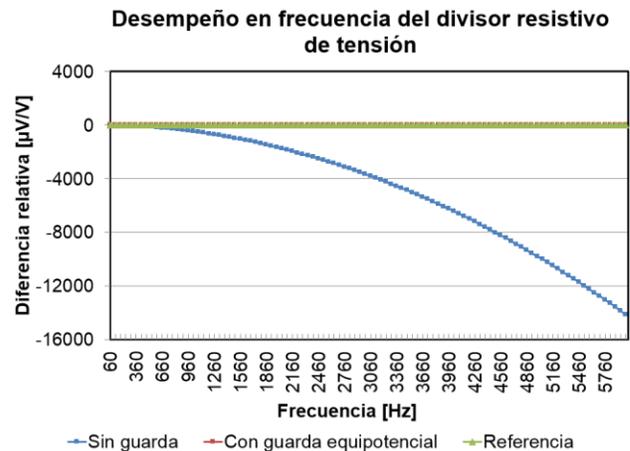


Fig. 4. Desempeño esperado del divisor resistivo de tensión con respecto a la frecuencia.

4. CONCLUSIONES

Los criterios de diseño presentados permiten minimizar las magnitudes de influencia, cuantificarlas y corregirlas para obtener el mejor desempeño posible con respecto al intervalo de frecuencia especificado para ser utilizado en la medición de parámetros de calidad de la energía.

REFERENCIAS

[1] 1. K.-E. Rydler, S. Svensson, V. Tarasso "voltage dividers with low phase angle errors for a wideband power measuring system".

DESARROLLO DE UN INTERFERÓMETRO LÁSER PARA CALIBRAR ACELERÓMETROS EN BARRA DE HOPKINSON

Gilberto M. Rivera V., Guillermo Silva P.

Centro Nacional de Metrología

Carretera a Los Cues KM 4.5, El Marqués, 76246 Santiago de Querétaro, Qro.

01 442 211 0500 - mrivera@cenam.mx

Resumen: Este artículo se describe el desarrollo de la implementación de un interferómetro laser tipo Michelson en cuadratura para la calibración de acelerómetros en barra de Hopkinson así como los diferentes ajustes y modificaciones hechas al sistema de calibración en general. Abordando temas de normatividad (ISO 16063-13), comparación con sistemas similares (CNM-PNF-16-CENAM), implementación, problemáticas y perspectivas de mejora en general.

1. INTRODUCCIÓN

La Dirección de Vibraciones y Acústica del CENAM mantiene el patrón de aceleración transitoria en condiciones de impacto y choque (CNM-PNF-16), donde se realizan calibraciones por interferometría láser de acelerómetros y diversos transductores de vibración. Actualmente se tiene la capacidad de medición y calibración de transductores de vibración en condiciones de impacto empleando interferometría láser hasta aceleraciones de 35 km/s². En septiembre de 2015 Se comenzó a desarrollar un sistema para calibrar acelerómetros empleando una barra de Hopkinson, empleando barras de diferentes materiales (acero inoxidable y titanio). Con este sistema se podrán calibrar transductores de vibración a altas aceleraciones en condiciones de impacto y choque.

Para efectos de poder lograr la medición de la señal producida por este nuevo sistema durante el impacto, además del desarrollo de los componentes mecánicos del sistema de excitación de impactos, se propone implementar un sistema capaz de medir aceleraciones de 3 km/s² hasta 50 km/s², o incluso mayores. El acelerómetro bajo calibración se colocará en el extremo opuesto a donde se aplica el impacto de la barra de Hopkinson, cuando la onda de esfuerzo llegue al otro extremo la aceleración generada será medida de forma simultánea por el acelerómetro y por un interferómetro láser, que funcionará como referencia conforme a lo establecido en la norma internacional ISO 16063-13 [1]. El acelerómetro bajo calibración producirá una señal eléctrica proporcional a la aceleración, en lo posterior, la medición de la salida eléctrica del acelerómetro se realizará empleando tarjetas adquisitoras de alta velocidad y alta resolución así como un analizador de intervalos de tiempo.

Fundamentalmente se requiere un sistema para medir altas aceleraciones basado en la técnica de interferometría láser, debido a las condiciones de impacto y choque a las que se someterá la barra de Hopkinson y así ser capaz de medir en el intervalo de aceleración mencionad. Con este proyecto se planea dar un paso en la ampliación de las capacidades de medición y calibración en materia de aceleración por impacto, actualmente disponibles en el CENAM.

2. INTERFERÓMETRO DE MICHELSON

Un interferómetro Michelson modificado en cuadratura, se utilizara para la medición del desplazamiento y estimación de la aceleración obtenida en el sistema de excitación de barra de Hopkinson. El arreglo se muestra en la figura 1.

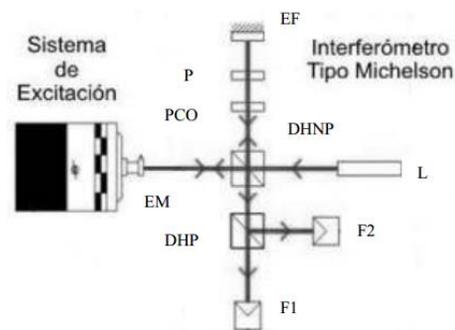


Fig. 1. Interferómetro Michelson modificado en cuadratura [2].

Se utiliza un láser (L) He-Ne con una longitud de onda (λ) de 632,8 nm como fuente de luz, haciéndola incidir en un divisor de haz no polarizado (DHNP) el cuál divide la luz incidente en dos haces, el haz de referencia y el haz de medición. Entre el divisor y el espejo fijo (EF) se coloca una placa de un cuarto de

onda (PCO) para producir una luz con polarización circular y posteriormente un polarizador (P) para ajustar la fase del haz de referencia. El espejo fijo refleja nuevamente el haz de referencia hacia el divisor. El haz de medición incide sobre el espejo móvil (EM) y regresa al divisor de haz. Los haces de referencia y de medición se combinan para generar interferencia, este haz combinado pasa por un divisor de haz polarizado (DHP) que separa el haz en dos componentes con polarización perpendicular que producen interferencia con una diferencia de fase de aproximadamente 90° e inciden en dos foto-detectores (F1 y F2) [2].

3. SISTEMA DE EXCITACIÓN

Para este caso el sistema de excitación es el mostrado en la figura 2 que es similar al que nos plantea la norma ISO 16063-13 [1]. El desplazamiento del extremo de la barra de Hopkinson donde está montado el acelerómetro genera un patrón de franjas en los dos fotodiodos producto del desfase que tiene la señal recibida del extremo de la barra y el espejo fijo.

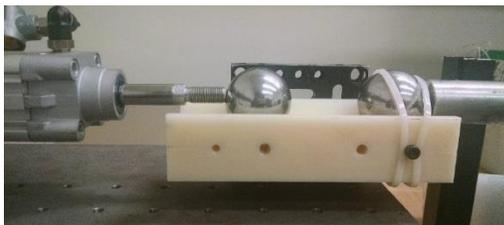


Fig. 2. Sistema de excitación de la barra de Hopkinson.

4. RESULTADOS

Se armó e implemento el interferómetro mostrado en la figura 3 para medir la vibración en una barra montada en línea con el excitador, este es un modelo real del que se muestra en la figura 1 y censando las señales en cuadratura mediante el uso de fotodiodos y acondicionadores de onda se visualizan en un osciloscopio como se aprecia en la figura 4.

5. DISCUSIÓN

Al realizar varias veces el proceso de alineación y observar la señal obtenida en el osciloscopio se pueden apreciar variaciones de forma ya que la superficie de la barra donde incide el láser no es homogénea en sus propiedades a causa del maquinado, provocando con esto complicaciones que han retrasado las mediciones de aceleración.

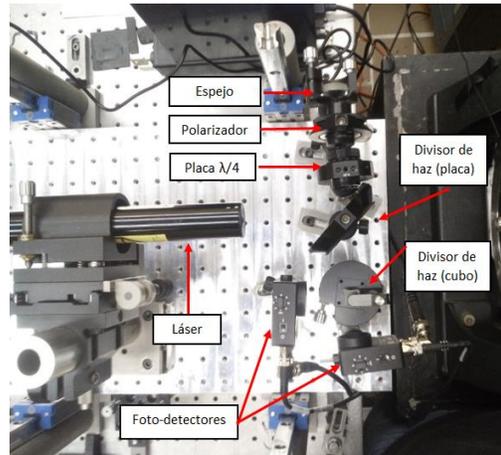


Fig.3. Interferómetro de Michelson en cuadratura.

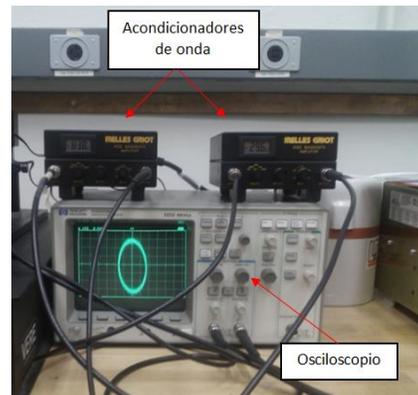


Fig.4. Osciloscopio mostrando la señal en cuadratura captada por los foto-detectores.

6. CONCLUSIONES

La problemática en desalineación presenta retos que nos obligan a definir referencias de posición de la barra en el plano horizontal y angular en su propio eje, así como buscar maquinados que nos ofrezcan las especificaciones de rugosidad que no distorsionen el reflejo tomando en cuenta la longitud de onda de 632 nm del láser HeNe.

REFERENCIAS

[1] ISO 16063, Methods for the calibration of vibration and shock transducers, Part 13.
 [2] Sergio R. Rojas., Guillermo Silva Pineda., Arturo Ruiz Rueda, "Interferómetro Michelson en cuadratura para calibración de acelerómetros por impacto", Centro Nacional de Metrología. Simposio de Metrología 2004.

IMPLEMENTACIÓN DE ALGORITMO PARA LA DETERMINACIÓN DE AMPLITUD, FASE Y FRECUENCIA PARA MEDICIÓN DE SINCROFASORES

Marco A. Rodríguez Guerrero, René D. Carranza López Padilla
 Centro Nacional de Metrología
 Carretera a Los Cués km 4.5, El Marqués, Querétaro, México.
 (+52)4422110500, mrodrigu@cenam.mx, rcarranz@cenam.mx

Resumen: La trazabilidad para unidades fasoriales de medición está limitada por los métodos de medición de las variaciones de los parámetros de una señal eléctrica: amplitud, fase y frecuencia. Se propone una implementación novedosa para mediciones simultáneas en tiempo real de amplitud, fase y frecuencia de una señal de tensión eléctrica. Dicha técnica es factible para ser utilizada en un nodo de interconexión real en un sistema eléctrico de potencia. La alta exactitud en la estimación a partir del algoritmo propuesto del valor instantáneo de los parámetros de una señal provee una herramienta para monitoreo dinámico en la red eléctrica.

1. INTRODUCCIÓN

Proveer trazabilidad a mediciones de sincrofasores en condiciones dinámicas, tal como aquellas condiciones encontradas en los sistemas eléctricos de potencia interconectados, es un reto para los laboratorios nacionales de metrología. La norma IEEE C37.118.1-2011 [1] provee una serie de pruebas para PMUs (*Phasor Measurement Unit*, por sus siglas en inglés) para condiciones estáticas y para condiciones dinámicas con la finalidad de describir y cuantificar el desempeño de los PMU previo a que sean desplegados para el monitoreo de redes eléctricas. En 2014 se publicó un documento de enmienda a la norma (IEEE C37.118.1a-2014) [2]. Una de las enmiendas más importantes está relacionada con la prueba de ancho de banda, en la tabla 5 de [2]. Originalmente la norma [1] requería una prueba de modulación en amplitud y fase de manera simultánea, en [2] dichos fenómenos se han separado. El método de medición propuesto en este trabajo supera la necesidad de desarrollar de manera individual la prueba de modulación como lo propone [2] y es capaz de entregar resultados con alta exactitud de acuerdo con los límites originales de la prueba en [1] para condiciones estáticas y dinámicas implementado en una plataforma de procesamiento de tiempo real.

2. MEDICIÓN SIMULTÁNEA DE AMPLITUD, FASE Y FRECUENCIA

La figura 1 muestra los componentes básicos del método de medición propuesto en este trabajo. En CENAM se ha desarrollado el algoritmo que se muestra en la figura 1 [3].

El algoritmo desarrollado es un filtro adaptable de ganancia ortogonal tipo pasa banda.

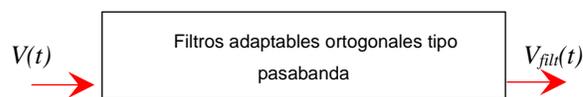


Fig. 1. Componentes principales del método de medición simultánea de amplitud, frecuencia y fase.

El prototipo de patrón que CENAM ha desarrollado para la calibración de PMUs está basado en una plataforma PXI de procesamiento de tiempo real. Dicha plataforma es capaz de obtener la señal de sincronía a través del servidor de estampas de tiempo de CENAM o bien a través de sincronización por GPS. En la figura 2 se muestra la plataforma de tiempo real utilizada en este trabajo. Se compone de una controladora de PXI basada en microprocesador, una controladora de sincronía de alta exactitud y una plataforma de programación basada en LabVIEW. Durante el Simposio se darán detalles técnicos de cada uno de los módulos que componen el prototipo. El desarrollo del prototipo está limitado por la propia tecnología PXI seleccionada. Las tasas de reporte de alta velocidad representan un reto tecnológico en esta plataforma debido a que la programación debe ser desarrollada de manera determinística, esta limitación en los tiempos de procesamiento no permite aprovechar todo el potencial del algoritmo desarrollado en CENAM [3].

3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

El método de medición propuesto fue implementado y probado usando señales sintéticas en una plataforma de procesamiento de tiempo real. La tabla 1 muestra las pruebas realizadas a la propuesta de técnica de medición.

Id.	Tipo de Prueba
1	Modulación simultanea de amplitud y fase
2	Harmónicos simples (1 tono)
3	Desviación de frecuencia nominal
4	Cambios súbitos en amplitud y fase
5	Interharmónicos
6	Aceleración de frecuencia

Tabla 1. Pruebas aplicadas al método de medición propuesto.

La figura 3, muestra los resultados de manera gráfica de la prueba número 1, para modulación simultanea de amplitud y fase. En la figura 3A, se muestra la señal de prueba, en la figura 3B el error en la medición de amplitud y en la 3C el error en la medición de frecuencia. Durante el evento se mostraran además los índices de evaluación de desempeño contenidos en la norma, el TVE, el FE y el RFE.

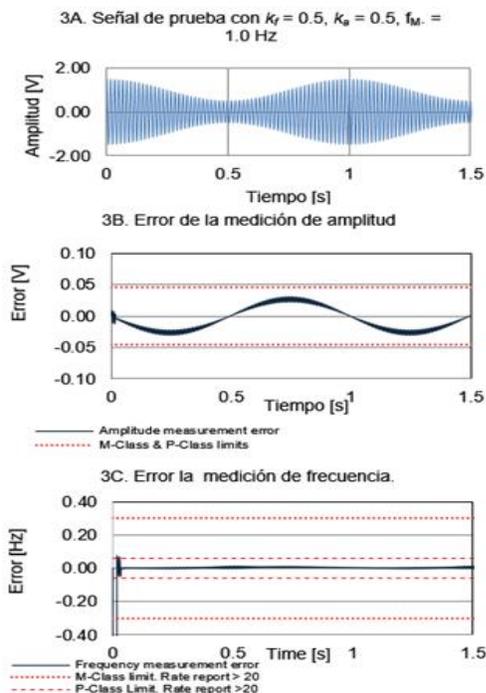


Fig. 3. Resultados experimentales durante un evento de modulación simultanea de amplitud y fase.

4. CONCLUSIONES

Se comprobó la implementación del prototipo de patrón en combinación con el método de medición desarrollado en CENAM. Dicha implementación provee de una herramienta de procesamiento indispensable para desarrollar las pruebas de desempeño para PMUs. El método de medición implementado y que sirve como base del patrón de medición para sincrofasores supera los límites que establece [1] para la evaluación de desempeño de los PMUs incluso sin necesidad de relajar algunos de estos límites como en [2].

Las mediciones hechas por la plataforma deben estar sincronizadas con el UTC, esto representa un reto en la implementación del prototipo CENAM. Durante el Simposio se dará mayor detalle.

Las desviaciones simultáneas de amplitud y fase de una señal deben ser consideradas como una prueba clave en la selección de un método de medición. El algoritmo de seguimiento de frecuencia adaptable permite tasas de reporte de alta velocidad, hasta el punto del valor de la frecuencia de muestreo, proveyendo de valores instantáneos de amplitud, fase y frecuencia. Trabajo futuro incluye el estudio de disturbios simultáneos, incluyendo mediciones sobre registros reales de eventos en una red eléctrica real, esto con la finalidad de evaluar los valores de incertidumbre de la técnica de medición propuesta. Por otro lado el estudio para determinar la robustez contra interharmónicos de la implementación del método de medición propuesto en este trabajo está en desarrollo. Toda esta información estará disponible durante Simposio de Metrología 2016.

REFERENCIAS

- [1] IEEE Standard C37.118.1-2011, 'IEEE Standard for Synchrophasor Measurements for Power Systems', 2011.
- [2] IEEE C37.118.1a-2014: 'IEEE Standard for Synchrophasor Measurements for Power Systems -- Amendment 1: Modification of Selected Performance Requirements, IEEE Std. C37.118.1a-2014 (Amendment to IEEE Std C37.118.1-2011)', July 2014.
- [3] R. Carranza, "Medición simultánea de amplitud y frecuencia en sistemas eléctricos de potencia", presentado en Encuentro Nacional de Metrología 2014, Querétaro, México, 2014.

EVOLUCIÓN DE LA OFERTA DE SERVICIOS DE CALIBRACIÓN DE POTENCIA ELÉCTRICA EN RADIOFRECUENCIAS DEL CENAM

Rafael Castañeda Castillo, Mariano Botello Pérez, Israel García Ruiz
Dirección de Radiofrecuencias, Dirección General de Metrología Eléctrica, Centro Nacional de Metrología
km 4.5 Carretera a Los Cués, Municipio El Marqués, Querétaro. C.P. 76246 México
rcastane@cenam.mx, mbotello@cenam.mx, igarcia@cenam.mx

Resumen: Este trabajo describe los servicios de calibración disponibles en el Laboratorio de Potencia Eléctrica en Radiofrecuencias (LPERF) del CENAM. Los servicios con mayor demanda son los de Factor de Calibración para detectores con tecnologías de diodo, termopar y termistor, así como el de calibración del error de medida para medidores genéricos de potencia en RF. La mayoría de los servicios solicitados por nuestros clientes y usuarios se encuentran comprendidos en el alcance en frecuencia de 0.01 GHz a 18 GHz; no obstante, la evolución y desarrollo de estos servicios actualmente permite disponer de capacidades para realizar servicios desde 10 kHz hasta 50 GHz.

1. INTRODUCCIÓN

El LPERF cuenta con el Patrón Nacional de Potencia Electromagnética en Alta Frecuencia (CNM-PNE-9), el cuál materializa la unidad de potencia eléctrica, watt (W), en RF con trazabilidad directa hacia otros patrones nacionales que materializan las unidades del Sistema Internacional (SI) de unidades en el CENAM. Este patrón permite dar trazabilidad a las mediciones de potencia en radiofrecuencias (RF) que se realizan en el país; ya sea para laboratorios acreditados, regularmente involucrados en el proceso de evaluación de la conformidad de equipo electrotécnico, electrónico de telecomunicaciones y automotriz; o bien, por usuarios que atienden directamente las necesidades de sectores como el industrial, comercial, de investigación, entre otros. Las mediciones de potencia en RF tienen aplicaciones en la industria manufacturera automotriz, aeronáutica, de electrodomésticos, y de manera natural en las telecomunicaciones para voz, datos e imágenes. Debido a la importancia que tienen estos sectores manufactureros y de servicios para la economía nacional, se han desarrollado sistemas de referencia altamente confiables que permiten asegurar y dar consistencia a las mediciones de potencia en RF en México. Los sistemas de referencia del LPERF permiten ofertar servicios de calibración de potencia en RF que comprenden el alcance en frecuencia de 10 MHz a 18 GHz en niveles de potencia desde 1 nW (-60 dBm) hasta 10 mW (10 dBm), en la mayoría de los casos; sin embargo, estos alcances se han extendido mediante diversos proyectos hasta cubrir frecuencias de 10 kHz a 50 GHz y niveles de potencia tan altos como 50 W (46.99 dBm). Además, no obstante que la mayoría de los servicios se realizan en sistemas con impedancia nominal de 50 Ω , también se atienden

servicios para dispositivos con impedancias de 75 Ω particularmente para la industria de servicios de televisión por cable. En las siguientes secciones se describen la evolución y capacidades de dos de los principales sistemas de referencia que se emplean en el LPE en RF.

2. SERVICIOS DE CALIBRACIÓN DEL LABORATORIO DE POTENCIA EN RF PARA DETECTORES Y MEDIDORES

La forma más generalizada de medir potencia en RF con exactitudes relativamente altas es mediante un detector de potencia con su respectivo medidor asociado. Comercialmente existen detectores con diferentes tecnologías tales como: diodo, termopar, termoeléctrico y termistor; estos detectores no son del todo eficientes por lo que para minimizar los errores de medición es necesario corregir las lecturas entregadas por el medidor con su Eficiencia Efectiva (η_{eff}) o su Factor de Calibración (CF por sus siglas en inglés). El CF es la magnitud más utilizada en los detectores de potencia, ya que establece la relación entre la potencia indicada por el medidor y la potencia incidente en el detector a una frecuencia específica. Los medidores de potencia genéricos, tales como analizadores de espectro o los analizadores de compatibilidad electromagnética, son instrumentos que cuentan con la electrónica de detección integrada, por lo cual sus errores de medida no se pueden cuantificar mediante un CF, sino a través de la calibración de su error de medición. En la calibración de estos medidores se compara la indicación del valor medido contra valores de referencia que se obtienen por comparación directa con un sistema de mayor exactitud basado en un detector patrón de referencia previamente calibrado el cual se describe en la siguiente sección.

2.1 Sistemas de referencia para la calibración de detectores de potencia en RF

El LPERF cuenta con un patrón primario para potencia en RF [1] que consiste de un microcalorímetro y un detector patrón de transferencia del tipo termistor (CN). El patrón primario permite medir con muy alta exactitud la η_{eff} del CN, la cual se disemina hacia otros detectores patrón y de trabajo mediante un sistema de referencia basado en el principio de comparación directa [2]. El sistema de comparación cuenta con un generador de RF, un divisor resistivo de potencia y un detector testigo conectado en uno de los puertos del divisor, en el puerto restante se conectan de manera alternada el detector bajo calibración y el detector patrón de transferencia del patrón primario. Este sistema permite ofertar la calibración de la η_{eff} de termistores y del CF de detectores de prácticamente cualquier tecnología de detección, siendo los servicios en conector coaxial N en el alcance en frecuencia de 10 MHz a 18 GHz y en potencia de 1 μW (-30 dBm) a 10 mW (10 dBm), los más solicitados, véase la tabla 1.

Tabla 1. Servicios de calibración del CF.

Tipo de sensor	Nivel de potencia	Frecuencia [GHz]	Incertidumbre máxima
Termistor	1×10^{-3} W	0.05 a 18	0.0085
Termopar	1×10^{-3} W	0.01 a 18	0.009
Diodo	1×10^{-6} W	0.01 a 18	0.012

Recientemente, se concluyó el desarrollo de un sistema de comparación directa en conector coaxial de 2.4 mm, con el cual se han ampliado los alcances en frecuencia de 18 GHz hasta 50 GHz. En este sistema, el patrón es un montaje de termistor en conector coaxial de 2.4 mm mantenido en un horno a temperatura controlada. Anterior al sistema de comparación directa, el LPE en RF contaba con un sistema de referencia basado en el principio de comparación simultánea [3]. En este sistema el patrón era un montaje de termistor mantenido en un horno a temperatura y su principal desventaja, en comparación con el de comparación directa, era que el divisor de potencia se consideraba simétrico y no era posible corregir todos los errores por desacoplamientos de impedancia disminuyendo así la exactitud de medida. El termistor patrón en conector coaxial de 2.4 mm tiene actualmente trazabilidad al *National Institute of Standards and Technology* y se espera que en 2017 esta trazabilidad quede definida internamente al nuevo patrón primario a 50 GHz del CENAM, actualmente en desarrollo en el LPERF.

2.2 Sistema de referencia para la calibración del error de medidores de potencia en RF

Este sistema cuenta con un generador de RF, un divisor resistivo de potencia y un detector patrón de trabajo conectado en uno de los puertos del divisor, en el puerto restante se conecta el medidor bajo calibración (MBC), de manera que se pueda comparar la lectura de potencia del MBC y del patrón. El alcance en frecuencia actual de estos servicios es de 10 kHz hasta 50 GHz. En los primeros años de operación del laboratorio el alcance fue de 10 MHz a 18 GHz en conector coaxial N, posteriormente con el desarrollo de un sistema de calibración de tensión en RF, basado en un TVC [4], fue posible ampliar el alcance de 10 kHz a 1 MHz, más recientemente el alcance se ha extendido hasta 50 GHz en conector coaxial de 2.4 mm. Cabe mencionar que la mayoría de los servicios de calibración que se realizan con este sistema son en el alcance de 10 kHz a 18 GHz, para los niveles de potencia de 1 nW (-60 dBm) hasta 10 mW (+10 dBm). El nivel de incertidumbre en estos servicios no suele ser mayor a 45 mW/W.

3. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se ha presentado la evolución de los alcances de dos de los principales servicios de calibración que se ofrecen en el LPERF del CENAM. Estos servicios tienen gran impacto, ya que tanto a través los laboratorios secundarios de calibración con los de pruebas y de la industria, diseminan los valores de referencia y su exactitud a una gran cantidad de usuarios finales en diversos sectores de la economía nacional.

REFERENCIAS

- [1] M. Botello-Pérez, I. García-Ruiz, "Patrón Primario para Medición de Potencia Eléctrica en Radiofrecuencias de 0.05 GHz a 18 GHz", Simposio de Metrología 2014, Querétaro, México.
- [2] M. Botello-Pérez, I. García-Ruiz, D. Covarrubias-Martínez, "Sistema de Referencia Para la Calibración de Detectores de Potencia por Comparación Directa", Simposio de Metrología 2012, Querétaro, México.
- [3] TEGAM, *100 mW Feedthrough Power Standard*, Application Note 212, Geneva, Ohio.
- [4] M. Botello-Pérez, R. Castañeda-Castillo, I. García-Ruiz, "Calibración de Voltímetros de RF Mediante Termoconvertidores de Tensión", Simposio de Metrología 2014, Querétaro, México.

PATRÓN NACIONAL DE CAMPO EMITIDO EN FORMA RADIADA POR CABLES DE SUMINISTRO ELÉCTRICO DE 30 MHz A 300 MHz

Miguel Angel Muñoz Sancén, Israel García Ruíz
Centro Nacional de Metrología
Carretera a Los Cués km 4.5, El Marqués Querétaro C.P. 76246, México
52-442-2110500 ext. 3433 y 3471. e-mail: mmunoz@cenam.mx

Resumen: El patrón nacional de campo emitido de 30 MHz a 300 MHz tiene como objetivo dar trazabilidad metrológica a las mediciones del campo eléctrico emitido por aparatos electrotécnicos a través de su cable de suministro eléctrico, realizadas en laboratorios de pruebas acreditados y en la industria mexicana, para demostrar conformidad con las normas de compatibilidad electromagnética. La trazabilidad metrológica a este patrón se realiza a través del servicio de calibración de abrazaderas de absorción de campo emitido.

1. INTRODUCCIÓN

Los equipos o sistemas que operan con energía eléctrica generan y son susceptibles a perturbaciones electromagnéticas. Estas perturbaciones son el resultado de emisiones radiadas que provienen ya sea desde el gabinete de los equipos, o desde los cables que entran y salen de los equipos, a frecuencias a las cuales estos se comportan como una antena eficiente. La medición de perturbaciones electromagnéticas radiadas a través de los cables de suministro eléctrico de equipos electrotécnicos representa un área de estudio importante de la compatibilidad electromagnética y es posible realizarla por medio de transductores de campo conocidas como abrazaderas de absorción (AC). Este método sirve para determinar el nivel de las emisiones de campo electromagnético radiado en la gama de frecuencias por encima de 30 MHz en la que los cables por su longitud se comportan como una antena eficiente. De la necesidad de medir su intensidad o amplitud con alta exactitud y con trazabilidad a las unidades del SI, surge el Patrón Nacional de Campo Emitido en Forma Radiada por Cables de Suministro Eléctrico de 30 MHz a 300 MHz (PNCE) desarrollado en el Laboratorio de Compatibilidad Electromagnética del CENAM. El patrón tiene entre sus objetivos ser el origen de la trazabilidad metrológica de las mediciones que se realizan en los laboratorios de pruebas acreditados y de la industria en el país y por su alto nivel metrológico fomentar el desarrollo científico y tecnológico de México en el campo de la compatibilidad electromagnética.

2. DESCRIPCIÓN DEL PATRÓN

El PNCE es un sistema conformado por un conjunto de elementos los cuales poseen características específicas necesarias para su adecuado

desempeño y sus atributos metrológicos están en conformidad con la norma internacional CISPR 16-1-3 [1] por lo que además ofrece coherencia y equivalencia en el ámbito internacional. Esta característica es relevante para fabricantes de equipos que acceden a mercados internacionales y que requieren cumplir con sus regulaciones. El PNCE emplea el llamado método original [1] y posee gran eficiencia, permitiendo la medición del factor de abrazadera (CF) en forma directa. Está conformado por un sitio de referencia (ver figura 1), el cual incluye un riel de desplazamiento de $5.95 \text{ m} \pm 0.05 \text{ m}$ de largo y $0.8 \text{ m} \pm 0.05 \text{ m}$ de alto colocado sobre un plano de tierra compuesto por un elemento vertical de más de 2 m de ancho \times más de 3 m de alto y otro horizontal de más de 2 m de ancho \times más de 6 m de alto, a lo largo del cual se desplaza un elemento AC juntamente con un dispositivo de absorción secundario (SAD) compuesto de anillos de ferrita. Sobre el riel de desplazamiento se tiende un cable conductor eléctrico denominado cable bajo prueba (LUT) de $7 \text{ m} \pm 0.05 \text{ m}$ de largo, suspendido por un par de dispositivos tensores construidos de un material transparente a las ondas de radio. El LUT debe poseer esta longitud para obtener una distancia de barrido efectivo de 5 m, restando la longitud de los dispositivos de absorción, lo cual permite mediciones a la frecuencia más baja de operación del patrón (30 MHz) en la que media longitud de onda, $\lambda/2$, equivale a 5 m. El LUT se conecta al conductor central de un conector tipo N hembra montado en el plano vertical de referencia a tierra. Este conector coaxial se conecta a uno de los puertos de un analizador de redes desde el cual se proporciona la señal que viaja a través del LUT, convirtiéndose en un generador de señal de RF de alto desempeño anclado en fase a un receptor de medición disponible en el otro puerto del analizador de redes. El puerto de salida de la abrazadera de absorción se conecta al receptor de RF del analizador de redes a fin de obtener una

relación salida/entrada mientras los dispositivos de absorción se desplazan a lo largo del riel haciendo un barrido en frecuencia de 30 MHz a 300 MHz a lo largo del LUT. La imagen del sistema ensamblado se muestra en la figura 1.



Fig. 1. Estructura del PNCE en frecuencias de 30 MHz a 300 MHz.

2.1. Relación entre el Factor de abrazadera y la perturbación emitida por el EBP

La determinación de la potencia de la perturbación generada por el EBP se basa en la medición de la corriente asimétrica, la cual se mide en la entrada de la abrazadera de absorción usando una sonda de corriente. Las ferritas de los dispositivos de absorción alrededor del LUT aíslan el transformador de corriente de perturbaciones no provenientes del generador. La corriente máxima se determina desplazando la abrazadera de absorción a lo largo del LUT tensado, el cual actúa como una antena. El factor de abrazadera efectivo CF_{act} se refiere a la relación entre la señal de salida de la abrazadera de absorción V_{rec} con respecto a la potencia entregada, esto es, si se calibra el factor de abrazadera, la potencia de perturbación P_{eut} de un equipo bajo prueba (EBP) se determina como se muestra en la ecuación (1) [1].

$$P_{eut} = CF_{act} + V_{rec} \tag{1}$$

donde:

- P_{eut} Potencia de perturbación del EBP [dBpW]
- V_{rec} La tensión medida [dBμV]
- CF_{act} El factor de abrazadera efectivo [dBpW/μV]

3. RESULTADOS DE CARACTERIZACIÓN DEL SISTEMA

3.1. Impedancia del sistema

Para calcular la potencia de la señal que viaja a través del LUT es necesario conocer las características de impedancia del sistema con todos

sus elementos en cada una de las posiciones de los dispositivos de absorción. Los resultados en algunos puntos en frecuencia se muestran en la tabla 1.

Tabla 1. Impedancia del cable bajo prueba.

Frecuencia [MHz]	Impedancia [ohms]	Incertidumbre [ohms]
30	53.88	±0.07
60	53.84	±0.13
120	53.36	±0.17
300	50.25	±0.12

3.2. Potencia medida con la abrazadera de absorción

Se midió la potencia emitida por el puerto de la abrazadera de absorción por medio del analizador de redes, esta información sirve para determinar la atenuación inicial la cual es la diferencia entre la potencia de RF generada y la potencia medida. En conformidad con la norma internacional CISPR 16-1-3 la diferencia debe estar entre 13 dB y 22 dB. Los datos se muestran en la tabla 2.

Tabla 2. Potencia medida con la AC.

Frecuencia [MHz]	Potencia [dBm]	Incertidumbre [dB]
30	-18.18	±0.18
60	-17.68	±0.20
120	-15.46	±0.33
300	-13.20	±0.55

4. DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

El PNCE desarrollado en CENAM es un sistema de alto nivel metrológico con características que permiten dar trazabilidad a las mediciones de campo electromagnético emitido por equipo electrotécnico a través de sus cables de suministro eléctrico en el intervalo de frecuencias de 30 MHz a 300 MHz. En el desarrollo del patrón y en la evaluación de su desempeño se han observado requisitos metrológicos conforme a la norma internacional CISPR 16-1-3, lo cual representa una ventaja de competitividad para la industria mexicana en su acceso a mercados globales, impulsando con ello la calidad y la competitividad de sus productos.

REFERENCIAS

[1] Norma internacional CISPR 16-1-3, Part 1-3: Radio disturbance and immunity measuring apparatus – Ancillary equipment – Disturbance power.

DESARROLLO DE UNA FUENTE RADIANTE TIPO CUERPO NEGRO DE PUNTO FIJO DEL ALUMINIO

J-Efraín Hernández-López
Centro Nacional de Metrología de México
km 4.5 Carretera a los Cués, El Marques Querétaro México.
(442) 2110500 Ext. 3417; ehernand@cenam.mx

Resumen: Una fuente tipo cuerpo negro de punto fijo del aluminio se desarrolló en el laboratorio de termometría de radiación, sus dimensiones son las especificadas para el patrón nacional de temperatura de radiancia, permiten observar a las dos fuentes sin ninguna corrección por efecto de tamaño de fuente, ni por emisividad efectiva. Se presentan algunos resultados.

1. INTRODUCCIÓN

La escala de temperatura de 1990 abreviada EIT-90 [1], utiliza la transición de fase de metales puros como puntos de temperatura conocidos, algunos son Estaño, Zinc, Aluminio, Plata, Cobre u Oro. Al valor de temperatura que ocurre la transición de fase del metal se le llama punto fijo. Por ejemplo, punto fijo de la plata (PF-Ag). Desde la temperatura del punto fijo de la plata hacia temperaturas mayores, la escala de temperatura se realiza con celdas de cuerpo negro de punto fijo, abreviadamente celda de CNPF. Estrictamente, el punto de referencia puede ser una celda de CNPF-Ag, una de CNPF-Au o una de CNPF-Cu. En el CENAM, el patrón nacional de temperatura de radiancia [2] utiliza una celda de CNPF-Ag.

Con el patrón nacional se puede calibrar termómetros de radiación de alta calidad metrológica pero, por lo general se usa para calibrar un termómetro de transferencia como el KE-LP2. Con el termómetro calibrado y un modelo de extrapolación se realiza la EIT-1990 para temperaturas mayores que el punto fijo de la plata. El proceso de calibración utiliza, entre otros, los registros de las transiciones de fase observadas por el termómetro.

La escala de temperatura de radiancia se realiza con el termómetro y se confía en él. Una fuente radiante con temperatura conocida ayuda a confiar en la escala, si la incertidumbre de las dos temperaturas de radiancia, la medida por el termómetro y la de la fuente conocida, se enlazan. Con este principio el laboratorio ha desarrollado una celda CNPF para el aluminio. El manuscrito describe al CNPF-AI y la evolución de solidificación observada con el termómetro KE-LP2.

2. CUERPO NEGRO DE PF-AI

De acuerdo con la EIT-90 el punto fijo del aluminio es un valor de temperatura conocida, y su transición de fase solidificación es a 933.47 K (660.323°C). El punto se materializa con una celda, y la usa termometría de contacto. El principio, con algunas modificaciones, lo empleó el laboratorio para desarrollar una fuente radiante CNPF-AI con temperatura conocida y emisividad efectiva alta. La fuente radiante tiene las dimensiones geométricas nominales del CNPF-Ag empleada en el patrón nacional. Las dos fuentes tienen diámetro de la apertura y emisividad efectiva iguales.

La superficie externa de la cavidad está constantemente en contacto directo con el aluminio, en el proceso de inspección, se confirmó visualmente que el aluminio en fase sólida lo está. La figura 1 ilustra al metal amarrado a la superficie externa de la cavidad, la evolución de solidificación del aluminio ocurre sobre la superficie, y mantiene a toda la superficie interna de la cavidad como una superficie aproximadamente isotérmica.



Fig. 1. Casi al finalizar el proceso de llenado, aún se observaban las fronteras de grano.

2.1. Termómetro de Radiación

Los experimentos de solidificación se observaron a 910 nm, y se utilizó el programa “ALTA TEMPERATURA (CENAM)”, desarrollado en la institución para leer los datos digitales del termómetro.

2.2. Realización del PF-AI

En el seguimiento de temperatura, hecho con el termómetro, se observan las fases y transiciones de fase del aluminio. La evolución de solidificación lograda se ilustra en la figura 2. El valor de la señal del termómetro obtenida en la solidificación, se utiliza para medir la temperatura de radiancia de la fuente CNPF-AI.

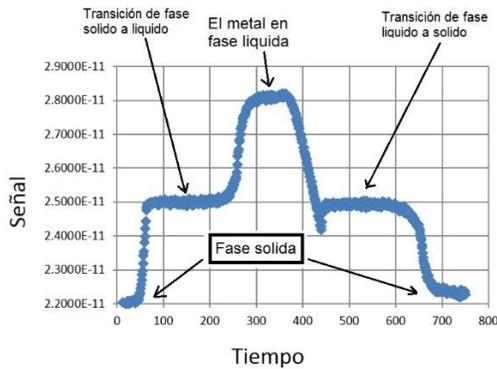


Fig. 2. La señal del termómetro durante la solidificación se le conoce como meseta de solidificación.

2.3. Fuente radiante conocida: CNPF-AI

En el método calibración por punto fijo, la calibración con el patrón nacional de temperatura de radiancia se mantiene en el termómetro, y se realiza la escala de temperatura de radiancia en el intervalo 500 – 1400°C.

El termómetro reporta un valor de señal, no temperatura. Una hoja de cálculo utiliza la señal del termómetro, junto con el modelo de la EIT-1990, para asociarla con la temperatura de radiancia.

Para evaluar el desempeño de la escala, el laboratorio utiliza la fuente CNPF-AI, y mide su temperatura. El valor medido es comparado con el valor conocido de la fuente CNPF-AI. La figura 3 ilustra en forma general el concepto.

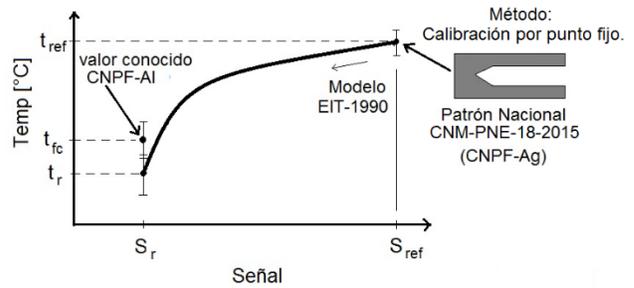


Fig. 3. S_{ref} es la señal que reportó el termómetro cuando vio al patrón nacional y t_{ref} su valor de temperatura; S_r es la señal del termómetro cuando ve a la fuente CNPF-AI, t_r es la temperatura medida, y t_{fc} es la de la fuente conocida.

2.4. Incertidumbre

Las componentes de incertidumbre de temperatura de las dos fuentes radiantes de punto fijo, la del patrón nacional y la del aluminio, así como la medida del CNPF-AI son las recomendadas por el grupo de trabajo de termometría de radiación que pertenece al Comité Consultor para Termometría [3].

3. CONCLUSIONES

El laboratorio de termometría de radiación desarrollo una fuente de CNPF-AI con éxito. Los resultados de solidificación obtenidos con la fuente serán utilizados para verificar la escala de temperatura de radiancia 500°C a 1400°C en un punto de temperatura, solidificación del aluminio.

REFERENCIAS

- [1] H. Preston-Thomas, “The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)”, Metrologia, Vol 27, pag. 3-10, 1990.
- [2] Patrón Nacional de Temperatura de Radiancia, CNM-PNE-18-2015.
- [3] J. Fischer, M. Battuello, et al, “Uncertainty Budgets for Realization of ITS-90 by Radiation Thermometry”, Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry, Vol 7, pag. 631-638.

VALIDACION DE SOFTWARE PARA MEDICIÓN POR COORDENADAS

José Sánchez Vizcaíno, Sergio Padilla Olvera
 Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico - UNAM
 Circuito Exterior S/N Ciudad Universitaria, 04510, Ciudad de México
 (52) 5556 228602 ext. 1123, jose.sanchez@ccadet.unam.mx

Resumen: El Grupo Académico Ingeniería de Precisión y Metrología del Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico UNAM, ha desarrollado un Software de Medición por Coordenadas multipropósito, que realiza las tareas: protocolos de iniciación; medición de cuerpos geométricos; relaciones geométricas, protocolos externos definidos por el usuario; envío y recepción de vectores y objetos a CAD, y debe validarse. Los vectores de operación provienen de palpaciones o de archivos creados con ANSI-DMIS en MMCs. La capacidad de envío y recepción a CAD permite comprobar la exactitud de procesamiento numérico dentro de una parte en cien mil, y validar todas sus operaciones.

1. INTRODUCCIÓN

El software que se valida llamado Met-3D pertenece a una interfaz de usuario instalada en una computadora personal, que posee los subsistemas: comunicación con controlador, creación y operación de protocolos automatizados, creación de arreglos numéricos, procesamiento de cuerpos geométricos con resultados numéricos y en CAD, relaciones geométricas, procesamiento de formas por protocolos definidos por el usuario, transformación de coordenadas, e indexación de objetos geométricos para administración de tareas.

Desde el enfoque de alta exactitud, se considera que la validación es completa si se parte de vectores de palpación libres de error o con errores conocidos, y se verifica que el decaimiento de exactitud en sus resultados se debe sólo a redondeos computacionales, y aún es apropiada a las aplicaciones industriales de más exigentes.

Se ha creado un documento de validación [1], cuya utilidad será la acreditación de servicios especiales de medición 3D y su promoción.

2. LA INTERFAZ Y SUS SUBSISTEMAS

Los comandos y operaciones agrupados en el recuadro verde de la figura 1, interactúan directamente con el controlador de la máquina de coordenadas, a través de puerto *comm n*, por palabras de entrada que contienen el vector de posición actual y de última palpación; y de salida que contienen posición a alcanzar, perfiles de velocidad, segmento de propósitos múltiples, y paro de emergencia.

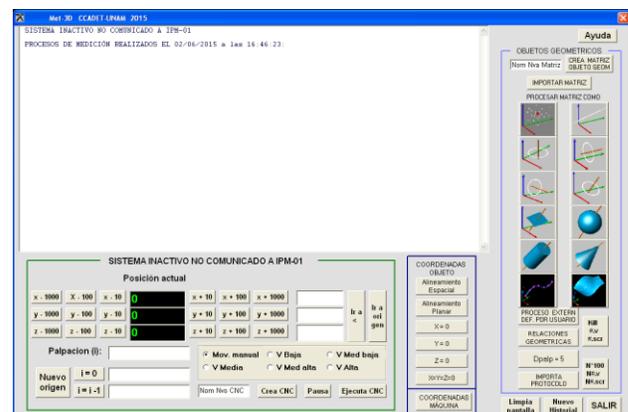


Fig. 1. Interfaz de usuario que integra los subsistemas.

Los comandos y operaciones agrupados en el recuadro verde de la figura 1, interactúan directamente con el controlador de la máquina de coordenadas, a través de puerto *comm n*, por palabras de entrada que contienen vector de posición actual y última palpación; y de salida que contienen posición a alcanzar, perfiles de velocidad, segmento de propósitos múltiples, y paro de emergencia.

Ventana de comunicación. En esta se registran todas las operaciones realizadas, mismas que generan un archivo histórico. También permite introducir texto a transferirse a histórico.

Comandos de creación de matrices y procesamiento de cuerpos geométricos. Este software parte de arreglos numéricos en formato matricial, que una vez cerrados permiten procesarse como nube, línea, círculo, plano, esfera, cilindro, cono, alambre, y superficie libre. Estas operaciones se consideran las más sensibles

a errores de procesamiento numérico, por lo que el documento de validación se centra principalmente en ellas. Igualmente sensibles son las relaciones geométricas, agrupadas en el recuadro azul abajo.

Comandos de transformaciones de coordenadas, o de creación de sistemas locales en el recuadro magenta, son igualmente sensibles a errores de procesamiento; sin embargo la posibilidad de lanzar a CAD objetos transformados y las alternativas de transformación dentro de los CADs, permiten verificar rápidamente las correctas transformaciones.

3. VALIDACIÓN

3.1 Principios

Los software CAD permiten la exportación de archivos en formatos **.dxf*, o *drawing exchange files*, en formatos ASCII, que pueden contener puntos, líneas, círculos,, polígonos abiertos 3D, sistemas de coordenadas en que fueron creados los objetos; e inversamente pueden importar archivos en mismo formato. Ello los convierte en un laboratorio virtual donde se crean objetos, se crean polígonos abiertos donde cada vértice corresponda a una palpación, y exportarse.

Externamente se han creado filtros para convertir los arreglos *dxf* de polígonos en matrices numéricas ASCII. Similarmente varios software comerciales de medición por coordenadas ofrecen compatibilidad con Dimensional Measurement Interface Standard (ANSI-DMIS), con que se pueden crear matrices de medición y ser procesadas por el software Met-3D.

3.2 Caso: círculo orientado en Z con desvíos planares

Se ha creado un polígono cuyos vértices se alejan un radio de 2.5 mm de un círculo "perfecto", se exporta como archivo *dxf*, se filtra y extrae la matriz de centros, se importa desde Met-3D y se procesa como círculo alineado hacia Z, donde los vectores con desvío planar son proyectados a plano horizontal, obteniendo los resultados:

```
007Circl, CIRCULO 'XY,Z' INTERIOR,
Centro      : -33.32147 -37.4801 6.25
Radio      : 17.49999
Orientación eje      : 0 0 1
Inclinación (deg)   : z/x = 90 z/y = 90
Corta plano Z0 en  : -33.32147 -37.4801 0
```

```
Corta plano Y0 en  : No cruza plano Y0
Corta plano X0 en  : No cruza plano X0
Error circularidad : 2.915604E-05
Min              : (1) -5,714863E-05
Max              : (7) 4,019845E-05
```

Donde el error 2.915604E-05 proviene de aritmética computacional, y corresponde a 29 nanómetros.

Procesado como círculo de orientación libre se obtienen las diferencias principales:

```
Orientac eje:
-6.831095E-02 -6.584993E-02 .9954885
Error circularidad : .2132529
```

Donde el error de circularidad: .2132529, corresponde al desvío en radio de las palpaciones no planares. Ver figura 2 para ambos.

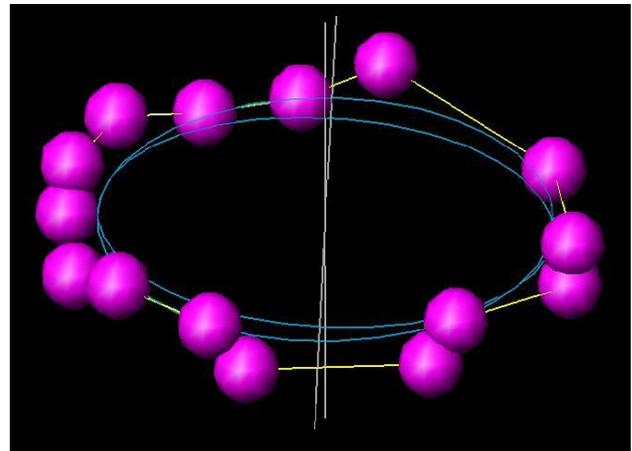


Fig. 2. Trazo CAD de palpaciones en esferas magenta y polígono amarillo; círculos procesados en cyan.

4. CONCLUSIONES

Primera. Se ha demostrado la exactitud de procesamiento matemático-geométrico del software de medición por coordenadas multipropósito Met-3D.

REFERENCIAS

- [1] José Sánchez V., INTERFAZ DE USUARIO PARA OPERAR SISTEMAS DE MEDICIÓN TRIDIMENSIONAL, Validación de los subsistemas de procesamiento geométrico, INFORME TÉCNICO, CCADET-UNAM 2015.

SISTEMATIZACIÓN Y OPTIMIZACIÓN DEL PROCEDIMIENTO DE LA CALIBRACIÓN PARA DENSÍMETROS DE TUBO VIBRANTE

Fabrizio Gómez R., Christian Bouchot *, Jesús C. Sánchez Ochoa
 E.S.I.Q.I.E. Instituto Politécnico Nacional
 U.P.A.L.M., Zacatenco, C.P. 07738
 * Correspondencia: cbouchot@ipn.mx

Resumen: Se presenta un estudio del modelo de calibración mecánica de caminos forzados para densímetros de tubo vibrante con el fin de reducir los tiempos de calibración a altas presiones mediante metodologías de prueba de hipótesis y modificaciones al modelo. Se reduce la cantidad de puntos de calibración con mejora de su precisión y sin alterar el significado estadístico de las mediciones.

1. INTRODUCCIÓN

Los densímetros de tubo vibrante (DTV), instrumentos secundarios, se deben de calibrar. El modelo de calibración mecánica de caminos forzados (FPMC por sus siglas en inglés) [1], se usa con un solo fluido de referencia y el vacío para las calibraciones. El FPMC es muy usado, [2], y ofrece buena precisión para mediciones a altas presiones (P), hasta 700 bar [3].

En el modelo FPMC, [1], la dependencia en P se encuentra en la definición del coeficiente de expansión del material del tubo, expresado como función lineal de P (2 parámetros ajustables). La fracción M_0/L_{00} , de la masa vibrante del tubo vacío entre una longitud de referencia es el tercer parámetro. Los parámetros, que se obtienen por ajuste a datos isotérmicos de densidad del agua presurizada y con referencia a vacío, deberían ser independientes de la temperatura (T). Sin embargo, la formulación actual muestra una correlación de los parámetros con T, observada en tres DTV diferentes. Otra observación relacionada es la no reproducibilidad del período de vibración al vacío (PVV) con respecto a T acompañada de una conservación de su gradiente.

Se busca sistematizar el uso del FPMC con los objetivos de 1/ reducir el tiempo de calibración a altas presiones, 2/ validar estadísticamente las metodologías de calibraciones y 3/ definir métodos para solventar los efectos de la no reproducibilidad en mediciones de PVV sobre el tiempo de validez de una calibración.

Lo último es en parte resuelto mediante un acoplamiento entre los experimentos, el estudio estadístico de los mismos y la revisión del formalismo del FPMC. Este estudio aporta un tratamiento sistemático de ese acoplamiento.

2. MÉTODO DE USO E ANÁLISIS DEL FPMC

2.1. Método experimental

El procedimiento de mediciones y calibraciones elaborado en el cuadro FPMC es el siguiente:

- 1) Medición de PVV a diferentes T.
- 2) Regresión de segundo orden (PVV, T) → determinación del gradiente (reproducibile [5]).
- 3) Medición del período de vibración con un fluido de referencia (agua, isotérmica).
- 4) Medición de un PVV de referencia a T.
- 5) Ajuste del FPMC a datos del fluido de referencia por isotermas con el PVV del paso 4.
- 6) Correlación con T de los parámetros obtenidos en 5), para su uso con isotermas no calibradas.
- 7) Medición de PVV de referencia.
- 8) Medición del período de vibración con fluido de estudio. Densidades obtenidas de: 5)-7) o 6)-7).

Este procedimiento se empleó con 3 DTV. Un DMA 512P (DTV1), y dos DMA HP (DTV 2 y 3) de Anton Paar. Se usó agua de grado HPLC para las calibraciones y vacío primario a un nivel < 2 Pa. Los intervalos de medición son de ~ 0 hasta 700 bar en presión y entre 20°C y 120°C en T.

2.2. Pruebas de Hipótesis

Se utilizaron pruebas de hipótesis (PdH) sobre diferencia de medias para muestras grandes e independientes, con un nivel de confianza de 95.45% ($Z=2$). Se utilizaron datos de seis fluidos con calibraciones de hasta diez puntos en P por isoterma. Un punto consiste en una muestra normal caracterizada por su media y desviación estándar. Se realizaron calibraciones reduciendo el número de puntos de 10 a 6 y 3 en P, a diferentes T: grupo 1; 20, 40, 70 y 90 °C para el DTV 1, grupo 2; 30, 50, 70 y 90 °C para el DTV 1 y grupo 3; 20, 40, 60, 80, 100, 120 °C para los DTV 2 y 3. Los cálculos de densidad

se hicieron a las T coincidentes entre la calibración y las mediciones, con y sin correlación en T de los parámetros ajustados. A temperaturas intermedias, se utilizaron correlaciones simples en T para los parámetros.

2.3. Modificación al FPMC (FPMCm)

El estudio matemático de la sensibilidad del FPMC a T permite relacionar las variaciones observables del PVV con cambios en Datos de Referencia (DdR) en el modelo: radios interno y externo, y longitud. Los DdR están ligados a la geometría del tubo que no regresa a su forma inicial después de cambios en T o P. Al cambiar significativamente el PVV, es necesario volver a calibrar el instrumento. Con esas ideas y confrontando el FPMC con los datos de PVV de decenas de mediciones, se pueden proponer correcciones al FPMC:

$$\rho = M_o \left(\frac{1}{C_{Lr} \partial L} \right) \left[\left(\frac{E \tau^2 C'_l}{\partial L^3} \right) e^{\left(\gamma_1 P + \gamma_2 \frac{P^2}{2} \right)} - 1 \right] \quad (1)$$

Donde C'_l y C_{Lr} son corrección a la inercia y al volumen del tubo respectivamente. Esas funciones, coherentes con simulaciones termo-mecánicas anteriores [6], deberían depender solo de los DdR.

3. RESULTADOS y DISCUSIÓN

La Figura 1 muestra resultados de una de las PdH para la densidad de un fluido del grupo 1 de calibraciones. Eso muestra la necesidad de lograr la independencia de los parámetros del FPMC con T, que es válida la búsqueda de un mejor formalismo, y que es factible reducir sustancialmente la cantidad de puntos de calibración.

Los residuos en la densidad del agua, en una calibración global entre 20 y 100 °C, para el DTV 1, muestran una mejora con un factor > 10 al comparar el FPMCm, con una desviación estándar de ~ 0.05 kg/m³, y el modelo original con una desviación estándar entre 0.5 hasta 1.0 kg/m³ en todo el intervalo de P, usando 5 puntos de calibración.

4. CONCLUSIONES

Las PdH validan la reducción de la cantidad de puntos de P necesarios para una calibración y señalan que no se deben usar correlaciones en los parámetros del modelo. El FPMCm (ec. 1) elimina las dependencias en T en sus parámetros, se mejora la

precisión de la calibración, pero las correcciones son función de T y no de los DdR.

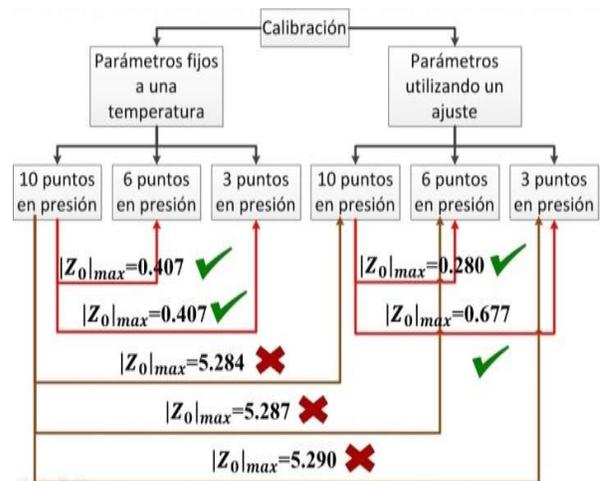


Fig. 1. Prueba de hipótesis: fluido de interés. ✗: cálculos de densidad estadísticamente diferentes, ✓: se tiene una semejanza estadística. Z_0 : hipótesis nula para un test-z (coeficiente de cobertura $k=2$).

Existe la posibilidad de calibrar el modelo respecto a los DdR, lo cual deja entrever la posibilidad de predecir la necesidad de recalibrar el instrumento con solo la medición de variaciones en el PVV. El tiempo de calibración se reduce sin afectar estadísticamente los cálculos de densidad. La cantidad de puntos que se tendrían que medir, para un experimento con 10 isotermas y 10 puntos de presión cada una, son, para el Modelo clásico, 200 puntos; para FPMC, 110 puntos; para FPMC con PdH, 40 puntos y para FPMCm, 12 puntos.

AGRADECIMIENTOS

Estudios financiados a través de los proyectos IPN-SIP#20161830 y SENER-CONACyT-Hc #185183.

REFERENCIAS

- [1] Bouchot, C. & Richon, D., Fluid Phase Equilibria, 189-208, 2001.
- [2] Eric F. May et al., Rev. Sci. Instrum. 85, 095111 2014.
- [3] Y. A. Sanmamed et al. J. Chem. Thermodynamics, 41 (2009), 1060-1068.
- [4] Fabrizio Gómez R., Tesis de Maestría, ESQIE IPN, 2016.
- [5] Enrique de la Rosa V., Tesis de Maestría, ESQIE, IPN, 2002.
- [6] Benjamín Noyola G., Tesis de Maestría, ESQIE, IPN, 2012.

SULFUR HEXAFLUORIDE: A NOVEL FIXED POINT FOR CONTACT THERMOMETRY

Sergey N. Dedyulin
National Research Council of Canada
Ottawa, ON, K1A 0R6, Canada
Tel.: +1(613)998-6077; E-mail: sergey.dedyulin@nrc-cnrc.gc.ca

Abstract: In this paper, we report on the development at NRC of an immersion sulfur hexafluoride (SF_6) fixed point cell for calibrating long-stem standard platinum resistance thermometers. Discussed in detail are the unique challenges of constructing the high-pressure fixed point cell and realizing the triple point of SF_6 in a commercial stirred liquid bath.

1. INTRODUCTION

Recently, at the National Research Council of Canada (NRC) a cryogenic fixed point cell was filled with high purity (99.999 %) sulfur hexafluoride and measured in an adiabatic closed-cycle cryostat system using a capsule-type standard platinum resistance thermometer [1]. Based on this measurement, the temperature of the triple point of sulfur hexafluoride (TP SF_6) was shown to be 223.555 23(49) K ($k=1$) on the ITS-90 - a value which agrees with the prior measurements reported in the literature and which has a considerably smaller uncertainty.

With the work of Rourke [1] providing a framework for the study, we set out to develop a sulfur hexafluoride triple point apparatus for calibrating long-stem standard platinum resistance thermometers (SPRT), an apparatus which would be relatively easy to construct and also simple to operate.

2. EXPERIMENTAL DETAILS

For our experiments, we opted to use a large metal immersion cell that can be directly dropped into a commercially available stirred liquid bath to realize the triple point of sulfur hexafluoride. Two immersion cells, one made out of copper (Cu) and one made out of stainless steel (SS), were manufactured and pressure certified for use up to 2.4 MPa by All Weld company (Canada). The Cu cell is made of regular copper, has three thermo-wells and an available volume for SF_6 of 990 cm^3 . The SS cell is made of 304 stainless steel, has one thermo-well and an available volume of 420 cm^3 .

Commercial sulfur hexafluoride from Concorde Specialty Gases, Inc. 99.999 % pure, containing only traces of water, air, CF_4 and carbon dioxide, was used to fill the cells without any additional purification

steps. Prior to filling, each cell was degreased with organic solvents, pumped and flushed with SF_6 gas multiple times to dilute any gaseous impurities still remaining in the cell below 1 ppm level. Originally, we put approximately 830 g (360 g) of SF_6 in the Cu (SS) cell. Such an amount gives a filling ratio of 0.43 and the liquid depth of 10 cm at the triple point of sulfur hexafluoride. We have also tried a filling ratio of 0.79 for stainless steel cell.

SF_6 slow melting plateaus were recorded using an AC resistance bridge and an quartz sheath SPRT calibrated in NRC's contact thermometry comparison facility (1 mK uncertainty). During some of the melts, we tried initiating the inner melt after the melting plateau was reached by inserting for a different amount of time a metal rod at room temperature or a 7.5 W immersion heater in the thermal well.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1. Results for Cu immersion cell

Chronologically, the Cu cell was made first. Copper was chosen for its high thermal conductivity and the ability to smoothen any temperature fluctuations present in the stirred liquid bath. Contrary to our expectations, it was discovered in the course of experiments that the temperature fluctuations in the bath were actually transmitted to the thermometer instead of being dampened: when the bath temperature control failed during an SF_6 freeze and the coolant pressure was oscillating ± 10 psig, so did the temperature measured by SPRT in a thermal well of the copper cell. We speculated that the combination of high thermal conductivity and large mass of copper together with the low thermal conductivity of SF_6 are responsible for the observed behavior.

3.2. Results for SS immersion cell

The SS cell is less affected by small temperature fluctuation in the environment due to lower thermal conductivity and higher specific heat capacity of stainless steel compared to copper. For most of our experiments, we used commercially available Fluke 7080 stirred liquid bath (Bath 1) filled with ethanol (38 cm liquid depth). The sufficient immersion of the cell was verified in the custom made Hart Scientific 7081 (Bath 2) stirred liquid bath (46 cm liquid depth).

In all the cases, we were unable to obtain a flat long-lasting plateau with temperature stability within 0.1 mK. Without an inner melt initiation, the temperature would steadily rise, eventually passing the adiabatic cell result. However, it would not reach the bath setting even after 13 - 14 h of the experiment. With an inner melt initiation, there were two distinct regimes present: first regime (in the beginning of the melt) - with less temperature fluctuations and a relatively flat melting plateau, and second regime (later during the melt) - with a large number of temperature fluctuations present (sometimes spanning 10 - 15 mK).

Slow steady temperature rise in the experiments without an inner melt initiation is not surprising considering the low thermal conductivity of SF_6 . Combined with unpredictable temperature fluctuation in the bath, it leads to the dynamic measurement error which renders any temperature measurement practically meaningless. To isolate the immersion cell from its environment, we designed a vacuum jacket that can fit both SS and Cu cells and can be placed into the rectangular opening of the Fluke 7080 stirred liquid bath.

Furthermore, temperature fluctuations observed in the experiments with an inner melt initiation might be indicative of insufficient immersion of the thermometer in SF_6 . In order to check whether this is the case, we have performed additional experiments with twice the amount of SF_6 in the SS. The resulting melting plateaus obtained with the cell directly immersed in the bath or with the cell in a vacuum jacket are shown in Figure 1.

There is a substantial downward shift of 30 mK for the SS cell (0.79 filling ratio) in the vacuum jacket compared to the adiabatic cell result. This shift is repeatable when different amount of heating is provided by an immersion heater. There is a somewhat smaller downward shift of 5 mK when the SS cell immersed directly in the bath. Overall, the

plateaus' quality had much improved and the plateaus were lengthened.

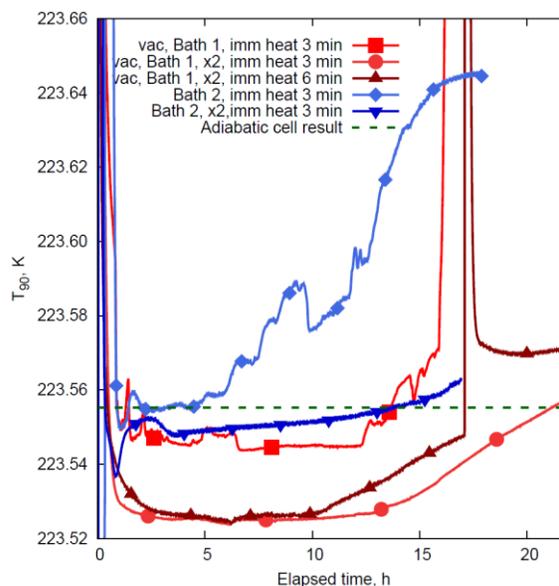


Fig. 1. Comparison of the slow melts of SF_6 in the stainless steel immersion cell with 0.43 and 0.79 (x2) filling ratio immersed directly in a bath (Bath 2) or encased in a vacuum jacket (vac, Bath 1). Immersion heater was used for an indicated amount of time to initiate the inner melt.

The reason for the downward temperature shift of the melting plateaus measured in the SS cell with and without the vacuum jacket after adding extra sulfur hexafluoride is currently unknown. To verify a few possible explanations - contamination of SF_6 in the cell, uncontrolled heat leaks to the environment and non-equilibrium thermodynamics of the phase transition - will be the subject of our future work.

5. CONCLUSIONS

We have described the current progress in developing a simple sulfur hexafluoride triple point apparatus at NRC. The best SF_6 melting plateaus we were able to obtain so far in terms of duration and temperature stability were measured with the stainless steel metal immersion cell encased in the vacuum jacket

REFERENCES

- [1] P. M. C. Rourke, "The triple point of sulfur hexafluoride", *Metrologia*, vol. 53, pp. L1-L6, 2016.

VALIDACIÓN DEL MÉTODO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE LA FRACCIÓN DE MASA DE Ca^{++} DE LECHE EN POLVO DESCREMADA (DMR-82b), MEDIANTE ESPECTROMETRÍA DE MASAS CON PLASMA ACOPLADO INDUCTIVAMENTE (ICP-MS)

Evelina B. Mercado P., Mariana Arce, O., Francisco Villaseñor O. y Laura Regalado C.
 Instituto Tecnológico de Celaya, Departamento de Ingeniería Bioquímica, Avenida García Cubas 1200,
 Fovissste, 38010, Celaya, Guanajuato, México.
 Centro Nacional de Metrología, Dirección de análisis orgánicos, Carretera a Los Cues km 4.5, El Marqués,
 76246 Santiago de Querétaro, Querétaro, México.
 * bere_3181@hotmail.com.

Resumen: Para la cuantificación de la fracción de masa de Ca^{++} en el candidato a material de referencia certificado de leche en polvo descremada (DMR-82b), se empleó el método de cuantificación optimizado anteriormente para matrices similares en el (ICP-MS). La exactitud, precisión y la recuperación del método espectrométrico empleado, se evaluó con el material de referencia certificado SRM-8435 de NIST y se obtuvo una recuperación de aprox. 96.79 %. El valor obtenido de cantidad de sustancia de Ca^{++} en el DMR-82b, fue de $12\,345 \pm 186$ mg/kg.

1. INTRODUCCIÓN

El calcio es un nutrimento inorgánico que es esencial para el ser humano. La calidad de las mediciones es importante para el control, mantenimiento y calidad de los procesos en la manufactura, comercio e investigación de los productos lácteos. El crecimiento de la importancia de las mediciones químicas, tiene en gran medida la presión y garantizar la calidad de los resultados analíticos para el propósito [1]. En el control de la calidad de las mediciones del contenido de elementos esenciales, se utilizan diferentes técnicas, tales como: espectrometría de absorción atómica, cromatografía iónica, espectrometría de emisión atómica (ICP-AES) [2, 3,4] y espectrometría de masas con fuente de plasma acoplado inductivamente (ICP-MS) entre otras [5]. El objetivo de este trabajo es validar el método y estimar la incertidumbre de la fracción de masa de Ca^{++} obtenida por ICP-MS, para el candidato a material de referencia de leche descremada en polvo (DMR-82b).

2. METODOLOGÍA

Se utilizaron materiales de referencia certificados en disoluciones espectrométricas de Ca^{++} (SRM-309a) de una concentración de $9\,900 \pm 30$ mg/kg e Y (SRM-3167a) de una concentración de $9\,990 \pm 20$ mg/kg. La digestión de la muestra se llevó a cabo en un horno de microondas (marca CEM, modelo MARS 6). Se utilizó el espectrómetro de masas con fuente de plasma acoplado inductivamente (marca Thermo Scientific, modelo iCAP Q) para la cuantificación.

Se preparó una curva de calibración de 3 disoluciones independientes de Ca^{++} de 0.800 a 4.300 $\mu\text{g}/\text{kg}$, empleando Y como estándar interno. Se pesaron 0.2 g de muestra y 1.2 g de Y como estándar interno de una concentración 1031.44 $\mu\text{g}/\text{kg}$ y se utilizó el material de referencia certificado Whole Milk Powder (SRM-8435) como control, las muestras llevaron una pre-digestión a 45 °C en una parrilla durante toda la noche. Posteriormente se digirieron a 160 y a 190 °C. Para la cuantificación se utilizaron 6 muestras del DMR-82b con tres réplicas.

La validación del método analítico se realizó mediante la evaluación de los parámetros linealidad, límite de detección y cuantificación, recuperación, exactitud y precisión.

3. RESULTADOS

En la **Tabla I** se presentan los parámetros evaluados de la validación del método para la cuantificación de la fracción de masa de Ca^{++} , en el ICP-MS, los parámetros precisión, exactitud y recuperación se calcularon con el material de referencia certificado SRM-8435.

Tabla I. Parámetros de la validación del método en el ICP-MS.

Parámetro	Valor medido
LD ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	10.59
LQ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	16.32
Precisión (C.V. %)	1.5
Linealidad (r)	0.9999
Exactitud (mg/kg)	8 925

Valor certificado del SRM-8435 (mg/kg)	9220 ± 490
Recuperación (%)	96.79

La estimación de incertidumbre se estimó de acuerdo a la Guía EURACHEM, Quantifying uncertainty in analytical measurement, 2012. Para el cálculo de la fracción de masa se empleó el modelo matemático:

$$w_{Ca} = \frac{\left(\frac{I_{Ca}}{I_Y}\right) - b}{\frac{w_Y}{m}}$$

Donde:

w_{Ca++} = Fracción de masa, I_{Ca++} = Señal de intensidad del calcio, I_Y = Señal de intensidad del itrio, w_Y = Fracción de masa del itrio, b = Ordenada al origen, m = Pendiente.

En la **Tabla 2**, se presentan las fuentes de contribución de incertidumbre, se puede observar que la reproducibilidad de las mediciones del candidato a material de referencia certificado DMR-82b, fue la que tuvo mayor contribución para cálculo de la estimación de la incertidumbre.

Tabla 2. Fuentes de contribución de incertidumbre consideradas para w_{Ca++} en el DMR-82b.

Fuente de incertidumbre	Incertidumbre combinada u_c	U relativa (u_c /Valor)
Masa de la muestra, m (g)	8.9116E-05	0.0004
Preparación del calibrante, w_{Ca++} (mg/kg)	0.0001	0.0001
Curva de calibración, w_{Ca++} (mg/kg)	0.0047	0.0020
Reproducibilidad de las mediciones, w_{Ca++} (mg/kg)	89.3820	0.0072
Incertidumbre combinada u_c (w_{Ca++}), (mg/kg)	92.912	
Incertidumbre expandida, con $k=2$ $U(w_{Ca++})$, (mg/kg)	185.825	
Fracción de masa de Ca^{++} (mg/kg)	12 345 ± 186	

4. DISCUSIÓN

El método de digestión empleado permitió una descomposición completa de la muestra, comparado con las digestiones parciales que se alcanza al

aplicar los métodos reportados en bibliografía [1], por lo tanto los parámetros evaluados en la validación del método, se pueden considerar adecuados para el propósito. La incertidumbre (1.5%) asociada al valor se puede considerar adecuada para asignar valores de referencia, sin embargo para asignar un valor certificado se requiere combinar los resultados con los de otro método de la misma o mejor jerarquía metrológica. El método de digestión y cuantificación desarrollado en este trabajo también se ha aplicado para la medición de calcio en el DMR-82b por dilución isotópica por ICP-MS (resultados no mostrados).

5. CONCLUSIONES

La exactitud, precisión e incertidumbre obtenida para la medición de calcio en leche en polvo descremada (DMR-82b) con el método de digestión desarrollado con pre digestión y aplicando menores temperaturas de digestión, es adecuado para asignar valores de referencia al MR. El método de cuantificación por estándar interno es una alternativa a la dilución isotópica para la asignación del valor de referencia.

REFERENCIAS

- [1] Kira, C. S. and Akiko M. V. Determination of major and minor element in dairy products through inductively coupled plasma optical emission spectrometry after wet partial digestion and neutron activation analysis. Journal Food Chemistry, 100:390-395. 2007.
- [2] Ammann, AA. Inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS): a versatile tool. Journal Mass Spectrometry 42:419-427. 2007.
- [3] Parsons, PJ. and Barbosa, F.. Atomic spectrometry and trends in clinical laboratory medicine. Spectrochimica Acta 62:992-1003. 2007.
- [4] Fallah, AA. Comparative study of heavy metal and trace element accumulation in edible tissues of farmed and wild rainbow trout (*Oncorhynchus mykiss*) using ICP-OES technique. Journal Microchemistry 98:275-279. 2011.
- [5] Nardi EP, Evangelista FS, Tomen L, SaintPierre TD, Curtius AJ, De Souza SS, Barbosa F. The use of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) for the determination of toxic and essential elements in different types of food samples. Journal of food Chemistry 112:727-732. 2009.

DESARROLLO DE SOFTWARE - HARDWARE PARA LA ADQUISICIÓN DE DATOS, PROCESAMIENTO DE SEÑALES Y AUTOMATIZACIÓN DEL PATRÓN NACIONAL DE FLUJO DE GAS TIPO CAMPANA “FTBP20”

Carlos Ochoa Díaz, Juan Carlos Gervacio Sánchez
Centro Nacional de Metrología, Dirección de Flujo y Volumen
km 4.5 Carretera a Los Cués. El Marqués, Querétaro
México CP. 76246.

Tel: 01 (442) 2 11 05 01 al 04, ext. 3775/3810; cochoa@cenam.mx

Resumen: Este trabajo presenta la implementación de la técnica de interpolación de pulsos “doble cronometría” en el proceso de calibración de medidores de caudal de gas, para el cual se usa como referencia el Patrón Nacional de Flujo de Gas tipo Campana (PNFGC), modelo FTBP20, con intervalo de medida (100 a 2 800) L/min y volumen de medida de 500 L. Dicha implementación se ha elaborado mediante la plataforma NI CompactRio, junto con microcontroladores y programación híbrida. También se presentan los resultados de la técnica de interpolación de pulsos y su contribución en la calibración de medidores de volumen de gas.

1. INTRODUCCIÓN

El PNFGC consiste en una campana con diámetro interno de 909.6 mm y espesor de 1.46 mm, un par de cilindros concéntricos dentro de los cuales se vierte el aceite que funciona como sello de la campana, dos contrapesos y un sistema de medición de desplazamiento, además dos sensores de temperatura y uno de presión para realizar las correcciones por cambios de densidad en el interior de la campana. Por su diseño, el patrón tiene un volumen limitado, siendo una desventaja apreciable cuando se calibran medidores de volumen de gas (MVG) que entregan señales de pulsos de baja resolución, por lo cual en este caso se hace necesario contabilizar fracciones de pulsos durante la duración de la prueba. Uno de los criterios principales que debe considerarse en la estimación de incertidumbre de los resultados de calibración, es que el conteo de pulsos del MVG no debe aportar más de un 0.01 % (API e ISO) a la incertidumbre total del resultado de medida.

Aplicando alguna técnica convencional para contabilizar pulsos del MVG, el contador regularmente incrementa o decrementa un pulso en el conteo total, independiente de la cantidad de pulsos colectados. Esto resulta del hecho de que las señales de “inicio” y “paro” del “interruptor detector” se producen al azar a lo largo del tren de pulsos del medidor. Por ejemplo, si tenemos un medidor tipo rotativo que genera 3 340.07 pulsos/m³ y tenemos un volumen de 295.47 L en el PNFGC; sin la técnica correcta, el MVG cuantifica 991 pulsos en lugar 990.2216, se estaría incrementando el volumen en 0.23 L del total contabilizado por el MVG.

La técnica de interpolación de pulsos permite eliminar el error por redondeo de las fracciones de los pulsos, del MVG y así se puede reducir la incertidumbre a valores menores de 0.025% , en conjunto con la reducción del tiempo de adquisición de las señales de presión y temperatura en todo el desplazamiento de la campana aplicando nuevas arquitecturas de programación y procesamientos de datos para incrementar la exactitud de medida, razón del trabajo de mejoramiento que se realiza al PNFGC. Siendo esta técnica más efectiva cuando los MVG emiten una señal de pulsos con una resolución burda.

2. DISEÑO Y DESARROLLO DEL ALGORITMO DE DOBLE CRONOMETRÍA PARA MVG, ADQUISICIÓN DE DATOS Y AUTOMATIZACIÓN DEL PNFGC

El desplazamiento vertical de la campana se mide con un encoder lineal con resolución de 1µm y un lector del generador de pulsos que se sujeta a las guías de la campana sobre un dispositivo que tiene la capacidad de alinearse con la trayectoria de la campana. La frecuencia de trabajo del encoder es de 282 Hz a 68 kHz. Mientras que los MVG en el intervalo de caudal de (2 a 160) m³/h, trabajan en una frecuencia promedio de 3 Hz a 573 Hz, dependiendo del fabricante y del modelo del MVG.

Se instalaron en la estructura del PNFGC cinco optoacopladores de ranura de alta precisión, a una distancia que relaciona un valor de volumen y una bandera se fija en una de las guías de la campana. Al desplazarse la campana, la bandera corta los sensores y genera una señal que marca el inicio y fin de la prueba de calibración.

En función de la metodología de la técnica de interpolación de pulsos se desarrolló el algoritmo con los cuatro casos que se pueden presentar al inicio y fin de la prueba al corte de los sensores ópticos y el tren de pulsos del MVG.

La técnica de la doble cronometría requiere de dos relojes y el tren de pulsos del MVG. El reloj₁ inicia con el corte del primer sensor y se detendrá con el corte del segundo sensor. El reloj₂ iniciará en seguida del reloj₁ y cuando se cumpla que el flanco del tren de pulsos del MVG cambie su estado a alto; se detendrá después de que el reloj₁ pare y cuando se cumpla que el flanco del tren de pulsos del MVG cambie su estado a alto. Los pulsos interpolados correspondientes al MVG se obtienen aplicando la ecuación (1). Además de llevar la contabilización de los relojes, se contabiliza los flancos de subida correspondiente al tren de pulsos, tanto del patrón PNFGC como el del MVG, esta cuenta inicia y finaliza al corte de los sensores ópticos, observado en la Fig. 1. El algoritmo se programa usando un dispositivo programable “FPGA”.

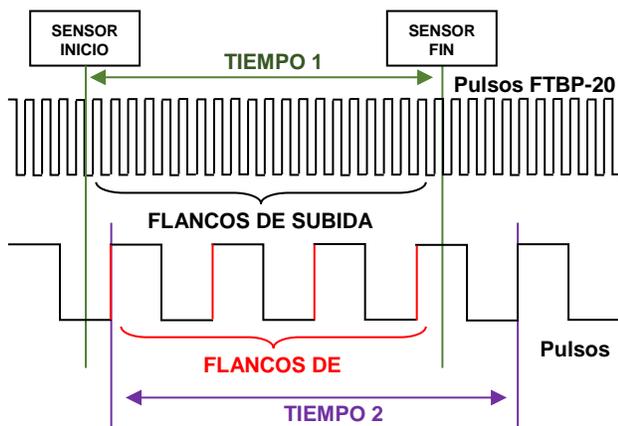


Fig. 1. Algoritmo doble cronometría.

$$Pulsos_{MBC} = \frac{(tiempo_1 * flancos_{MVG})}{tiempo_2} \quad (1)$$

La programación híbrida se realizó en tres niveles. Computadora, chasis del NI CompactRio y FPGA. Chasis, incluye programas como la adquisición de presión y temperatura, control de electroválvulas. Computadora, interfaz de usuario. FPGA, algoritmo doble cronometría. Con esto un microprocesador se combina con el dispositivo FPGA que está conectado a módulos de entradas y salidas para que interactúe en todos los niveles de programación.

3. RESULTADOS

Se realizó la calibración de un medidor de gas del tipo rotativo G100, con un $K_{factor}/(pulsos/m^3) = 3\ 340.07$, empleando el patrón tipo campana. Los resultados obtenidos a 160 m³/h y 11 m³/h se muestran en la tabla de resultados.

Tabla de resultados.

C _{MVG} /pulsos (Sin IP)	E _{MVG} /%	C _{MVG} /pulsos (Con IP)	E _{MVG} /%	E _{SDC} /%
991	0.30	990.2216	0.22	0.08
989	0.21	988.0731	0.12	0.09

IP = Interpolación de Pulsos
 C_{MVG} = cantidad de pulsos en el MVG
 E_{MVG} = error relativo del MVG
 E_{SDC} = error que se incurre al no usar IP

4. DISCUSIÓN

La memoria de los FPGAs es reducida, no tienen un ecosistema controlador y base de protocolo de internet que tienen las arquitecturas de microprocesador y Sistemas Operativos (SOs). Además, los microprocesadores combinados con SOs ofrecen la base para la estructura de archivos y la comunicación con periféricos usados por varias tareas, como registrar datos en disco. Desafortunadamente las tareas ejecutadas por el microprocesador tienen una ejecución muy diferente en el FPGA. La importancia del uso de hardware digital radica en que puede actualizar en campo de forma sencilla y rápida, sin generar gastos.

5. CONCLUSIONES

- 1) La implementación de la técnica de interpolación de pulsos usando FPGA se realizó de forma exitosa en el PNFGC.
- 2) El método de doble cronometría es una técnica de interpolación de pulsos fiable, que permite contabilizar fracciones de pulsos del MVG, aumentando la exactitud y disminuyendo el error en aproximadamente 0.09%.
- 3) La contribución a la incertidumbre total del volumen colectado o error del MVG por la medición de pulsos del MVG por técnicas convencionales normalmente es $\geq 0.03\%$ y empleando interpolación de pulsos es $\leq 0.01\%$.

APLICACIÓN DE UN DISEÑO ORTOGONAL PARA LA CALIBRACIÓN DE UN CONJUNTO DE PESAS DE 1 kg A 100 g

Alarcón, Hugo E., Becerra, Luis O.
 Centro Nacional de Metrología
 km 4.5 Carretera a Los Cués, Municipio El Marqués, Qro. C.P. 76246 México
 (442)2110500 al 3527 correo: halarcon@cenam.mx

Resumen: El presente trabajo estudia los métodos de subdivisión para la diseminación de la unidad de masa el kilogramo. Se hace énfasis en el método ortogonal y se compara con el método Gauss Markov. Se realizaron calibraciones, así como el cálculo de incertidumbre para ambos métodos.

1. INTRODUCCIÓN

En metrología de masa, el uso de los modelos de subdivisión/multiplicación del kilogramo es una necesidad ya que la trazabilidad de los valores de masa hacia la definición del kilogramo, es a través de los prototipos de platino iridio de valor nominal 1 kg, para el caso de México: el k21. Por lo tanto, para generar la escala de masa, la calibración de pesas de los diferentes valores nominales desde 1 mg hasta 1 000 kg o mayores, se requiere comparar pesas de igual valor nominal o una pesa contra un grupo de pesas que en conjunto formen el mismo valor nominal.

Este tipo de modelos de subdivisión/multiplicación se realizan mediante una serie de comparaciones que a su vez generan un número igual de ecuaciones, donde las incógnitas son los valores de masa de las pesas (a excepción de la pesa patrón involucrada). Generalmente estos modelos se utilizan por décadas, las cuales se dividen de la siguiente manera: 1 kg a 100 g, 100 g a 10 g. etc.

El sistema de ecuaciones se resuelve para encontrar los valores de masa de cada una de las pesas que satisfacen la serie de comparaciones dentro de ciertos criterios de ajuste, ya que en la mayoría de los casos se utilizan sistemas de ecuaciones sobre determinados.

La solución de estos sistemas implica un mayor número de mediciones y uso de matemáticas más complejas que para la calibración de pesas por comparación una a una, sin embargo, debido a la necesidad de generar la escala de masa a partir de 1 kg y a la posibilidad de obtener resultados confiables al introducir patrones de verificación, estos métodos son recomendados para calibración de pesas clase OIML E₁ [1].

En el presente trabajo se analiza principalmente el método de subdivisión ortogonal, del cual, se comparan los resultados obtenidos con los resultados del método de Gauss Markov.

2. MÉTODO DE SUBDIVISIÓN

2.1 Método ortogonal

Este método utiliza las ecuaciones (1) y (2) para una matriz de diseño X especialmente elegida para obtener valores no correlacionados en la matriz varianza-covarianza.

$$\hat{\beta} = (X^T X)^{-1} X^T Y, \quad (1)$$

En donde los elementos del vector $\hat{\beta}$, son los valores de masa que se reportan como correcciones.

La matriz de varianza-covarianza se obtiene de la siguiente expresión:

$$cov(\hat{\beta}) = (X^T X)^{-1} \sigma^2 \quad (2)$$

La matriz de covarianza, ec. (2) contiene en la diagonal principal las varianzas de las pesas y en los demás elementos las covarianzas entre las pesas [2].

El método mencionado es tratado con mayor profundidad en [3].

3. RESULTADOS

En este trabajo se presentarán los resultados de la calibración que comprende la década de pesada de 1 kg a 100 g para pesas de clase de exactitud E₁. Los cuales, se obtienen a través del método de subdivisión Ortogonal; dichos resultados se

comparan con los resultados obtenidos de los cálculos del método de subdivisión Gauss Markov.

- [5] W Bich, The assessment of uncertainty in mass calibration at national laboratory level, EUROMET Project 231, 1994.

4. DISCUSIÓN

Con relación a los estimados de la masa de las pesas, las diferencias entre los estimados de las diferentes soluciones matriciales coinciden dentro del valor de incertidumbre combinada de la diferencia (error normalizado) a un nivel de confianza de aproximadamente el 95 %.

Se desarrolla un análisis de la eficiencia de los métodos de subdivisión donde se hace énfasis en el método Ortogonal, en el cual, se destacan sus cualidades, así como sus características con respecto a los diferentes modelos de subdivisión [4,5].

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se desarrolló el método Ortogonal para la comparación directa contra los resultados que se derivan del método de Gauss Markov, con el objetivo de obtener las diferencias entre los métodos de subdivisión más comunes (como lo es GM) contra uno de los métodos menos comunes (Ortogonal) para este caso en referencia a calibración de pesas con clase de exactitud E_1 .

Con los resultados de este trabajo, se pueden apreciar las cualidades del método de subdivisión Ortogonal. Así como las ventajas y desventajas de la aplicación del mismo.

REFERENCIAS

- [1] OIML R-111-1 Weights of classes E_1 , E_2 , F_1 , F_2 , M_1 , M_{1-2} , M_2 , M_{2-3} , and M_3 – Part 1: Metrological and technical requirements. Edition 2004.
- [2] G.D Chapman, NRC – CNRC Orthogonal Designs for Calibrating Kilogram Submultiples, 2004.
- [3] L. J. Ramírez, L. O. Becerra, L. M. Peña – Informe sobre el estudio de los diferentes métodos de calibración de los submúltiplos del kilogramo – Proyecto del programa SIDEPRO. Jun 2007- Jun 2008, Tesis para la Universidad de Costa Rica, Ingeniería Química.
- [4] W Bich, Variances, Covariances and Restraints in Mass Metrology, Metrologia 27, 1990, 111-116.

COMPARISON OF TWO MODELS OF TABLE TOP WATT BALANCES

Luis Manuel Peña Pérez¹, Stephan Schlamminger², Luis Omar Becerra Santiago¹, Frank Seifert², Shisong Li³, Leon Chao² and Michael Liu²

¹ Centro Nacional de Metrología (CENAM)

km 4.5 Carretera a los Cués, Mpio. El Marqués, Querétaro – México.

(+52) 442-211-05-00 Ext. 3604, lpena@cenam.mx

² National Institute of Standards and Technology (NIST). 100 Bureau Drive, Gaithersburg, MD. 20899 – USA.

³ Tsinghua University. Department of Electrical Engineering. Beijing 100084, P.R. – China

Abstract: The watt balance[‡] is an experiment that has been used for the upcoming redefinition of kilogram in terms of the Planck, constant, h . The watt balances at several national metrology institutes perform at a 1 kg level and the best ones have achieved relative standard uncertainties of a few parts in 10^8 . This presentation shows the design and improvements of two table top watt balance prototypes developed at NIST, intended to measure up to 10 g with a relative standard uncertainty of 10^{-6} .

1. INTRODUCTION

In 2018, the unit of mass, the kilogram, will be redefined in terms of an invariant of the nature [1], the Planck constant, h . Two main projects are being undertaken for this purpose: The Avogadro project which relates the kilogram to the Avogadro constant N_A by determining the atoms contained in a 1 kg mono-crystalline silicon sphere and, the watt balance that would link the kilogram to h , by virtually equating mechanical power to electromagnetic power. The product of the Avogadro constant and the Planck constant is very well known, via measurements of the Rydberg constant. This means both methods can ultimately be traced back to the Planck constant.

NIST, has built two prototypes of table top watt balances and, in collaboration with CENAM, have been tested and improved with the aim to achieve a relative standard uncertainty of some parts in 10^6 at a maximum load of 10 g. The target uncertainty was based on the uncertainty required for calibration of OIML weights [2]. For a 10 g Class E₂ weight, the standard uncertainty should be less or equal to 10 μ g, i.e., $u(m) / m = 1 \times 10^{-6}$.

2. WATT BALANCE BASICS

The watt balance is a self-calibrating instrument proposed by Kibble in 1976 [3]. This instrument uses two measurement modes: the weighing mode (or force mode) and the velocity mode. In the weighing mode, the weight w (gravitational force) of a mass m is counteracted by an upward electromagnetic force produced by an electrical current I circulating in a coil

with wire length L immersed in a magnetic field with flux density B perpendicular to the direction of the current. The electrical current can easily be measured to high precision by passing it through a well-known resistor R and by measuring the voltage drop U_w across it. The measurement model is:

$$w = mg = BLI = BL \frac{U_w}{R} \quad (1)$$

In order to avoid the complexity of measuring to high accuracy the length of the wire L , the second measurement mode, i.e., velocity mode, is performed. The geometric factor BL in equation (1) can be obtained by measuring the voltage U_v induced in the same coil as it is moved in the magnetic field along its vertical axis at a constant velocity v . The symmetry in Maxwell's equations is such that the quotient of the induced voltage to velocity is equal to the geometric factor, so:

$$BL = \frac{U_v}{v} \quad (2)$$

By combining equations (1) and (2) the watt balance equation is obtained:

$$mgv = U_v I \quad (3)$$

The mechanical power to move the mass vertically in a gravitational field at a given velocity is equal to the electrical power. The unit of power in the SI is the watt, hence the name of this experiment.

[‡] Recently, the International Committee for Units (CCU) has renamed the watt balance for the Kibble balance, in honor of his inventor, Dr. Brian Kibble (1938 – 2016).

3. TABLE TOP WATT BALANCE MODELS

Two prototypes of table top watt balances (TTWB) were developed with different mechanical designs but capable to perform the two measurement modes described above.

3.1. Seismometer TTWB

The seismometer watt balance was inspired by [4]. The CAD drawing of this model is shown in Figure 1. The significant difference of this balance is that the permanent magnet is moved instead of the coil.

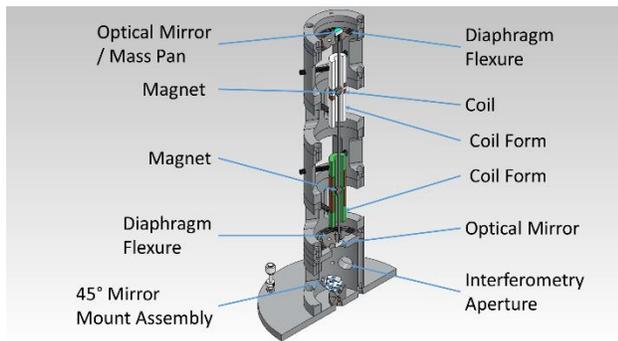


Fig. 1. CAD drawing of the seismometer TTWB.

3.2. Beam Balance TTWB

Figure 2 illustrates the CAD drawing of the Beam balance TTWB model.

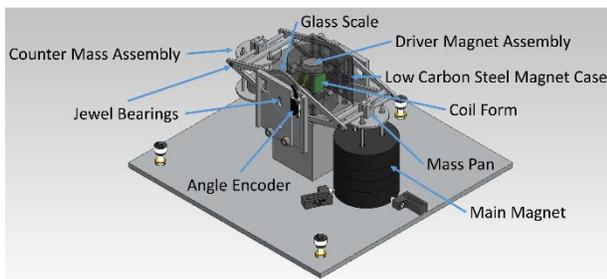


Fig. 2. CAD drawing of the beam balance TTWB.

4. DISCUSSION

Both balances were built at NIST and we collected some experience using the balance to weigh masses. The following table shows the pros and cons of both TTWB models:

Feature	Seismometer TTWB	Beam Balance TTWB
Large BL	NO	YES
High speed	YES	NO
Long travel range	NO	YES
High mechanical hysteresis	NO	YES
High sensitivity	YES	YES
Eccentric load error	YES	NO
Compact design	YES	NO
Easy assembly	YES	NO
Innovative idea	YES	NO

Table 1. Comparison chart of the two TTWB models

5. CONCLUSIONS AND FUTURE WORK

All the test and improvements so far of both TTWB models were focused on minimizing type A uncertainty. Type B uncertainty should be study in the future. This instrument could be used in mass measurements for industrial application with direct traceability to h .

REFERENCES

- [1] P. Richard, J. Ullrich, "Joint CCM and CCU roadmap towards the redefinition of the SI in 2018", <http://www.bipm.org/en/measurement-units/new-si/> July, 2016.
- [2] Organisation Internationale de Métrologie Légale, International Recommendation R111-1 Weights of Classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃, and M₃, Part 1: Metrological and technical requirements, edition 2004.
- [3] B.P. Kibble, "A measurement of the gyromagnetic ratio of the proton by the strong field method", in Atomic Masses and Fundamental Constants 5 ed J.H. Sanders and A. H. Wapstra, (New York:Plenum) 1976.
- [4] B.P. Kibble, I.A. Robinson, "Principles of a new generation of simplified and accurate watt balances", Metrologia 51, S132, 2014.

DETECCIÓN Y MEDICIÓN DE LA FRECUENCIA DE CORRIMIENTO (Frecuencia *Offset*) EN EL PEINE DE FRECUENCIAS ÓPTICAS DEL CENAM

Ricardo Gutierrez-Gómez¹, Sergio López-Lopez²

¹Centro de Investigación y de Estudios Avanzados de IPN, Unidad Querétaro
Libramiento Norponiente #2000, Fracc. Real de Juriquilla. C.P. 76230

²Centro Nacional de Metrología
km 4.5 Carretera a Los Cues, El Marqués Querétaro. C.P. 76246
(442) 211 0500. Ext. 3200

Resumen: En los últimos meses se ha tenido un avance importante en la implementación de mejoras al Patrón Nacional de Frecuencias Ópticas (PNFO) que se ha desarrollado en el CENAM. Entre estas mejoras destacan la generación del supercontinuo ensanchado a más de una octava por medio de una fibra encapsulada y el desarrollo de un interferómetro que permite el acople temporal y espacial de dos pulsos ultracortos provenientes de las regiones de frecuencias altas y bajas del peine, respectivamente, ambas mejoras permiten detectar y medir de manera eficiente la frecuencia de corrimiento del PNFO.

1. INTRODUCCIÓN

En el Centro Nacional de Metrología de México, se han desarrollado dos peines de frecuencias ópticas, que constituyen la base del Patrón Nacional de Frecuencias Ópticas. El primer peine denominado FC-1 opera con una frecuencia de repetición de 840 MHz, mientras el segundo peine, FC-2, opera a una frecuencia 1.149 GHz, en ambos peines el ancho temporal de los pulsos generados, se estima alrededor de 20 fs. En los últimos meses se han realizado mejoras sustanciales al FC-2, entre estas mejoras se destaca la generación del supercontinuo por medio de una fibra óptica encapsulada de microestructura, la cual alineada de manera correcta, previene daños por sobrecalentamiento en la fibra, esto evita la necesidad de corte de los extremos de la fibra constantemente. Por otro lado, se ha implementado un interferómetro que permite acoplar espacial y temporalmente dos pulsos de luz provenientes de las regiones de baja y alta frecuencia respectivamente. Estas dos importantes mejoras en el PNFO, permiten de manera eficiente la detección y medición de la frecuencia de corrimiento del FC-2 por el método de autorreferencia. En el presente trabajo se presentan los avances obtenidos en la medición y control de la frecuencia de corrimiento del FC-2. En la sección 2 se presenta un resumen del origen físico de la frecuencia de corrimiento, así como la técnica de autorreferencia del peine para medir dicha frecuencia, en la sección 3 se describe el desarrollo experimental así como los resultados obtenidos, en la sección 4 damos algunas conclusiones y propuestas de trabajo a futuro.

2. MEDICIÓN DE LA FRECUENCIA DE CORRIMIENTO POR EL MÉTODO DE AUTORREFERENCIA

Ya se ha descrito en diversas publicaciones [1,2] que la ecuación que determina la frecuencia de emisión de uno de los modos del peine de frecuencias ópticas está dado por:

$$\nu_n = n f_r + f_o \quad (1)$$

Donde f_r es la frecuencia de repetición del peine, f_o es la frecuencia de corrimiento del peine y n es un número entero del orden entre 10^6 y 10^7 dependiendo de la frecuencia de repetición del peine.

2.1. Origen de la frecuencia de corrimiento

De [3] se establece que el origen de la frecuencia de corrimiento es la diferencia que existe entre los promedios de las velocidades de fase y de grupo de los pulsos generados dentro de la cavidad del láser de pulsos ultra cortos, en este sentido la frecuencia de corrimiento está dada por :

$$f_o = \frac{\omega_m}{2\pi} \left(1 - \frac{\bar{v}_g}{\bar{v}_p(\omega_m)} \right) \quad (2)$$

Donde \bar{v}_g es el promedio de la velocidad de grupo del pulso y $\bar{v}_p(\omega_m)$ el promedio de la velocidad de fase. De esta última ecuación se observa que f_o es independiente de n , es decir, es común a todos los modos, pero principalmente su origen se debe a la diferencia entre los promedios de las velocidades de fase y de grupo dentro del pulso.

2.2. Medición y control de la frecuencia de corrimiento.

La medición de la frecuencia de corrimiento a partir del método de autorreferencia, en la teoría resulta muy sencillo, basta con doblar en frecuencia un diente del peine de baja frecuencia y compararlo con otro diente del mismo peine a una frecuencia alta cercana al doblado, tal como se muestra en la figura 1. La diferencia de ambas frecuencias nos da la frecuencia de corrimiento. Sin embargo en la práctica esto no es tan sencillo. Lo primero que se debe de garantizar, es tener un peine de frecuencias lo suficientemente ancho que garantice que exista simultáneamente la emisión de una frecuencia baja (rojo) y su doble (azul) (ensanchamiento a una octava). El segundo requisito, es que se pueda hacer una mezcla heterodina con dos pulsos ultra cortos de luz, el reto es hacer coincidir espacial y temporalmente los dos pulsos de luz.

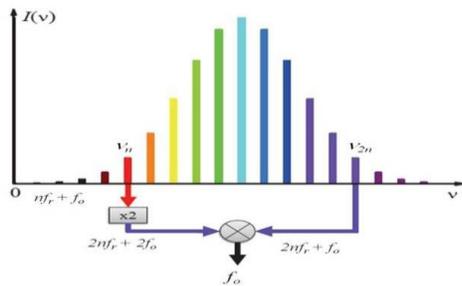


Fig 1. Autorreferencia del peine. Se dobla la frecuencia de la región baja del peine y se mezcla con la región alta para obtener la frecuencia de corrimiento f_0 .

3. RESULTADOS

Las exigencias antes mencionadas, necesarias poder detectar y medir la frecuencia de corrimiento se han logrado cumplir para el FC-2. El ensanchamiento de espectro de emisión por medio de una fibra óptica encapsulada de microestructura del FC-2, se presenta en la figura 2, se puede apreciar que se obtiene una emisión que abarca una octava de frecuencias ópticas, la línea punteada es la emisión después del doblado de frecuencia de una región baja del peine. Se puede observar que esta emisión está dentro del espectro del peine de frecuencias por lo que es factible usar el método de autorreferencia para encontrar la frecuencia f_0 .

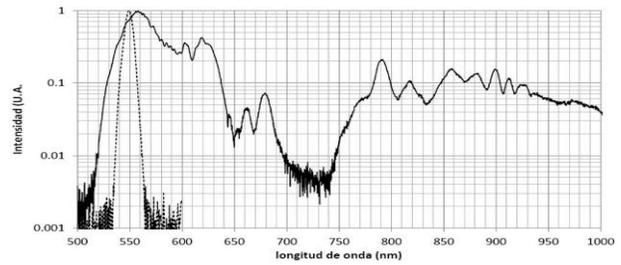
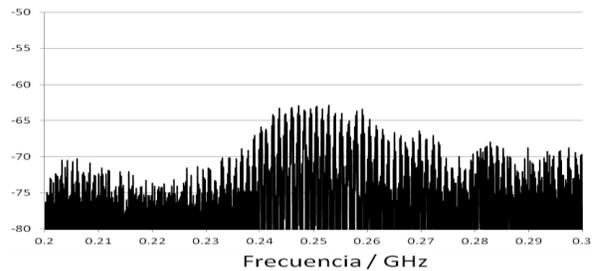


Fig 2. Ensanchamiento de la emisión de pulsos ultracortos a mas de una octava, lo que permite usar la técnica de autorreferencia para obtener la frecuencia f_0 .

Por otro lado la mezcla heterodina se obtiene por medio de un interferómetro diseñado y construido en el laboratorio del PNFO, el resultado de la frecuencia de la mezcla que es igual a la frecuencia de corrimiento f_0 , se muestra en la figura 3.



4. CONCLUSIONES

Como resultado de las mejoras implementadas al PNFO del CENAM se ha logrado detectar y medir eficientemente la frecuencia de corrimiento del peine FC-2 del PNFO del CENAM, el siguiente paso es tener el control de esta frecuencia y amarrarla en fase al Patrón Nacional de Tiempo, por medio de un lazo de amarre del tipo PID..

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el apoyo recibido por parte del CENAM para la realización de este proyecto, así mismo R Gutiérrez agradece al CONACYT por el apoyo económico recibido.

REFERENCIAS

[1] Reichert J. *et al.*, *Opt. Commun.*, **172** (1999) 59.
 [2] Udem Th., Holzwarth R. and Hänsch T. W., *Nature*, **416** (2002) 233.
 [3] Udem Th., F. Riehle. *Rivista del Nuovo Cimento*, Vol **30** No. 12, (2007).

CHARACTERIZATION OF THE STABILITY LIMIT OF AN ULTRA-STABLE LASER RESPECT TO ^{133}Cs D₂ LINE USING MODULATION TRANSFER SPECTROSCOPY

C. A. Ortiz^{1,2}, E. de Carlos¹, L. Hernández¹ and J. M. López²

¹ Dirección de Metrología de Tiempo y Frecuencia, Centro Nacional de Metrología, CENAM, km 4.5 carretera a los Cués, El Marqués, 76246, Querétaro, Mexico.

² Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional (IPN), CINVESTAV, Unidad Querétaro, Libramiento Norponiente No 2000, Fracc. Real de Juriquilla, Querétaro, Querétaro 76230, Mexico.

Phone: +524422110500, e-mail:cortiz@cinvestav.mx

Abstract: Laser frequency stabilization by Ultra-Low Expansion (ULE) optical cavities is a recent strategy to create ultra-stable oscillators, which are fundamental, among other applications, for the new atomic clocks generation based on optical transitions. In this work we describe the implementation process of an ultra-stable oscillator using a Fabry-Pérot cavity made of ULE glass and an Extended Cavity Diode Laser (ECDL). In order to elucidate the stability limit of the ultra-stable laser (USL), time variations of the frequency difference between it and the most probable transition of the ^{133}Cs D₂ line ($|6^2 s_{3/2}, F=4\rangle \rightarrow |6^2 p_{3/2}, F=5\rangle$) are characterized using Modulation Transfer (MT) spectroscopy.

1. INTRODUCTION

State-of-the-art laser stabilization usually involves phase-locking to a single mode of a passive ultra-stable Fabry-Pérot (FP) cavity. That has allowed a vertiginous advance of the optical clocks during the past three decades and that, in turn, has motivated an international debate about the need to redefine the second in terms of an atomic transition in the optical region in order to take advantage of such a grade of stability and accuracy [1]. In this context, spectroscopy has become a valuable tool not only for the study of atomic structure, but also for the construction of extremely stable frequency references [2].

Additionally, there are a variety of fundamental physics tests that could be implemented as application of ultra-stable and accurate optical frequencies to increase our understanding of different principles of nature, which remains unexplored.

2. EXPERIMENTAL DETAILS

The experiment started with a laser coupled to an Ultra-Low Expansion (ULE) cavity to produce an ultra-stable optical frequency. The master laser is a commercial AlGaAs, which is an Extended Cavity Diode Laser (ECDL) equipped with a low loss interference filter, 852 nm wavelength (near to Cs-133's D₂ line) and 20 kHz linewidth. Additionally, a

commercial optical FP cavity made of ULE glass is used. The cavity has a free spectral range of 1.49 GHz and a linewidth less than 2.3 kHz. In order to stabilize the ECDL to the optical cavity, the Pound-Drever Hall technique is used [3]. Then, as shown in figure 1, the USL is used to monitor the most probable transition of the ^{133}Cs D₂ line ($|6^2 s_{3/2}, F=4\rangle \rightarrow |6^2 p_{3/2}, F=5\rangle$) using an Acousto-Optical Modulator (AOM₂) in cat's eye configuration [4], so the laser beam is "re-locked" to the cesium D₂ line using Modulation Transfer spectroscopy [5]. To avoid magnetic interferences from external fields, the cesium cell is located inside a double-layered *m*-metal magnetic shield.

Variations of frequency fed into the AOM₂ are measured to monitor the time variations of the frequency difference $\nu_{4-5} - \nu_{USL} = 2RF_2$. Due to the fact that ν_{USL} is an ultra-stable frequency, the variations of RF_2 allow us to measure the short-term stability of the ν_{4-5} optical frequency ($\delta\nu_{4-5} \approx 2\delta RF_2$). The factor of 2 is associated to the double-pass configuration used. The measurements were taken using an external trigger signal, which is sent to frequency counter each second, and the frequency reading is sent to a PC.

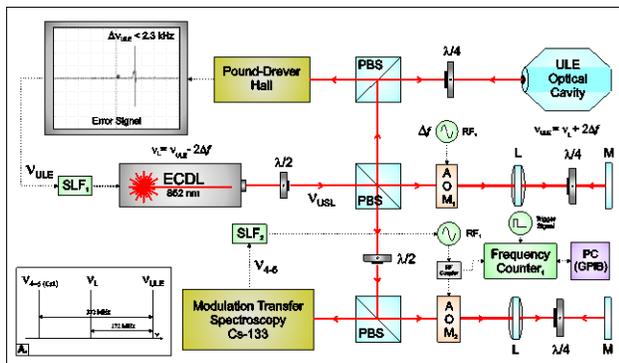


Fig. 1. Setup to measure frequency variations between ν_{USL} and ν_{4-5} . Red solid lines represent laser's light and black dashed lines represent electrical connections. PBS: polarizing beamsplitter; M: mirror; $\lambda/2$: half-wave plate; $\lambda/4$: quarter-wave plate; L: lens; AOM: acousto-optical modulator; SLF: servo loop filter. **A.** Frequency differences between ν_L , ν_{ULE} and ν_{4-5} .

3. RESULTS

In figure 2, the stability data of the frequency difference $\nu_{USL} - \nu_{4-5}$ are presented for different averaging times. That stability result is compared with data stabilities of standard and high performance commercial cesium clocks [6]. For averaging times smaller than 20 s, the relative stability of the USL vs. ^{133}Cs MT spectroscopy is better than high performance commercial Cs clock's and for times smaller than 90 s, the USL oscillator present a better stability in comparison with a standard commercial Cs clock.

Although the optical cavity has features of high quality, such properties are not perfectly time invariant. Even when the frequency stability is brought to practical limits; there are slightly variations (tenths of kHz) in the resonance frequency observed in long periods of time. Also, the stability is degraded due to misalignments in the spectroscopy experiment. It is important to highlight that the measurements were taken in intervals of 1 s during 30 min. In consequence, the stability calculations are degraded as the averaging times increase due to the less quantity of information available to perform the AVAR calculations.

5. CONCLUSIONS

The stability results of the USL respect to the most probable transition of the ^{133}Cs D₂ line presented in

this work are better than high performance commercial Cs clocks for short averaging times (smaller than 20 s).

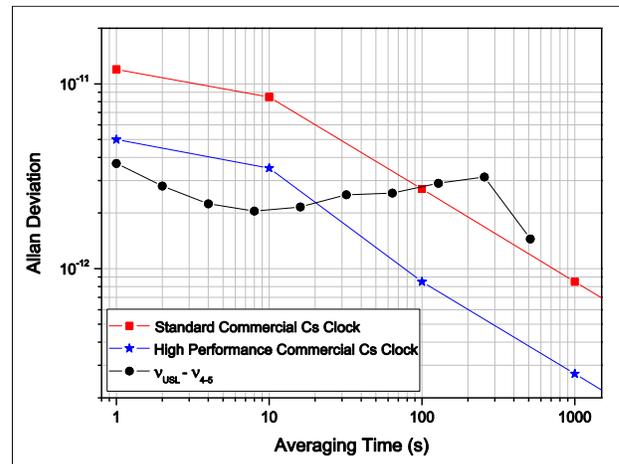


Fig. 2. Allan deviation corresponding with frequency difference $\nu_{USL} - \nu_{4-5}$. As reference the stability results reported [6] for commercial (standard and high performance) Cs clocks are plotted.

ACKNOWLEDGEMENTS

C. A. Ortiz thanks CONACYT for his Ph. D scholarship and Cinvestav / CENAM for scientific and technical support.

REFERENCES

- [1] Margolis H., "Timekeepers of the future", *Nat. Phys.*, vol. 10, pp. 82–83, 2014.
- [2] S. L. Rolston, W. D. Phillips, "Laser-cooled neutral atom frequency standards", *proceedings of the IEEE*, vol. 79, pp. 943-951, 1991.
- [3] Black E. D., "An introduction to Pound–Drever–Hall laser frequency stabilization", *Am. J. Phys.*, vol. 69, pp. 79–87, 2001.
- [4] Donley E. a., Heavner T. P., Levi F., Tatum M. O. and Jefferts S. R., "Double-pass acousto-optic modulator system", *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 76, pp. 3–8, 2005.
- [5] McCarron, D. J.; King, S. A.; Cornish, S. L., "Modulation transfer spectroscopy in atomic rubidium", *Measurement Science and Technology*, vol. 19, pp. 8, 2008.
- [6] Operating and Programming Manual, 5071A Primary Frequency Standard (Rev. H, August 14, 2009).

FORMA DEL ESPECTRO DE MASA EN UN ESPECTRÓMETRO TIPO TOF

Lautaro R. Varas¹, F. C. Pontes², G. G. B. de Souza²

¹Universidad de Costa Rica, Escuela de Ingeniería Química
lautaro.ramirezaras@ucr.ac.cr. (+506 89907746)

²Instituto de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Cidade Universitária, Ilha do Fundão, 21949-900 Rio de Janeiro, RJ, Brazil

Resumen: Este trabajo tiene como objetivo mostrar las variables que afectan la señal de masa de un espectrómetro de masas por tiempo de vuelo, conocer sus limitaciones y, posteriormente, poder predecir el funcionamiento de la espectroscopia de coincidencia ion-ion. El trabajo busca prever numéricamente las variables de trabajo que afectan mayoritariamente su funcionamiento.

1. INTRODUCCIÓN

Principio de funcionamiento del espectrómetro TOF.

Una población de iones moviéndose en una dada dirección, acelerada por campos eléctricos constantes, tiene distribuciones de masa, las cuales tendrán una distribución de velocidad inversamente proporcional a raíz de la relación masa-carga (m/z) [1].

Los iones analizados en este trabajo fueron producidos o con un cañón de electrones o con luz sincrotrón. Una vez producido el ion, la molécula o átomo libera un electrón. El par electrón-ion es acelerado en direcciones opuestas con potenciales positivos para los electrones y negativos para los iones, respectivamente. El electrón, siendo más leve, llega primero al detector de electrones, iniciando la medida de tiempo. Cuando el ion alcanza el detector, la medida de tiempo es finalizada y el tiempo que el ion llevó para recorrer el tubo de vuelo es computado y la información almacenada en una placa de datos.

Wiley e McLaren desarrollaron [2] un espectrómetro con dos regiones de aceleración. El desarrollo propuesto consigue focalizar, en tiempo, iones que fueron formados en puntos diferentes de la región de ionización. Esto fue conseguido por medio de maximización de la resolución, obteniendo una relación de campos óptima en las condiciones de diseño.

A continuación, serán presentadas algunas ecuaciones desarrolladas por Maciel [3] con la finalidad didáctica, ya que, posteriormente, será realizado un análisis de incertidumbre en ellas.

2. ECUACIONES DE TIEMPO DE VUELO EN EL ESPECTRÓMETRO

Tiempo de vuelo en la primera región de aceleración (ds):

$$t_1 = \frac{-v_{0x} + \sqrt{(v_{0x}^2 + \frac{2qV_s}{mS}d_s)}}{\frac{qV_s}{mS}}$$

Con $v_{0x} = v_0 \cos \theta$ la velocidad en la dirección del eje del espectrómetro (m/s).

Donde q es la carga en (C);

V_s el potencial eléctrico en la primera región s (V);

m la masa en (kg);

d_s la distancia de la primera región de aceleración al punto de ionización en (m). Esta distancia, aunque es fija depende del ángulo con que el ión es expulsado en la explosión Coulombiana. Finalmente $S=2d_s$.

Tiempo de vuelo en la segunda región de aceleración (ds):

$$t_d = \frac{-\sqrt{(v_{0x}^2 + \frac{2qV_s}{mS}d_s)} + \sqrt{v_{0x}^2 + \frac{2qV_s}{mS}d_s + \frac{2qV_d}{m}}}{\frac{qV_d}{m d}}$$

Donde

V_d el potencial eléctrico en la segunda región s (V);

d es la longitud de la segunda región de aceleración (m)

Tiempo en tubo de Drift (D):

$$t_D = \frac{D}{v_D} \text{ con}$$

$$v_D = \sqrt{v_{0x}^2 + \frac{2qV_s}{mS}d_s + \frac{2q}{m}V_d}$$

Siendo V_d y D el potencial y la distancia del tubo de Drift respectivamente.

Estimación del tiempo de vuelo (TOF) en un sistema tipo Wiley & McLaren

En el sistema de estudio, el espectrómetro está dividido en 3 secciones de extracción. El tiempo total será la suma de los tiempos de las tres regiones:

$$TOF = t_1 + t_2 + t_3$$

3. RESULTADOS

Para analizar el comportamiento de la largura de pico teórico del espectrómetro se realizó un análisis por Monte Carlo para cada una de las variables que conforman el modelo. La tabla 1.1 expone los valores utilizados para el cálculo.

Tabla 1.1. Distribuciones asumidas para cada uno de los parámetros para la ecuación de tiempo de vuelo.

Variable	Distribución	Variación
v_{0x} (m/s)	Normal	(0, 200)
V_s (V)	Uniforme	[199, 201]
d_s (m)	Uniforme	[0,00715, 00735]
S (m)	Uniforme	[0.01449, 0.01451]
V_d (V)	Uniforme	[189,187]
d (m)	Uniforme	[0.0152, 0.0148]
D (m)	Uniforme	[0,1239, 0.1241]
q (C)		1.6021×10^{-19}
m (kg)		$2,24 \times 10^{-26}$

A partir del cálculo de Monte Carlo se obtuvo un ancho de pico de $4.89 \cdot 10^{-9}$ segundos (4.9 ns). A seguir, en la Figura 1.1, se observa el comportamiento del pico teórico para las condiciones dadas. Se puede observar la Gaussiana en rojo ajustada con los parámetros calculados.

Como ejemplo, con el objetivo obtener funciones diferentes de salida. Variando el potencial en la región de extracción $V_s \pm 4$ V durante la adquisición del espectro es posible observar la mudanza de forma del pico (ídem ángulos de explosión).

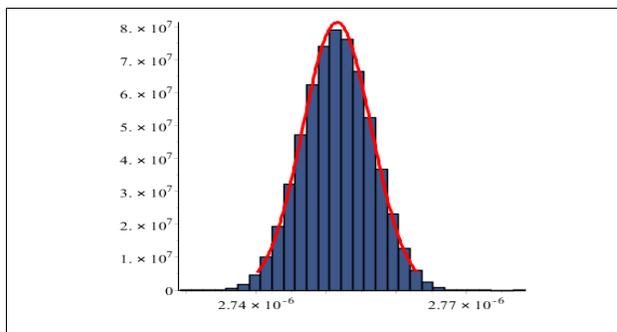


Fig. 1.1. Ancho del pico de masa, calculado por medio de Monte Carlo.

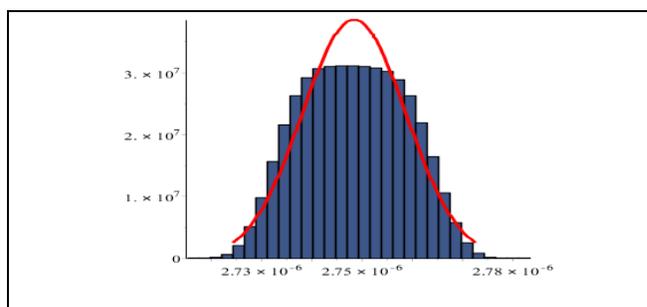


Fig. 1.2. Ancho del pico de masa, calculado por Monte Carlo, variando el potencial $V_s \pm 4$ V con relación al cálculo inicial.

4. CONCLUSIONES

Este resultado tiene la relevancia que permite una primera aproximación a las explosiones Coulombianas. Este resultado permite indagar la relación entre la largura del pico de masa con los mecanismos de fragmentación.

REFERENCIAS

- [1] GUILHAUS, M. Principles and instrumentation in time-of-flight mass spectrometry. J. Mass Spectrom, v. 30, p. 1519-1532, 1995.
- [2] WILEY, W. C.; MCLAREN, I. H. Time of flight Mass Spectrometer with Improved Resolution. The Review of Scientific Instruments, p. 1150-1157, 1955.
- [3] MACIEL, J. B. Fragmentação iónica de algumas moléculas poliatómicas utilizando luz síncrotron e a técnica de tempo-de-vôo. Rio de Janeiro. 2000.

ESTUDIO DE LA DISTRIBUCIÓN DE DENSIDAD EN EL SENO DE UN DENSÍMETRO DE TUBO VIBRANTE MEDIANTE SIMULACIÓN POR ELEMENTOS FINITOS CON INTERACCIÓN FLUIDO – ESTRUCTURA; CASO DEL ETANO EN LA REGIÓN CRÍTICA

R. P. Mendo, C. Bouchot* y B. S. Noyola
Instituto Politécnico Nacional
ESIQIE, UPALM, Zacatenco. C.P. 07738, México D.F.
* Contacto: cbouchot@ipn.mx

Resumen: Se establecen metodologías para analizar el comportamiento dinámico de un fluido colocado en un densímetro de tubo vibrante. El objetivo es aportar información sobre errores sistemáticos observados en mediciones alrededor del punto crítico gas – líquido, con base en mediciones disponibles para el etano. La metodología utiliza modelado por elemento finito con interacción fluido – estructura. Se hallaron flujos inducidos, en el fluido, por el movimiento del tubo y fluctuaciones en los campos de presión y densidad correlacionados en la ecuación de estado. Se presentan las primeras cuantificaciones de esas fluctuaciones.

1. INTRODUCCIÓN

Entre los métodos experimentales para medir la densidad se encuentra el Densímetro de Tubo vibrante, DTV que proporciona rapidez y precisión en la medición de densidad. Los modelos de calibración actuales presentan resultados satisfactorios en líquidos a alta presión [1].

La determinación de densidades con el DTV presenta, en los casos de vapores y gases a baja presión y gas en la región crítica, mayores incertidumbres con respecto a métodos primarios basados en el principio de Arquímedes [2]. Esas incertidumbres se relacionan con mayores tiempos de estabilidad del periodo de vibración a T y P fijas [3]. En regiones críticas se observan desviaciones hasta 0.5% en densidad en comparación con datos reportados en la literatura [4].

Se tienen modelos de medición y calibración para los DTV, que producen resultados precisos para líquidos poco viscosos. El problema con gases críticos o diluidos se puede relacionar con la precisión de las mediciones de T o P, pero esas imprecisiones no explican totalmente la magnitud de los errores. Otras hipótesis han sido avanzadas, por ejemplo, posibles variaciones en la inercia del tubo debido a gradientes de densidad dentro del DTV [5, 6], que implicaría que el modelo masa resorte tradicional tenga limitaciones.

De allí surge la necesidad de implementar metodologías que permitan analizar cambios en el funcionamiento “normal” del DTV, con ciertos fluidos colocados en su interior, y cuantificar el error que esos introducen en la determinación de la densidad. Los DTV son hechos con tubos diminutos que no permiten ni estudios visuales ni directos de lo que

sucede adentro. Por eso se plantea realizar estudios, basados en simulación matemática, que reproduzcan los fenómenos involucrados en la interacción entre el fluido y la estructura del DTV.

2. DESARROLLO DE LAS SIMULACIONES

Aprovechando las herramientas disponibles de análisis por elemento finito (ELMER), se implementaron simulaciones de tipo “multifísica” (Elasticidad lineal + Dinámica de fluidos). Para tomar en cuenta la interacción fluido – estructura en el DTV, se establece que la estructura (tubo) sigue la Ley de Hooke para elasticidad lineal. El comportamiento del fluido se representa por medio de las ecuaciones de Navier - Stokes. El esfuerzo dentro del tubo está ejercido por la presión en el fluido a nivel de la interfaz y sirve de acoplamiento al igual que la velocidad de la estructura funge como condición frontera para las ecuaciones de Navier – Stokes a la interfaz.

Se realizaron dos tipos de simulaciones, estática y dinámica. En la simulación estática el DTV contiene un mallado coherente a la interfaz para el fluido en su interior. La deformación obtenida en el tubo es similar a la de estudios anteriores donde se obtenía por medio de la aplicación de un esfuerzo superficial efectivo en el interior del tubo [7]. Para la simulación dinámica del DTV vacío se llevó a cabo un ajuste de las propiedades físicas del material de los aditamentos del tubo para representar los datos experimentales del periodo de vibración a vacío. Las propiedades físicas del tubo no fueron modificadas y se tomaron de [7].

La simulación de la vibración del tubo se basa sobre en la estructura deformada por la presión interna y con un mallado representativo de un fluido en su

interior. Se aplica una condición frontera sinusoidal sobre el mallado del tubo que induce un movimiento armónico periódico de frecuencia conocida a nivel experimental. La amplitud de vibración se mantiene constante en las simulaciones como en los experimentos reales en el DTV DMA 512P de Anton Paar disponible.

3. RESULTADOS y DISCUSIÓN

La información obtenida de las simulaciones incluye la deformación de la estructura debido al movimiento del tubo, a la presión interna y a la dilatación térmica. Se hallaron evidencias de fluctuaciones significativas en los campos de presión, densidad y velocidad en ciertas circunstancias. Para el caso del etano crítico, donde la presión y la densidad están relacionados por la ecuación de estado de referencia actual [7], se pueden visualizar variaciones en la distribución de densidad respecto al valor nominal que corresponde a las condiciones de T y P definidas, del orden de varias unidades en kg/m^3 . Por ejemplo, a 48.72 bar y 32.19 °C la densidad nominal es de 189.25 kg/m^3 y La Figura 1 muestra contornos marcados de fluctuación respecto a ese valor, para diversos tiempos de simulación.

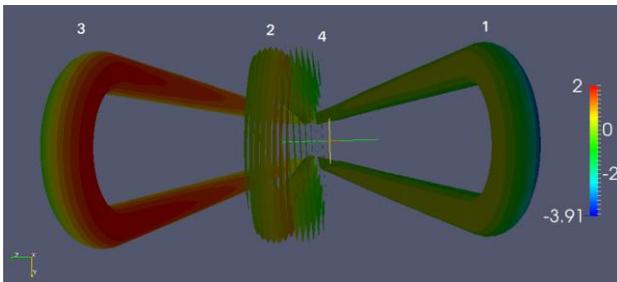


Fig. 1. Iso-contornos de fluctuación en densidad del etano crítico. Desplazamientos aumentados 50 veces.

Se obtuvieron variaciones de la densidad en el dominio fluido con intervalos de hasta $\pm 2.4 \text{ kg/m}^3$ capaces de modificar sensiblemente la inercia del sistema vibrante. Para poder cuantificar ese efecto, se elaboran gráficos de la distribución global de los datos de densidad obtenidos a lo largo del tubo a diversos tiempos dentro de un periodo de vibración del tubo. La Figura 2 muestra claramente cómo cambia la distribución de densidad global en el tiempo durante el movimiento del tubo.

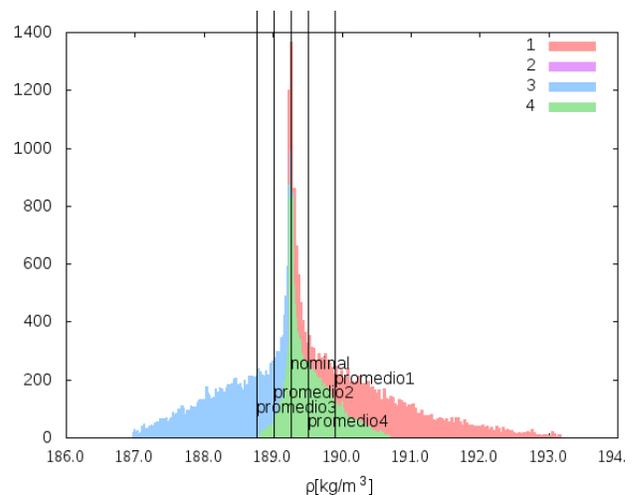


Fig. 2. Histogramas de la densidad en el etano crítico a diferentes tiempos espaciados por 0.001 s en la simulación.

4. CONCLUSIONES

Simulaciones multi-físicas muestran distribuciones no uniformes de la densidad en el interior de un DTV lleno con etano crítico. Existen fluctuaciones de densidad capaces de modificar la inercia del sistema e introducir un error sistemático en la medición de densidad. Se aporta una nueva perspectiva sobre la problemática del incremento de la incertidumbre en mediciones de la densidad en la cercanía de un punto crítico.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece el apoyo aportado a este estudio por parte del IPN y del CONACyT. Se agradece a los desarrolladores de software libre GNU/Linux, Elmer, Salomé-Meca, Python, entre otros.

REFERENCIAS

- [1] C. Bouchot, et al. Simposio de Metrología, CENAM, 2010, SM2010-Car-22, 1 – 8.
- [2] M. Funke, et al. J. Chem. Thermodynamics, 2002, 34, 2017–2039
- [3] R. Laznickova, H. Huemer. Meas. Sci. Technol., 1998, 9, 719-733.
- [4] C. Coquelet et al. J. Chem. Eng. Data. 2010, 55, 2093-2099.
- [5] B. S. Noyola. Tesis de Maestría, IPN, ESIQIE IPN. 2012.
- [6] C. Bouchot. Tesis de Doctorado. ENSMP, Fr., 1995.
- [7] Daniel G. Friend et al. J. Phys. Chem. Ref. Data, 1991, 20, 275-.

DESIGN OF A DIGITALLY ASSISTED BRIDGE FOR COMPARING FOUR-TERMINAL IMPEDANCES

A. H. Pacheco Estrada, J. A. Moreno Hernández, and F. L. Hernández Márquez
 Centro Nacional de Metrología
 km 4.5 Carretera a Los Cués, Municipio El Marqués, Qro. C.P. 76246 México
 Tel. +52 442 211 05 00 (3361), apacheco@cenam.mx

Abstract: With the goal of establish the ohm-farad traceability chain at CENAM, it is being developed a Digitally Assisted Bridge for Comparing Four-Terminal Impedances. This paper exposes the main parts of the bridge and presents the model which describes the on balance bridge impedances ratio. The advantages against Classic Impedance Bridges are discussed.

1. INTRODUCTION

The Digitally Assisted Impedance Bridge (DAIB) under development at CENAM is a measurement system that compares two impedance standards at 1:1 and 10:1 ratios. This kind of bridge combines the accuracy of an Inductive Voltage Divider (IVD), which provides the reference ratio of the bridge [1], and the versatility of the Programmable Sinewave Synthesizer (PSS) to provide balance signals to the bridge [2].

For many years, Classic Impedance Bridges have been designed using complex networks of passive electromagnetic devices (IVD, resistance decades, capacitance boxes, etc.), performing the most accurate impedance ratio measurements [3]. The introduction of PSS allows to perform an automatic bridge balance in a short time allowing to use the bridge on a wide range of frequency and reducing construction costs.

At CENAM, it is necessary to establish the traceability chain between the ohm and the farad. With the DAIB it will be possible to calibrate individually two 100 k Ω resistors using as reference standard a 10 k Ω Calculable Resistor constructed at CENAM [4] at a frequency of 1592 Hz. These resistors will be used in a Quadrature Bridge at 1592 Hz to calibrate two 1 nF standard capacitors [2]. Because the Calculable Resistor is calibrated with traceability to the Quantum Hall Resistance (QHR) then the capacitance calibration will be traced to the QHR also.

2. DESCRIPTION OF THE DIGITALLY ASSISTED IMPEDANCE BRIDGE

The main difference between a Classic Impedance Bridge and a DAIB is the use of PSS to introduce signals to balance the bridge instead of networks of

passive electromagnetic devices. The PSS is controlled by a PC program which can adjust the phase and amplitude of the signals, which varies the in-phase and quadrature components of the bridge balance signals automatically. The PSS also provide the reference signal of the Bridge.

Figure 1 shows a simplified diagram of the Bridge, which consists of five voltage signals from the PSS (V_a , V_b , V_c , V_d and V_w), injection transformers (T_b , T_c , T_d and T_w), impedances to be compared (R_x and R_s), detection transformers (T_2 , T_3 and T_4), a null detector to measure four balance nodes (n_1 , n_2 , n_3 and n_4), a power supply transformer T_p , a Kelvin Inductive Divider T_k and an IVD (T_l). Furthermore, coaxial chokes are distributed on each loop of the bridge to suppress magnetic coupling and ground loops.

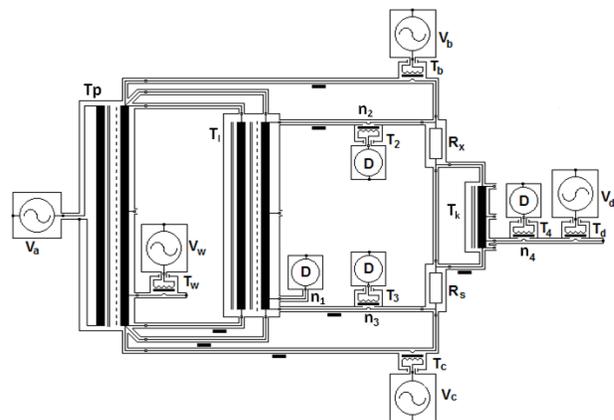


Fig. 1. Scheme of the Digitally Assisted Impedance Bridge in a 10:1 configuration.

2.1. Description of the Bridge

The voltage signal V_a from the PSS give the reference signal to the bridge and supply current to the

transformer T_p . The transformer T_I is a two stage IVD that generates the ratio of the bridge, and it is powered directly by T_p . The high potential taps of the resistance standards are connected to the ends taps of T_I , the high current taps are connected to T_p , the low currents taps are connected together and the low potential taps of the impedances are connected to the ends taps of the Kelvin Inductive Divider T_k . This divider together with the voltage signal V_d and the injection transformer T_d , provide the main balance of the bridge and avoid the drop of potential of the low current taps of the impedances. The four pair impedance conditions [3] are achieved applying voltage signals with V_b and V_c by means of the injections transformers T_b and T_c , and measuring the currents of the potential leads of the bridge through the null detector and the detection transformers T_2 and T_3 . The Wagner balance [3] is achieved by the introductions of a voltage signal on the reference ground node of the bridge by means of V_w and T_w and measuring zero current in the reference node of T_I by the null detector. The main balance is measured by the detection transformer T_4 and the null detector.

At this point, it can be seen that for each balance measure node, there is one voltage signal that balances the node: V_d for n_4 , V_b for n_2 , V_c for n_3 and V_w for n_1 . Each of these balances is performed through a PC program adjusting the amplitude and phase of the PSS signals in function of the null detector measurements.

2.2. Model of the Bridge

The model that describes the impedance ratio of the bridge is in function of the type of impedances to be measured. For now, the bridge aims to measure resistance ratios. Equation 1 expresses the calibration value of resistance R_x when the bridge is on balance.

$$R_x = R_s \frac{D}{1-D} \frac{I}{1 + \frac{R_s (n A_d \cos(\theta_d - \theta_a))}{1-D A_a}} \quad (1)$$

where R_s is the value of the reference standard, D is the complex ratio of T_I , n is the number of windings of the injection transformer T_b , A_d and θ_d are the amplitude and phase of the voltage signal V_d , and A_a and θ_a are the amplitude and phase of the voltage signal V_a .

3. DISCUSSION AND FUTURE WORK

With the DAIB is expected the calibration of 100 k Ω resistors at a frequency of 1592 Hz with an uncertainty lower than 50 n Ω/Ω . This uncertainty can be achieved thanks to the performance of T_I [1]; however, the use of this kind of passive electromagnetic devices limits the frequency scope of the bridge in the 10:1 ratio measurements because the 10:1 error of T_I depends on the frequency. So, the calibration of T_I at 1592 Hz has to be done in order to establish the ohm-farad traceability chain. The Classic IVD Calibration Systems requires expensive complex networks of electromagnetic devices and an experienced metrologist to perform the long time measurements, at only one frequency. For this reason, it has been considered to develop a Digitally Assisted IVD Calibration System using the PSS. This may allow performing the IVD calibration automatically and at many frequencies in the audio range.

4. CONCLUSIONS

The design of a DAIB, the model for a resistance calibration, advantages and disadvantages of the bridge have been exposed. This bridge will be used to calibrate a 100 k Ω resistor at a frequency of 1592 Hz in order to get the ohm-farad traceability chain.

REFERENCES

- [1] G A. Kyriazis, J. A Moreno, J Melcher, "A Two-Stage, Guarded Inductive Voltage Divider with Small Ratio Errors for Coaxial Bridge Applications", ACTA IMEKO, December 2011, issue 0, 5 – 9.
- [2] L Callegaro, V D'Elia and B Trinchera, "Realization of the farad from the dc quantum Hall effect with digitally assisted impedance bridges," Metrologia 47, pp. 464-472, 2010
- [3] B P Kibble, and G. H. Rayner, "Coaxial AC Bridge", (Bristol: Adam Hilger), 1984
- [4] A H Pacheco, J A Moreno and F L Hernandez-Marquez, "Development of Calculable Resistors at CENAM", CPEM 2016 Digest, to be published.

CALIBRACIÓN DE PATRONES DE POTENCIA ÓPTICA EN FIBRA EN EL INTERVALO VISIBLE DEL ESPECTRO

Juan Galindo-Santos⁽¹⁾, Concepción Pulido de Torres⁽²⁾, José Luis de Miguel⁽¹⁾, Pedro Corredera⁽¹⁾

⁽¹⁾Instituto de Óptica, CSIC. Serrano 121, 28006, Madrid

⁽²⁾Instituto de Estructura de la Materia, CSIC. Serrano 123, 28006, Madrid

j.galindo@csic.es

Resumen: El creciente uso de sensores de fibra óptica de plástico (POF) en la industria necesita métodos de calibración adecuados para los equipos de medida usados. En este trabajo se presenta una técnica de calibración de patrones secundarios de potencia óptica para fibras ópticas en el VIS-NIR con incertidumbre menor del 1,1%. Se calibra y considera el diseño de radiómetros de esfera integradora para fibras ópticas. El trabajo analiza su versatilidad y los errores posibles que se pueden cometer en la diseminación de las escalas de medida de potencia óptica en fibras de plástico y sílice en VIS-NIR.

1. INTRODUCCIÓN

Las POF son fibras ópticas de núcleo y revestimiento poliméricos (PMMA) que, aunque con mayores pérdidas en la propagación y menor capacidad de transmisión de datos que las comunes de vidrio, son más robustas y permiten soluciones más baratas. Las POF se presentan con diversas geometrías, diámetros de núcleo y revestimiento, apertura numérica (AN) y comportamiento modal, que impiden el uso de los tradicionales métodos de calibración usados en los laboratorios de metrología (comparación con patrones ópticos en aire), por la dificultad de reproducir todas las posibles combinaciones. Los radiómetros de esfera integradora han demostrado ser una buena solución, que elimina en gran parte muchos de estos problemas [1] y [2], por lo que se usan en los laboratorios nacionales en calibración de medidores de potencia en fibras.

En este trabajo se presentan los resultados de la calibración de un radiómetro de esfera integradora comercial a las longitudes de onda de 633 nm, 660 nm, 780 nm y 850 nm. En particular, a la λ de 850 nm se realiza un estudio de la validez de los resultados de la calibración según la geometría de fabricación del radiómetro de esfera, la AN de las fibras usadas y su comportamiento, tanto monomodal como multimodal.

2. DESCRIPCIÓN DE LA TÉCNICA DE CALIBRACIÓN

La calibración absoluta de medidores de potencia óptica para fibras se realiza por comparación directa entre la potencia detectada por un radiómetro piroeléctrico eléctricamente calibrado (ECPR) y la señal producida por el medidor bajo prueba. La

evaluación de las incertidumbres en el factor de calibración del ECPR se calcula de la medida precisa de los parámetros ópticos y eléctricos que afectan al funcionamiento de este tipo de radiómetro [3]. Para nuestro ECPR el factor de calibrado se ha estimado en $+0,9988 \pm 0,0076$ a 633 nm (destacar que la incertidumbre relativa $<1\%$). Este factor de calibrado es constante dentro de este nivel de incertidumbre en el intervalo entre 400 nm y 1000 nm, lo que hace este tipo de radiómetro muy útil en la calibración de elementos de medida bajo condiciones no controladas. La calibración se realiza intercambiando el conector de fibra óptica entre el ECPR de referencia y el medidor de potencia bajo prueba. La bondad de esta técnica es que se puede medir cualquier combinación de fibra y láser por la respuesta plana y muy eficiente del ECPR en estas longitudes de onda

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se ha aplicado esta técnica a la calibración de dos esferas integradoras a $\lambda = 850$ nm utilizando diferentes tipos de fibras (de vidrio y plástico, monomodo –SM- y multimodo –MM-, de diferentes aperturas numéricas). Se ha usado una esfera integradora de espectralon de 2" de diámetro interior, con un detector de Si y uno de InGaAs colocados en ángulo recto entre ellos y con la entrada de luz, que tiene 3 mm de diámetro de forma que la AN es igual a 0,27. El segundo, es un radiómetro de esfera comercial de diámetro interior de 1" del mismo material con un detector de Si, colocado sobre la misma superficie de la esfera y con una apertura de entrada 5 mm de diámetro a 90 grados del detector. Ambos radiómetros de esfera disponen de conectores para fibra óptica.

Primeramente, la técnica fue aplicada a la calibración del radiómetro de esfera integradora comercial a diferentes λ , estableciéndose un factor de calibración (FC) y su incertidumbre (Tabla 1).

λ (nm)	FC	U(k = 2)	Cor.(%)	U _r (%)
635,00	0,8625	±0,0070	13,75	±0,81
660,00	0,8570	±0,0069	14,30	±0,81
785,00	0,9322	±0,0075	6,78	±0,80
850,00	0,9275	±0,0074	7,25	±0,79

Tabla 2. Factor de calibración (FC) de la esfera comercial. Cor (corrección)

La geometría y tamaño de las esferas y diafragmas de entrada, la posición y tamaño del detector, el tamaño de la apertura de entrada, las posibles interreflexiones con el conector de fibra, definen la validez de los factores de calibración según la AN de los diferentes tipos de fibras. Para el estudio de las desviaciones de la calibración de los radiómetros prueba frente a diferentes tipos de fibra, se han seleccionado las siguientes: F1 de SiO₂ con diámetro núcleo/recubrimiento de (4,4/125 y AN 0,13), F2 de SiO₂ (10/125 y AN 0,12), F3 de SiO₂ (50/125 y AN 0,22), F4 de PMMA (486/500 y AN 0,50) y F5 de PMMA (50/500 y AN 0,185). Con cada una de estas fibras se han calibrado los radiómetros a la $\lambda = 850$ nm. Utilizando la fibra F1 como referencia, por considerarse la más adecuada para la λ de estudio (SM y AN baja), la desviación observada en los radiómetros para el resto de fibras se muestra en la tabla 2.

	ISR-Si	ISR-InGaAs	Comercial
F1	0	0	0
F2	-1,8	-1,0	1,1
F3	-1,2	-0,80	0,85
F4	19	25	-30
F5	-0,014	0,49	-1,7

Tabla 3. Desviación (%) de la calibración a 850 nm con respecto a los valores obtenidos con la F1

Las desviaciones observadas en la esfera ISR-InGaAs son inferiores al 1,5 % para todas las fibras con AN inferior a 0,27, mientras que en la comercial sólo son inferiores al 1,5 % para las fibras de núcleo de SiO₂. La esfera ISR-Si presenta desviaciones similares a la ISR-InGaAs, salvo para F2 en que supera el límite. Esto puede deberse a un problema de la mecánica del detector. En todos los casos, las mayores desviaciones se obtienen con el uso de la F4, seguramente como consecuencia de las

reflexiones directas que recibe el detector, algo similar a lo que ocurre con un haz colimado en aire.

Además, en el caso de la comercial, el conector utilizado en la esfera es aluminio reflector, por lo que existe una reflexión de alrededor del 80 % del conector hacia el interior de la esfera, esto produce una mayor señal en el detector respecto del caso de no estar ese conector. Así, es conveniente calibrar la esfera con el conector a utilizar.

4. CONCLUSIONES

Se ha definido una técnica idónea para la calibración de radiómetros y medidores de potencia óptica en fibra para ser utilizados como patrones secundarios y demostrado su aplicabilidad en función de la configuración experimental. En particular, en función del tipo de fibra óptica utilizada para llevar la luz a la esfera (mono o MM, de vidrio o plástico, y con distintas aperturas numéricas).

La esfera integradora ISR-InGaAs puede ser utilizada para cualquier tipo de fibra con una AN inferior a 0,27, al igual que ISR-Si, siempre que se asegure perfectamente la mecánica. La esfera comercial sólo podría ser utilizada con los tipos de fibras con las que se calibró dadas las desviaciones que presenta. El uso de fibras ópticas con aperturas numéricas altas da lugar a desviaciones grandes, por lo que su utilización para medidas con mayor precisión exigiría el diseño de nuevas esferas integradoras adecuadas a las fibras utilizadas o calibrarlas con cada tipo de fibra y láser con las que se vayan a utilizar.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido financiado en parte por el Ministerio de Economía y Competitividad de España a través de los proyectos TEC2015-71127-C2-1-R, TEC2015-71127-C2-2-R y FIS2014-61633-EXP, la Comunidad de Madrid (S2013/MIT-2790) y EURAMET (JRP-i22 IND22 Photind).

REFERENCIAS

- [1] Nettleton D. H. "New developments and applications in optical radiometry". 1989, 93-97. Techno House. Bristol.
- [2] P. Corredera et al., Metrología., vol. 37, pp. 519-22, 2000.
- [3] W. M. Doyle et al., Opt. Eng., vol. 15, pp. 541-8, 1976.

PROGRESSES IN THE DEVELOPMENT OF CENAM'S PRIMARY STANDARD FOR MICROWAVE AND MILLIMETER-WAVE POWER UP TO 50 GHz

Mariano Botello-Pérez^{1,3}, Jae-Yong Kwon², Israel García-Ruiz¹, and Hildeberto Jardón-Aguilar³

¹Radiofrequency Direction, National Center for Metrology (CENAM), Queretaro, Mexico

²Center for Electromagnetic Wave, Korea Research Institute of Standards and Science (KRISS), Daejeon, Korea

³Communications Section, Research and Advanced Studies Center (CINVESTAV), Mexico City, Mexico
mbotello@cenam.mx

Abstract: This paper presents the progresses achieved in the development of a 2.4-mm coaxial microcalorimeter and its associated thermoelectric transfer standards, which together will constitute the Mexican Primary Standard for Microwave and Millimeter-wave Power up to 50 GHz. Relevant design aspects of both the microcalorimeter and its transfer standards are shown; also measurement results of the adiabatic lines S-parameters and the transfer standards linearity are discussed.

1. INTRODUCTION

Over the last few years CENAM has seen an increase on calibration service requests for measurement and generation instruments of RF power up to 50 GHz, mainly used for conformity assessment of electrical, electronic, telecommunications and, automotive equipment. With the aim of providing support to these needs and assure the traceability for RF power measurements in Mexico; CENAM launched a program to develop power measurement capabilities for microwave and millimeter-wave frequencies.

The first steps of this program was the development of a reference system to calibrate RF power sensors up to 50 GHz. This system is of the direct comparison type, with 2.4 mm coaxial connectors and an ovenized thermistor mount, capable of working up to 50 GHz and currently traceable to the National Institute of Standards and Technology, as reference standard. Because the mexican law establishes that measurements for conformity assessments of products, with respect to official standards and regulations, need to be traceable to national domestic standards, a further step on the program was to develop a primary standard up to 50 GHz (PSMP). The PSMP is realized through a microcalorimeter and associated transfer standards.

The microcalorimeter is used to determine the effective efficiency of the transfer standards (TS) by calorimetric measurements [1]. The TS will then be used in our direct comparison system to calibrate any other reference standards with traceability to mexican domestic standards. In the following sections relevant aspects on design of the PSMP are discussed, along with measurement results on the performance of the adiabatic lines and transfer standards as well.

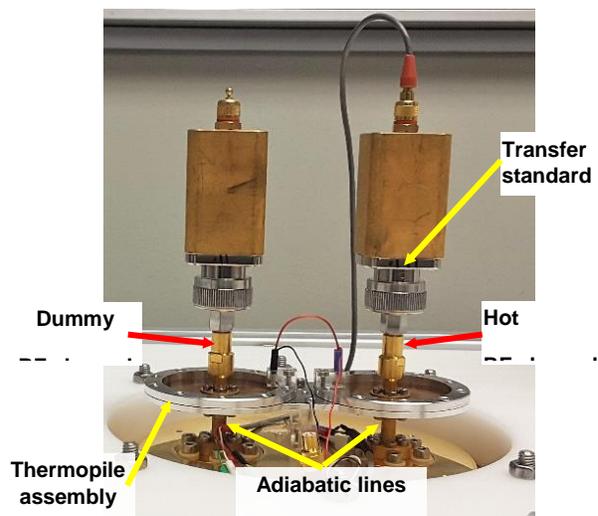


Fig. 1. Twin-type microcalorimeter.

2. DESIGN OF THE PRIMARY STANDARD

The components of CENAM's primary standard for microwave and millimeter wave are shown in Fig. 1. It consists of a 2.4 mm coaxial microcalorimeter, a pair of thermoelectric TS, and a metal cover. The microcalorimeter is of the twin type with two adiabatic 2.4 mm coaxial lines [2] and a thermopile assembly.

Each adiabatic line (AL) has a customized 2.4 mm female connector on the top, a commercial female connector on the bottom, and a thermal isolation section. The top connector is made of gold-plated beryllium copper. To thermally isolate the heat in the transfer standard and top connector [3] from other heat sources in the AL, the thermal isolation section has an outer conductor made of gold-plated ABS (Acrylonitrile Butadiene Styrene) plastic. The inner conductor is a solid rod made of a gold-plated

beryllium copper. The inner and outer conductors of the AL are designed according to the specifications given by IEEE Std 287-2007.

The thermopile assembly has a pair of thermopiles, an aluminum (Al) base plate, and a pair of Al holding rings to keep the thermopiles in place. The thermopile is a ring made of 97 Cu-Constantan junctions on a thin film, the ring of inner thermocouple junctions is in thermal contact with the outer conductor of the AL's top connector, and the circle of outer thermocouple junctions is in contact with the Al made base plate and holding rings. The TS consist of four parts: a sensor head, a custom-made printed circuit board, wiring, and a gold-plated plastic cover [4]. The head is a DC-coupled version of a N8487A thermoelectric power sensor, which is suitable for implementing DC or AC power substitution methods; therefore traceability to DC or AC voltage standards is guaranteed. The head output voltage is filtered and measured through the circuit board. The cover helps to prevent the coupling of external noise into the circuit board. The TS is about 75 mm in length and 74 g in weight.

The metal cover is part of a passive thermal shield that minimizes the effect of external temperature changes and also allows the microcalorimetric measurements to be performed in a temperature controlled water bath. The room temperature is controlled within ± 0.5 °C; however, the temperature changes of the transfer standards are expected to be very small. Therefore, the water bath will help to improve the microcalorimeter's temperature stability.

3. ADIBATIC LINES' MEASUREMENTS

The performance of the ALs is evaluated through its power losses. Figure 2 shows that the measured power losses of both ALs are less than 0.9 dB with almost the same loss pattern up to 50 GHz, and differences less than 0.33 dB (worst case at around 32.35 GHz). This is a great result due to the difficulty of making 2.4 mm adiabatic coaxial lines.

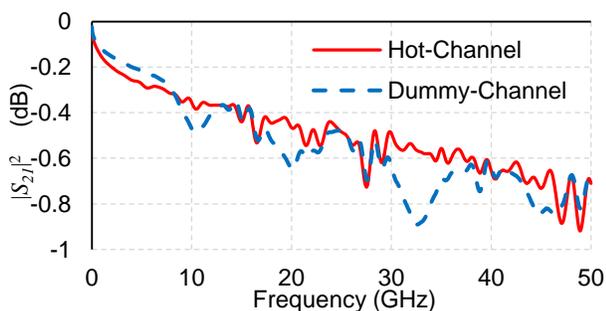


Fig. 2. Measured power losses of the AL.

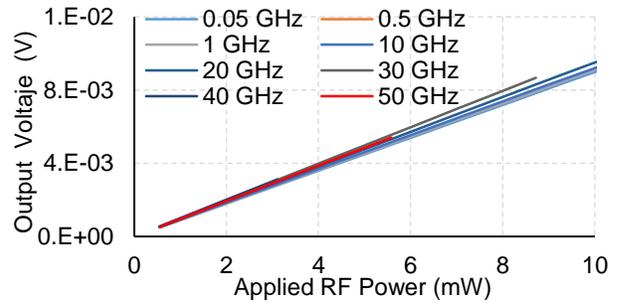


Fig. 3. Measured sensitivity and linearity of a TS.

4. TRANSFER STANDARDS' MEASUREMENTS

The sensitivity of the TS was measured through the ratio of the voltage output to the RF input. Fig 3 shows that the TS has a sensitivity of about 1116 $\mu\text{V}/\text{mW}$ within the power range of interest, as well as consistent linearity from 0.05 GHz to 50 GHz.

5. CONCLUSIONS

The design features that determine the performance of a 2.4-mm coaxial microcalorimeter of the twin type and associated thermoelectric transfer standards have been presented. In addition, the measured performance of the designed thermoelectric transfer standard and ALs shows they have the quality to be used as part of the Mexican Primary Standard for Microwave and Millimeter-wave Power up to 50 GHz.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors thank KRISS for its support in developing CENAM's 2.4-mm microcalorimeter and Dr. Eric B. from Keysight Techs. for providing the sensor heads.

REFERENCES

- [5] F. R. Clague, "Microcalorimeter for 7 mm Coaxial Transmission Line," NIST TechNote 1358, 1993.
- [6] J.-Y. Kwon, T.-W. Kang, J.-H. Kim, and T. Crowley, "Development of a 2.4-mm coaxial microcalorimeter for RF and microwave power standards at KRISS," in Proc. CPEM, Jul. 2012, pp. 734–735.
- [7] J.-Y. Kwon, T.-W. Kang, J.-H. Kim, and N.-W. Kang, "Development of a Type-N Coaxial Microcalorimeter for RF and Microwave Power Standards at KRISS," *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 66, no. 6, pp. 1520–1526, Jun. 2015.
- [8] J.-Y. Kwon, T.-W. Kang, D.-J. Lee, and N.-W. Kang, "Thermoelectric reference standards and a measurement system for microcalorimeters," in Proc. 81st ARFTG Microw. Meas. Conf., Jun. 2013, pp. 1–3.

DISEÑO Y DESARROLLO DEL NUEVO SISTEMA DE MEDICIÓN PARA EL PATRÓN NACIONAL DE DENSIDAD

Tovar Zarate Luis Javier, Luz María Centeno González
 Centro Nacional de Metrología
 km 4.5 Carretera a los Cués, El Marques, Querétaro, C.P.: 76246
 (442) 211 05 00 Ext. 3522, ltovar@cenam.mx

Resumen: A continuación se presenta el diseño y desarrollo del actual sistema de medición para el patrón nacional de densidad, el cual utiliza el principio de pesada hidrostática para la medición de la densidad de sólidos y líquidos. Un sistema de medición automático es fundamental para la trazabilidad de la densidad y la elaboración de material de referencia certificado.

1. INTRODUCCIÓN

El sistema de medición se desarrolló para el nuevo laboratorio del patrón nacional de densidad del edificio de laboratorios especiales del Centro Nacional de Metrología (CENAM), el objetivo: disminuir el tiempo de medición por parte del metrólogo e invertirlo en actividades de investigación, desarrollo científico y tecnológico y actividades de impacto social.

Para el desarrollo y automatización del sistema de medición fue necesario el diseño de la parte mecánica y electrónica que brinda el movimiento autónomo al sistema, el desarrollo de un *software* que controle cada una de los procesos del sistema y sea capaz de comunicarse de manera puntual con cada uno de los instrumentos.

2. DESARROLLO

Inicialmente se realizó un análisis del actual procedimiento para la medición de la densidad, con el objetivo de determinar el material y equipo necesario se consideraron todas las contribuciones de la Ec 1, para obtener los mejores resultados y disminuir la incertidumbre asociada a la medición, además de disminuir los errores aleatorios presentes en la medición.

$$\rho_L = \left[\frac{m_E - m_{ms} + \rho_{air} V_{ms} [1 + \alpha_{ms}(t_{air} - t_{ref})] - \Delta m - Gc - Mc}{V_E [1 + \alpha_E(t_{liq} - t_{ref})] [1 - \beta_E(\rho_{liq} - \rho_{ref})]} \right] [1 + \alpha_{liq}(t_{liq} - t_{ref})] [1 - \beta_{liq}(\rho_{liq} - \rho_{ref})]$$

Ec.1

2.2. Diseño del sistema mecánico

Como se explica en el procedimiento es necesario contar con un sistema que sea capaz de controlar el movimiento para la colocación de los patrones tanto en la parte superior de la balanza como en la inferior,

por tal motivo el diseño sistema mecánico se dividió en dos partes.

2.2.1. Sistema superior

En el sistema superior se deben colocar los patrones de masa en el instrumento para pesar que servirán de comparador entre los valores de masa de los patrones y un sólido de densidad conocida.

El sistema superior consta de un actuador de movimiento lineal que proporciona un movimiento uniforme y delicado con el fin de colocar el patrón de masa sobre el receptor de carga del instrumento.

2.2.2. Sistema inferior

El sistema inferior tiene la tarea de colocar el patrón de densidad en el soporte de sujeción inferior del instrumento para pesar y cuenta con un baño termostático (utilizado para controlar la temperatura del material de referencia).

Al igual que el sistema superior, el movimiento de este sistema es generado por un actuador de movimiento lineal, el cual sujeta a la esfera cuando el sistema superior se encuentra pesando los patrones de masa, una vez que este finaliza, el actuador coloca la esfera en una soporte que se encuentra sujetado al receptor de carga inferior del instrumento, espera el tiempo de estabilización, se registra el dato de masa y la esfera regresa a su posición inicial.

2.3. Control automático del sistema

El movimiento rotatorio de los actuadores lineales motores y servomotores, el control de los procesos del sistema fue desarrollado en LabView, en el software se programan los tiempos y condiciones para el movimiento de cada uno de los motores, la adquisición de la indicación puntual de cada uno de

los instrumentos de medición, las fases de verificación y la visualización de cada elemento.

3. RESULTADOS

El sistema en funcionamiento fue probado con agua (como material de referencia) y con patrones sólidos de densidad conocida, identificados como BK-7, Z1 y Z2 los cuales dieron trazabilidad a las mediciones de densidad. El control de la temperatura fue monitoreado durante el proceso de medición y se obtuvieron variaciones de 0.002 °K/h y la desviación estándar de las mediciones en masa fue de 0.0005 7 g.

Para validar las mediciones realizadas en este sistema se compararon los valores de la densidad del agua obtenidos experimentalmente contra valores de la densidad del agua calculados mediante la fórmula de Tanaka. Esta comparación se realizó mediante el criterio del error normalizado, resultando un valor de 0.57, lo que indica que los resultados cumplen satisfactoriamente este criterio.

Con la desviación estándar de las mediciones se pudo estimar la reproducibilidad del sistema y su respectiva estabilidad, seguidamente se calculó la densidad del líquido, para calcular los la densidad el proceso se dividió en 16 ciclos, con 7 series por ciclo, la densidad obtenida de cada una de las series por ciclo se promedia, para contar con un valor de densidad promedio. Los resultados obtenidos de la verificación del sistema son los siguientes:

Medicion	Densidad	Inc. (k=1).	Inc. Rel	Temp	Presion	Densidad Tanaka	Inc. (k=1).
1	0.9981896	0.0000016	1.6E-06	20.003	82950	0.9981916	0.0000021
2	0.9981891	0.0000019	1.9E-06	20.003	82912	0.9981917	0.0000021
3	0.9981883	0.0000018	1.8E-06	20.003	83144	0.9981918	0.0000021
4	0.9981884	0.0000017	1.7E-06	20.003	83142	0.9981918	0.0000021
5	0.9981882	0.0000016	1.6E-06	20.003	83136	0.9981918	0.0000021
6	0.9981886	0.0000017	1.7E-06	20.003	83125	0.9981918	0.0000021
7	0.9981877	0.0000016	1.6E-06	20.003	83109	0.9981917	0.0000021
8	0.9981886	0.0000017	1.7E-06	20.003	83094	0.9981917	0.0000021
9	0.9981893	0.0000017	1.7E-06	20.003	83080	0.9981918	0.0000021
10	0.9981892	0.0000018	1.8E-06	20.003	83068	0.9981917	0.0000021
11	0.9981891	0.0000017	1.7E-06	20.003	83064	0.9981917	0.0000021
12	0.9981887	0.0000017	1.7E-06	20.003	83054	0.9981917	0.0000021
13	0.9981895	0.0000016	1.6E-06	20.003	83027	0.9981917	0.0000021
14	0.9981890	0.0000017	1.7E-06	20.003	83003	0.9981917	0.0000021
15	0.9981880	0.0000017	1.7E-06	20.003	82961	0.9981916	0.0000021
16	0.9981878	0.0000017	1.7E-06	20.004	82892	0.9981915	0.0000021
Valor medio	0.9981887	Inc. (k=2)		20.003	83035	0.9981917	Inc. (k=2)
Desvest	5.99E-07	0.0000034		0.0002	82.393		0.0000041
En	0.57						

Tabla 1. Resultados de mediciones en el sistema automático.

Derivado a los excelentes resultados, el Laboratorio Costarricense de Metrología (LACOMET), solicito al CENAM la adquisición de un sistema de medición con las mismas características, por lo que en Febrero del 2014, se inició la fabricación de un nuevo sistema, y en octubre del mismo año se entregó instalado directamente en sus instalaciones. Permitiendo a

LACOMET ponerse a la vanguardia en las mediciones de densidad; homologar y proporcionar trazabilidad internacionalmente a las mediciones de densidad realizadas en entre México, Costa Rica y Latino América, además mantener el prestigio del CENAM, como un laboratorio primario de metrología nivel internacional, desarrollando nuevos sistemas de medición y transferir la tecnología a otros países.



Fig. 2. Sistema automático para la medición de la densidad de sólidos y líquidos.

4. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se presenta el desarrollo del sistema automático de pesada hidrostática para la medición de la densidad de líquidos, el cual será utilizado como parte del equipo requerido para la certificación de materiales de referencia certificados en densidad. El sistema automático de pesada hidrostática puede alcanzar valores de incertidumbre relativa en densidad del orden de 4.1×10^{-6} para un nivel de confianza de aproximadamente 95%, para una temperatura de 20 °C.

REFERENCIAS

- [1] Manfred Kochsiek, Michel Glaser, Ed. Wiley-VCH. "Comprehensive Mass Metrology". en la ingeniería de las estructuras".
- [2] M. Tanaka, G. Girard, R. Davis, A. Peuto and N. Bignell, "Recommended table for the density of water between 0 °C and 40 °C based on recent experimental reports, Metrología" Vol. 38, 2001, 301-309.
- [3] Díaz J. Julio, Becerra S. Luis. "Caracterización de líquidos para ser usados como materiales de referencia certificados en densidad".

REDEFINICIÓN DEL KILOGRAMO

Tovar Zarate Luis Javier, Becerra Luis Omar, Hernández Ignacio
 Centro Nacional de Metrología
 ltovar@cenam.mx

Resumen: El siguiente trabajo presenta la posible nueva definición de la unidad de masa, el kilogramo, asociando su valor a constantes físicas como lo son la *Constante de Planck* (h) o el *Número de Avogadro* (N_A) a partir de mediciones físicas variables. Se describe la importancia de la medición y el cómo dicha modificación tiene efecto sobre la Metrología y el público en general.

1. INTRODUCCIÓN

El Sistema Internacional de Unidades (SI) está formado por siete unidades base: el metro, el kilogramo, el segundo, el ampere, el kelvin, la mol y la candela, cada una de las cuales corresponden a las siete magnitudes de base: longitud, masa, tiempo, corriente eléctrica, temperatura termodinámica, cantidad de sustancia e intensidad luminosa.

Con la finalidad de ligar dichas unidades (o algunas de ellas) a valores de constantes fundamentales ya conocidos y estudiados, en octubre del 2005, se contempló la recomendación de preparar los pasos para la redefinición del ampere, el kelvin, la mol y el kilogramo; el cual podría ser redefinido en función de la constante de Planck h , o bien, del número de Avogadro N_A .

La definición actual de la unidad de masa fue establecida en la 3ª Conferencia General de Pesas y Medidas (CGPM) en 1901 (BIPM, 1998) como:

"El kilogramo es la unidad de masa; es igual a la masa del prototipo internacional del kilogramo".

2. DESARROLLO

2.1. Antecedentes

Actualmente, el kilogramo, prototipo internacional \mathcal{K} está conservado en la Oficina Internacional de Pesas y Medidas (BIPM) y consiste de un cilindro de 39 mm de diámetro por 39 mm de altura aproximadamente, fabricado de una aleación de 90 % de platino y 10 % de iridio. Las masas de los patrones secundarios de 1 kg de la misma aleación o de acero inoxidable son comparadas contra la masa del prototipo mediante el uso de una balanza con una incertidumbre relativa del orden de 1×10^{-9} .

En México, el Centro Nacional de Metrología (CENAM) es el responsable de generar la escala nacional de masa, la cual está ligada al prototipo internacional del kilogramo \mathcal{K} a través del prototipo de platino iridio identificado con el No. 21 (k21), cuyo valor ha sido determinado en las verificaciones periódicas organizadas por el BIPM y establecidas por la CGPM (Girad, 1994).

La diseminación de la exactitud de la unidad de masa hacia los usuarios en general, se da a través de patrones de masa de valor nominal de 1 mg a 1 000 kg, cuyos valores son referidos al k21. Mediante dichos patrones se calibran pesas e instrumentos para pesar que son los utilizados para las mediciones de masa en las actividades económicas, productivas, educativas, sociales, de investigación y de salud del país (metrología industrial, legal y científica). Es decir, La masa de referencia definida es utilizada para calibrar los patrones nacionales fabricados en la aleación de platino iridio. Para el caso de la calibración de patrones de masa fabricados en acero inoxidable, la incertidumbre es del orden de 1×10^{-8} debido a la Contribución de incertidumbre del empuje del aire.

2.2. Importancia de la redefinición

Debido a que la masa del prototipo internacional \mathcal{K} se incrementa por aproximadamente 1 parte en 109 por año debido a la acumulación de contaminantes en su superficie, el CIPM declara que su valor es aquel resultante después de haber sido aplicado un procedimiento específico de limpieza y de lavado.

Su deriva únicamente puede ser estimada en función de la comparación en masa de éste contra copias fabricadas en platino iridio, copias oficiales del BIPM o patrones nacionales de diferentes países. A la fecha, se ha observado que la deriva anual de los patrones de platino iridio es en promedio de entre

0.25 $\mu\text{g/año}$ a 0.9 $\mu\text{g/año}$ en función del uso y los cuidados de los que fue objeto. Se estima sin embargo; que ésta puede llegar a tener una variación de masa de hasta 50 μg en un siglo en el prototipo internacional \mathcal{K} .

El hecho de definir las unidades del SI en función de constantes físicas disminuye la deriva del valor de referencia y la incertidumbre asociada a esta deriva.

2.3. Redefinición del kilogramo

La intención de que la unidad de la magnitud de masa esté relacionada a alguna constante física ha generado proyectos mediante los cuales es posible monitorear la deriva del prototipo internacional del kilogramo \mathcal{K} y por lo tanto posibilitar el cambio de la actual definición del kilogramo. Entre los más importantes destacan:

- a) *La balanza de Watt (Constante de Planck, h).*
- b) *El Número de Avogadro, N_A .*

Actualmente la incertidumbre declarada para la determinación de h en el experimento de la Balanza de Watt es de 8.7×10^{-8} y la incertidumbre reportada para la determinación de h para el Proyecto de Avogadro Internacional es de 3.2×10^{-7} , sin embargo existe una inconsistencia entre ellos al relacionar la constante de Planck h con el número de Avogadro N_A del orden de 1×10^{-6} , (Taylor & Mohr, 1999).

La tendencia del CCU (Comité Consultivo para las Unidades) es que la nueva definición del kilogramo este referida a **la constante de Planck**.

La posible nueva definición del kilogramo que actualmente se maneja en el borrador del documento del Sistema Internacional de Unidades con la participación del CCU, es la siguiente:

El kilogramo se define al tomar como valor numérico fijo la constante de Planck h como $6.626\ 070\ 040 \times 10^{-34}$ expresada en J s , la cual es igual a $\text{kg m}^2 \text{s}^{-1}$, donde el metro y el segundo están definidos en términos de la velocidad de la luz c , y la frecuencia de transición hiperfina del estado fundamental del átomo de cesio 133 $\Delta\nu_{Cs}$.

Teniendo todas las constantes incertidumbres cero ($h, c, \Delta\nu_{Cs}$)

$$\text{kg} = \left(\frac{h}{6.626\ 069\ 57 \times 10^{-34}} \right) \text{m}^{-2}\text{s} = 1.475\ 521 \dots \times 10^{40} \frac{h \Delta\nu_{Cs}}{c^2}$$

Ec. 1 Redefinición del kilogramo.

2.4. Impacto de la redefinición

Con el cambio de la definición de la unidad de masa, kilogramo, ligada a la constante de Planck, se reduciría e incluso eliminaría la incertidumbre de la deriva asociada al valor de la definición la cual actualmente no es considerada (la deriva de la masa del kilogramo internacional).

Los usuarios de los valores de masa no se verán afectados por la nueva definición, ya que ésta será coherente con el valor actual del prototipo internacional del kilogramo \mathcal{K} .

3. CONCLUSIONES

Una vez definida la unidad de masa, kilogramo, los patrones de Pt-Ir de los diferentes países, incluido el k21, k90 y k96 de México, deberán ser enviados a alguno de los Institutos en donde se encuentre activo el proyecto seleccionado para reproducir al kilogramo para ser recalibrados y obtener trazabilidad en el valor de masa.

A partir de dicha referencia re-calibrada, CENAM realizará la transferencia de exactitud hacia los patrones de acero inoxidable y el resto de la escala nacional de masa y actividades que actualmente, por lo que el efecto del cambio de la definición del kilogramo no será percibido significativamente en los usuarios finales de la metrología de masa.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] Becerra Luis Omar, Hernández Ignacio. "Sobre La Redefinición del kilogramo" Ingeniería 19 (2): 123-134, ISSN: 1409-2441; 2009. San José, Costa Rica.
- [2] Girard, G. (1994). International Report: The third periodic verification of the national prototypes of the kilogram (1988-1992). Metrologia, 31(4), 317-336.
- [3] Taylor, B. N. & Mohr, P. J. (1999). On the redefinition of the kilogram. Metrologia, 36(1), 63-64. www.bipm.fr/utls/common/pdf/CCEM24.pdf.

PARÁMETROS DE UN MICROSCOPIO RAMAN CONFOCAL PARA LA DETERMINACIÓN DE VOLUMEN RAMAN CONFOCAL

Froylán Martínez-Suárez¹, Francisco Rodríguez-Melgarejo², Sergio Jimenez Sandoval²
Centro Nacional de Metrología¹, Centro de Investigación y Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional – Unidad Querétaro²
km 4.5 carretera a Los Cués, El Marqués¹, Libramiento Norponiente No. 2000, Real de Juriquilla²
Tel. (442) 2119900, frmartin@cenam.mx

Resumen: En este trabajo se presenta el proceso de selección de los parámetros de un espectrómetro Raman confocal para determinar el volumen Raman confocal con una muestra de esferas de poliestireno de 500 nm de diámetro nominal, empleando como referencias silicio, azufre y esferas de poliestireno con diámetro nominal de 900 nm.

1. INTRODUCCIÓN

La técnica de espectrometría Raman ha ganado relevancia en los años recientes debido a las diversas aplicaciones en las que se puede implementar sin la necesidad de realizar una preparación exhaustiva de la muestra y el menor tiempo para el análisis, desde la caracterización de muestras biológicas hasta los materiales tecnológicos a base de carbono. Adicionalmente la aparición de equipos de costos más bajos, con mucha mayor movilidad aunque con menos exactitudes y capacidades, ha propiciado la extensión de la técnica a muy diversas aplicaciones. Se conoce que la determinación del volumen confocal presenta dificultades por la exactitud en el posicionamiento y resolución sobre el eje z. Este trabajo presenta una selección de los parámetros de operación de un microscopio Raman confocal como parte de un proyecto internacional de comparación de volumen Raman confocal encaminado a la determinación de concentración de nano-objetos mediante esta técnica de forma rápida, en sitio y de bajo costo. Se describen detalles del experimento por nuestra parte, cuyos resultados serán procesados aplicando el algoritmo de cálculo del volumen Raman confocal por parte del coordinador del proyecto. Este proyecto se enmarca en la iniciativa internacional para promover el uso de la espectrometría Raman en ámbitos industriales y de evaluación de la conformidad para las nanotecnologías [1].

2. DETALLES EXPERIMENTALES

Los materiales empleados fueron silicio, azufre (99.995 %, ProChen Inc) y el SRM 1690 (esferas de poliestireno de valor certificado (895 ± 8) nm de diámetro). El cuadro de silicio (3 cm x 3 cm x 0.5 mm) se midió sin ninguna preparación. Una pequeña cantidad de azufre se molió en el mortero durante 5 minutos, con el fin de obtener partículas de (1-2) μm . Una gota de las esferas de poliestireno se agregó a

25 mL de agua desionizada, posteriormente esta disolución se dispersó en un disruptor ultrasónico durante 10 minutos, para finalmente depositar una gota de dicha disolución sobre un portaobjetos, dejándola secar por 24 h. El espectrómetro Raman confocal utilizado para el estudio fue el LabRam HR Evolution marca Horiba, que cuenta con un microscopio marca Olympus y una platina Marzhauser Wetzlar MM33 con control en los ejes x-y-z. Las condiciones de medición utilizadas fueron objetivo x100vis (NA 0.9), láser de 633 nm, 3 s de tiempo de adquisición, 2 repeticiones, "hole" de 100. Considerando el protocolo recomendado, la secuencia de medición para llevar a cabo la optimización para la adquisición de los mapas 2D y 3D fue la siguiente: 1) Verificación de la escala de corrimiento Raman utilizando la muestra de silicio. 2) Selección del sistema *láser-objetivo-rejilla-“hole”* con la muestra de azufre a 100x. 3) Optimización de la imagen con esferas de poliestireno de 900 nm a 100xvis. 4) Medición de la muestra bajo estudio consistente de esferas de 500 nm de diámetro nominal, depositadas en cubreobjetos de vidrio.

3. RESULTADOS

La Figura 1 muestra el espectro característico para la muestra de silicio. De acuerdo a la especificación del instrumento, el valor debe estar entre $(520.7 \pm 1) \text{ cm}^{-1}$. La Figura 2 presenta el mapa 2D para la muestra de azufre. En la parte superior de la figura, se presentan los espectros obtenidos de forma acumulativa (izquierda) y de cada punto en el que se posiciona el cursor en la imagen (derecha). Mientras que en la parte inferior se pueden ver las imágenes generadas con la información colectada por el espectrómetro Raman (izquierda) y la generada ópticamente (derecha). El objeto visualizado, semiesférico, es de $3.3 \mu\text{m} \times 1.7 \mu\text{m}$. El mapa generado con la señal Raman muestra un objeto de $3.4 \mu\text{m} \times 1.9 \mu\text{m}$. El mapa 3D para la muestra de

esferas de poliestireno de 900 nm se visualiza en la Figura 3. Con el fin de generar el mapa 3D para esta muestra, se seleccionó la señal a $(1002 \pm 2) \text{ cm}^{-1}$. El tamaño de la partícula de poliestireno reconstruido con la señal Raman fue de $(911 \pm 160) \text{ nm}$. En la Figura 4 se puede visualizar el mapa 3D de la muestra de esferas de 500 nm de diámetro.

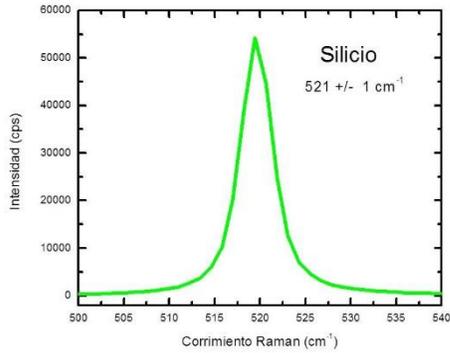


Fig. 1. Espectro característico del silicio en la región de corrimiento Raman de $500 \text{ a } 540 \text{ cm}^{-1}$.

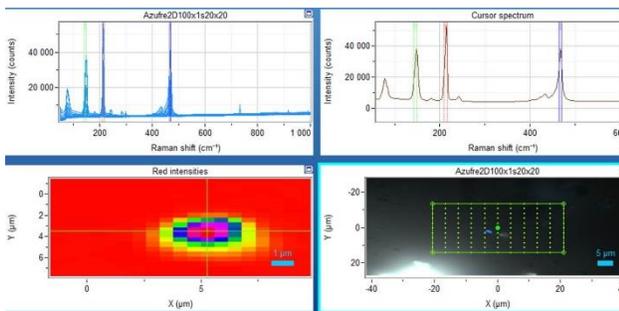


Fig. 2. Mapa 2D de la muestra de azufre (parte inferior izquierda) generada con la señal Raman.

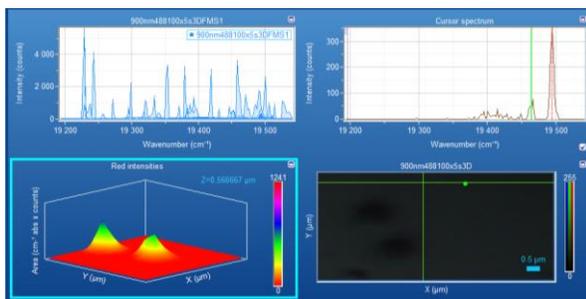


Fig. 3. Mapa 3D de la muestra de esferas de poliestireno de 900 nm. Se presenta la rebanada para la posición $z = 0.56 \mu\text{m}$.

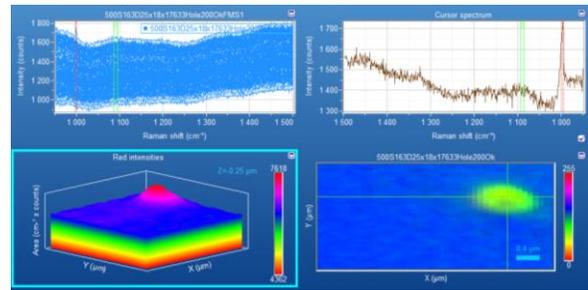


Fig. 4. Mapa 3D de la muestra de esferas de poliestireno de 500 nm. Se presenta la rebanada en la posición $z = 0.25 \mu\text{m}$.

4. DISCUSIÓN

El valor de la señal del silicio ha permitido verificar la escala de corrimiento Raman, ya que se encuentra dentro del intervalo especificado. El mapa 2D de la partícula de azufre permitió conocer las condiciones instrumentales para obtener un tamaño del objeto con dimensiones similares $(911 \pm 160) \text{ nm}$ al del valor de referencia $(897 \pm 8) \text{ nm}$. Para la muestra de esferas de poliestireno con tamaño nominal de 500 nm, el tamaño estimado con la señal Raman es de $(508 \pm 154) \text{ nm}$. Como se puede observar en las imágenes reconstruidas con la señal Raman de cada muestra, la forma del objeto tiende a una elipse. Una característica importante para medir el objeto con la señal Raman es delimitar correctamente el borde del mismo y es un factor que requiere de mayor atención.

5. CONCLUSIONES

Con la metodología descrita se logró elegir parámetros de operación del microscopio Raman confocal para obtener información sobre las dimensiones de objetos en el eje z mediante el espectrómetro Raman, utilizando objetos del orden de los 500 nm, aunque mayores esfuerzos se deben realizar para reducir la dispersión de los valores.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece a Norma González y a Ruben J. Lazos sus aportaciones y discusiones para lograr este trabajo.

REFERENCIAS

- [1] JRP Summary Report for JRP NEW02 Raman Metrology for Raman Spectroscopy, November 2014.
- [2] Norma ASTM E1840-96(2014) Standard Guide for Raman Shift Standards for Spectrometer Calibration.

DESARROLLO DEL MODELO MATEMÁTICO PARA LA CALIBRACIÓN EN MASA DE OBJETOS SÓLIDOS

Gregorio Alvarez Clara, Luis Omar Becerra Santiago
 Centro Nacional de Metrología
 km 4.5 Carretera a Los Cués, Municipio El Marqués, Qro. C.P. 76246 México
 01 (442) 211 05 00 ext.: 3524 galvarez@cenam.mx

Resumen: A partir de la definición de masa desde el punto de vista de la mecánica clásica se desarrolla un modelo matemático para la calibración en masa de objetos sólidos, se plantean algunas restricciones que ayudan en la reducción del modelo y se indica de forma resumida la manera de obtener cada factor que influye en el modelo matemático obtenido.

1. INTRODUCCIÓN

Para desarrollar un modelo matemático que permita la calibración y el cálculo de incertidumbre en masa de cualquier objeto sólido, es necesario recurrir a los principios que rigen la metrología de masa. En este caso la definición de masa desde el punto de vista de la mecánica clásica:

$$F = ma \tag{1}$$

En metrología de masa la aceleración es la fuerza de gravedad g , la ecuación (1) se puede reescribir:

$$F = mg \tag{2}$$

Cuando dos masas m_X y m_P se encuentran en equilibrio como se aprecia en la figura 1. Se puede definir la siguiente relación:

$$F_X = F_P \tag{3}$$

Aplicando la ecuación (2) en (3), se tiene:

$$m_X g_1 = m_P g_2 \tag{4}$$

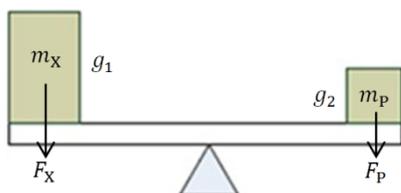


Fig. 1. Masas m_X y m_P en equilibrio.

Cuando ambas masas que no necesariamente están compuestas del mismo material, y además están inmersas en un fluido (aire, agua, material de referencia, etc.) y son sensibles a los cambios ambientales (temperatura, presión atmosférica y humedad relativa), entre otras restricciones la ecuación puede ser reescrita de la siguiente forma:

$$(m_X - \sum_{i=1}^r C_{Xi} f_{Xi}) g_1 = (m_P - \sum_{j=1}^s C_{Pj} f_{Pj}) g_2 \tag{5}$$

Donde:

$\sum_{i=1}^r C_{Xi} f_{Xi}$ Son todas las correcciones y sus factores de corrección que afectan a la masa m_X .

$\sum_{j=1}^s C_{Pj} f_{Pj}$ Son las correcciones y sus factores de corrección que afectan a la masa m_P .

Si m_P es una masa de valor conocido por su certificado, es posible conocer m_X :

$$m_X = (m_P g_2 - (\sum_{j=1}^s C_{Pj} f_{Pj}) g_2 + (\sum_{i=1}^r C_{Xi} f_{Xi}) g_1) / g_1 \tag{6}$$

Con esta expresión se puede conocer el valor de masa de cualquier objeto.

2. AJUSTE DEL MODELO PARA LA CALIBRACIÓN DE OBJETOS SÓLIDOS

Como el objetivo es determinar el valor de la masa m_X a partir de métodos conocidos y simplificando la expresión (6). En metrología de masa se mide m_X y m_P en el mismo sitio y a la misma altura sobre el nivel del mar, se puede considerar:

$$g_1 \cong g_2 \tag{7}$$

Por lo tanto la ecuación (6) se reescribe de la siguiente forma:

$$m_X = m_P - (\sum_{j=1}^s C_{Pj} f_{Pj}) + (\sum_{i=1}^r C_{Xi} f_{Xi}) \tag{8}$$

Al analizar, un caso con un número limitado y homogéneo de restricciones $s = r$ y aplicando cualquiera de los métodos de medición de masa para encontrar m_X , y sin considerar las características del instrumento para pesar, la ecuación (8) se desarrolla a la forma:

$$m_X = m_P - \rho_{a1} V_P f_{tP} f_{pX} + \rho_{a2} V_X f_{tX} f_{pX} + \delta l + \delta m_{Mag} + \delta m_{exc} + \delta g_{alturas} + \delta f_h \tag{9}$$

Donde:

- ρ_{a1} Densidad del aire al medir la masa m_P .
- V_P Volumen de la masa m_P .

f_{tP}	Factor de corrección de volumen de la masa m_p , debido a un cambio de temperatura.
f_{tX}	Factor de corrección por un cambio de volumen de la masa m_p , debido a un cambio en el valor de presión.
ρ_{a2}	Densidad del aire al momento de medir la masa m_X .
V_X	Volumen de la masa m_X .
f_{tX}	Factor de corrección de volumen de la masa m_X debido a un cambio de temperatura.
f_{pX}	Factor de corrección por un cambio de volumen de la masa m_X debido a un cambio en el valor de presión.
δl	Diferencias en masa entre m_p y m_X .
δm_{Mag}	Corrección por los efectos magnéticos entre m_p y m_X .
δm_{exc}	Corrección por excentricidad de los centros de masa de m_p y m_X .
$\delta g_{alturas}$	Corrección por diferencias de alturas de los centros de masa de m_p y m_X .
δf_h	Corrección por los efectos de adsorción o des-adsorción de humedad de m_p y/o m_X .

Con este modelo es posible realizar la calibración en masa de objetos sólidos, debido a que se pueden conocer cada una de las componentes de la ecuación conforme a la siguiente sección.

2.1. Descripción para obtener las componentes del modelo matemático.

Cada componente de la ecuación (9) puede obtenerse de la siguiente forma: La densidad del aire ρ_a y su incertidumbre se calcula conforme a la fórmula del CIPM 2007 [1]. Los volúmenes de m_p y m_X pueden ser medidos de acuerdo a los métodos e incertidumbres más apropiados, de acuerdo al tipo de material del objeto sólido como referencia se puede aplicar la sección B.7 de la OIML R-111 [2]. Los factores de corrección de volumen debido a un cambio de temperatura se pueden calcular conforme a lo descrito en el apartado 6.3.1 de la guía SIM [3]. Los factores de corrección por un cambio de volumen de la masa debido a un cambio en el valor de presión se pueden calcular conforme al apartado 6.3.2 de la guía SIM [3]. Las diferencias δl entre la masa m_p y m_X , pueden conocerse si se aplica el apartado C.4 de la OIML R-111 [2]. La corrección por los efectos magnéticos para cualquier masa m , puede calcularse considerando el apartado 2.2 de la OIML R-111 [2]. La corrección por excentricidad δm_{exc} , se obtiene al relacionar la ubicación de los centros de gravedad de las masas m_p y m_X conforme a sus formas geométricas y respecto a su ubicación al momento de colocarlas en el instrumento para pesar. Los

efectos de adsorción o des-adsorción de humedad δf_h , deben ser estudiados cuantitativamente. La corrección por diferencias de alturas $\delta g_{alturas}$, se puede encontrar al implementar el apartado 4.3 de la guía para la determinación de masa del PTB [4].

3. RESULTADOS

El calibrar un objeto sólido no normalizado, implica tener un conocimiento amplio de cada uno de los factores que pueden impactar en un cambio en el valor de masa del objeto sólido. Se puede apreciar que la caracterización de estos factores no es sencilla en algunos casos, ya que requieren de mediciones especiales como es el caso de los efectos magnéticos y las propiedades de adsorción y des-adsorción de humedad.

4. DISCUSIÓN

El modelo presentado en la ecuación (9), no incluye posibles correcciones inherentes al instrumento para pesar (linealidad, excentricidad, entre otros), incluso sin estas consideraciones el modelo para calibrar un objeto sólido es más extenso que el presentado en la OIML R-111 para la calibración de pesas. Al modelo matemático de la ecuación (9), se puede aplicar la guía para la expresión de la incertidumbre y realizar el cálculo de incertidumbre que aún no ha sido considerado en esta etapa de estudio [5].

5. CONCLUSIONES

Se obtuvo un modelo matemático que puede ser empleado en la calibración de masa de un objeto sólido, considerando las restricciones expresadas en el presente estudio. Se indica de forma resumida la manera de obtener cada factor que influye en el modelo matemático obtenido.

REFERENCIAS

- [1] A Picard, R S Davis, M Gläser and K Fujii, Revised formula for the density of moist air (CIPM-2007); Metrologia 45 149–155, 2008
- [2] International Recommendation R 111-1 OIML Weights of classes E1, E2, F1, F2, M1-2, M2 M2-3 y M3. Part 1: Metrological and technical requirements. Edición 2004 [E].
- [3] Guía SIM para la calibración de densímetros de tipo oscilatorio: 1ª Edición Mayo de 2016.
- [4] Guide to mass determination with high accuracy, R. Schwartz, et al. PTB-MA80e.
- [5] Evaluation of measurement data - Guide to the Expression of Uncertainty in measurements: 2008. JCGM 100:2008.

MEJORA DEL PATRÓN NACIONAL DE CONDUCTIVIDAD TÉRMICA PARA FLUIDOS SIMPLES, RESULTADOS PRELIMINARES

Saúl García Duarte, Leonel Lira-Cortés
 Centro Nacional de Metrología
 km 4.5 Carretera a Los Cués, Municipio El Marqués, Qro. C.P. 76246, México
 sgarcia@cenam.mx

Resumen: El patrón nacional de conductividad térmica para fluidos simples utiliza el método primario del hilo caliente en estado transitorio. El método consiste en medir el incremento de temperatura de un alambre de platino, inmerso en el fluido bajo prueba. Durante la medición, en el alambre de platino se presentan los efectos de borde, para lograr que los efectos de borde no influyan en la medición de la conductividad térmica del fluido, se colocan dos alambres de platino similares pero diferentes en longitud. Se presenta un nuevo arreglo del puente de Wheatstone, una ecuación para medir el incremento de resistencia eléctrica del alambre y los resultados preliminares para el tolueno.

1. INTRODUCCIÓN

El patrón nacional de conductividad térmica para fluidos simples utiliza el método primario del hilo caliente en estado transitorio, el método consiste en medir el incremento de temperatura de un alambre de platino de alta pureza que se encuentra inmerso en el fluido bajo medición, el incremento de temperatura rápido o lento del alambre dependerá de la conductividad térmica del fluido, es decir, de la capacidad que tenga el fluido para transmitir la energía térmica (generada en el alambre) a través de él.

La conductividad térmica del fluido se determina midiendo la energía por unidad de longitud que se genera en el alambre y la pendiente del incremento de temperatura y el logaritmo natural del tiempo.

El incremento de temperatura se logra aplicando una corriente eléctrica al alambre, esto ocasiona una transferencia de energía del alambre hacia el fluido. Evidentemente, el alambre se encuentra unido en sus extremos a soportes de mayor masa lo que ocasiona que no toda la energía generada en el alambre se transmita a través del fluido, una pequeña parte se disipa a través de los soportes, como consecuencia de esto, al momento de determinar la conductividad térmica se sobre dimensiona la cantidad de energía por unidad de longitud. Para evitar que los efectos de borde no influyan en la determinación de la conductividad térmica, se utiliza un arreglo de dos alambres similares pero diferentes en longitud [1] originando que solo una porción central del alambre largo (diferencia de longitud entre los dos alambres) se utilice para determinar la conductividad térmica.

Para conocer el incremento de temperatura de esa porción del alambre, es necesario medir el incremento de su resistencia eléctrica por medio de un arreglo diferente del puente de Wheatstone y su respectiva ecuación. Este arreglo se usó para medir tolueno.

2. PUENTE DE WHEATSTONE CON DOS ALAMBRES

El puente de Wheatstone que se utiliza para medir el incremento de resistencia eléctrica de solo una porción del alambre largo se presenta en la figura 1 [2].

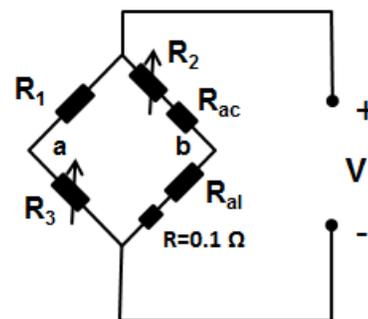


Fig. 1. Puente de Wheatstone.

La resistencia eléctrica se determina con la siguiente ecuación:

$$\Delta R_a = \frac{R_2 \left[1 + \frac{2V_{ab}}{V} + \frac{(R_3 - R_1)}{(R_1 + R_3)} \right]}{1 - \frac{\left(\frac{R_{al}}{R_{ac}} + 1 \right)}{\left(\frac{R_{al}}{R_{ac}} - 1 \right)} \left[\frac{2V_{ab}}{V} + \frac{(R_3 - R_1)}{(R_1 + R_3)} \right]}$$

En la cual

$$\frac{R_{al}}{R_{ac}} = 1.7680$$

Y se utilizó el esquema que se ve en la figura 2.

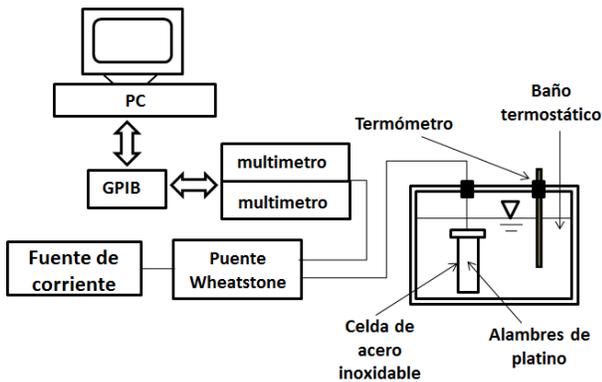


Fig. 2. Esquema de la instrumentación para dos alambres.

3. RESULTADOS

Se realizó una medición al tolueno con el arreglo de dos alambres. La figura 3 muestra el comportamiento del incremento de temperatura del alambre contra el logaritmo natural del tiempo.

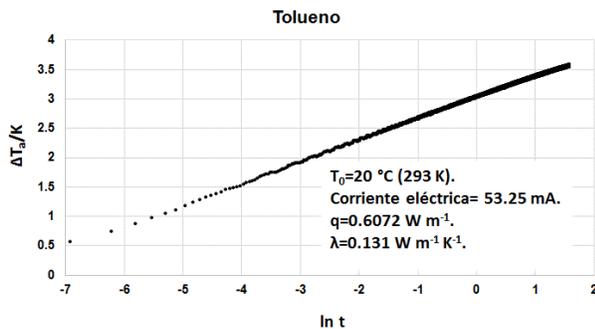


Fig. 3. Medición al tolueno.

4. CONCLUSIONES

Se implementó el puente de Wheatstone, para medir la resistencia de los dos alambres y el incremento de

la porción central del alambre de mayor longitud con la ecuación que se dedujo.

Se midió el tolueno como muestran los resultados aunque no se ha realizado la estimación de incertidumbres. El resulta es congruente con los resultados reportados en la literatura.

REFERENCIAS

- [1] J.W. Haarman, "A contribution to the theory of the transient hot-wire method", Physica 52, 605-619 (1971).
- [2] R. G. Richard and I. R. Shankland, "A Transient Hot-Wire Method for Measuring the Thermal Conductivity of Gases and Liquids", International Journal of Thermophysics, Vol. 10, No. 3, 1989.

EXTENSIÓN DEL PATRÓN NACIONAL DE HUMEDAD EN LA MAGNITUD DE TEMPERATURA DE PUNTO DE ESCARCHA

Dávila P. Jesús, Lira C. Leonel, Martines L. Enrique
 Centro Nacional de Metrología
 Carretera a Los Cués, km 4.5, El Marqués, Qro. C. P. 76246
 (442) 2110500 ext. 3395, jdavila@cenam.mx

Resumen: El Patrón Nacional de Humedad en Gases es el origen de la trazabilidad de las medidas de humedad relativa en el país. Su declaración fue en el año 2000 con un intervalo de operación desde 0 °C hasta 64 °C de punto de rocío con incertidumbres de 0.08 °C a 0.12 °C ($k=2$). En el año 2013 se caracterizó un nuevo sistema de generación de humedad que opera con el método de dos presiones y dos temperaturas con el que se realizó la extensión hasta -80 °C de punto de escarcha, con incertidumbres de 0.2 °C a 0.08 °C para el intervalo de -80 °C a 0 °C y de 0.08 °C a 0.12 °C para el intervalo de 0 °C a 64 °C ($k=2$). Se presentan los principios físicos y el modelo asociado para determinar el valor de temperatura de punto de rocío y escarcha, la estimación de la incertidumbre y los resultados en la actualización del Patrón Nacional de Humedad.

1. INTRODUCCIÓN

El Centro Nacional de Metrología (CENAM) como Laboratorio Nacional tiene la responsabilidad de establecer, mantener y desarrollar los patrones nacionales de medición en el nivel de exactitud más alto posible y de compararlos con los de otros laboratorios nacionales, a fin de lograr que éstos sean equivalentes entre sí y con ello tener el reconocimiento mutuo de mediciones.

En la actualidad existen necesidades de medición en bajos valores de humedad en industrias como la farmacéutica, la de alimentos, la automotriz, la aeronáutica, en almacenadores y comercializadores de materia prima, de distribución y comercialización de gas natural y en laboratorios de calibración.

La temperatura de punto de rocío o escarcha es una forma de expresar la humedad en un gas, la cual se define como la temperatura a la que se condensa o solidifica el vapor de agua cuando el gas se enfría a presión constante [1].

El Patrón Nacional de Humedad en Gases (CNM-PNE-8) es el origen de la trazabilidad de las medidas de humedad relativa en el país. Su declaración fue en el año 2000 con un intervalo de operación desde 0 °C hasta 64 °C de punto de rocío con incertidumbres de 0.08 °C a 0.12 °C ($k=2$).

En el año 2013 se caracterizó un nuevo sistema de generación de humedad con el que se obtuvieron intervalos de operación desde -80 °C hasta 64 °C con una incertidumbre de 0.2 °C a 0.08 °C para el

intervalo de -80 °C a 0 °C y de 0.08 °C a 0.12 °C para el intervalo de 0 °C a 64 °C ($k=2$).

En este trabajo se presentan los principios físicos y el modelo asociado para determinar el valor de la temperatura de punto de rocío o escarcha por el método de dos presiones y dos temperaturas, la estimación de la incertidumbre del patrón y resultados en la actualización del Patrón Nacional de Humedad.

2. DESCRIPCIÓN DEL PATRÓN NACIONAL DE HUMEDAD.

El método dos presiones - dos temperaturas para generación de humedad se muestra en la Figura 1.

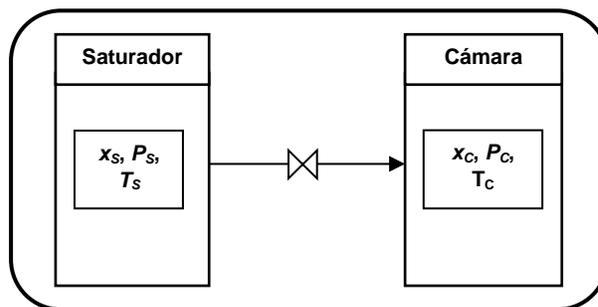


Fig. 1. Esquema de un generador de humedad por dos presiones.

En el saturador se tiene una mezcla de aire saturado con vapor de agua, cuya fracción molar x_s está a una presión P_s y a temperatura T_s , la cual circula hacia la cámara de prueba a través de una válvula de expansión, reduciendo la presión (de forma

adiabática) hasta aproximadamente la presión atmosférica P_C y a una temperatura ambiente. Por conservación de masa se cumple que la fracción molar de vapor de agua en la cámara x_C es igual a x_S .

$$x_S = x_C \tag{1}$$

La ecuación 2 se escribe en términos de fracciones parciales de vapor de agua

$$\frac{e(T_S) \cdot f(P_S, t_S)}{P_S} = \frac{e(T_d) \cdot f(P_C, t_d)}{P_C} \tag{2}$$

De las ecuaciones (2) se obtiene la ecuación (3).

$$e(T_d) \cdot f(P_C, t_d) = e(T_S) \cdot f(P_S, t_S) \cdot \frac{P_C}{P_S} \tag{3}$$

en donde:

- P_C es la presión de la cámara, en Pa
- P_S es la presión del saturador, en Pa
- T_S temperatura del saturador, en K
- $e(T_S)$ es la presión de saturación de vapor a la temperatura del saturador, en Pa
- $e(T_d)$ es la presión de vapor a la temperatura de punto de rocío, en Pa
- $f(P_S, t_S)$ es el factor de corrección a la temperatura y presión de saturación, adimensional (Pa/Pa)
- $f(P_C, t_C)$ es el factor de corrección a la temperatura y presión de la cámara de prueba, adimensional (Pa / Pa)

Las ecuaciones para el cálculo de la presión de vapor de agua y los factores de corrección se describen en [2,3].

3. RESULTADOS

Se realizó la generación y medición de temperatura de punto de escarcha y rocío en el intervalo de -80 °C a 64 °C, cuyas mediciones involucradas son trazables a Patrones Nacionales.

La medición de temperatura se realizó con un termómetro de resistencia de platino con una incertidumbre de medida de 0.02 °C a 0.04 °C ($k=1$) en el intervalo de medición de -70 °C a 70 °C.

La incertidumbre en la medición de presión se realizó con dos sensores de presión absoluta con una incertidumbre de medida de 152 Pa en el intervalo de 81 kPa a 360 kPa ($k=1$).

La incertidumbre estimada en temperatura de punto de rocío o escarcha se realizó al aplicar la propagación de incertidumbres [4] a la ecuación (3). En la gráfica 1 se muestran los resultados sólo de la propagación de incertidumbre al modelo.

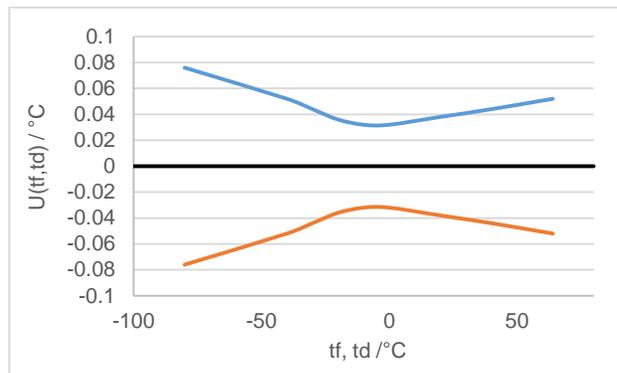


Fig. 1. Incertidumbre de temperatura de punto de escarcha o rocío del Patrón Nacional de Humedad.

Adicionalmente se evaluó la incertidumbre por estabilidad y reproducibilidad de los sistemas de generación de humedad y se obtuvieron $u_r=0.02$ °C $u_R=0.04$ °C respectivamente.

4. CONCLUSIONES

Con la caracterización de un nuevo sistema de generación de humedad se extendió el alcance del Patrón Nacional de Humedad.

Se realizó la propagación de incertidumbre del modelo para calcular la temperatura de punto de escarcha en el intervalo de -80 °C a 64 °C. La incertidumbre va desde 0.08 °C a 0.2 °C. De acuerdo a la figura 1 estos valores dependen del valor de temperatura de punto de escarcha o rocío que se produzca.

REFERENCIAS

- [1] Quinn, F., The most common problem of moisture/humidity measurement and control. Proceedings of 2 nd International Symposium of Humidity and Moisture; Washington, ISA, 1985.
- [2] Dávila P. Jesús, "Patrón Nacional de Humedad en Gases". Simposio de Metrología 2014.
- [3] S. Hasegawa, J. W. Little, "The NBS Two Pressure Humidity Generator, Mark 2", Journal of research of the National Bureau of Standards, 1977.
- [4] ISO GUM, "Guide to expression of the uncertainty in Measurement". BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAP, IUPAC, OIML, 2008.

CRITERIOS DE DISEÑO TÉRMICO PARA UN INSTRUMENTO QUE UTILIZA LA TÉCNICA TRANSITORIA DEL HILO CALIENTE

Leonel Lira-Cortés, Saúl García Duarte, Luis Castro Silva
 Centro Nacional de Metrología
 km 4.5 Carretera a los Cués Municipio El Marqués 76246, Querétaro, México
 +52 442 2110545 llira@cenam.mx

Resumen: En un experimento de hilo caliente transitorio, la conductividad térmica del fluido se obtiene a partir de las mediciones de la historia de la temperatura de una sección central de un alambre de radio r_o , el cual actúa como una fuente de calor, q , por unidad de longitud. Los criterios de diseño térmico se usan para construir el instrumento con el fin de obtener las menores desviaciones.

1. INTRODUCCIÓN

Un método primario de medición, es un método cuya operación está completamente descrita y entendida, para el cual se puede escribir su incertidumbre en términos del Sistema Internacional y cuyos resultados son aceptados sin referencia a algún estándar de la cantidad a ser medida.

En un experimento de hilo caliente transitorio, la conductividad térmica del fluido se obtiene a partir de las mediciones de la historia de la temperatura de una sección central de un alambre de radio r_o , el cual actúa como una fuente de calor, q , por unidad de longitud. La conductividad térmica de un estado termodinámico (T_r, P_r) se deriva de tales mediciones por la aplicación de la ecuación de trabajo

$$\Delta T_{id} = \Delta T_{iw} + \sum \delta T_i = \frac{q}{4\pi\lambda(T_r, \rho_r)} \ln \frac{4\alpha t}{r_o^2 C}$$

donde T_r es la temperatura y ρ_r es la densidad correspondiente a la presión de equilibrio P_i , en un instrumento propiamente diseñado, operando bajo condiciones bien elegidas, las correcciones a ser aplicadas al incremento de la temperatura se pueden reducir justo a dos, las propiedades físicas del alambre y la frontera exterior de recipiente del alambre. Ambas de esas correcciones pueden ser tratadas aditivamente y pueden por sí misma permanecer pequeñas por un adecuado diseño.

2. LA TÉCNICA TRANSITORIA DEL HILO CALIENTE

El modelo ideal para esta técnica consiste de una línea fuente de energía, de longitud infinita, en posición vertical, con capacidad calorífica cero y conductividad térmica infinita que se encuentra inmersa en un fluido isotrópico, infinito, con

propiedades independientes de la temperatura y en equilibrio termodinámico con la línea fuente en $t=0$. La transferencia de energía de la línea fuente hacia el fluido, en dirección radial, se supone conductiva.

Si la línea fuente se reemplaza por un alambre cilíndrico de radio r_o , para el cual se supone una temperatura uniforme igual a la del fluido del modelo ideal en $r = r_o$, entonces para pequeños valores de $r/4\alpha t$, se obtiene

$$\Delta T_{id}(r_o, T) = T(r_o, t) - T_0 = \frac{q}{4\pi\lambda} \left[\ln \left(\frac{4\alpha t}{r_o^2 C} \right) + \frac{r_o^2}{4\alpha t} \right] + \dots$$

donde $C = \exp(\gamma)$. Si el radio se elige tal que el segundo término del lado derecho de la ecuación sea menor que 0.01% de ΔT_{id} , es claro que en este arreglo ideal, el incremento de la temperatura del alambre está dado por [1]:

$$\Delta T_{id}(r_o, T) = \frac{q}{4\pi\lambda} \left[\ln \left(\frac{4\alpha t}{r_o^2 C} \right) \right]$$

Esta es la ecuación de trabajo fundamental de la técnica transitoria de hilo caliente, esta permite obtener la conductividad térmica del fluido a partir de la pendiente de la línea recta ΔT_{id} , vs $\ln t$. La difusividad térmica se puede obtener de la intercepción o del valor absoluto de ΔT_{id} , en un tiempo fijo.

3. CORRECCIONES AL MODELO IDEAL

En cualquier instrumento real, la fuente de calor es un alambre de metal de longitud finita, el cual también sirve como termómetro. Así, el incremento de temperatura en el alambre ΔT_w , se desvía del valor ideal aun en la superficie del alambre. Los resultados se expresan en forma de pequeñas correcciones, δT_i ,

que se aplica al incremento de temperatura medido, ΔT_w , tal que:

$$\Delta T_{id} = \Delta T_{iw} + \sum \delta T_i$$

Los valores de las diferentes correcciones se han evaluado y se presentan por diversos autores [2], recientemente se han analizado para permitir determinar algún criterio de diseño térmico [3] y se presentan en la tabla I

Tabla I. Desviaciones de la idealidad en la técnica transitoria del hilo caliente.

Corr.	Fuente	Recomendación
δT_1	Propiedades. Físicas del hilo	Aplicar corrección y seleccionar la escala de tiempo
δT_2	Frontera exterior	Aplicar corrección
δT_3	Trabajo de compresión	Trabajar donde no es significativo
δT_4	Convección radial y disipación viscosa	Seleccionar escala de tiempo
δT_5	Corrección de radiación	Trabajar donde no es significativo
δT_6	Salto de temperatura	Trabajar donde no es significativo
δT_7	Propiedades del fluido	En la temperatura de referencia
δT_8	Propiedades del fluido (región crítica)	Aplicar corrección
δT_9	Error por truncamiento	Despreciable por diseño
δT_{10}	Cubierta del alambre	Aplicar corrección

Si se consideran las propiedades y dimensiones finitas del hilo, es decir, el hecho que el alambre no tiene radio cero, r_o , tiene capacidad calorífica finita, $(c_p)_w$ y tiene una conductividad térmica, λ_w . Una parte de la energía generada dentro del alambre se usa para incrementar su propia temperatura y no simplemente aquella del fluido que lo rodea. Como un resultado se tiene la corrección por propiedades termofísicas finitas del alambre, δT_1 , la cual decrece con el incremento del tiempo, se debe aplicar al incremento de temperatura. La cual está dada por:

$$\delta T_1 = \frac{q}{4\pi\lambda} \frac{r_o^2[(\rho c_p)_w - \rho c_p]}{2\lambda t} \ln \frac{4\alpha t}{r_o^2 C} \frac{r_o^2}{2\alpha t} + \frac{r_o^2}{4\alpha_w t} \frac{\lambda}{2\lambda_w}$$

donde α es la difusividad térmica del material del alambre. La ecuación se puede simplificar para incluir únicamente términos dependientes del tiempo para la evaluación de la conductividad térmica. Si se elige

adecuadamente el radio del alambre, r_o y se mide en un tiempo mayor que 100 ms, la magnitud de esta corrección se puede limitar a ser máximo de 0.5 % del incremento de temperatura.

A causa de que el fluido muestra está contenido en un recipiente, existe una frontera exterior finita que debe considerarse. Por simplicidad la frontera debe ser cilíndrica y con un radio b . Durante la parte inicial de las mediciones, la onda térmica transitoria que se expande hacia fuera del alambre no se ve afectada por la presencia de la frontera. Conforme el tiempo evoluciona, el calor en $r=b$ incrementa la temperatura de la pared por una cantidad no despreciable causando que la temperatura del alambre se incremente hasta caer abajo del modelo ideal. La corrección por la frontera externa δT_2 , se tiene que sumar al incremento de temperatura medido del alambre, δT_2 , está dado por:

$$\delta T_2 = \frac{q}{4\pi\lambda} \ln \frac{4\alpha t}{b^2 C} + 0 \sum_{v=1}^{\infty} e^{g_v \alpha t / b^2} (\pi Y(g_v))^2$$

donde g_v , son las raíces de $J(g_v) = 0$ y $Y(g_v)$ son funciones de Bessel. La corrección se incrementa conforme transcurre el tiempo, pero por medio de una adecuada selección del radio de las fronteras exteriores y el tiempo de medición, las correcciones se pueden hacer pequeñas, para instrumentos que operan gases y líquidos y generalmente es menor que 0.1 % del ΔT_{id} .

4. CONCLUSIÓN

Se encontró que solo dos de las desviaciones estudiadas permiten obtener algún criterio de diseño. Su conocimiento permite además de diseñar un equipo con ciertas características, encontrar condiciones de operación que permiten mantener las desviaciones mínimas, además permite evaluar otros instrumentos al aplicar dichos criterios.

REFERENCIAS

[1]. H. S. Carslaw y J. C. Jaeger, "Conduction of heat in solids", 2nd. Ed., Oxford University Press, 1959.
 [2]. J.J. Healy, J.J. de Groot y J. Kestin, "The Theory of the Transient Hot-Wire Method for Measuring Thermal Conductivity", Physica, Series C. V. 82, p. 393, (1976).
 [3]. Francisco Morales Cuevas, "Diseño de un aparato para medir la conductividad térmica de fluidos", Tesis de maestría. Abril de 1998.

MEJORA DE DISEÑO DE CRISOL Y CAVIDAD DE CUERPO NEGRO DE TEFLÓN

Kate Stephanie López Reyes^{1,2}, Daniel Cárdenas García² y Hugo Rodríguez Arteaga²

¹Instituto Tecnológico de Oaxaca

Avenida Ing. Víctor Bravo Ahuja No. 125 Esquina Calzada Tecnológico, C.P. 68030.

(442) 2110500, ext. 3468; kate-1292@hotmail.com

²Centro Nacional de Metrología

Resumen: En el Centro Nacional de Metrología se diseñó y construyó una celda con cavidad de cuerpo negro para el punto fijo de fusión del galio. El crisol de la celda se hizo con Teflón. El objetivo de este trabajo es mejorar el diseño de su cavidad de cuerpo negro en lo que se refiere al aumento de su emisividad efectiva. Con esto se busca tener el diseño de un crisol para celdas secundarias de puntos fijos con cavidad de cuerpo negro para calibrar termómetros de radiación a la temperatura del punto de fusión del galio y para otros metales y eutécticos con transiciones de fase de mayor temperatura que la del galio.

1. INTRODUCCIÓN

La estabilidad de un instrumento de medición depende en gran parte de su aplicación y del medio en el que funciona, sin embargo es fundamental que esté calibrado a intervalos apropiados para asegurar mediciones confiables, sobre todo cuando se requieren mediciones con mayor exactitud. Los termómetros de radiación generalmente se calibran por comparación, haciendo uso de radiadores de cuerpo negro de temperatura variable. Opcionalmente, para mejorar la exactitud de la calibración, ésta se realiza con cuerpos negros de puntos fijos [1].

Las celdas de puntos fijos son crisoles que contienen metales de elevada pureza en las que la temperatura permanece constante durante el tiempo que dura la transición de fase, de sólido a líquido, del metal que contienen (o viceversa). Para ello, hay que colocar a la celda en un horno que la lleve a una temperatura cercana a la de la transición, mayor si se va a producir la fusión, o menor (si previamente se le ha fundido) para producir la solidificación. Durante esa transición se llevan a cabo las mediciones con el termómetro que se calibra, para establecer una relación entre los valores indicados por él y la temperatura del punto fijo correspondiente. Se usan también puntos eutécticos de mezclas de metales, para producir temperaturas de referencia a las cuales se calibran los termómetros. Para que la celda opere como un cuerpo negro, al crisol se le hace una cavidad para medir su radiancia a través de una abertura.

Actualmente se trabaja en la mejora de la emisividad de la cavidad estudiando las propiedades del material

(Teflón), así como las características propias de un cuerpo negro para definir la nueva cavidad.

2. CARACTERÍSTICAS DEL MATERIAL Y DEL CRISOL

Entre las características del crisol y su cavidad son se encuentran las siguientes:

- Dimensiones dadas por la probeta en la que se introduce el crisol para su manejo.
 - Forma geométrica de la cavidad: cilindro-cónica.
- Entre las características del material orientadas a los propósitos que se persiguen, se tienen a las siguientes, separadas en ventajas y desventajas,

Ventajas:

- Inerte a reacciones químicas con el galio y eutécticos del galio.
- Flexible y resistente a la expansión térmica del galio durante la solidificación.
- Estructuralmente estable entre -240 °C y 260 °C.

Desventajas:

- Superficies lisas dentro de la cavidad que reducen la emisividad efectiva.
- Baja conductividad térmica que hace que el equilibrio térmico se alcance más lentamente.

2.1 Puntos importantes para la mejora del diseño

Con base en las características mencionadas, se propusieron las siguientes mejoras para la cavidad:

- Se amplió el diámetro interno de la cavidad de 20 mm a 27 mm, pero manteniendo a 20 mm el diámetro de la abertura a lo largo 10 mm. Véase figura 1.

- La profundidad total se cambió de 123.7 mm a 147 mm.
- Adelgazamiento de las paredes de la cavidad de 2 mm a 1.5 mm para incrementar el volumen del metal contenido y mejorar la transferencia de calor.
- Ataque mecánico que hizo surcos a la superficie de un disco de Teflón. Éste se midió posteriormente para conocer el valor de su emisividad espectral.

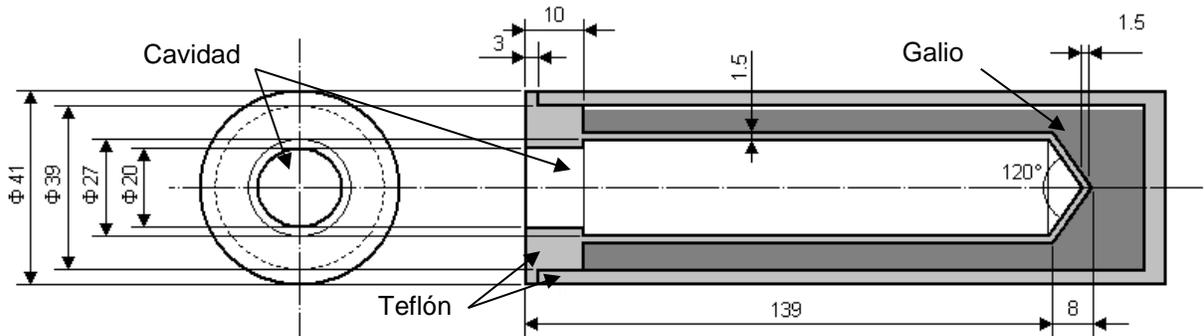


Fig. 1. Dimensiones del nuevo diseño de cuerpo negro.

3. RESULTADOS

En la figura 2 se observan los resultados de las emisividades efectivas calculadas con el software STEEP 3.22 para el crisol original y el modificado, donde la mejora de la emisividad efectiva es evidente. Como variables de entrada para éstos cálculos se usaron las dimensiones internas de la cavidad y los valores medidos de emisividad a muestras de Teflón liso y con ataque mecánico, realizadas en el CENAM.

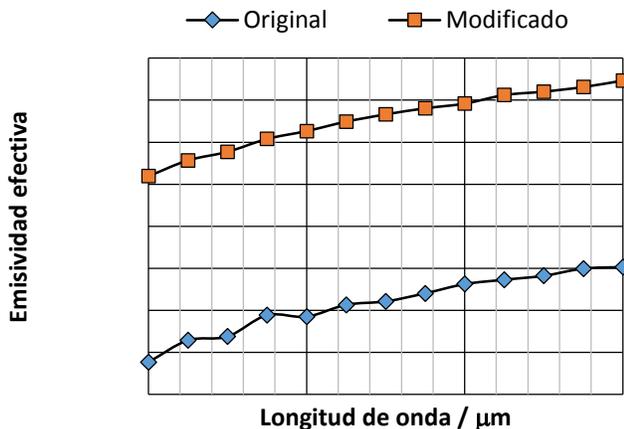


Fig. 2. Emisividad efectiva: diseño original (rombos azules) y diseño modificado (cuadros rojos).

4. DISCUSION

El ataque mecánico de las superficies internas incrementa la emisividad efectiva del cuerpo negro. Sin embargo este tipo de ataque no es posible en toda la superficie interna de la cavidad, por lo que se probará atacar con medios químicos, con ácido fluorhídrico y con una mezcla de ácido fluorhídrico y ácido nítrico de acuerdo con [2]. También se están probarán otros materiales como aluminio y titanio, que se pueden atacar químicamente con mayor facilidad y a los que se les aplicaría un recubrimiento de Teflón.

5. CONCLUSIONES

Los resultados arrojados por el software STEEP 3.22 indican que se puede mejorar la emisividad de la cavidad de los crisoles que se usan como cuerpos negros de puntos fijos, mediante la modificación de la geometría interna de la cavidad y con el ataque de las superficies internas, ya sea mecánico o químico.

REFERENCIAS

[1] Buró Internacional de pesas y medidas; Techniques for approximating the International Scale of 1999; Sèvres, Francia, 1997; pp 104-107.
 [2] ASTM, F-86-01, pp 1-3.

DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN BAÑO TERMOSTÁTICO

Oscar J. González R., Leonel Lira C., Saúl García D.
 Centro Nacional de Metrología
 km 4,5 Carretera a Los Cués, Municipio El Marqués, Querétaro
 Tel. 442-2110500, ext. 3394, ogonzale@cenam.mx

Resumen: Una de las condiciones necesarias para poder determinar el poder calorífico del gas natural, es que el calorímetro trabaje en condiciones de temperatura constante con variaciones no mayor a 10 mK. Para tal efecto en el laboratorio de Propiedades Termofísicas del Centro Nacional de Metrología (CENAM), se diseñó y construyó un baño termostático que opera en intervalo de 298 K to 350 K. El cual forma parte del sistema de medición para la determinación del poder calorífico del gas natural.

1. INTRODUCCIÓN

Actualmente el laboratorio de propiedades Termofísicas del CENAM, se está desarrollando un calorímetro que opera con el principio isoperibólico.

El principio de operación de este calorímetro, establece condiciones especiales que debe cumplir el calorímetro, como el mantenerlo a una temperatura con variaciones no mayores 10mK.

Comercialmente no existen baños termostáticos que cumplan con el requerimiento de estabilidad, dimensiones adecuadas etc.

Se tuvo la necesidad de diseñar y construir un baño termostático que cumpla con especificaciones especiales de dimensiones, control de temperatura y aislamiento térmico

En el presente trabajo se presenta los detalles del diseño y construcción del baño termostático, diseñado especialmente para formar parte de sistema de medición para determinar el poder calorífico del gas natural.

Lo que permitirá otorgar servicios de medición y caracterización de la diversidad de tipos de gas natural existentes.

2. DISEÑO

Para el diseño del baño se tomó en cuenta las dimensiones del calorímetro (ver figura 1.) y las necesidades de estabilidad para seleccionar el control de temperatura y las temperaturas a utilizar las cuales limitaron el intervalo de operación.

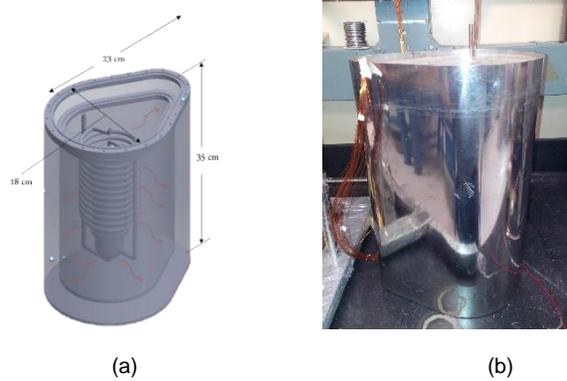


Fig. 1. Diagrama esquemático (a) y real (b) del calorímetro.

El baño consiste en dos cubos concéntricos de acrílico con un área entre dichos cubos que permite colocar poliestireno de 2.54 cm de espesor, el cual tiene la función de ser aislante térmico para evitar el intercambio de calor entre el medio ambiente y el interior del baño (ver figura 2).

El cubo interior se divide en dos secciones las cuales se designa como tanque contenedor y tanque de recirculación.

El tanque contenedor cuenta con las dimensiones adecuadas para colocar el calorímetro dentro de su contenedor especial el cual también forma parte del baño adjunto al tanque contenedor se encuentra el tanque de recirculación en que se encuentra el sistema de agitación que hace que el líquido térmico circule hacia el tanque contenedor y se uniformice la temperatura.

Entre el tanque contenedor y de recirculación, se coloca un baffle, para reducir la turbulencia del líquido en la zona de medición.

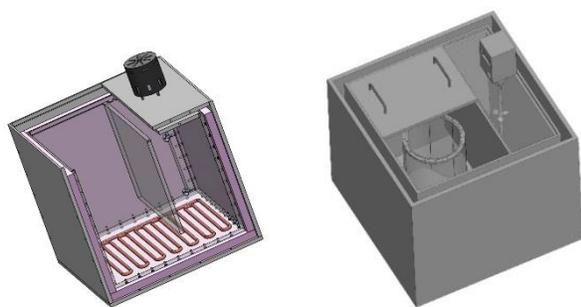


Fig. 2. Tanque interno del baño.

El baño opera en el intervalo de 298 K to 350 K, para elevar la temperatura del baño se cuenta con una resistencia eléctrica controlada por un control de temperatura electrónico.

Para operar por debajo de la temperatura ambiente se colocó un enfriador y un intercambiador de calor, el cual es un serpentín de cobre por el cual circula fluido a temperatura constante por medio de un baño externo de recirculación.

Para garantizar la condiciones de operación del baño se realizaron pruebas de operación, con las cuales de estimo el valor de estabilidad del mismo en la figura 3 se puede observar el estado actual de baño.



Agitador Sensor de temperatura calefactor enfriador

Fig. 3. Baño termostático.

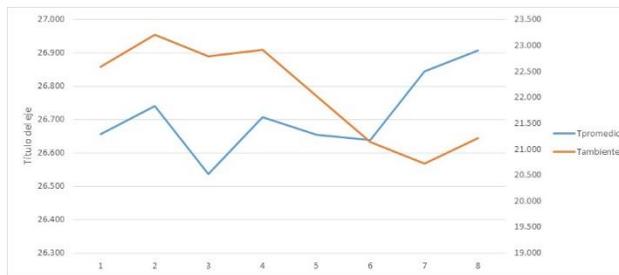
3. RESULTADOS

Se operó el baño a tres diferentes temperaturas 27 °C, el tiempo de muestreo promedio es de 1 medición cada minuto durante 7 horas seguidas.

Los resultados de las mediciones se indican las siguientes tablas y graficos.

corrida	T _{promedio} °C	T _{ambiente} °C
1	26.657	22.589
2	26.740	23.202
3	26.537	22.787
4	26.707	22.913
5	26.655	22.021
6	26.639	21.140
7	26.846	20.727
8	26.908	21.216

Tabla 1. Temperatura promedio de cada corrida.



Grafica 1. Temperatura promedio.



Grafica 2. Estabilidad del baño.

4. DISCUSIÓN

Se van a realizar mediciones con un control de temperatura de mejor resolución. Se realizara un mejor diseño de la parte del enfriador y el intercambiador. Con los nuevos cambios se tendrán las condiciones especiales que debe cumplir el calorímetro para su óptima operación.

5. CONCLUSIONES

Los resultados de las mediciones de temperatura en el líquido del baño, indican un control mejor que 10 mK en el intervalo de operación, lo cual hace a este baño, tener evidentes ventajas por su bajo costo y adecuado al calorímetro.

REFERENCIAS

[1] L. Lira Cortés, R. Tinoco Quintero. O. González Rodríguez, S. García Duarte. "Caracterización de un baño termostático", Simposio de Metrología 2014, Querétaro; Qro.

MEDICIÓN DE ORO A NIVEL TRAZA EN UNA MATRIZ DE SUELO

Edith Valle Moya, Faviola A. Solís González, María del Rocío Arvizu Torres,
Centro Nacional de Metrología, Metrología de Materiales Metálicos.
km 4,5 carretera a los Cués, Mpio. El Marqués Querétaro
Teléfono: (42) 11-05-00 Ext. 3910, evalle@cenam.mx

Resumen: Dos métodos de medición para oro (Au) en suelo han sido desarrollados para la certificación de material de referencia de suelo, empleando el método de calibración de material de referencia interno con adición de material de referencia certificado con la técnica de espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-MS), se describe la evaluación de las fuentes de incertidumbre involucradas en la medición, identificando las fuentes más significativas y su control durante la medición, con la finalidad de alcanzar la más alta calidad metrológica.

1. INTRODUCCIÓN

La minería es una de las actividades más importantes para México, es importante establecer métodos de medición analíticos validados para la medición de oro (Au), con la finalidad de evaluar la factibilidad de su extracción con procesos industriales modernos que eviten la contaminación del ambiente [1]. En este trabajo se presenta el desarrollo de dos métodos de digestión empleados para la muestra de suelo, la medición de Au se realizó empleando el método de calibración de Material de Referencia Certificado (MRC) interno con adición de MRC, empleando las técnicas de espectrometría de masas de sector magnético y triple cuadrupolo con celda de reacción con plasma acoplado inductivamente; la estimación de incertidumbre, con la finalidad de certificar materiales de referencia de matriz de suelo.

2. MARCO TEÓRICO

2.1 Método de calibración de MRC interno con adición de MRC

Este método de calibración se aplica para todas aquellas mediciones donde existe efecto e interferencias de matriz, puede ser aplicado en técnicas analíticas de detección simultánea como espectrometría de masas de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente (ICP-OES) e ICP-MS. [2].

2.2. Desarrollo experimental

Para el desarrollo de los métodos de medición de Au, incluye un método de preparación, en donde se adiciona primero el MRC interno y seguido de una digestión ácida en sistema cerrado de reacción acelerada asistida por microondas, posteriormente una evaporación de ácidos y finalmente se adiciona

el material de referencia certificado, llamado spike ó adición de estándar. Una vez preparada la muestra, se midió el Au empleando espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente. La preparación de las muestras se realizó dentro de un sistema de cuarto limpio híbrido con filtros HEPA clase ISO 5/7 [3].

2.3. Evaluación de interferencias

Se hizo una medición preliminar de la muestra, con la finalidad de evaluar el contenido aproximado Au a medir, seleccionar el MRC interno a emplear y evaluar las posibles interferencias que podrían afectar la medición de Ir y Au.

2.4. Preparación gravimétrica de mezclas

Se realizó la preparación gravimétrica de las mezclas con las muestras de suelo y la disolución del MRC interno, las cuales se sometieron a dos procesos independientes de digestión en sistema de reacción acelerada en horno de microondas, donde uno de los métodos incluyó (10 mL HNO₃, 4 mL de HF, 4 mL de HCl y 2 mL de H₂O₂) y el segundo (4 mL HNO₃, 2 mL de HF, 10 mL de HCl, 4 mL de H₂O₂ y 1 mL H₃BO₃).

2.5. Cuantificación de la fracción de masa de Au y estimación de incertidumbre

Los valores de la medición de la fracción de masa de oro $w_{(Au, x)}$ en $\mu\text{g/g}$, obtenidos para cada una de las muestras, blancos y material de control (SRM-2710) se obtuvieron empleando los métodos de calibración de MRC interno con adición de MRC [2], las técnicas de espectrometría de masas de sector magnético y triple cuadrupolo con celda de reacción (gas hidrógeno) con plasma acoplado inductivamente. La estimación de incertidumbre se realizó con base al uso de métodos numéricos de diferenciación, de

acuerdo a lo que establece la Guía de Estimación de Incertidumbre de EURACHEM[4] y la GUM[5]

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Como resultado de la evaluación de las interferencias; para el ICP-SFMS (marca Thermo, modelo Element 2) la principal interferencia es $^{181}\text{Ta}^{16}\text{O}$, por lo se corrigió dicha interferencia en; para el caso del ICP-QQMS (marca Agilent technologies, modelo 8800) se utilizó la celda de reacción en modo H_2 que fue donde se lograron minimizar la presencia de interferencias. En los métodos de digestión se logró la digestión completa de las diferentes muestras de suelo. En la figura 1 se presentan los valores de la fracción de masa de oro $w_{(\text{Au})}$ en $\mu\text{g/g}$ obtenidos para las muestra de *suelo*, se observa variabilidad entre los resultados de la fracción de masa de Au de cada una de las muestras; se puede observar que los valores obtenidos por las dos técnicas de medición presentan resultados consistentes.

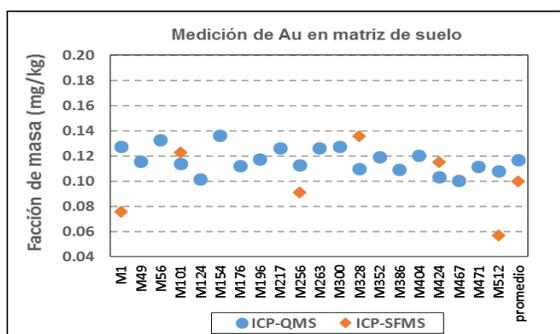


Fig. 1. Resultados de $w_{(\text{Au})}$ por muestra

3.1 Contribución de las magnitudes en la estimación de incertidumbre.

De la estimación de incertidumbre se observó que la magnitud más significativa fue el método de preparación de muestra, la cual representa la reproducibilidad del método de preparación entre las muestras para la medición de Au a nivel ultratraza ($\mu\text{g/g}$). La incertidumbre expandida relativa obtenida para la técnica ICP-QQMS es de 29 % y para ICP-SFMS es 36 %, que es satisfactoria para mediciones a este nivel de fracción de masa de Au ($\mu\text{g/g}$), para una matriz natural compleja.

3.2 Medición de Au en el MRC de control

Los resultados obtenidos para el material de referencia empleado como control, SRM-2710, se

presentan en la figura 2. La validación del método se confirma a través de demostrar capacidad de medición por medio de la medición de oro en el material de referencia SRM-2710 que es una matriz de suelo y al utilizar dos métodos de medición independientes que no presentan diferencia significativa.

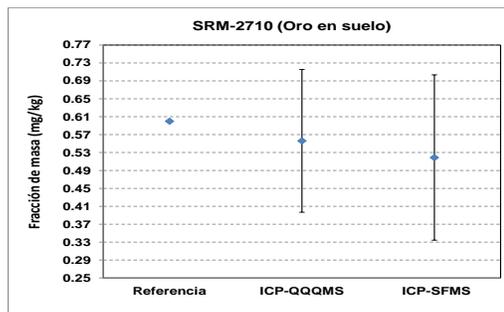


Fig. 2. Resultados de $w_{(\text{Au})}$ en el SRM-2710.

4. CONCLUSIONES

Los métodos de digestión empleado para la preparación de la muestras de suelo, son consistentes, como se pudo confirmar con los resultados de medición obtenidos en el material de referencia empleado como control, el cual es comparable con respecto a los valores obtenidos por las dos técnicas de medición, donde se obtuvieron valores consistentes, la incertidumbre expandida relativa para Au de 30 % es adecuada, al nivel de un método implementado para mediciones de Au a nivel de $\mu\text{g/kg}$ en una matriz natural compleja.

REFERENCIAS

- [1] Promexico. (n.d.). Minería. Retrieved from http://www.promexico.gob.mx/es_us/promexico/Mining
- [2] Valle M. E., Arvizu T. M.R., Lara M. J. V., Medición de arsénico en tejido marino empleando el método de calibración con material de referencia certificado interno y adición de material de referencia certificado, octubre de 2014.
- [3] ISO 14644-1. Part 1: 1999 Classification of air cleanliness.
- [4] EURACHEM-CITAC, Guide: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 2nd. Edition (2000), ISBN 0 948926 15-5
- [5] ISO-GUM, Guide to the Expression of Uncertainty in Measurements, ISBN 92-67-10188-9, 1st Ed., International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland, (1995).

SEPARACIÓN DE HIERRO POR INTERCAMBIO ANIÓNICO EN SUELO

María del Rocío Arvizu Torres, Diana Magdalena Cruz Gómez, Edith Valle-Moya
Centro Nacional de Metrología (CENAM), km. 4.5 Carr. Los Cués, 76241, El Marqués, Querétaro.
01 442 211 0500 Ext 3902, marvizu@cenam.mx

Resumen: El método de dilución isotópica con espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente (DI-ICP-MS), provee alta exactitud y bajos límites de detección en la medición de hierro. Su aplicación requirió la selección de isótopos libres de interferencias isobáricas, poliatómicas y doblemente cargadas, por lo que se desarrolló un método de separación de intercambio aniónico para el hierro en muestras de suelo, con la finalidad de reducir las interferencias de matriz, los altos sólidos disueltos para mejorar el nivel de incertidumbre.

1. INTRODUCCIÓN

El hierro (Fe) es esencial para la nutrición en seres humanos, es vital en el proceso de respiración y es un constituyente de diversas enzimas[1]; en el suelo es nutriente primario en el cultivo de plantas. Existen diversos métodos de medición de Fe, como el método de dilución isotópica con espectrometría de masas y plasma acoplado inductivamente (DI-ICP-MS), de uso en certificación de materiales de referencia[2], para su aplicación requiere de isótopos de Fe libres de interferencias[3,4]; por lo que es necesario aplicar un método de separación; diversos métodos han sido empleados [4,5]. En este trabajo se expone el desarrollo del método de separación de Fe en suelo industrial tipo arenoso de origen riolítico contaminado y cambisol éutrico de uso agrícola no contaminado, utilizando intercambio aniónico, en combinación con ICP-MS de sector magnético, en media resolución, con el Patrón Nacional de Cantidad de Sustancia de Elementos Químicos empleando el Método de Dilución isotópica (CNM-PNQ-5).

2. MÉTODO DE SEPARACIÓN DE Fe Y MEDICIÓN CON DI-ICP-MS

Las disoluciones acuosas de cloruro de hierro contienen en equilibrio, las siguientes especies: Fe^{3+} , $[\text{FeCl}_2]^+$, $[\text{FeCl}_3]$ y $[\text{FeCl}_4]^-$. Con base a la información de las constantes globales de formación, se realizó el diagrama de distribución de especies de Fe-Cl para determinar la formación de los complejos iónicos de Fe, base del desarrollo del método de separación. Para el desarrollo, se empleó una disolución sintética ($W_{3.2}$) de referencia con los elementos interferentes y 49.4 mg/kg de Fe [8]. Se diseñaron experimentos de separación de Fe por intercambio aniónico con resina base fuerte tipo 1, aniónica, con grupos funcionales aminos cuaternarios, para intercambiar los complejos aniónicos de Fe y separarlo con recobros de Fe de $\approx 90\%$, empleando bajos volúmenes de ácidos de alta pureza. Se variaron los volúmenes de HCl y agua como eluyentes, en primeras fracciones HCl 12 M y

6 M, hasta las últimas de HCl 0.5 M. En el primer experimento se planeó obtener 8 fracciones de volúmenes de 1 mL, posteriormente en los subsecuentes de 2 mL. Para cada experimento con disolución sintética, se midió cada fracción el Fe en el ICP-AES (Perkin Elmer Optima 8300 a 238.204 nm) y en ICP-SFMS (Element 2, Thermo Finnigan) en media resolución, los elementos K, Na, Mg, Al, Ca, Cr, Ni, Fe, Mn, Cu, Zn, As, Zr, Nb, Mo, Cd y Pb y en modo alta resolución los elementos K y As. Se evaluó en cada fracción la separación del Fe y su eficiencia en gráficos. El método de separación óptimo se aplicó a las muestras de suelo industrial y agrícola, pesándose 0.4 g de muestra, 2 mL de disolución de isótopo enriquecido ^{57}Fe (500 mg/kg), 10 mL de HCl, 4 mL de HNO_3 , 2 mL de HF, 2 mL de H_2O_2 y 1 mL H_3BO_3 (4 %); las muestras se trataron en un sistema de digestión de reacción acelerada asistida por microondas (MW) CEM modelo MARS 6, con vasos de alta presión (XP-1500 plus). Las muestras fueron evaporadas y aforadas en disolución de HCl 6 M para asegurar la formación del complejo $[\text{FeCl}_4]^-$. Se obtuvieron primero 2 fracciones de 2 mL, 1 fracción de 4 mL y finalmente 2 fracciones de 2 mL. Se evaluaron en las fracciones los pares isotópicos libres de interferencias, considerando los isótopos ^{54}Fe , ^{56}Fe , ^{57}Fe y como referencia el ^{57}Fe , comparándose con los valores emitidos por IUPAC [6]. La medición de Fe se realizó con el método de doble dilución isotópica con igualación de la relación isotópica, empleando las relaciones isotópicas $^{57}\text{Fe}/^{56}\text{Fe}$, $^{57}\text{Fe}/^{54}\text{Fe}$ [2,6]. La validación de los resultados del método de separación de Fe con DI-ICP-SFMS, se participó en una comparación internacional en marco del Grupo de Trabajo de Análisis Inorgánico del Comité Consultivo de Cantidad de Sustancia: Metrología en Química y Biología (IAWG-CCQM), de la Oficina Internacional de Pesas y Medidas (BIPM).

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En Fe se separó en la penúltima fracción con un recobro satisfactorio de (94 a 97) % y los elementos

alcalinos y alcalinotérreos en las primeras fracciones, minimizando las interferencias de matriz para el Fe [3]. En la figura 1a, para la Prueba I el Fe se midió en las fracciones en el ICP-AES, observándose en los resultados que el Fe se separa en las fracciones 5, 6, (HCl 0.5 M) 7 y 8 (H₂O), con un recobro entre todas las fracciones del (38 al 75) % y con alta variabilidad; por lo que se planteó otra prueba (II) juntando las primeras fracciones a 2 mL y las fracciones donde se eluye el Fe, se combinan en una fracción de 4 mL para obtener mejor reproducibilidad y mejor recobro del Fe de (~73) %, donde el Fe se eluye principalmente en la fracción 3 (HCl 0.5 M).

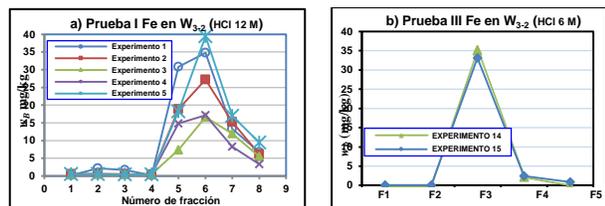


Fig. 1. a) Separación de Fe en disolución W_{3-2} , $n = 5$. b) Separación de Fe en disolución W_{3-2} , $n = 2$.

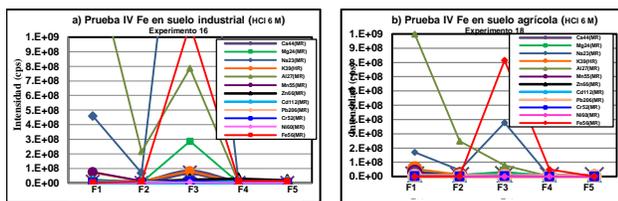


Fig. 2. a) Separación de Fe en suelo industrial (HCl 6 M) y sus interferencias. b) Separación de Fe en suelo agrícola (HCl 6 M) y sus interferencias.

En la Prueba III (figura 1 b), al reducir el contenido de HCl en el aforo de la muestra, de 12 M a 6 M, se observa que el Fe es eluido en la fracción 3 (HCl 0.5 M), con mejor precisión y no se observa diferencia significativa en el recobro (73 al 76) %, con respecto a la prueba II. En la Prueba IV, los resultados obtenidos del método de separación desarrollado en la prueba III, con 6 M de HCl en muestras de suelo natural contaminado y agrícola (ver figuras 2a y 2b), realizando la medición del Fe en ICP-MS, se observa la separación del Fe en la fracción 3 (HCl 0.5 M), con un recobro satisfactorio de 93 %. En ambas muestras, se observan contenidos no significativos de Na, Al, Mg y K. La validación del método de separación de intercambio aniónico en Fe en las muestras de suelo, se realizó con dilución isotópica (DI) e ICP-SFMS, participando en la comparación internacional en el Grupo de Trabajo de IAWG-CCQM BIPM, donde participaron institutos de metrología de diversos países: Argentina, Australia,

Bélgica, Brasil, Canadá, Estados Unidos, Francia, Hong Kong, India, Japón, Kenia, México, Perú, P.R. China, Rumania, Rusia, Eslovenia, Sudáfrica, Turquía. En las figuras 3a y 3b se muestran los resultados satisfactorios, con incertidumbres relativas de medición de $w(Fe)$ de 1.7 % para suelo no contaminado y 2.7 % para suelo contaminado.

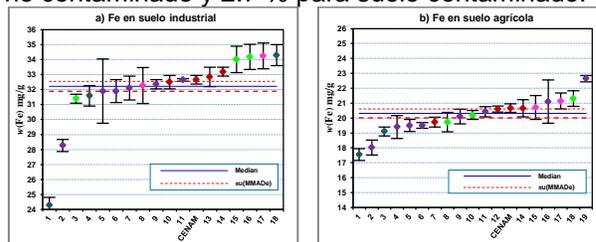


Fig. 3. a) Comparación de suelo industrial. b) Comparación de suelo agrícola.

4. CONCLUSIONES

El método de separación de intercambio aniónico para Fe en ambas muestras de suelo empleando HCl 6 M, obtuvo buen resultado con recobros de (94 y 97) % respectivamente. La $w(Fe)$ separado en las muestras de suelo fue medido con el Patrón Nacional CNM-PNQ-5, en las relaciones isotópicas (R_b) $^{57}Fe/^{56}Fe$ y $^{57}Fe/^{54}Fe$, con excelentes incertidumbres relativas de (1.7 a 2.7) %.

REFERENCIAS

- [1] J. S. Kosse, A. C. Yeung, A. I. Gil, D. D. Miller, A rapid method for iron determination in fortified foods, *Food Chemistry*, 75, 371-376, 2001.
- [2] Rienitz O., Development of analytical chemistry Primary Method for the determination of physiologically relevant inorganic components in human serum, PTB-Report. PTB-ThEx-19, Braunschweig, De. 2001.
- [3] Arvizu T. M.R., Moya V. E., Pedraza A. G., 2012, Método de separación de cadmio por intercambio aniónico para su medición por dilución isotópica con espectrometría de masas, Simposio Metrología 2014, Qro., Mex.
- [4] I. Kazan H. J. Korkisch, Anion-exchange separation of iron, cobalt and nickel, *Analytica Chimica Acta*, 32, 46-51, 1965.
- [5] Vogl, P. Klingbeil, W. Pritzkow, G. Riebe., High accuracy measurements of Fe isotopes using hexapole collision cell MC-ICP-MS and isotope dilution for certification of reference materials, *J. Anal. At. Spectrom.*, 18, 1125-1132, 2003.
- [6] M. Berglund, M.E. Wieser. Isotopic compositions of the elements 2009, *Pure Applied Chemistry*, 83, 397-410, 2011.

ACCESORIOS Y MODIFICACIÓN DE PROCEDIMIENTOS PARA EL GENERADOR DE HUMEDAD DEL INTI

Javier García Skabar, Mariano Santaya

U.T. Calor, Centro de Investigación en Física y Metrología, Instituto Nacional de Tecnología Industrial (INTI)
Avda. General Paz 5445, C.C. 157, B1650WAB San Martín, Argentina
jskabar@inti.gov.ar

Resumen: Con el objeto de reducir la incertidumbre del generador de humedad patrón del INTI se ensayó un accesorio para la cámara de muestreo, y una modificación en el procedimiento de medición de la temperatura del saturador. Buscando mejorar la uniformidad de la temperatura en la cámara, se diseñó una sub-cámara con un dispositivo para medición y registro de la distribución de temperatura. Para medir la temperatura del saturador se utilizó un termómetro con menor incertidumbre de calibración que los sensores originales del generador.

1. INTRODUCCIÓN

La humedad de la muestra de aire obtenida de un generador de humedad de dos presiones y/o dos temperaturas, se calcula a partir de los valores de temperatura y presión en el saturador y en la cámara de muestreo. La incertidumbre en el valor de humedad de la muestra de aire generada dependerá de las incertidumbres de medición de estas cuatro variables, y de la incertidumbre de las fórmulas utilizadas.

El generador de humedad patrón de INTI es un equipo comercial marca Thunder Scientific modelo 2500 LT [1]. De su análisis de incertidumbre [2] se identifica que dos de las componentes de mayor relevancia en el cálculo de humedad relativa son las incertidumbres de medición de temperatura del saturador y de la cámara de muestreo.

Para la medición de estas dos variables el equipo cuenta con dos termistores de 10 kohm que pueden calibrarse con incertidumbres del orden de las 0,02 °C en un intervalo de -10 °C a 70 °C. La incertidumbre final en la medición de la temperatura en cada caso resulta típicamente 0,05 °C para la temperatura del saturador y 0,1 °C para la temperatura de la cámara.

En un intento de reducir la incertidumbre de estas componentes, se ha ensayado un sistema de medición alternativo al del equipo para la temperatura del saturador, y se ha diseñado una sub-cámara para reducir el volumen de trabajo. Se desarrolló un sistema que permite medir la in-homogeneidad de temperatura de la sub-cámara mientras se realiza una calibración.

2. DESCRIPCIÓN EXPERIMENTAL

El principio de funcionamiento del generador de dos presiones consiste en saturar aire a alta presión y descomprimirlo hasta presión atmosférica, manteniendo la fracción molar de vapor de agua

constante. En base a este principio de funcionamiento, la humedad relativa (hr) y la temperatura de punto de rocío (t_{dew}) del aire en la cámara de muestreo se calculan utilizando las fórmulas de la referencia [1, 2]. La medición de la temperatura del saturador interviene en el cálculo ambas magnitudes, mientras que la medición de la temperatura de la cámara lo hace solamente en la determinación de la humedad relativa.

2.1. Sub-cámara

La in-homogeneidad es la componente de mayor peso en la incertidumbre de temperatura de la cámara. Para mejorar la homogeneidad se plantea reducir el volumen de trabajo utilizando una sub-cámara, como se muestra en la Fig. 1.

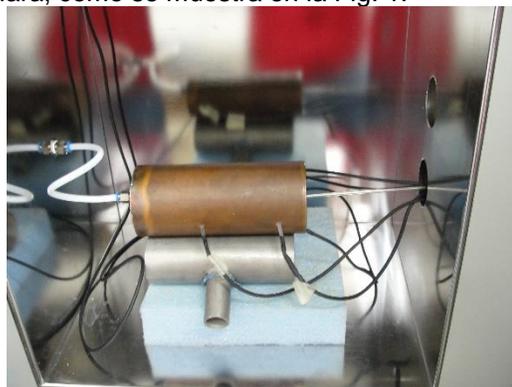


Fig. 1. Sub-cámara de cobre con termistores distribuidos para la medición de gradientes.

La sub-cámara consiste en un tubo de cobre con un difusor conectado a la boca de ingreso de aire a la cámara. En las paredes del tubo se practicaron orificios para alojar 4 de los 5 termistores que miden la distribución de temperatura. El termistor restante se introduce dentro del tubo junto con el sensor de temperatura de la cámara y el sensor del instrumento a calibrar. Los termistores se miden utilizando un

Micro-ohm Meter HP 34420 y un selector de canales fabricado en nuestro laboratorio, comandados por una PC con un programa escrito en LabView que también realiza el registro de las mediciones y el cálculo del gradiente de temperatura. Ver Fig. 2.

2.2. Medición de la temperatura del saturador

En este equipo la temperatura del saturador se mide indirectamente. El sensor del equipo mide la temperatura del baño termostático en que se encuentra sumergido el saturador, asumiendo que están a la misma temperatura. Es posible medir la temperatura de este baño accediendo por la boca de llenado del mismo con un termómetro adicional. La profundidad es suficiente para introducir un termómetro patrón de resistencia de platino (SPRT) de 450 mm de longitud. La medición de temperatura del saturador se realizó utilizando una SPRT marca Rosemount modelo 162CE, calibrada en el laboratorio de puntos fijos, y un equipo Fluke Chub-E4. El sistema tiene una incertidumbre de calibración de 0,01 °C. Ver Fig. 2.



Fig. 2. Generador con SPRT adicional y Sub-cámara de cobre.

3. RESULTADOS

Se midió de la distribución de temperatura de la cámara del generador y de la sub-cámara, utilizando el mismo sistema e instrumental. En la Tabla 1 se muestran las máximas diferencias medidas.

Temperatura nominal /°C	Máxima diferencia /°C (generador)	Máxima diferencia /°C (sub-cámara)
15	0,69	0,10
25	0,52	0,03
35	0,80	
40		0,24

Tabla 1. Mediciones de in-homogeneidad realizadas con los termistores distribuidos en la cámara del generador, y en la sub-cámara de cobre.

En la Tabla 2 se muestran resultados de mediciones de la temperatura del saturador realizadas con el sistema de medición del equipo Thunder 2500 y con la SPRT adicional introducida en el mismo baño. Las diferencias entre los valores medidos pueden deberse a falta de tiempo de estabilización o a la falta de uniformidad del baño, dado que los termómetros se encuentran en distintas posiciones dentro del baño.

sensor thunder 2500		SPRT	
t_s / °C	Inc. k=2 / °C	t_s / °C	Inc. k=2 / °C
19,93	0,02	19,83	0,01
39,92	0,02	39,14	0,01
64,85	0,02	64,86	0,01

Tabla 2. Mediciones de temperatura del saturador (t_s) con el sensor del equipo y con la SPRT.

4. DISCUSIÓN

La sub-cámara mejoró notablemente la uniformidad y tiempos de estabilización. Esto se traduce en una reducción de la incertidumbre del valor de *hr* en aproximadamente 0,1%/hr y 0,5%/hr según el caso. Utilizando la SPRT se logró reducir la incertidumbre de temperatura del saturador. El impacto en la incertidumbre de la temperatura de punto de rocío no es significativo por sí solo, es necesario reducir además otras componentes

5. CONCLUSIONES

Con un accesorio simple y económico, y utilizando instrumental existente en el laboratorio fue posible obtener una reducción en las incertidumbres de medición de temperatura del generador que impacta significativamente en la incertidumbre de la *hr*.

AGRADECIMIENTOS

A los compañeros de la UT Calor, Patricia, Rocío, Mariano y Leandro por las sugerencias y la calibración de los termómetros. A Eduardo del taller de mecánica por el armado de la sub-cámara de cobre.

REFERENCIAS

[1] Operation and Maintenance Manual of Series 2500 Bench Top Two-Pressure Humidity Generator (© 1991–2001 Thunder Scientific Corporation).
 [2] J. Garcia Skabar, "Uncertainty Estimations for Standard Humidity Generator of INTI", Int. J Thermophys DOI 10.1007/s10765-015-1905-4.

FACTORES QUE INFLUYEN EN LA ESTIMACIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA PROMEDIO POR DISPERSIÓN DE LUZ DINÁMICA PARA NANOPARTÍCULAS

Karla M. Berthely Cardoso, Norma González Rojano
Dirección General de Metrología de Materiales, ProMetNano, Centro Nacional de Metrología
km 4.5 Carretera a los Cués, El Marqués, Querétaro
442 2110500, Kberthe@cenam.mx, ngonzale@cenam.mx

Resumen: La técnica de dispersión de luz dinámica (DLS) es una de las técnicas más utilizadas por la industria para la determinación del tamaño de nanopartículas promedio en medio líquido. Sin embargo, se ha observado que la medición confiable de partículas en la nanoescala por esta técnica se ve influenciada por varios factores, aun partiendo de materiales de referencia, siendo uno de estos factores el proceso de preparación de la muestra, entre otros. En este trabajo se presentan algunos de los factores evaluados en la medición del diámetro promedio de nanopartículas inorgánicas y orgánicas.

1. INTRODUCCIÓN

La dispersión de luz dinámica (DLS, por sus siglas en inglés) es una técnica empleada para la determinación del tamaño de partícula promedio en suspensión, o macromoléculas en solución tales como proteínas o polímeros. No obstante, en la medición del diámetro de partícula promedio (diámetro hidrodinámico) hay varios parámetros que pueden influir en la medición de acuerdo a la ecuación de Stokes-Einstein [1]. Aunque el tamaño de partícula es el determinante primario del coeficiente de difusión medido, otros parámetros pueden intervenir en estas mediciones e influir en el tamaño medido como la temperatura, la concentración, viscosidad y el índice de refracción del medio de dispersión. Por lo tanto, es importante evaluar los factores que influyen para realizar mediciones de manera precisa del tamaño de partículas en la nanoescala. En este trabajo se utilizaron materiales de referencia con un valor del tamaño promedio de partícula conocido para identificar algunos de los factores que pueden influir en la medición de nanopartículas.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

Para la evaluación de los factores que influyen en la medición del tamaño de partícula promedio en materiales en la nanoescala, se utilizaron materiales de referencia de nanopartículas.

2.1. Materiales y equipo

Los equipos utilizados fueron un analizador de tamaño de partícula Malvern Zetasizer Nano-S utilizando los siguientes parámetros de medición: longitud de onda láser de 632.8 nm (láser He-Ne),

ángulo de dispersión 173°, número de mediciones 3 (13 repeticiones), la viscosidad e índice de refracción del medio de dispersión (agua) son 0.8872 mPa.s y 1.330, respectivamente a 25 °C.

El medio de dispersión utilizado fue agua obtenida del sistema ELGA. Los materiales de referencia utilizados fueron el RM 8012 Gold nanoparticles con un valor de referencia del diámetro de partícula de 28.6 nm \pm 0.9 nm [2] y el SRM 1963a Polystyrene spheres con un valor de referencia del diámetro modal de 101.8 nm \pm 1.1 nm [3].

2.2. Preparación de las muestras y procedimiento de medición

El proceso general utilizado para la preparación de las muestras consistió en enjuagar las cubetas con agua de medición filtrada y se dejaron secar previo a su uso. El medio de dilución, agua, se filtró previo a la preparación de la muestra. La concentración inicial de la muestra fue la concentración original del material de referencia utilizado. Las muestras se filtraron al momento de transferirlas a la cubeta tomando una cantidad mínima necesaria para completar el nivel del líquido requerido para la medición y evitando la formación de burbujas. En todos los casos, la filtración se realizó usando una membrana de PVDF de tamaño de poro de 0.22 μ m.

3. RESULTADOS

3.1 Influencia de la temperatura de medición

Las nanopartículas de oro (NP-Au) se midieron tomando una alícuota de 1.2 mL de este material de referencia que se transfirió directamente a la cubeta de medición sin dilución previa y siguiendo las instrucciones de uso dadas en el reporte de

investigación de este material. La medición de la muestra se realizó 3 veces en diferentes días a 20 °C y 25 °C de temperatura, los resultados se muestran en la tabla 1.

Tabla 1. Resultados de la medición de NP-Au a diferentes temperaturas.

Material de referencia	Temperatura de medición, °C	Tamaño de partícula promedio (diámetro), nm
RM 8012	20	27.6 ± 0.1
RM 8012	25	28.1 ± 0.1

± desviación estándar de 6 mediciones

3.2 Influencia del tipo de material y la concentración

La medición de esferas de poliestireno de tamaño nanométrico (NP-PS) se realizó transfiriendo aproximadamente 1.2 mL del material directamente a la cubeta de medición sin dilución previa y siguiendo las instrucciones de uso dadas en el certificado de este material. Adicionalmente, se midió una serie de diluciones de concentración de masa 52.8 mg/L, 26.4 mg/L y 52.8 µg/L del material de referencia utilizando agua de medición filtrada. En la figura 1 muestra los resultados obtenidos.

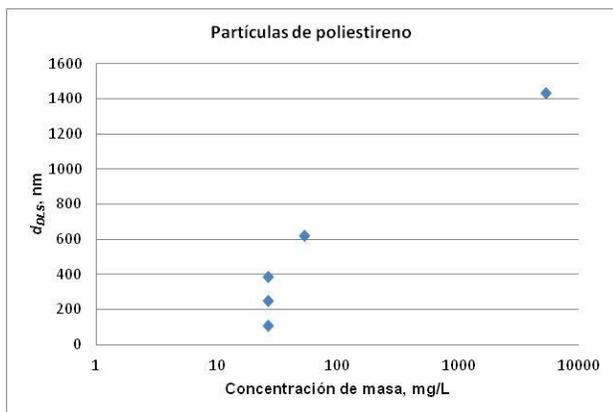


Fig. 1. Efecto de la concentración en el tamaño de partícula.

La medición a la concentración de masa de 52.8 µg/L no proporcionó un valor de diámetro promedio de partícula congruente, es probable que se deba a la concentración es tan baja que pudo haber afectado la relación señal-ruido y la medición estuvo sujeta a la partículas presentes en el medio de dispersión.

4. DISCUSIÓN

En la medición del diámetro promedio de partículas por DLS, la viscosidad y el índice de refracción del medio de dispersión dependen de la temperatura. De aquí que, en la medición de la suspensión de NP-Au a diferente temperatura, se observó que el valor del diámetro promedio obtenido a 20 °C está por debajo del intervalo de incertidumbre del valor de referencia. Mientras que a 25 °C, el diámetro promedio medido está dentro del intervalo de incertidumbre de valor de referencia de este material.

En nanopartículas de tipo orgánico como las de poliestireno, se observó la aglomeración de las nanopartículas en la suspensión del material de referencia, efecto que no se observó en las NP-Au que son de tipo inorgánico. Conforme la suspensión se fue diluyendo, el diámetro promedio disminuyó (Fig. 1) y se acercó más al valor de referencia del material cuando se filtró la suspensión. Es probable que este efecto pueda deberse a interacciones atractivas interpartícula.

5. CONCLUSIONES

En la medición del tamaño promedio de nanopartículas en medio líquido por DLS es importante evaluar los factores que influyen para obtener resultados confiables. La temperatura de medición es uno de estos factores, al igual que las características físicas y químicas del nanomaterial a medir.

AGRADECIMIENTOS

Para la realización de este trabajo se agradece al SIDEPRO del CENAM por la beca otorgada.

REFERENCIAS

- [1] A. Cuadros-Moreno, R. Casañas Pimentel, E. San Martín-Martínez, J. Yáñez Fernández; "Dispersión de luz dinámica en la determinación de tamaño de nanopartículas poliméricas"; 2014.
- [2] National Institute of Standard and Technology, "Report of Investigation. Reference Material 8012 Gold nanoparticles, nominal 30 nm diameter", Estados Unidos de América, 2012.
- [3] National Institute of Standard and Technology, "Certificate of Analysis. Standard Reference Material 1963a Nominal 100 nm diameter polystyrene spheres", Estados Unidos de América, 2014.

ESTUDIO DE VIABILIDAD DEL INCREMENTO DEL INTERVALO DE MEDICIÓN EN EL SISTEMA DE TRANSFERENCIA DE PAR TORSIONAL DE 20 kN·m

Torres Guzmán J. C., Segovia Arriola O., Gómez Chávez C. V.
 Centro Nacional de Metrología
 km 4.5 Carretera a Los Cués, Municipio El Marqués, Qro. C.P. 76246 México
 osegovia@cenam.mx, jtorres@cenam.mx

Resumen: Se describe un estudio de viabilidad para incrementar el intervalo de medición del patrón de transferencia de par torsional de 20 kN·m. Consistente en experimentación mediante extensometría y simulaciones realizadas en elemento finito (MEF) de la estructura principal del sistema de transferencia. Los resultados obtenidos, permitieron validar los modelos numéricos, de modo que con los cambios pertinentes la modelación (cambio en el tamaño de elemento y estudios de convergencia por malla), se puede predecir el comportamiento de la estructura a valores de par torsional superiores a los 20 kN·m.

1. INTRODUCCIÓN

La evolución industrial nacional demanda la generación de par torsional en intervalos de medición cada vez más grandes (de hasta 33 kN·m). El laboratorio de par torsional del CENAM ofrece servicios de medición y calibración hasta 20 kN·m, por lo que se estudia la viabilidad de elevar la capacidad de medición del sistema de transferencia de 20 kN·m. Para conocer el máximo intervalo alcanzable se realizó un estudio de la estructura cilíndrica exterior del sistema de transferencia hasta 20 kN·m por medio del método del elemento finito así como experimental con galgas extensométricas.

2. MODELO EN ELEMENTO FINITO

Se realizó un modelo en elemento finito, usando elementos isoperimétricos de 16 nodos para considerar triaxialidad de esfuerzos. De los resultados obtenidos en la simulación de la estructura cilíndrica del sistema de transferencia se observa (Figura 1) que existen tres zonas con mayor concentración de esfuerzos (usando el criterio de Von Mises), que fueron las seleccionadas para la instalación de galgas extensométricas (GE).

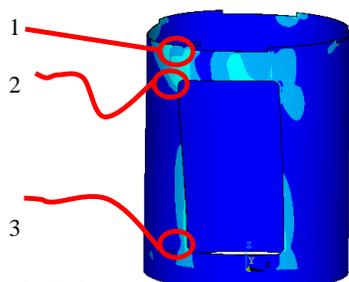


Fig. 1. Esfuerzos de von Mises aplicando par torsional de 20 kN·m.

Las figuras 2 y 3 muestran un ejemplo de 2 de los puntos críticos localizados por el MEF.

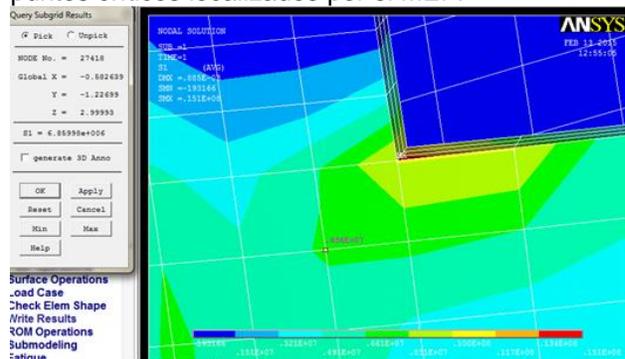


Fig. 2. Resultados de concentración de esfuerzos en la pestaña del cilindro (punto 1, figura 1).

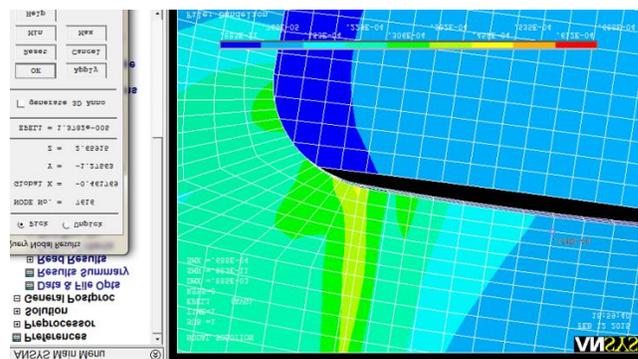


Fig. 3. Resultados de deformación unitaria en la esquina del acceso del cilindro (punto 3, figura 1).

3. EXPERIMENTACIÓN CON GE

Se seleccionaron rosetas a 45°, de aplicación general y sus mediciones (deformaciones principales en un estado de deformación plano ϵ_1 y ϵ_2) son

independientes a la dirección en que se peguen [1]. En la tabla 1 se describen las principales características de las GE seleccionadas.

Tabla 1. Designación y características de las rosetas.

Tipo CEA-13-125UR-120		
	Factor de galga	Sensibilidad transversal
Sección 1	2.110 ± 0.5 %	1.0 ± 0.2%
Sección 2	2.125 ± 0.5 %	0.9 ± 0.2 %
Sección 3	2.110 ± 0.5 %	1.0 ± 0.2 %

3.1. Pegado

Se siguió el procedimiento de pegado tradicional [2], que consiste en preparación de la superficie (lijado, desengrasado y neutralizado), aplicación del pegamento y el pegado. La figura 4 muestra una roseta pegada en la parte superior de la estructura, cercana a una pestaña del cilindro.



Fig. 4. Roseta extensométrica ubicada en las cercanías de una de las pestañas de la estructura.

4. RESULTADOS

La primer deformación principal ϵ_1 se obtiene a partir de la ecuación 1 [3]. Donde k_i es el valor en micro-deformaciones de cada una de las secciones de las GE (secciones 1, 2 y 3 con sus respectivos factores de compensación de factor de galga).

$$\epsilon_1 = \frac{k_1+k_3}{2} + \frac{1}{\sqrt{2}}(\sqrt{(k_1 - k_2)^2 + (k_2 - k_3)^2}) \quad (1)$$

En la tabla 2 se resumen los resultados de las mediciones promedio de las rosetas 1, 2 y 3 (véase figura 1 para la posición de estas).

También se incluyen los resultados de la simulación mediante el método del elemento finito y la diferencia en porcentaje entre los 2 métodos.

Tabla 2. Comparativa entre resultados esperados y experimentales mediante el MEF.

	k_1	k_2	k_3	ϵ_1 Ecuación 1	ϵ_1 MEF	% Diferencia
Roseta 1	11	8	-13	14	29.0	-51.7
Roseta 2	13	-1	-7	13.7	13.8	-0.70
Roseta 3	18	1	5	23.8	24.2	-1.65

5. CONCLUSIONES

Mediante las mediciones con una roseta a 45° se considera un estado de deformación plana, por lo que la tercera componente de deformación principal no es medida. El criterio usado para realizar la comparativa entre resultados es la deformación principal y no la deformación de Von Mises. La matemática detrás de la simulación por MEF si considera una triaxialidad de esfuerzos, por lo que los esfuerzos tienden a ser mayores a los experimentales.

En la roseta 1, los valores se encuentran muy por debajo del esperado (diferencia aproximada del -50%); esto se debe a que en la simulación no se consideraron los refuerzos colocados en la unión con la tapa superior, ni el cambio de la rigidez en las cercanías de las pestañas debido a la soldadura aplicada. Se concluye que la estructura principal es apta para soportar pares de 50 kN·m, manteniendo un factor de seguridad conservador (mayor a 2).

REFERENCIAS

[1] Strain gage installations with M-bond 200 adhesive”, Instruction bulletin B-127-14, Micro Measurements Brand, www.micro-measurements.com

[2] Strain Gage Selection: Criteria, Procedures, Recommendations” Tech Note TN-505-4, Measurements Brand, www.micro-measurements.com

[3] Resistencia de Materiales, Ferdinand L. Singer, Andrew Pytel, tercera edición, Harla México.

VERIFICACIÓN DE AMPLIFICADORES DIGITALES DE ALTA EXACTITUD PARA MEDICIONES DE FUERZA Y DE PAR TORSIONAL

Calixto Morales Aguillón, Jorge C. Torres Guzmán
 Centro Nacional de Metrología
 km 4.5 carretera a Los Cués, El Marqués, Querétaro
 +52-01-4422110500 ext. 3751, correo electrónico: cmorales@cenam.mx

Resumen: Para la trazabilidad de las mediciones científicas, particularmente de las magnitudes de fuerza y par torsional, el uso de los amplificadores-indicadores digitales para la visualización de indicación de lectura de los transductores, tiene un papel muy importante en la estimación de la incertidumbre de medida. Se describe el procedimiento para realizar la verificación de los amplificadores digitales de alta exactitud como parte del programa de mantenimiento que se tiene en los laboratorios de fuerza y par torsional del Centro Nacional de Metrología de México (CENAM).

1. INTRODUCCIÓN

Los amplificadores-indicadores de señal eléctrica para transductores de medición con puente de galgas extensométricas, específicamente los utilizados en las magnitudes de fuerza y par torsional, tienen la importante función de ser el sub-sistema para la adquisición de señales eléctricas de los transductores. Permiten la visualización en su indicador digital de lectura de medición que recibe del transductor conectado.

Los amplificadores de alta exactitud utilizados en los laboratorios de calibración, deben mantenerse en monitoreo tanto del software como de hardware. Particularmente, los utilizados en los laboratorios del CENAM, elemento importante en la cadena de medición del sistema nacional de medición en fuerza y par torsional, se requieren de un proceso de verificación en el que se determine el cumplimiento de la exactitud requerida para los fines propuestos.

2. VERIFICACIÓN DEL SISTEMA DE ADQUISICIÓN DE SEÑALES ELÉCTRICAS (AMPLIFICADOR DIGITAL)

La señal eléctrica utilizada en los amplificadores para transductores de fuerza o par torsional se encuentra en el intervalo de medida de 0.1 mV/V a un máximo de 2 mV/V, por las características del puente completo de wheatstone. Las lecturas de los datos adquiridos de forma digital en los amplificadores de alta exactitud pueden mostrar una resolución de hasta 1 parte por millón.

2.1. Sistema patrón de referencia

El instrumento patrón que se utiliza para la verificación de los amplificadores digitales es un

calibrador de puente de alta precisión, el cual funciona como sistema de simulación, emitiendo señales definidas en tensión eléctrica; es decir, simulando al transductor de puente completo.

Las características del sistema patrón utilizado en la verificación son: marca HBM, modelo BN100A, número de serie 14137. Clase de exactitud 0.000 5, señal ajustable de 0.1 mV/V a 100 mV/V tanto para polaridad positiva como negativa, con frecuencia portadora de 225 Hz e impedancia de 350 Ω [1] con trazabilidad al Laboratorio Nacional de Metrología de Alemania PTB, con certificado de calibración por relación de tensión hasta 2 mV/V y excitación al puente de 5 V.

2.2 Instrumentación del proceso para la adquisición de datos

Los amplificadores digitales que se verifican son de la marca HBM y se describen en la tabla 1.

Modelo	Clase de exactitud*	Filtro digital (Hz)**
Scout 55	0.1	0.2
MGCplus	0.002 5	0.22
DMP40	0.000 5	0.22
DMP40S2	0.000 5	0.22

*De acuerdo a fabricante. **Filtro digital sugerido, de tipo Bessel.

Tabla 1. Amplificadores digitales del laboratorio.

La metodología para la verificación es en base al método por comparación directa [2]. La resolución del amplificador digital se determina de acuerdo a la definición del VIM [3]. El proceso de adquisición de datos del instrumento bajo verificación, considera tres lecturas por cada punto de medición, realizando tres series de forma ascendente del 10 % al 100 %

del intervalo máximo de verificación, dividido en 10 puntos de medida distribuidos de forma equidistante.

2.3 Estimación de la incertidumbre de medida

La estimación de la incertidumbre de los amplificadores digitales descritos se caracteriza con el modelo de medida de la ecuación 1.

$$y = l_{ref} + res + rep \quad (1)$$

Donde,

y	indicación del amplificador
l_{ref}	indicación del patrón de referencia
res	resolución del instrumento bajo verificación
rep	repetibilidad de las mediciones

Si todas las correlaciones son nulas, la incertidumbre estándar combinada del mensurando se estima de la ecuación 2.

$$u_y = \sqrt{u_{ref}^2 + u_{res}^2 + u_{rep}^2} \quad (2)$$

Siendo,

u_y	incertidumbre estándar combinada,
u_{ref}	incertidumbre estándar del patrón de referencia con el valor obtenido del certificado de calibración,
u_{rep}	repetibilidad de indicación de lectura,
u_{res}	resolución del amplificador digital.

3. RESULTADOS

3.1 Aseguramiento de la calidad de las mediciones

La estimación de la incertidumbre es uno de los parámetros en la decisión para el uso de amplificadores digitales. También se utiliza la linealidad relativa, su valor se indica en forma de porcentaje de la fuerza nominal. Utilizar la linealidad relativa nos permite visualizar si los valores medidos están dentro del intervalo de la desviación permitida y, al mismo tiempo, observar la distribución dentro de los límites, determinando si se encuentran alrededor de una línea recta determinada por la clase de exactitud del instrumento bajo verificación.

3.2 Confirmación metrológica

Con el seguimiento de este proceso para verificación, se puede determinar la conformidad de los resultados de la verificación de los amplificadores digitales para transductores de fuerza o par torsional respetando

los requisitos de la norma [4] utilizando equipos con trazabilidad al instituto nacional de metrología de Alemania (PTB) según la norma [5].

4. DISCUSIÓN

Los transductores de fuerza o par torsional de alta exactitud, deben cumplir con los requisitos metrológicos exigidos en su aplicación, por ejemplo, las mediciones en comparaciones internacionales. El proceso para la verificación de los amplificadores es importante en la determinación de la incertidumbre de medida de la cadena de medición, sobre todo en transductores de alta exactitud de los laboratorios nacionales, la cual es hasta diez veces superior a la que exige la norma [2] de acuerdo a su clasificación.

5. CONCLUSIONES

Con los resultados obtenidos en la verificación de los amplificadores digitales de los laboratorios de fuerza y par torsional se demuestra la confiabilidad de sus mediciones y la conformidad de los resultados esperados, así como la pertenencia a la clase de exactitud para el uso previsto. El procedimiento para la verificación de amplificadores digitales de alta exactitud, puede ser funcional para servicios de verificación de los amplificadores digitales de laboratorios nacionales o secundarios que así lo requieran. En un trabajo a futuro, se plantea el estudio de la relación entre la verificación del amplificador digital con el uso específico de un transductor con tecnología TEDS (Transducer Electronic Data Sheet) [6].

REFERENCIAS

- [1] KAUL, HBM, data sheet "B0657-3.0 en", BN100A, 18/julio/2013.
- [2] ISO 376:2004, "Metallic materials - Calibration of force-proving instruments used for the verification of uniaxial testing machines".
- [3] NMX-Z-055-2009 Vocabulario internacional de metrología – Conceptos fundamentales y generales, términos asociados", (ISO/IEC GUIDE 99:2007).
- [4] NMX-EC-17025-IMNC-2006 / ISO/IEC 17025:2005 "Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración".
- [5] ISO 10012:2003 Sistemas de gestión de las mediciones — Requisitos para los procesos de medición y los equipos de medición.
- [6] Data sheet "B2235-2.0 de/en", TEDS, <http://www.hbm.com/es/>, consulta 02/05/20.

DETERMINACION DE PESA PATRON A USAR COMO PATRON DE CHEQUEO EN CALIBRACIONES DE PESAS DE ALTA EXACTITUD DEL LABORATORIO DE MASA DEL INM - COLOMBIA

Yineth P. Ochoa, Jorge D. García, Jhon J. Escobar
Instituto Nacional de Metrología de Colombia
Av. Carrera 50 No 26-55 Interior. 2 CAN
(571) 2542222 – ypochoa@inm.gov.co

Resumen: La selección de un patrón de chequeo debe ser una actividad considerada en la planeación preliminar de un programa de aseguramiento de las mediciones en calibraciones de pesas clase E₁, mejores que E₁ y en procesos de disseminación de la unidad de masa a los múltiplos y submúltiplos del kilogramo. El trabajo presentado tiene como objetivo identificar la pesa que será utilizada como patrón de chequeo en el Laboratorio de Masa del Instituto Nacional de Metrología de Colombia por medio del análisis de una serie de mediciones históricas realizadas a dos pesas que fueron consideradas patrones nacionales desde el año 1981 hasta el año 2007.

1. INTRODUCCIÓN

De acuerdo a la recomendación internacional OIML R111, un patrón de chequeo es un patrón de masa que se utiliza en un proceso de control estadístico para proporcionar una “verificación” que asegure que los patrones de masa, los procesos y resultados de medición se encuentran dentro de límites estadísticos aceptables [1]. En una calibración de rutina, un patrón de chequeo se incluye con cada conjunto de pesas de tal forma que el control del proceso se mantiene mediante el monitoreo del valor obtenido para el patrón de chequeo y del error aleatorio a partir del análisis de mínimos cuadrados [2].

El objetivo del trabajo presentado es definir el patrón de chequeo para el Laboratorio de Masa del Instituto Nacional de Metrología de Colombia, comparando las mediciones realizadas a través del tiempo a dos pesas patrón de valor nominal 1 kg fabricados en acero inoxidable, las cuales son representadas en cartas de control en términos del error en masa.

2. FUNDAMENTO TEÓRICO

Una actividad clave dentro de un programa de aseguramiento de la calidad de las mediciones en calibraciones de pesas de alta exactitud a partir del método de subdivisión es seleccionar un patrón de chequeo. El valor de esta pesa en cualquier momento dado es una herramienta para la toma de decisiones y un comportamiento inesperado de su parte en una calibración rutinaria es motivo para suspender el

proceso hasta que el control estadístico se retome [3].

La implementación de las cartas de control en las pesas (o juegos de pesas) de referencia, permite a un laboratorio decidir cuál de éstas puede ser potencialmente usada como una pesa de chequeo a partir del análisis de la deriva en el tiempo; generalmente, se escoge como pesa de chequeo aquella que presente una mayor estabilidad en su valor de masa en el tiempo.

2.1. Patrones y equipos utilizados

Para llevar a cabo el estudio se utilizaron dos patrones de masa marca KERN, en acero inoxidable de geometría cilíndrica con botón, identificados como NIM 010107 y NIM 010108, con masa nominal igual a 1 kg. Estos patrones se encuentran en el Laboratorio de Masa del Instituto Nacional de Metrología de Colombia desde el año 1981, luego de ser donados por el Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) de Alemania.

Como instrumento para la determinación del valor de masa de los patrones se utilizó un comparador de masa Mettler Toledo AT 1006, cuya capacidad máxima de medición es de 1 kg con una resolución de 1 µg. En el caso de las condiciones ambientales se utilizó el sistema Klimet A30, el cual registra la presión barométrica, las temperaturas ambiental y de punto de rocío, esta última necesaria para el cálculo de humedad relativa.

2.2. Método de análisis

La determinación de la masa de cada una de las pesas se realizó por el método de comparación directa por el esquema ABBA descrito en la OIML R111-1:2004, cuyo modelo matemático se basa en la ecuación presentada en [4],

$$m_p = m_r + \rho_a(V_p - V_r) + \Delta I_w \quad (1)$$

Donde m_p y m_r son la masa de la prueba y la del patrón de referencia respectivamente, ρ_a , densidad del aire, V_p y V_r , volúmenes de prueba y referencia, y ΔI_w la diferencia entre las indicaciones de la balanza [4]. Una vez calculada la masa de la prueba, se determina el error asociado, teniendo en cuenta que,

$$m_p = m_N + e_p \quad (2)$$

Donde m_N corresponde a la masa nominal.

Para elaborar las cartas de control se contó inicialmente con un proceso de recopilación y análisis de datos para un mismo año, con el fin de tomar un valor que representara adecuadamente el error en masa mediante el cálculo del promedio, de acuerdo a la estabilidad evidenciada en cada uno de los patrones; el procedimiento anterior se siguió para los diferentes años, analizando alrededor de 280 resultados de mediciones en total.

3. RESULTADOS

Los resultados de error en masa obtenidos para cada uno de los patrones, derivados del análisis de datos históricos desde el año 1981 hasta el 2015 se presentan en las figuras 1 y 2.

4. DISCUSIÓN

Como se observa en las figuras 1 y 2, la diferencia entre los valores máximos y mínimos de cada patrón no supera 100 μg . Teniendo en cuenta lo anterior se puede considerar que aquel que presenta la mayor estabilidad es la pesa identificada como NIM 010107, razón por la cual se escoge como patrón de chequeo en los procesos de medición que se lleven a cabo dentro del laboratorio de masa.

5. CONCLUSIONES

Aunque los dos patrones presentan una gran estabilidad en el tiempo, se considera más apropiado

definir como patrón de chequeo la pesa identificada como NIM 010107. Lo anterior no implica que la pesa identificada como NIM 010108 no pueda ser usada eventualmente como patrón de chequeo ya que aunque su estabilidad es menor, su base de datos es lo suficientemente extensa como para conocer la deriva que presenta en el tiempo y así poder usarla para los mismos fines.

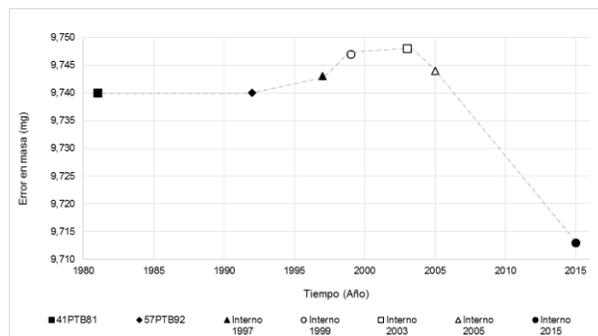


Fig. 1. Error en masa pesa NIM 010107 para el periodo 1981 – 2015.

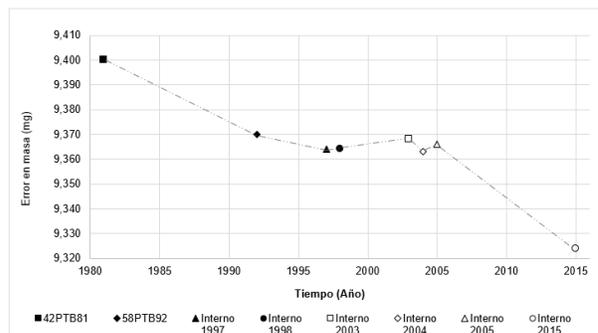


Fig. 2. Error en masa pesa NIM 010108 para el periodo 1981 – 2015.

REFERENCIAS

- [1] International Organization of Legal Metrology (2004) OIML R 111-1 Weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M1–2, M2, M2–3 and M3. Part 1: Metrological and technical requirements.
- [2] Cameron J. M. (1977). Measurement Assurance. Washington D.C. U.S.
- [3] Croarkin, C. (1984). Measurement Assurance Programs Part II: Development and Implementation. Gaithersburg, MD: U.S. Department of Commerce.
- [4] Koshiek, M., Glaser, M., (2000). Comprehensive Mass Metrology. Berlin: Wiley-VCH.

CALIBRACIÓN DE UN BANCO DE CAPACITORES DEL SISTEMA DE MEDICIÓN DE BAJAS CORRIENTES DEL PATRÓN PRIMARIO DE \dot{K}_a Y PATRONES SECUNDARIOS DE \dot{D}_w PARA LA ENERGÍA DE ^{60}Co

Daniel de la Cruz H. ^{A)}, Raymundo Cabrera V. ^{B)}, José T. Álvarez R. ^{C)},
 LSCD, Departamento de Metrología de Radiaciones Ionizantes, ININ,
 Carretera Federal México Toluca S/N. La Marquesa, Ocoyoacac, Estado de México, México. C.P. 52750.
 A) daniel.delacruz@inin.gob.mx Tel: (52) 5553297255
 B) mario.cabrera@inin.gob.mx
 C) trinidad.alvarez@inin.gob.mx

Resumen: Se presentan los resultados de la calibración eléctrica de un banco de capacitores en términos de la capacitancia y su incertidumbre combinada relativa ($u_c\%$). Este banco cuenta con 8 capacitores con los valores nominales de capacitancia de: 100, 220, 500, 1000, 2000, 5000, 10 000 y 20 000 pF. De los resultados de dos calibraciones realizadas en los años 2015 y 2016 se concluye que la estabilidad de los capacitores es mejor que 40 partes por 100 000, excepto para el capacitor de 1 000 pF; por otro lado las $u_c\%$'s para todos los valores de las capacitores son del orden 0.022%, que combinadas con la $u_c\%$ de la pendiente dV/dt cuyo orden es de 0.012%, nos permite obtener una $u_c\%$ del 0.018% para corrientes del orden de pA.

1. INTRODUCCIÓN

El Laboratorio Secundario de Calibración Dosimétrica del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (LSCD-ININ) tiene como propósito desarrollar y mantener los patrones nacionales como son: Rapidez de Kerma en aire \dot{K}_a y de Rapidez de Dosis Absorbida en agua \dot{D}_w en la Energía de ^{60}Co , para ello el Departamento de Sistemas Electrónicos del ININ construyó y desarrolló un sistema de medición de bajas corrientes y de magnitudes de influencia: temperatura, presión atmosférica y humedad relativa, [1].

2. METODOLOGIA

2.1. Modelo Matemático de Medición de bajas corrientes

El modelo matemático que determina la corriente a partir de la derivada de la tensión eléctrica en el tiempo, medida con un electrómetro en modo retroalimentado, está dada por la Ec. (1):

$$I = C \cdot \frac{dV}{dt} \quad (1)$$

Donde:

I , es la Corriente generada por la cámara de ionización, [A];

C , es la Capacitancia del capacitor retroalimentado, [F];

dV , es la diferencial de la tensión eléctrica en el capacitor retroalimentado, [V]

dt , es la diferencial de tiempo de integración, [s].

2.2. Desarrollo Experimental de la calibración de los capacitores

Se establece en el diseño experimental una incertidumbre blanco relativa (target uncertainty, [2]) del 0.022% para los valores de las capacitancias. Para lograr esta incertidumbre blanco en el valor de C tenemos que usar la ecuación (1) y considerar que la incertidumbre combinada relativa $u_c\%$ de la pendiente dV/dt es de 0.012%, por lo tanto la $u_c\%$ correspondiente a la I_{ref} tiene que ser a lo mas del 0.018% sin considerar la propagación de incertidumbres.

Por lo tanto, la calibración de los capacitores se realiza en dos etapas:

a) Primera. Determinar la corriente de referencia I_{ref} y $u_c\%$ mediante un capacitor patrón.

Los tiempos de integración para la carga en el capacitor de referencia se eligen para no superar una tensión eléctrica de 4.5 V, para proteger los conmutadores del electrómetro.

b) Segunda. Determinación de las capacitancias del banco de capacitores.

Aplicando la corriente de referencia obtenida en la etapa a) para cada capacitor, se determina la pendiente y se realiza un análisis, estimando el valor medio y la incertidumbre de la pendiente dV/dt del capacitor C_x , cuyos componentes de incertidumbre

están dados por la tensión eléctrica y el tiempo de integración [3]. Finalmente conociendo la corriente de referencia y las pendientes dV/dt de cada capacitor C_x del banco, se determina el valor de capacitancia de éste.

3. RESULTADOS

En la Tabla 1 se muestran los valores de Capacitancia para el banco de capacitores calibrados en Julio del 2015, donde se observa una $u_c\%$ promedio de 0.024 % [4].

También se muestran los valores obtenidos para las capacitancias del banco de capacitores en el mes de Marzo de 2016, donde se observa una $u_c\%$ promedio de 0.021 %.

4. DISCUSIÓN

La determinación de las capacitancias del banco de capacitores es fundamental en el sistema de medición de los patrones nacionales D_w y K_a , principalmente para determinar la estabilidad de corto y largo plazo; y descartar que las variaciones se deban a el cambio de los valores de capacitancia. En este caso, en la Tabla 1 se muestran las variaciones porcentuales en los valores de los capacitores.

5. CONCLUSIONES

Analizando las $u_c\%$ para los valores de las capacitancias reportados en las Tabla 1, vemos que el valor medio de estas incertidumbres relativas es de 0.024 % y 0.021 %, valores que son consistentes con el valor de la incertidumbre blanco del diseño del experimento.

Sin embargo, en la Tabla 1, también observamos que la estabilidad de los capacitores es mejor que 31 partes por 100 000, que son consistentes con los valores de incertidumbre expandida $U(k=2)$ correspondiente a una variación de 40 partes por 100 000.

Excepto para los capacitores de 1 000 pF; donde sus valores de capacitancia que difieren 58 partes en 100 000, diferencia 3.5 veces mayor que su valor $u_c\%$ y por lo tanto es necesario investigar la causa asignable de variación.

REFERENCIAS

- [1] C. Cabrera C. R., Cruz E., P. y Torres B., M. A., "Procedimiento de Caracterización de Capacitores para la Medición en Picoamperes," Informe Técnico IT-SE(INST)/03/2010, Departamento de Sistemas Electrónicos, ININ. Salazar (2010).
- [2] International Vocabulary of Metrology – Basic and General Concepts and Associated Terms (VIM 3rd edition) JCGM 200, (2012).
- [3] Cabrera C. C. R., 2015, Cruz Estrada P. y Cabrera Vertti M. R., "Determinación de Incertidumbre de los Capacitores del Sistema de Medición 3 del Patrón Primario Procedimiento de Caracterización de Capacitores para la Medición en Picoamperes". OT 2015-0067, IT.SE (INST)/2015, Departamento de Sistemas Electrónicos ININ, Ocoyoacac, México Marzo (2015).
- [4] Cabrera Vertti M. R., "Quinto reporte de resultados para orden de trabajo no. 2015-0011 "apoyo a la operación de patrones primarios y secundarios de kerma en aire K_a , y dosis absorbida en agua D_w , para servicios de calibración". LSCD, ININ, Ocoyoacac, México Agosto (2015).

Tabla 1. Valores medios de capacitancia y sus $u_c\%$.

C nominal /pF	$\bar{C}_{1,i}$ /pF 07/2015	u_c %	$\bar{C}_{2,i}$ /pF 03/2016	u_c %	$R = \frac{\bar{C}_{2,i}}{\bar{C}_{1,i}}$	$\Delta C\% = \frac{(\bar{C}_{2,i} - \bar{C}_{1,i})}{\bar{C}_{1,i}} \cdot 100$
100	100.829	0.029	100.816	0.022	0.99987	0.013
220	223.928	0.024	223.892	0.023	0.99984	0.016
500	510.582	0.019	510.665	0.017	1.00016	0.016
1 000	1005.206	0.019	1004.621	0.018	0.99942	0.058
2 000	2001.174	0.025	2001.962	0.023	1.00039	0.039
5 000	5054.141	0.024	5053.788	0.023	0.99993	0.007
10 000	9934.841	0.024	9937.785	0.022	1.00030	0.030
20 000	20364.272	0.024	20370.649	0.022	1.00031	0.031

EXTRAPOLACIÓN DE CALIBRACIÓN DE UN TRPS DE -190 °C A -196 °C

David Cywiak y David Licea Panduro
Centro Nacional de Metrología
km 4.5 Carretera a Los Cués, Municipio El Marqués, Qro. C.P. 76246
(442)2110500 Ext. 3412, dcywiak@cenam.mx

Resumen: Se presenta un estudio para extrapolar la medición de temperatura del nitrógeno líquido (-196 °C) a partir de un termómetro de resistencia de platino tipo secundario calibrado por puntos fijos en el intervalo de 0 °C hasta el punto triple del argón (-189.3442 °C). Se realizó un ejercicio con 3 termómetros de resistencia de platino tipo patrón para probar el sistema de medición. Posteriormente se realizó el estudio con 4 termómetros de resistencia de platino tipo secundario, para cada termómetro se determinó la diferencia entre el valor extrapolado a partir de datos de una calibración previa por puntos fijos hasta -190 °C y el valor medido con un termómetro de resistencia de platino tipo patrón, también calibrado por puntos fijos.

1. INTRODUCCIÓN

El grupo de termometría de contacto del CENAM mantiene la escala internacional de temperatura de 1990 (EIT-90) [1] en el intervalo de -190 °C a 1084 °C y disemina su exactitud a través de calibraciones de termómetros, principalmente de laboratorios secundarios del sistema nacional de calibración.

Con un termómetro de resistencia de platino tipo patrón (TRPP) calibrado por puntos fijos en el intervalo de 0 °C a -190 °C, es posible hacer mediciones hasta -196 °C con trazabilidad a la EIT-90, de acuerdo a un estudio de extrapolación realizado recientemente [2], con un incremento en la incertidumbre propagada de 0.2 mK.

Para una calibración por comparación a baja temperatura se usa nitrógeno líquido (N₂L) que tiene una temperatura nominal de -196 °C, donde la temperatura es determinada con un termómetro de resistencia de platino (TRP).

La mayoría de los laboratorios secundarios tienen como termómetro de referencia un termómetro de resistencia de tipo secundario (TRPS) calibrado por puntos fijos. En estas condiciones, una extrapolación de -190 °C a 196 °C, no es factible pues la propagación de la incertidumbre es mayor, debido a que el termómetro no es tipo patrón.

En este trabajo se realiza un estudio para estimar el incremento de la incertidumbre propagada hasta -196 °C, para un TRPS calibrado hasta el punto triple del argón (-189.3442 °C).

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

El estudio se realizó para 4 TRPS de dos modelos distintos (Hart 5682 y Burns 3295), estos termómetros se calibraron por puntos fijos en el intervalo de 0 °C a 190 °C, en el punto triple del mercurio (-38.8344 °C) y el argón (-189.3442 °C).

Para la calibración por comparación a la temperatura de N₂L, se utiliza un Dewar de 5 litros en el cual se introduce un bloque igualador de cobre con un diámetro de 3.8 cm, una longitud de 14 cm, 2 barrenos de 19/64" y 2 barrenos de 17/64" para insertar los termómetros bajo calibración y el termómetro de referencia. En el arreglo experimental el bloque igualador quedó sumergido en el nitrógeno a una profundidad de 12 cm. La idea del bloque igualador es reducir el gradiente de temperatura entre los termómetros sumergidos. En la Figura 1 se muestra una foto del montaje experimental, se colocó una tapa de poliestireno para disminuir la entrada de calor desde el exterior y también para evitar la condensación de agua.

Para probar el sistema medición, se emplearon 3 termómetros de resistencia de platino tipo patrón, previamente calibrados en los puntos fijos del mercurio y del argón. Los TRPP se llevaron a la temperatura de N₂L para observar las diferencias de los valores de temperatura que con cada uno de ellos se determinó.



Fig. 1. Montaje experimental.

Una vez colocados los termómetros, como se muestra en la Figura 1, se procedió a monitorear la estabilidad de la temperatura del N₂L con uno de los termómetros. Una vez que se observó una estabilidad del orden de 1 mK se procedió a registrar simultáneamente la lectura de los termómetros.

3. RESULTADOS

Con los tres termómetros de resistencia de platino tipo patrón, se observó una dispersión entre ellos del orden de 0.5 mK.

Con los TRPS el ejercicio consistió en comparar los valores de temperatura que se obtienen a partir de la extrapolación con la temperatura medida mediante un termómetro de referencia que es un tipo patrón. El promedio de éstas diferencias observada para cada TRPS fue del orden de 5 mK.

4. CONCLUSIONES

Se mostró que es posible utilizar la calibración de un termómetro de resistencia de platino tipo secundario calibrado por puntos fijos en el intervalo de 0 °C a 190

°C para extrapolar la temperatura de medición hasta la temperatura de N₂L (-196 °C).

De esta manera, en un sistema de calibración por comparación en N₂L, se propone asociar un valor incertidumbre de 5 mK por extrapolación del termómetro referencia.

REFERENCIAS

- [1] H. Preston-Thomas, "The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)", *Metrología* 27, 3-10, (1990).
- [2] Technical Guide, "Extrapolation of SPRT calibrations below the triple point of argon, 83.8058 K, and traceability in baths of liquid nitrogen at ~77.3 K", EURAMET, Version. 1.0, 2011.

THE NIST MAGNETIC SUSPENSION MASS COMPARATOR: A LOOK AT AUTOMATION

Corey Stambaugh and Edward Mulhern
National Institute of Standards and Technology
100 Bureau Dr., Gaithersburg, MD 20879, U.S.A.
+1 (301) 975-3281 corey.stambaugh@nist.gov

Abstract: The magnetic suspension mass comparator at NIST is a fully automated mass comparator with the unique feature that it is able to directly compare a mass in vacuum to one in air. The technique is realized by coupling a weighing pan located in air to a mass comparator in vacuum using magnetic suspension. The fully automated system is able to compare up to four masses in vacuum to four masses in air.

1. INTRODUCTION

In support of the coming redefinition of the kilogram, the National Institute of Standards and Technology (NIST) has developed a system for the direct comparison of a mass in vacuum to one in air. While the current definition of the kilogram is realized in air, experiments like the Watt Balance [1] and X-Ray crystal diffraction [2] experiment will realize the new definition in vacuum. However, the dissemination of the new kilogram will still occur in air and a reliable method for transferring from vacuum to air is needed.

The standard method for vacuum to air mass comparison involves measuring surface adsorption using sorption artifacts and applying a correction when the artifact is moved from vacuum to air [3]. This method is indirect and dependent on both surface quality and environmental factors. The NIST magnetic suspension mass comparator (MSMC) [4] provides an alternative approach that is direct and not dependent on the surface quality of the mass artifact.

The MSMC is a mass comparator which uses magnetic suspension to directly compare the mass of an artifact in a vacuum chamber to the mass of an artifact located in a separate chamber held at atmospheric pressure. The MSMC, see left inset of Fig. 1, includes the mass comparator, an upper magnetic assembly (UMA), and a lower magnetic assembly (LMA) with attached weighing pan. When the LMA, with attached weighing pan, is magnetically suspended it becomes part of the mass comparator and its mass value can be removed from subsequent measurement calculations. Therefore, a mass placed on the mass comparator in vacuum can be measured with the LMA and weighing pan magnetically suspended and its value can be directly compared to a mass placed on the magnetically suspended weighing pan and LMA. This allows for a direct mass

measurement between vacuum and air. A key to ensuring reliability for these precision measurements is automation. Here, we outline the automated mass handling system that we have incorporated into the MSMC.

2. MAGNETIC SUSPENSION

Looked upon as a black box, the MSMC is no different than any other mass comparator. In fact, the mass comparator located in the upper vacuum chamber is a commercial comparator with a resolution of 10 μg . The uniqueness of the system lies in the magnetic suspension and mass handler that was designed around it in the lower chamber. The magnetic suspension, described by Stambaugh [5], works in the following way. A Hall sensor is placed between the UMA and the LMA to detect the motion of the LMA. A fixed separation distance, and thus magnetic field exists, where the magnetic force upwards on the LMA is almost balanced by the downward force of gravity. However, because such a system is not stable, a feedback loop is used to drive an electromagnet coil to provide a compensating force to stabilize the suspension.

3. AUTOMATED MASS HANDLING

The mass handling in the upper chamber is carried out using the commercial controller that comes with the mass comparator. Software was written to interface with the mass comparator and incorporate it into the entire mass comparison procedure for the MSMC. To accommodate the uniqueness of the magnetic suspension, a custom mass handler was designed. The two main parts consist of the mass exchange system and the automatic suspension system.

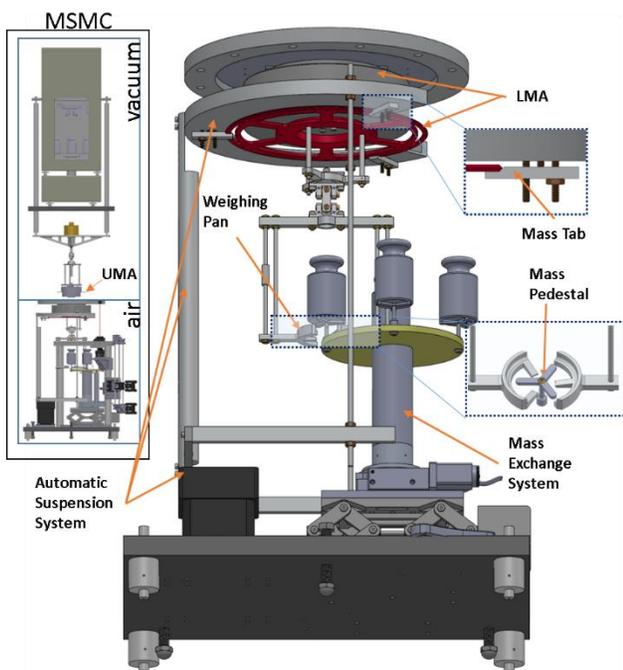


Fig. 2. Illustration of MSMC.

The mass exchange system consists of a motorized rotating stage and vertical stage. The rotating stage is stacked on top of the vertical stage. An aluminum cylinder is mounted on top of the rotating stage and the turntable with mass pedestals is placed on top of that. The cylinder provides a large separation between the magnet and motor; minimizing a possible source of systematic error. The weighing pan that hangs from the LMA consists of two arms rigidly held in place by four bars, see zoomed inset in Fig. 1. By separating the holder of the weighing pan, the mass pedestal can rotate directly through the weighing pan during mass changes.

During a measurement of a mass in the lower chamber, the following procedure is followed. The turntable is rotated so the mass sits directly above the weighing pan. The mass is lowered until contact is made with the weighing pan. The mass is then lifted on and off a set number of times to ensure it is centered. The stage is then lowered and rotated 45 degrees, leaving the mass on the weighing pan. When the mass to be measured is in the upper chamber, the stage is lowered at the 45 degree offset, leaving no mass on the weighing pan. The next step of a measurement involves the automatic suspension.

The automatic suspension works by utilizing a motorized vertical stage to lift the LMA and weighing pan (plus mass) to the ideal suspension height. A predetermined setpoint value for the magnetic field is used to determine at what position magnetic suspension should take place. The vertical stage lifts the LMA up and a control program [5] monitors the field. When the field reaches the setpoint, the magnetic suspension code lifts the LMA off the mass tabs. The stage is then lowered slightly to ensure it is completely out of contact with the suspended LMA. At this step, magnetic suspension is realized and stability is reached in less than 30 seconds. The automated lifting greatly reduces the time it takes for the magnetically suspended object to stabilize compared to manual placement.

Upon finished the weighing, the setpoint is lowered, effectively lowering the suspended assembly. The vertical stage is raised, bringing the mass tabs into contact with the LMA and the suspension is turned off. The stage is lowered and the mass exchange procedure is reversed. When finished, the system is back to its starting state, ready to measure again.

4. CONCLUSIONS

The MSMC provides a new and unique way to disseminate mass from vacuum to air. The measurement procedure described above is completely automated, allowing for a series of measurements to be performed without user intervention. Preliminary tests have shown good agreement for basic mass comparisons. Currently the full precision of the measurement is constrained by the comparators' resolution (1 mg), in the coming weeks the balance will be exchanged for the 10 μ g comparator and full precision will be realized.

REFERENCES

- [1] M. Stock, Metrologia 50, R1 (2013).
- [2] E. Massa and A. Nicolaus, Metrologia 48 (2011).
- [3] A. Picard and H. Fang, Metrologia 41, 333 (2004).
- [4] C. Stambaugh, et al, in XXI IMEKO World Congress 'Measurement in Research and Industry' (2015).
- [5] C. Stambaugh, in Proceedings of Asia-Pacific Symposium on Measurement of Mass, Force & Torque (APMF 2015) (2015).

VACUUM MASS TRANSPORT FOR MASS METROLOGY AT NIST

Eric C. Benck and Edward Mulhern
National Institute of Standards and Technology
100 Bureau Dr. MS 8221, Gaithersburg, MD 20899-8221, USA
301-975-3697 eric.benck@nist.gov

Abstract: With the anticipated redefinition of the kilogram in 2018, the transport and handling of masses under vacuum will become an important part of the new *mise en pratique* for the unit of mass. At the National Institute of Standards and Technology (NIST), a custom mass transport vehicle (MTV) and vacuum load locks have been constructed to move masses under vacuum between various measurement apparatus.

1. INTRODUCTION

The kilogram remains the last fundamental unit in the International System of Units (SI) which is defined by a physical artifact. The kilogram is currently defined as the mass of the International Prototype Kilogram (IPK) which is a platinum-iridium alloy cylinder maintained at the International Bureau of Weights and Measures (BIPM) in Sevres, France. The IPK is stored under normal atmospheric conditions and all of the mass comparisons used to disseminate the unit of mass are done at atmospheric pressure.

This scenario is expected to change in 2018 with the redefinition of the kilogram based on Planck's Constant. The unit of mass will then be realized using watt balance or X-ray crystal density (Avogadro) experiments. This will enable any research group throughout the world to independently realize the unit of mass at any level if they have sufficient technical expertise and equipment. Both of these experimental methods are explicitly designed to operate in vacuum. Consequently, the *mise en pratique*, or practical instructions for the dissemination of the unit of mass, must now include for the first time the handling and manipulation of masses in vacuum. Maintaining a mass measured in a vacuum under vacuum is important since the effective mass will change when exposed to air due to the adsorption of water and other materials onto its surface.

2. VACUUM MASS TRANSPORT AT NIST

When the kilogram is redefined, the unit of mass at NIST will be realized with the NIST-4 watt balance.[2] Once a primary standard mass is created with the watt balance, it must be kept in vacuum as it moves between a variety of other locations including a vacuum mass storage facility, a plasma cleaning station, and vacuum mass comparators. Eventually,

the unit of mass needs to be transferred to a mass in air. This will be done at NIST with the Magnetic Suspension Mass Comparator (MSMC) which will directly compare a mass in vacuum with a mass in air. In order to transport a primary standard mass and other working mass standards in vacuum between these various measurement apparatus, a custom mass transport vehicle (MTV) has been constructed. The masses are transferred from the MTV into the various apparatus through vacuum load lock systems.

2.1. Mass Transport Vehicle

The MTV, shown in Fig. 1, is essentially a mobile vacuum chamber. It is created from a stainless steel 4-way cross. On the front is a gate valve and on the back is a door with a glass viewport. The MTV is equipped with a wide range vacuum gauge and small getter pump. The getter pump can be battery operated while the MTV is being moved. The vacuum chamber is mounted on an aluminum frame with casters.

An interior cutaway view of the MTV can be seen in Fig. 2. The mass in the MTV rests on a slotted platform which has circular indentations cut into the top to match the diameters of common kilogram artifacts. The mass transfer platform is mounted on a small linear vacuum translator. On the top of the chamber are three triangular wedges mounted on another linear vacuum translator which prevents the mass from tipping while in the MTV.

2.2. Vacuum Load Locks

In order to transfer a mass to and from the MTV while maintaining the mass under vacuum, each experimental apparatus has a vacuum load lock. The

main body of each load lock is 6-way cross which is isolated from the experimental vacuum chamber by a gate valve. The MTV connects to the load lock with a ISO band clamp flange which can be sealed or unsealed with a single bolt. The MTV is brought up to the same height as the load lock by a series of lifts and ramps. When the MTV is attached to a load lock a small turbo pump evacuates the load lock until the pressure is low enough to safely open both the MTV and load lock gate valves.

Once the MTV and load lock are open to the main vacuum chamber, a mass transfer fork on the end of a long vacuum linear translator can transfer the mass from the MTV to a mass transfer platform located in the center of the load lock. Then a second mass transfer fork attached on a second vacuum linear translator perpendicular to the first can transfer the mass into the main vacuum chamber.

3. CONCLUSIONS

A vacuum mass transport system at NIST has been constructed and is comprised of mass transport vehicles and vacuum load locks. This vacuum mass transport capability will be essential for the dissemination of the kilogram at NIST when the unit is eventually redefined in 2018.

REFERENCES

[1] "Convocation of the General Conference on Weights and Measures (25th meeting), Versailles, 18-20 November 2014", <http://www.bipm.org/utis/common/pdf/25th-CGPM-Convocation.pdf#page=25>.

[2] E. J. Leaman, et al, "A Determination of the Local Acceleration of Gravity for the NIST-4 Watt Balance," in IEEE Trans. On Instrumentation and Measurement, vol. 64, pp. 1663-1669, 2015.



Fig.1. Mass transport vehicle.

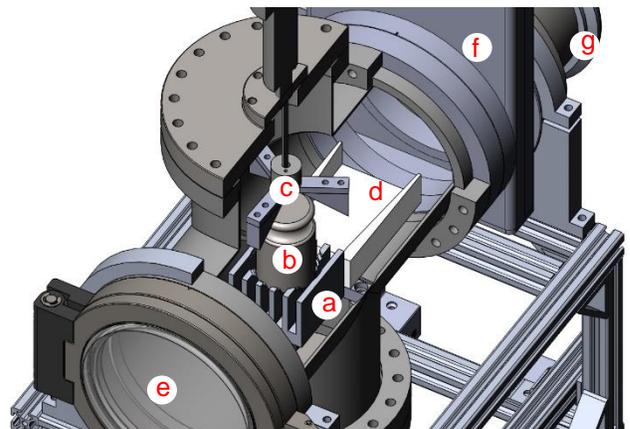


Fig. 2. Cutaway view of the interior of the MTV. a.) slotted mass platform, b.) 1 kg mass, c.) upper mass support, d.) alignment ramp, e.) viewport/door, f.) gate valve, g.) band clamp flange.

COMPARACIÓN DE CALIBRACIONES DE BALANZAS DE ALTA EXCATITUD UTILIZANDO MASAS PEQUEÑAS EN BALANZA PATRÓN O EN BALANZA BAJO CALIBRACIÓN

Francisco J. Flores M., Jorge C. Torres G.
Centro Nacional de Metrología (CENAM), México.
km 4.5 Carretera a los Cués, Mpio. Del Marqués, Querétaro
Teléfono + [52] (442) 211 0500, fflores@cenam.mx

Resumen: Las balanzas de presión son usadas como patrones de referencia para la calibración de manómetros secundarios y otras balanzas. Existen diferentes tipos y modelos de balanzas de presión que cubren intervalos de medición desde 3 kPa hasta 1 GPa. Las balanzas de presión están diseñadas para poder medir presión relativa, absoluta o diferencial y existen modelos que pueden cubrir todos los tipos de presión. Se presentan los resultados de la comparación de calibraciones de alta exactitud utilizando masas pequeñas en la balanza patrón o en la balanza bajo calibración. El valor de referencia utilizado fue del fabricante.

1. INTRODUCCIÓN

La calibración de balanzas de presión o balanzas de pesos muertos es de vital importancia tanto en laboratorios secundarios, como en industria o en sectores usuarios. Este tipo de calibración se realiza por medio del método de flotación cruzada. El método es para dos balanzas, conectadas entre sí y por medio de un fluido manométrico (de algún gas o líquido) se transmite la presión entre ellas; se debe lograr un equilibrio, adicionando o quitando masas, ya sea en la balanza patrón o en la balanza bajo calibración. Los pistones de cada balanza deben equilibrarse a su nivel de flotación [1, 2]

Las calibraciones se realizaron obteniendo el área efectiva del pistón cilindro utilizando la ecuación (1).

$$A_0 = \frac{(A_P + A_C)}{2} \quad (1)$$

Donde: A_P es el área efectiva; A_P es el área del pistón y A_C es el área del Cilindro.

2. CALIBRACIONES

Se realizaron dos calibraciones del pistón-cilindro, propiedad del CENAM, marca DH Instruments, modelo 5300, número de serie 8666, con una amplitud del intervalo de 20 MPa y utilizando como patrón un pistón-cilindro, propiedad del CENAM, marca DH Instruments, modelo 5300, número de serie 5716, con amplitud del intervalo de 100 MPa. En la primera calibración se añadieron masas pequeñas para lograr el equilibrio en las dos balanzas, en la balanza bajo calibración y en la

segunda calibración se añadieron masas pequeñas en la balanza patrón.

2.1. Calibración añadiendo masas pequeñas en la balanza bajo calibración

Presión Nominal / MPa	Masas Balanza Patrón / kg	Masas Balanza Bajo Calibración / kg
2.0	2.0	10.004 050
4.0	4.0	20.004 570
6.0	6.0	30.004 910
10.0	10.0	50.005 100
14.0	14.0	70.005 060
18.0	18.0	90.006 250
20.0	20.0	100.007 120

Tabla 1. Masas utilizadas en la primera calibración.

2.2. Calibración añadiendo masas pequeñas en la balanza patrón

Presión Nominal / MPa	Masas Balanza Patrón / kg	Masas Balanza Bajo Calibración / kg
2.0	1.998 900	10.0
4.0	3.998 870	20.0
6.0	5.998 940	30.0
10.0	9.998 930	50.0
14.0	13.998 770	70.0
18.0	17.998 750	90.0
20.0	19.998 730	100.0

Tabla 2. Masas utilizadas en la segunda calibración.

2.3. Criterio de Evaluación de Resultados

El criterio que se utilizó para la evaluación de los resultados de esta comparación fue el error normalizado (E_n), el cual se calculó mediante la ecuación (2). [3, 4]

$$E_n = \frac{x_{cal} - x_{ref}}{\sqrt{U_{cal}^2 + U_{ref}^2}} \quad (2)$$

Donde:

x_{cal} es el área obtenida en cada calibración, x_{ref} es el área obtenida por el valor de referencia (fabricante), U_{cal} es la incertidumbre expandida estimada por cada calibración, ($k = 2$) y U_{ref} es la incertidumbre expandida, obtenida por el valor de referencia (fabricante), ($k = 2$).

De acuerdo al modelo del error normalizado, si:

$|E_n| \leq 1$ los resultados son aceptables,

$|E_n| > 1$ los resultados no son satisfactorios.

2.4. Calibración utilizando masas pequeñas en la balanza patrón o en la balanza bajo calibración

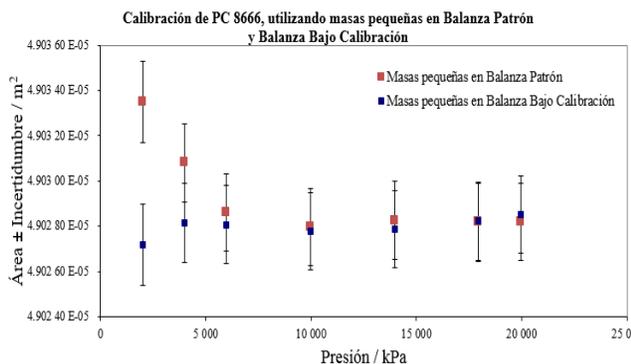


Fig. 1. Calibración utilizando masas pequeñas en la balanza patrón o en la balanza bajo calibración.

3. RESULTADOS

La figura 2 presenta los errores normalizados en los diferentes puntos tomados en las dos calibraciones.

4. DISCUSIÓN

Durante las calibraciones se tomaron en cuenta todos los aspectos relacionados en cuanto al procedimiento de calibración de balanzas de presión en área efectiva. Aunque se observa que un solo punto de la calibración utilizando masas pequeñas en la balanza patrón, queda fuera (de acuerdo al criterio

del error normalizado, en la figura 2), la forma de realizar el ajuste con las masas pequeñas no es compatible utilizando un método o el otro.

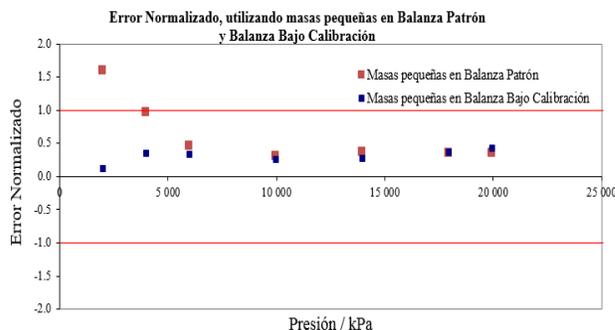


Fig. 2. Error normalizado obtenido utilizando masas pequeñas en la balanza patrón o en la balanza bajo calibración.

5. CONCLUSIONES

Hay ocasiones que los metrologos expertos en calibraciones no realizan estudios como el que se presenta.

Podemos concluir que siempre se debe considerar el utilizar las masas pequeñas en la balanza patrón o en la balanza bajo calibración, especialmente para balanzas de alta exactitud.

REFERENCIAS

- [1] Sabuga W., Bergoglio M., Rabault T., Waller B., Torres Guzman J. C., Olson D. A., Agarwal A., Kobata T., Bandyopadhyay A.K. [PTB, IMGC, BNM-LNE, NPL, CENAM, NIST, INMS/NRC, NMIJ/AIST, NPLI], Final Report on Key Comparison CCM.P-K7 in the range 10 MPa to 100 MPa of Hydraulic gauge pressure. Metrologia 2005, 42, Tech. Suppl., 07005.
- [2] Torres-Guzmán J. C., Olvera-Arana P., Olson D., Hydraulic gauge pressure SIM comparison for a range up to 100 MPa. The 4th CCM International Conference on Pressure Metrology from Ultra-High Vacuum to very high pressure. Inglaterra, 2005.
- [3] Norma NMX-EC-17043-IMNC-2010.
- [4] Torres Guzmán J. C., Guía y Lineamientos Generales para Comparaciones de Patrones de Medición, Memorias del Segundo Congreso Internacional Metrocal. Concepción, Chile. Abril 2001.

CÁLCULO DE PARÁMETROS DE CALIBRACIÓN PARA LA MEDICIÓN DE COEFICIENTES DE REFLEXIÓN Y TRANSMISIÓN CON AVR'S

Susana Padilla-Corral, Israel García-Ruiz
 Centro Nacional de Metrología
 Carretera a Los Cués km 4.5, 76246 El Marqués, Querétaro, México
 Tel.:+52-442-2110500 ext 3427. Fax: 2110528,
 correo electrónico: spadilla@cenam.mx

Resumen: En este artículo se describe la obtención de los parámetros de calibración que representan las características eléctricas de las terminaciones coaxiales utilizadas comúnmente como patrones de trabajo para la medición de coeficientes de reflexión y transmisión con AVR's; junto con dicho conjunto se aplica un modelo de corrección de errores y que permiten alcanzar una exactitud razonable en la medición de las características de reflexión y transmisión de dispositivos y componentes en RF.

1. INTRODUCCIÓN

Los patrones de trabajo para la medición de coeficientes de reflexión y transmisión con Analizadores Vectorial de Redes, AVR, generalmente utilizados en los laboratorios de calibración y medición consisten en conjuntos de terminaciones de precisión, por ejemplo en conector coaxial Tipo N, 3.5 mm, 2.92 mm, 2.4 mm, 1.85 mm o 1.0 mm. Estos patrones se utilizan para la corrección de errores o puesta a punto de los AVR. Estos patrones de trabajo se calibran en laboratorios de metrología a partir de patrones calculables [1], por lo que para diseminar los valores del patrón y su exactitud, es necesario determinar los parámetros o constantes de calibración de los patrones de trabajo que son requeridos por el sistema de medición AVR, ya que de ello depende la exactitud y confiabilidad del método de corrección de errores aplicado a los AVR.

2. PARÁMETROS DE CALIBRACIÓN DE LAS TERMINACIONES COAXIALES

Los analizadores de redes son instrumentos que se utilizan para medir los parámetros de dispersión, estos sistemas de medición tienen disponibles un conjunto de métodos de corrección de errores que se requieren aplicar antes de realizar cualquier medición. El método de corrección de errores a utilizar depende del dispositivo que se va a medir, de los patrones con que se cuentan y la exactitud que se requiere para la medición. En el 80 % de los servicios de calibración del laboratorio de parámetros de reflexión y transmisión del CENAM se utiliza el método de corrección SOLT (para dispositivos coaxiales de 2-puertos) o SOL (para dispositivos coaxiales de 1-puerto) usando terminaciones coaxiales como patrones de trabajo.

Las terminaciones coaxiales con *offset* se modelan con una línea de transmisión terminada con la parte de reflexión del valor del patrón de trabajo (short, open, load), Figura No.1.

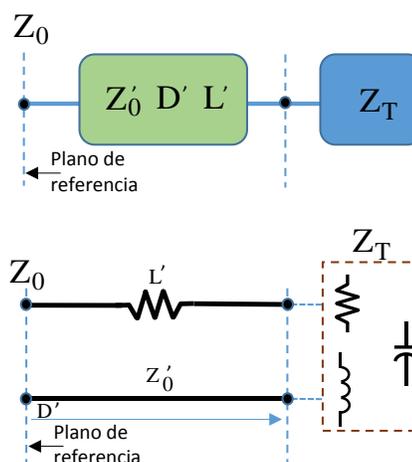


Fig. 1. Modelo de las terminaciones coaxiales.

2.1. Parámetros de calibración de la línea de transmisión

La sección de la línea de transmisión se calcula con las siguientes dos ecuaciones [2]:

$$Z_0 = Z'_0 \left(1 + (1-j) \frac{L'}{2\omega Z'_0} \sqrt{\frac{f}{1 \text{ GHz}}} \right) \quad (1)$$

$$\gamma = j\omega D' \left(1 + (1-j) \frac{L'}{2\omega Z'_0} \sqrt{\frac{f}{1 \text{ GHz}}} \right) \quad (2)$$

donde: Z'_0 (offset Z_0 en ohm) es la impedancia característica de la línea de transmisión sin pérdidas, L' (offset Loss en ohm/s) son las pérdidas de la línea

de transmisión por efecto skin, D' (offset Delay en segundos) retardo eléctrico desde el plano de referencia hasta Z_T .

2.2. Parámetros de calibración de la terminación coaxial short (circuito corto)

Los sistemas de medición determinan que el valor de coeficiente de reflexión de la terminación coaxial short es de -1 (ideal). La terminación coaxial no es ideal, por lo que, es necesario modelar la inductancia con un polinomio de tercer orden, como se indica a continuación:

$$L_{eff} = L_0 + L_1 f + L_2 f^2 + L_3 f^3 \quad (3)$$

Para estimar L_{eff} se mide la parte de reflexión de una terminación coaxial en short y se define por las siguientes ecuaciones:

$$Z_{short} = j\omega L_{eff} \quad (4)$$

$$\Gamma_{short} = \frac{Z_{short} - Z_0}{Z_{short} + Z_0} \quad (5)$$

2.3. Parámetros de calibración de la terminación coaxial open (circuito abierto)

El coeficiente de reflexión de la terminación coaxial open ideal es 1. En el sistema de medición no se considera que el valor del patrón de trabajo open sea ideal, se modela el valor de capacitancia C_{eff} dependiente de la frecuencia, se estima la impedancia Z_{open} a partir de la parte de reflexión Γ_{open} por las siguientes ecuaciones:

$$C_{eff} = C_0 + C_1 f + C_2 f^2 + C_3 f^3 \quad (6)$$

$$Z_{open} = \frac{1}{j\omega C_{eff}} \quad (7)$$

$$\Gamma_{open} = \frac{Z_{open} - Z_0}{Z_{open} + Z_0} \quad (8)$$

3. RESULTADOS

El sistema de medición de parámetros de dispersión, considera los coeficientes inductivos (ecuación 3) y los coeficientes capacitivos (ecuación 4) para estimar los coeficientes de reflexión reales de los patrones de trabajo. Los patrones de trabajo se utilizan para la puesta a punto del sistema de medición. Los valores inductivos y capacitivos calculados de dos diferentes

tipos de conectores se muestran en la Tabla 1 y 2, respectivamente.

Descripción	L0 H(e-12)	L1 H(e-24)/Hz	L2 H(e-33)/Hz ²	L3 H(e-42)/Hz ³	L _{eff} H(e-12)	U(L _{eff}) H(e-29)
3.5 mm male short	1.5293	-122.0100	3.1695	-0.0321	0.1727	0.3912
3.5 mm female short	1.4928	-106.2200	2.7281	-0.0276	0.3038	0.3484
Type N male short	0.5013	282.1400	-47.0720	1.8317	1.0110	3.6796
Type N female short	-0.8951	402.6600	-24.9990	0.5335	1.3643	0.2122

Tabla. 1. Coeficientes inductivos de las terminaciones coaxiales 3.5 mm y Tipo N.

Descripción	C0 F(e-15)	C1 F(e-27)/Hz	C2 F(e-36)/Hz ²	C3 F(e-45)/Hz ³	C _{eff} F(e-15)	U(C _{eff}) F(e-32)
3.5 mm male open	46.7900	5.8227	7.7262	0.0708	49.8108	3.5275
3.5 mm female open	48.1170	-247.8900	22.7520	-0.2024	49.8378	3.7450
Type N male open	89.9660	1912.9	-169.12	9.9248	127.4848	54.7149
Type N female open	96.5190	-1080.5	159.51	-0.8949	123.5319	37.9198

Tabla. 2. Coeficientes capacitivos de las terminaciones coaxiales 3.5 mm y Tipo N.

4. CONCLUSIONES

Se presentó el modelo de las terminaciones coaxiales que se utilizan como patrones de trabajo de coeficientes de reflexión y transmisión. Este modelo permite estimar los valores de coeficientes de reflexión complejos reales de los patrones y evitar hacer consideraciones de comportamientos eléctricos ideales. De esta forma, se incrementa la exactitud de la aplicación del método en la puesta a punto del sistema de medición. Con el uso de los patrones de trabajo, se brinda el soporte metroológico a la industria y laboratorios acreditados que requieren servicios de calibración de coeficientes de reflexión y transmisión en dispositivos coaxiales como líneas de transmisión, sensores de potencia, entre otros.

REFERENCIAS

[1] S. Padilla Corral, I. García Ruiz, Actualización del patrón nacional de coeficientes de reflexión y transmisión, Simposio de Metrología 2014, 6-10 Octubre 2014.
 [2] M. Wollensack, J. Hoffmann, METAS VNA Tools II, pag. 26-27, Agosto 2013.

MEDICIÓN DE LA MASA DEL PROTOTIPO NACIONAL DEL METRO DE PLATINO IRIDIO № 25

Luis Manuel Ramírez, Luis Omar Becerra, José Luis Rivera
Centro Nacional de Metrología (CENAM)
km 4.5 Carretera a Los Cués, Mpio El Marqués, Querétaro, México.
luism@cenam.mx

Resumen: Determinar el valor de masa de un patrón de medida que tiene una forma de barra longitudinal es difícil de someterlo a un receptor de carga de un instrumento para pesar convencional. Para el caso, se hicieron arreglos técnicos a un sistema de medición para realizar la comparación con pesas y determinar la masa real de ese patrón de medida que servirá para evaluar justamente su valor intrínseco comercial con las instituciones aseguradoras de bienes patrimoniales que garanticen las mejores condiciones, en cuanto a cobertura, reconocimiento de antigüedad, precio, calidad y demás circunstancias pertinentes. De ese acuerdo, se evita la subestimación o sobreestimación sobre el costo económico para asegurarlo.

1. INTRODUCCIÓN

En el año de 1890, con la adhesión del Gobierno de México como Estado miembro signatario a la Convención del metro, nuestro país se unió al perfeccionamiento y a la uniformidad de las pesas y medidas utilizadas en el mundo.

El prototipo nacional de longitud metro № 25 se adquirió en el año de 1895 con un costo de \$ 10 173.00 francos, más otro costo adicional de \$ 535.00 francos por los accesorios auxiliares (Carta de la Legación de los Estados Unidos Mexicanos en París, Francia - 08 de enero de 1895), fabricado con metales preciosos como el platino.

La principal razón para la adquisición del patrón de longitud del metro, fue para tener una sola medida legal, reconocida en el mundo y con ello, simplificar los intercambios, facilitar el comercio y el cobro justo de impuestos.

La Ley General de Bienes Nacionales con el acuerdo por el que se establecen las disposiciones en Materia de Recursos Materiales y Servicios Generales, obliga a las instituciones del gobierno federal e instituciones descentralizadas, asegurar los bienes patrimoniales de la Nación. Para el caso, es difícil estimar la tarifa económica para asegurar este patrón de longitud. Anteriormente lo evaluaban en base a su valor histórico y no el valor comercial de los metales preciosos.

El presente documento presenta los resultados de la medición del valor de masa, el volumen y la densidad media del patrón nacional de longitud metro № 25 de platino iridio y de sus secciones transversales, trabajos que se efectuaron en los laboratorios de metrología de la Dirección de Masa y Densidad.

2. DESARROLLO

Para determinar la masa del patrón de longitud, se modificó el receptor de carga de un comparador de masa. Este comparador se eligió por sus características físicas de construcción y cualidades metrológicas necesarias para llevar a cabo el objetivo principal: determinar la masa del patrón de longitud. El comparador seleccionado se modificó para realizar comparaciones de masa con las siguientes especificaciones técnicas:

Capacidad de medida: desde 50 g hasta 10 kg.

Intervalo eléctrico de medida: 0 hasta 50 g

División real de medida: 0.001 g

Desviación estándar experimental: < 0.002 g

Debido a que el patrón de longitud es una barra de proporciones inusuales para el receptor de carga se empleó un nivelador mecánico de rodamientos para minimizar los efectos sistemáticos de posición debido a la excentricidad de carga (Fig. 1).



Fig. 1. nivelador mecánico de rodamientos.

Este dispositivo de rodamientos ayudo a obtener indicaciones repetitivas del instrumento de comparación evitando los efectos sistemáticos debidos a la excentricidad del receptor de carga del

instrumento de comparación como se muestra en la Fig 2.

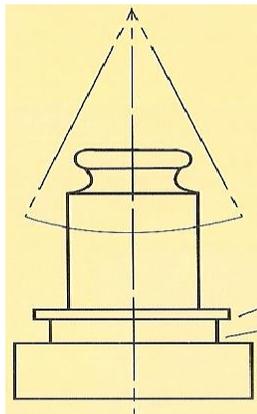


Fig. 2. Efecto de nivelación.

Complementado el sistema de medida, se emplearon contrapesos en forma de disco para compensar las cargas dentro del intervalo eléctrico de medida del comparador y se emplearon patrones de masa de la mejor clase de exactitud disponible (Clase OIML E1), calibrados en el Laboratorio de Patrones de Referencia y del Laboratorio de Pequeñas Masas, pertenecientes a la Dirección de Masa y Densidad de la Dirección General de Metrología Mecánica del CENAM.

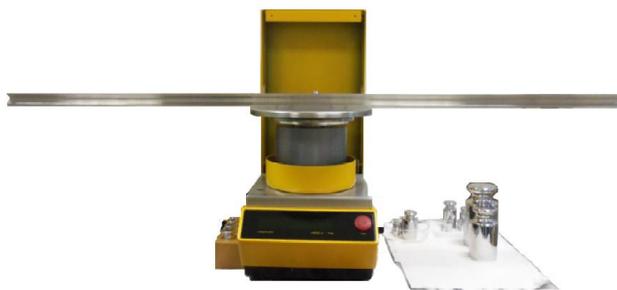


Fig. 3. Medición de la masa del patrón de longitud ϕ l 25 por comparación directa con pesas patrón.

Complementando el sistema se requirió la determinación del volumen, magnitud necesaria para evaluar la masa de un objeto o cuerpo. Por las características físicas del patrón nacional de longitud es difícil determinar su volumen por pesada hidrostática por lo que se consideró determinar el volumen de las dos secciones transversales (A25 y B25), con los valores, se asignó una densidad media del material de fabricación.

3. RESULTADOS

Determinación de masa

Descripción	Masa	Inc. (k=2)
Patrón de longitud ϕ l 25	3 328.3149 g	0.0018 g
Sección transversal "A"	50.119 360 g	0.000 020 g
Sección transversal "B"	50.483 537 g	0.000 020 g

Determinación de volumen

Descripción	Volumen	Inc. (k=2)
Patrón de longitud ϕ l 25	154.73 cm ³	0.43 cm ³
Sección transversal "A"	2.3298 cm ³	0.0043 cm ³
Sección transversal "B"	2.3473 cm ³	0.0040 cm ³

Densidad media del material

Descripción	Densidad media	Inc. (k=2)
Patrón de longitud ϕ l 25	21.512 g/cm ³	0.060 g/cm ³
Sección transversal "A"	21.514 g/cm ³	0.040 g/cm ³
Sección transversal "B"	21.510 g/cm ³	0.040 g/cm ³

4. DISCUSIÓN

Con los resultados obtenidos, se completa la caracterización de este patrón y esta información formara parte de su archivo histórico en el museo.

5. CONCLUSIONES

Con los resultados de este trabajo se podrá estimar apropiadamente la tarifa comercial para asegurar el patrón de longitud fabricado en platino iridio en función de: su valor histórico y por su valor intrínseco comercial en el rubro de los metales precisos.

REFERENCIAS

- [1] Bitácora de Servicios de calibración del laboratorio de Pequeñas Masas (F005) del CENAM.

TRAZABILIDAD E INCERTIDUMBRE EN MEDICIONES CALORIMÉTRICAS

Juan Antonio Guardado Pérez¹, Dora Marina Gutierrez Avella²

¹Centro Nacional de Metrología, Carretera a los Cués km 4.5, 76246 El Marqués, Qro.

²Facultad de Química, U.A.Q., Centro Universitario Cerro de las Campanas, Querétaro, Qro.

(52) 442 211 0500 ext. 3908 jguardad@cenam.mx

Resumen: La medición de la energía química a nivel laboratorio se realiza generalmente por medio del cambio de temperatura asociado a los procesos fisicoquímicos involucrados, lo cual es el campo de la calorimetría. La trazabilidad en las mediciones calorimétricas se logra por medio de materiales de referencia de manera relativamente sencilla sin embargo, la estimación de incertidumbre puede ser una tarea compleja por el número de variables que intervienen. En este trabajo se realiza un análisis tanto teórico como práctico del proceso de fusión de una sustancia asociado con su pureza, así mismo se analiza su incertidumbre y su trazabilidad.

1. INTRODUCCIÓN

La energía asociada a las reacciones químicas es una magnitud de primera importancia a nivel industrial y a nivel de laboratorio. La energía de los procesos industriales depende de la energía de los procesos fisicoquímicos asociados, Así pues, la medición de la energía de un proceso industrial inicia con la medición en el laboratorio de los procesos fisicoquímicos elementales asociados.

Existe una variedad de metodología para medir la energía de una reacción química en el laboratorio. Sin embargo, la forma más sencilla y más extensamente utilizada es por medio de la medición de algún cambio de temperatura asociado a la energía de un proceso utilizando un calorímetro.

La trazabilidad de la energía medida calorimétricamente se establece a partir de la calibración del calorímetro. Los calorímetros de alta exactitud son calibrados eléctricamente mediante efecto Joule pero la gran mayoría se calibran mediante materiales de referencia certificados en energía o en temperatura.

La incertidumbre en la medición de la energía depende de la medición de la temperatura pero también de todas las variables involucradas en el modelo matemático que relaciona la energía con la temperatura y esta relación puede llegar a ser bastante compleja. Como un ejemplo relativamente sencillo pero ilustrativo de cómo se evalúa la incertidumbre en calorimetría se analiza en seguida la medición de la pureza de una sustancia a partir de la temperatura de fusión por calorimetría diferencia de barrido.

2. MEDICIÓN DE PUREZA QUÍMICA POR CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO

El método de determinación de pureza química por medio calorimétrico se basa en la dependencia entre el punto de fusión de una sustancia y su contenido de impurezas la cual se expresa mediante la siguiente relación termodinámica

$$\frac{1}{T} = \frac{1}{T_0} + \frac{R}{\Delta_{fus}H_A} x_B$$

donde T es la temperatura de fusión de la sustancia A , x_B es la fracción molar de las impurezas contenidas en A ; $\Delta_{fus}H_A$ es su entalpía de fusión, R es la constante universal de los gases y T_0 , es el punto de fusión de A cuando el contenido de impurezas es cero.

La entalpía de fusión de la sustancia se determina a partir de la integración de la curva diferencial de temperatura como sigue, k es una constante que se determina con la calibración del instrumento,

$$\Delta_{fus}H = k \int_{T_i}^{T_f} \Delta T \cdot dt$$

De esta forma, el contenido de x_B , o bien la pureza $x_A = (1 - x_B)$ de una sustancia A se determina a partir de la medición de la temperatura y de la entalpía de fusión por calorimetría.

La figura 1 muestra un esquema de la cámara de medición del calorímetro

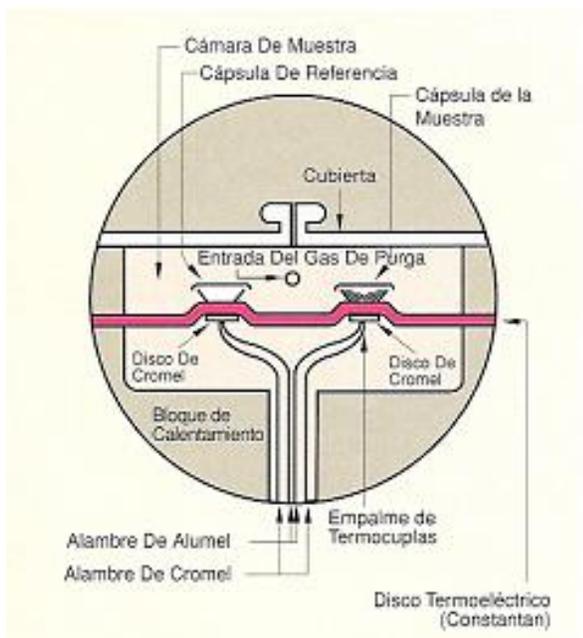


Fig. 1. Celda de medición del calorímetro.

3. RESULTADOS

El calorímetro diferencia de barrido, marca TA Instruments, modelo 2920, utilizado para este trabajo fue calibrado utilizando el material de referencia certificado SRM 2232. Se analizaron diferentes muestras comerciales de o-xileno. Los resultados de estos experimentos se presentan en la siguiente tabla

Tabla 1. Resultados del análisis de pureza de o-xilenos comerciales.

Muestra	Masa mg	x_b mol/mol	Pureza mol/mol	Promedio Desv. Est.
99%	4.068	0.01249	0.98751	0.98738 0.00050
		0.01297	0.98703	
		0.01305	0.98695	
		0.01278	0.98722	
99%	3.394	0.01162	0.98838	0.98738 0.00050
		0.01245	0.98755	
98%	2.143	0.00585	0.99415	0.99404 0.00023
		0.00602	0.99398	
		0.00625	0.99375	
		0.00573	0.99427	

Estos resultados muestran que el valor de pureza determinado por calorimetría no es consistente con la pureza del proveedor de la sustancia, hecho poco significativo para los propósitos del trabajo.

La estimación de la incertidumbre se realizó siguiendo las referencias 1 y 2.

Tabla 2. Incertidumbre de medición.

Fuente	Valor	Incert.	unidades
Pendiente	4.4632E-06	5.3E-09	1/K
Entalpía fus.	16500	2000	J/mol
Cte. gases	8.314472	1.5E-05	J/(mol K)
Impur. (x_B)	0.0089	0.0011	mol/mol
Pureza	0.9911	0.0011	mol/mol
Incertidumbre por repetibilidad			
Pureza	0.99037	0.00035	mol/mol
Incertidumbre combinada			
Pureza	0.9904	0.0011	mol/mol

4. DISCUSIÓN

Existe una variedad de calorímetros comerciales adecuados a diferentes aplicaciones. El calorímetro diferencial de barrido utilizado para este trabajo tiene las ventajas de su versatilidad para realizar mediciones muy variadas y requiere una cantidad de muestra de unos cuantos miligramos. Pero tiene limitaciones, la capacidad calorífica del calorímetro es demasiado grande comparada con la capacidad calorífica de unos cuantos miligramos de muestra lo que hace la medición de la temperatura y de la energía sea poco exacta como para pretenderse como patrones de alta exactitud.

5. CONCLUSIONES

Se realizaron mediciones de entalpía y temperatura de fusión en un material con fines de determinar su pureza.

Este experimento es muy ilustrativo para revisar los aspectos metroológicos de este tipo de mediciones y podría tomarse como un ejemplo para otras aplicaciones calorimétricas.

Se pudo observar que para una buena medición es fundamental el conocimiento del principio de medición y del funcionamiento del calorímetro.

REFERENCIAS

[1] "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement", BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, OIML (1995).
 [2] "Quantifying Uncertainty in Analytical Measurements", EURACHEM/CITAC Guide, Second Edition (2000).

ESTUDIO PILOTO PARA LA CALIBRACIÓN DE MEDIDORES DE FLUJO DE GAS EN PAÍSES MIEMBROS DEL SIM

Juan Carlos Gervacio, Roberto Arias Romero
John Wright³, Henry Abril⁴, Carlos Ochoa⁵, Sergio Lupo⁶

CENTRO NACIONAL DE METROLOGIA
52 442 2110500 ext. 3813, jgervaci@cenam.mx

Resumen: Se presentan los resultados de las actividades del estudio piloto en medición y calibración de medidores de caudal de gas a baja presión (presión atmosférica) en el intervalo de medida de (2 a 100) m³/h; iniciada en el año 2013 y finalizada en el 2015, con la participación de diversos países miembros del Sistema Interamericano de Metrología (SIM). Para esta actividad se usó un medidor rotativo G65 de características especiales, siendo el laboratorio responsable de la organización del estudio.

1. INTRODUCCIÓN

Un estudio piloto es un mecanismo de comparación empleado por la comunidad metrológica internacional para compartir experiencias sobre métodos o procedimientos de calibración novedosos para alguno(s) de los participantes. Normalmente, los estudios piloto anteceden a los proyectos de intercomparación formales.

El Grupo de Trabajo de Flujo y Volumen (WG10) del Sistema Interamericano de Metrología (SIM), decidió durante su reunión de trabajo celebrada en octubre de 2012, en Querétaro, México, la realización de un estudio piloto en el campo de las mediciones de flujo de gas, a baja presión, con la finalidad de apoyar el desarrollo de los “nuevos” laboratorios de metrología del SIM; en este campo de la metrología.

Durante la ejecución de este estudio piloto, un metrólogo realizó la transportación del medidor de transferencia desde el CENAM hacia cada uno de los institutos participantes, con la premisa de compartir experiencias y consejos relacionados con las prácticas de instalación del medidor, y su calibración.

2. PARTICIPANTES

Participaron en esta actividad los laboratorios primarios de medición de flujo de gas de los Institutos Nacionales de Metrología de Estados Unidos de Norteamérica (NIST), de México (CENAM), de Perú (INACAL) y de Argentina (INTI); además de un

laboratorio secundario acreditado de Colombia (Corporación CDT de Gas).

En el NIST el patrón de transferencia fue calibrado usando como referencia un sistema de medición basado en toberas de flujo crítico. En CENAM la calibración fue realizada usando un como referencia un patrón primario tipo campana de 500 L de desplazamiento. El INACAL y la Corporación CDT de Gas calibraron el patrón de transferencia usando medidores del tipo rotativo como patrones de referencia. En el INTI, el patrón de transferencia fue calibrado usando un patrón tipo campana y un medidor rotativo de desplazamiento positivo.

3. PATRÓN DE TRANSFERENCIA (PT)

El patrón de transferencia es un medidor de desplazamiento positivo tipo rotativo de la marca ITRON de nueva generación, con características especiales, adquirido con dos transmisores de pulsos de alta frecuencia, para minimizar la contribución a la incertidumbre por resolución en la señal de salida de los pulsos. Entre las características principales del medidor se destacan las siguientes:

Principio:	desplazamiento positivo, rotativo
Marca:	ITRON, Delta S1-Flow
Tamaño:	G65
p_{max} :	50 bar
Diámetro:	DN50
Intervalo:	(0.5 – 100) m ³ /h
Factor K:	20 700 pulsos/m ³

³ National Institute of Standards and Technology, USA

⁴ Corporación CDT de Gas, Colombia

⁵ Instituto Nacional de Calidad, Perú

⁶ Instituto Nacional de Tecnología Industrial, Argentina

4. PROCEDIMIENTO DE MEDICIÓN

Las pruebas se realizaron conforme a los procedimientos usuales de cada laboratorio, según se declara en cada informe, y asegurando la trazabilidad de sus resultados a la realización de la unidades base del SI.

1. La instalación del medidor de flujo se realizó en posición horizontal.
2. Las pruebas se realizaron a una presión cercana a la presión atmosférica local, temperatura cercanas a 20 °C y usando aire húmedo como fluido de trabajo.
3. La presión de referencia del patrón de transferencia p_m , se midió en la toma "aguas abajo" (salida del medidor), tal como se observa en la Fig. 1.
4. La medición de temperatura se realizó en la toma ubicada aguas arriba del medidor.

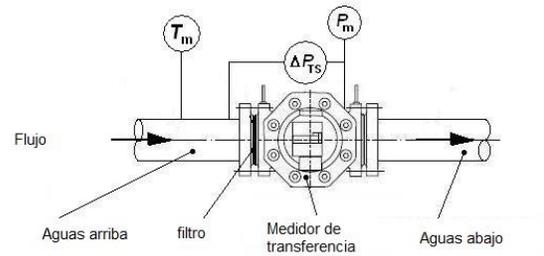


Fig. 1. Recomendaciones de instalación del medidor.

5. RESULTADOS

El resultado informado fue el error del medidor, que es la relación entre el volumen indicado por el patrón de transferencia V_{pt} , y el volumen medido en el patrón de referencia V_{pr} , bajo ciertas condiciones de presión y temperatura, de acuerdo con la siguiente expresión,

$$E_{MT} / \% = \left[\frac{V_{pt} \cdot p_{pt} \cdot T_{pr}}{V_{pr} \cdot p_{pr} \cdot T_{pt}} - 1 \right] \times 100 \quad (1)$$

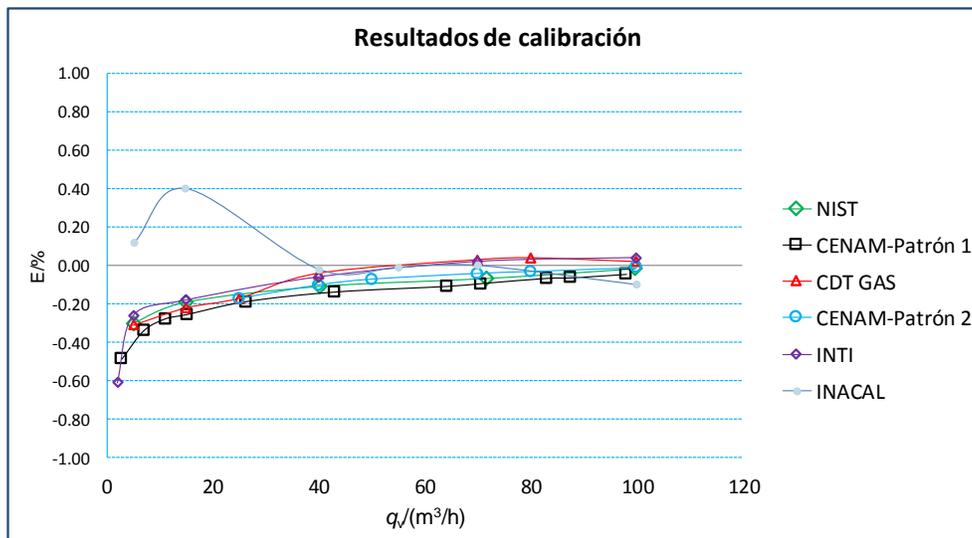


Fig. 2. Resultados de calibración obtenidos por los participantes del estudio piloto.

De acuerdo con los datos proporcionados por los participantes (ver fig. 2), el nivel de equivalencia entre los participantes es del orden de 0.12 % para caudales mayores que 40 m³/h; y solo el INACAL resultó inconsistente en los caudales menores que 40

m³/h. Estos resultados se juzgan como sobresalientes, tratándose de un estudio piloto. Agradecimiento especial para el PTB de Alemania por el apoyo financiero para los miembros de SURAMET y ANDIMET, específicamente para la ejecución de este proyecto.

ANÁLISIS DE LA CONVERSIÓN DE HUMEDAD RELATIVA A TEMPERATURA DE PUNTO DE ROCÍO O ESCARCHA

Dávila P. Jesús, Martines L. Enrique
 Centro Nacional de Metrología
 Carretera a Los Cués, km 4.5, El Marqués, Qro. C. P. 76246
 (442) 2110500 ext. 3395, jdavila@cenam.mx

Resumen: La humedad se puede expresar en términos de diferentes magnitudes y todas representan la misma cantidad de vapor de agua en un gas. También existen diferentes métodos para medir la humedad y se pueden clasificar como directos o indirectos. Un método directo mide la magnitud de interés (por ejemplo la temperatura de punto de rocío o escarcha por espejo enfriado), que junto con la medición de temperatura y presión es posible realizar la conversión a otras magnitudes de humedad. La medición de humedad relativa se realiza por métodos indirectos con sensores capacitivos, resistivos, cerámicos entre otros. En este trabajo se analiza la conversión de bajos valores de humedad relativa a temperatura de punto de escarcha y se realiza la estimación de la incertidumbre debida a la conversión, se discute la conveniencia y limitaciones de esta práctica.

1. INTRODUCCIÓN

La humedad es una propiedad que describe el contenido de vapor de agua presente en un gas, el cual se puede expresar en términos de varias magnitudes. Algunas de ellas se pueden medir directamente y otras se pueden calcular a partir de magnitudes medidas [1].

La selección de una magnitud de humedad depende de la aplicación. Generalmente para bajas concentraciones de humedad se expresan en términos de humedad absoluta, temperatura de punto de escarcha, partes por millón por volumen (PPMv) o partes por millón por peso (PPMw).

Algunos instrumentos han incorporado opciones para mostrar valores de otras magnitudes calculadas a partir de valores obtenidos de una magnitud dada. Para asociar un valor de incertidumbre a los valores calculados que despliegan algunos medidores de humedad, es necesario diferenciar entre el valor medido y el valor calculado y propagar la incertidumbre del primero al segundo [2].

Para bajos valores de humedad se deben considerar las limitaciones del principio de medición o incluso de las mismas definiciones de humedad.

En este trabajo se presenta un caso comúnmente usado en la práctica: la conversión de humedad relativa a temperatura de punto de rocío o escarcha. También se presenta la propagación de incertidumbre y la discusión de los resultados.

2. DEFINICIONES DE HUMEDAD

Temperatura de punto de rocío (t_d): es la temperatura a la que se condensa el vapor de agua cuando el gas se enfría a presión constante [2].

Humedad relativa (HR): cociente entre la fracción molar de vapor de agua en un espacio dado y la fracción molar del vapor de agua en su condición de saturación [2].

La humedad relativa y la temperatura de punto de rocío se relacionan por la ecuación

$$HR = \frac{e(T_d)}{e(T)} \quad (1)$$

Donde $e(T)$ es la presión de vapor de agua una temperatura (Pa) T ; T_d es la temperatura de punto de rocío (K); T es la temperatura ambiente (K).

El cálculo de $e(T)$ está descrito en [4].

3. CONVERSIÓN

La conversión de HR a T_d se obtiene de sustitución de valores de T y T_d en la ecuación 1.

Para calcular el valor de T_d a partir de HR se usa la ecuación (1) que relaciona ambas magnitudes.

Debido a que no es posible despejar el valor de T_d directamente, se requiere solucionar la ecuación $F=0$ para T_d , donde

$$F = e(T_d) - HR \cdot e(T) \tag{2}$$

4. PROPAGACIÓN DE INCERTIDUMBRE

Estimación de la incertidumbre de T_f (o T_d) sobre la base de mediciones de humedad relativa y temperatura se realiza al aplicar la GUM [3] a la ecuación (2)

$$u(T_{f/d}) = \sqrt{\left(\frac{\partial T_{f/d}}{\partial HR} u_{HR}\right)^2 + \left(\frac{\partial T_{f/d}}{\partial e(T)} u_{e(T)}\right)^2} \tag{3}$$

5. RESULTADOS

Se realizó la conversión de Humedad Relativa a temperatura de punto de escarcha tf en el intervalo 0.01 %HR a 10 % HR. En la figura 1 se muestra el resultado de la conversión y el coeficiente de sensibilidad de tf con respecto a HR .

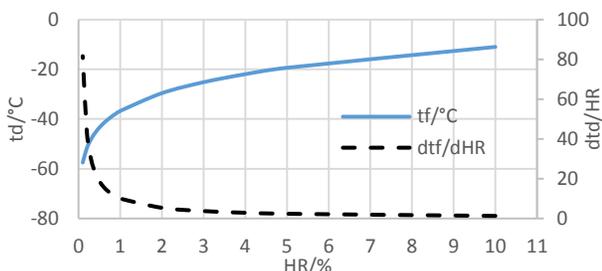


Fig. 1. Conversión de HR a tf .

En la tabla 1 se muestran los resultados de la propagación de incertidumbre en la conversión de HR a tf para el intervalo de 0.1 %HR a 10 %HR. Se consideró un higrómetro con incertidumbre de medida de 0.2 %HR ($k=1$). Los cálculos se realizaron para un valor de temperatura de 22 °C con incertidumbre de medida de 0.1 °C ($k=1$).

Tabla 1. Resultados de propagación de incertidumbre en la conversión de HR a tf .

%HR	$tf / ^\circ C$	$u_{tf} / ^\circ C$
10	-11.01	0.20
5	-19.40	0.47
1	-36.76	2.00
0.8	-38.97	2.44
0.6	-41.74	3.17
0.4	-45.53	4.59
0.2	-51.71	8.65
0.1	-57.53	16.32

6. DISCUSIÓN

Regularmente los medidores de HR tienen especificados intervalo desde 0 %HR a 100 %HR, lo que hace suponer al usuario que con este instrumento se puede dar trazabilidad a mediciones de temperatura de punto de escarcha en el intervalo equivalente, lo cual no es posible en la práctica ya que la mayoría de los medidores de HR tienen limitaciones a valores bajos de HR . En la Figura 3 se muestra una gráfica de la conversión HR y T_f donde se observa que a bajas concentraciones de humedad existe un valor elevado de sensibilidad. Adicionalmente, a valores de HR menores a 1% la incertidumbre por conversión crece considerablemente, por lo que es impráctico realizar la conversión y en tal caso es más conveniente usar un medidor de temperatura de punto de rocío.

7. CONCLUSIONES

La conversión de humedad relativa a punto de rocío es posible de acuerdo a la definición, sin embargo el resultado se debe interpretar de manera adecuada.

De la conversión se observó que para valores menores a 5 %HR se tiene un elevado coeficiente de sensibilidad. De lo anterior se tiene un impacto en la exactitud del resultado de la conversión.

Aunado a lo antes expuesto, la medición de humedad relativa con frecuencia se usa para dar trazabilidad a mediciones de temperatura de punto de rocío, lo cual es válido en un intervalo razonable de HR , temperatura y presión.

REFERENCIAS

- [1] Martines E. "Definiciones de humedad y su equivalencia", Encuentro Nacional de Metrología Eléctrica, 2007.
- [2] Dávila J. "Propagación de incertidumbre en la conversión de algunas magnitudes de humedad", Simposio de Metrología, 2006.
- [3] ISO GUM, "Guide to expression of the uncertainty in Measurement". BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAP, IUPAC, OIML, 2008.
- [4] Hardy B. "ITS-90 Formulation for vapor pressure, frost Point temperatura, dew point temperatura, and enhancement factors in the range -100 °C to +100 °C".

CASOS DONDE LA DEFINICIÓN DE HUMEDAD RELATIVA DA LUGAR A INTERPRETACIONES INCORRECTAS

Dávila P. Jesús, Martines L. Enrique
 Centro Nacional de Metrología
 Carretera a Los Cués, km 4.5, El Marqués, Qro. C. P. 76240
 (442) 2110500 ext. 3395, jdavila@cenam.mx

Resumen: La humedad relativa se define como el cociente entre la presión de vapor de agua a una temperatura y presión dadas y la presión de vapor en su condición de saturación a las mismas condiciones de temperatura y presión. Cuando esta definición se usa a temperaturas de punto de rocío inferiores a 0°C se pueden presentar dos condiciones de saturación, de las cuales se debe especificar la condición que se presenta, de lo contrario se pueden obtener valores incorrectos de humedad relativa. De igual forma en aplicaciones de alta temperatura la definición de humedad relativa puede no ser aplicable. En este trabajo se presentan algunos casos en los que el uso inadecuado de la definición de la humedad relativa da lugar a errores o malas interpretaciones sobre la humedad en un gas.

1. INTRODUCCIÓN

La definición de humedad relativa relaciona la presión de vapor de agua a una temperatura y presión dadas, con la presión de vapor en su condición de saturación a la misma temperatura y presión. De acuerdo a esta definición, cualquier valor de humedad relativa debe acompañarse con la temperatura y la presión de la muestra de aire.

En aplicaciones de alta temperatura (>100 °C) esta definición no se puede usar debido a que la presión de vapor es mayor que la presión atmosférica; es decir que la saturación no se puede alcanzar experimentalmente [1].

Por otro lado, en condiciones de baja humedad (<0 °C) la condición de saturación puede obtenerse respecto a una capa de agua en la fase líquida (temperatura de punto de rocío) o en su fase sólida (temperatura de punto de escarcha). Cuando no se especifica la condición se puede incurrir en errores al calcular la humedad relativa.

Finalmente, en aplicaciones donde se requiere hacer mediciones al vacío (como es el caso de secado de muchos materiales), la presión total es igual a la presión de vapor de agua [2]. En esta condición tampoco es posible aplicar la definición descrita.

En este trabajo se discuten algunos casos donde se presentan complicaciones para aplicar la definición tradicional de humedad relativa y se presentan alternativas que se han propuesto para atender el problema.

2. CONCEPTO DE HUMEDAD RELATIVA

La humedad relativa se define como el cociente de la fracción molar de agua a una temperatura y presión dadas entre la fracción de molar de vapor de agua en su condición de saturación a la misma temperatura y presión. En forma práctica la humedad relativa se puede calcular como:

$$HR/\% = \frac{e(T_d)}{e(T)} \cdot 100 \quad (1)$$

Donde $e(T_d)$ es la presión de vapor de agua en la muestra a la temperatura de punto de rocío T_d y representa la condición en la que el vapor de agua empieza a condensarse. $e(T)$ es la presión de vapor de agua en condición de saturación a una temperatura T y presión P , y representa la presión de vapor máxima que puede tener una muestra de aire a la temperatura T y presión P .

En la ecuación (1) se cumple que $e(T) < P$.

Es importante aclarar que para aplicar la definición dada por la ecuación (1) se requiere que la saturación sea realizable experimentalmente, además que debe cumplirse que $e(T) \geq e(T_d)$.

3. ANÁLISIS DE LA DEFINICIÓN

Se discuten algunos casos prácticos donde la definición tradicional de humedad relativa genera confusión o errores al usarla.

i. Para muestras con bajos contenidos de HR, la temperatura de condensación puede ser menor que 0 °C, lo que implica que en el numerador de la ecuación (1) se pueden presentar dos condiciones: a) que se forme una capa de agua (agua subenfriada) o que se forme una capa de hielo. Si no se identifica la condición de condensación/solidificación se pueden presentar errores significativos en el cálculo de la humedad relativa (Figura 1). En el caso que se presenta se pueden generar errores de aproximadamente 3 %HR.

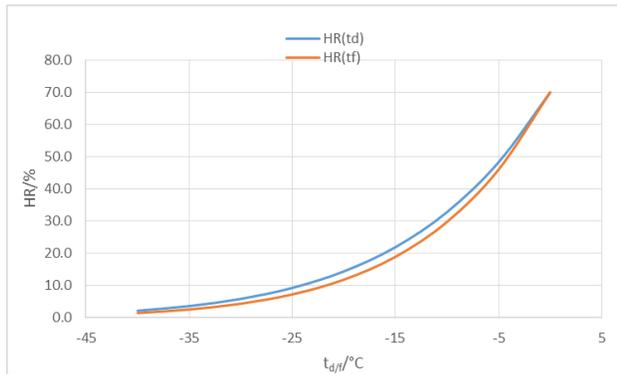


Fig. 1. Valores calculados de HR cuando no se puede distinguir entre rocío y escarcha.

ii. Cuando la temperatura de la muestra es menor que 0 °C, entonces en el denominador de (1) se pueden presentar dos condiciones de saturación. En el primer caso se refiere cuando la saturación se alcanza respecto a una capa de agua líquida, y en el segundo cuando la saturación se alcanza respecto a una capa de hielo. Lo anterior genera errores (≈ 0.1 %HR) en el cálculo de la humedad relativa. Este valor puede ser representativo en la conversión de humedad relativa a temperatura de punto de escarcha.

iii. Este caso considera procesos de alta temperatura (t>100 °C) como es el secado de madera, donde se requiere medir la humedad relativa durante el proceso. La complicación se presenta porque en el secado a alta temperatura y presión atmosférica, la presión de vapor es mayor que la presión atmosférica, por lo que no se puede alcanzar la saturación de manera natural [1]. Es decir no se cumplen las condiciones establecidas en la definición.

Al no alcanzarse la condición de saturación no es posible aplicar la ecuación (1). En este caso es conveniente redefinir la humedad relativa y producir la saturación de vapor de agua de manera artificial.

En [1] y [2] se hacen propuestas al respecto. Aquí se propone la definición,

$$HR / \% = \left\{ \begin{array}{ll} \frac{e(T_d)}{e(T)} \cdot 100 & \text{si } P > e(T) \\ \frac{e'(T)}{e'(T)} \cdot 100 & \text{si } P < e(T) \end{array} \right\} \quad (2)$$

En la ecuación (2), P es la presión total en la saturación, $e'(T)$ es la presión de saturación de vapor de agua, la cual se puede alcanzar adicionando vapor de agua y extrayendo aire seco [2] (Figura 2).

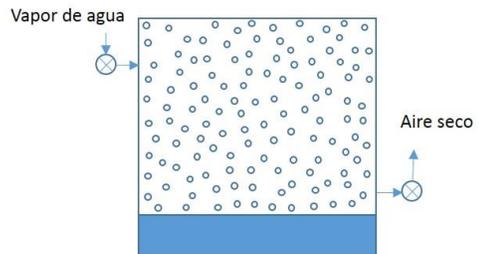


Fig. 2. Proceso de saturación artificial a temperaturas mayores del punto de ebullición.

iv. El cuarto caso se refiere a mediciones de humedad relativa en condiciones de vacío; en particular este caso se presenta en el secado de materiales al vacío, en los que se tienen presiones de vacío moderadas. En este caso al extraer el aire húmedo presente, la presión total se reduce hasta la presión del vapor de agua actual presente, lo que propicia un estado de saturación permanente, por lo que $e(T_d)$ no está definido.

4. CONCLUSIONES

Se presentaron cuatro casos donde el uso de la definición tradicional de HR no es posible aplicarse, en los cuales es necesario usar una definición complementaria.

REFERENCIAS

[1] N. Bose, H. Mitter, "Calculation and measurement of humidity at temperaturas higher than 100 °C", Proceedings of TEMPMEKO2004, pag.. 689-695, 2004.
 [2] J. M. Lovell-Smith, H. Pearson, "On the concept of relative humidity", Metrologia, vol. 43, pag. 129-134, 2006.

COMPARACIÓN DE TÉCNICAS DE INSTRUMENTACIÓN PARA MEDIR AISLAMIENTO SONORO EN LABORATORIO

Antonio Bautista Kuri, Santiago J. Pérez Ruiz y Ricardo Dorantes Escamilla
 Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico, UNAM
 56228602, ext. 1196; abkuri@yahoo.com.mx

Resumen: Los procedimientos de medición del aislamiento sonoro, se han diseñado tanto para condiciones de laboratorio como para medición en campo (in situ). En el presente trabajo se abordan dos técnicas de medición de aislamiento sonoro en laboratorio, que se han puesto en práctica. En el Laboratorio de Acústica y Vibraciones del CCADET-UNAM, se ha puesto especial énfasis en la instrumentación utilizada, ya que ésta evoluciona rápidamente y es posible tener un procedimiento de medición obsoleto. Se discuten algunos aspectos de la facilidad o dificultad para cumplir con los requisitos que impone la normatividad internacional vigente ISO 10140-2:2010.

1. INTRODUCCIÓN

En los últimos años la Acústica Arquitectónica, ha mudado su interés científico de estudiar recintos de gran volumen como: teatros, auditorios, salas de concierto, etc., a estudiar recintos de volumen pequeño, menores a 300 m³, tales como viviendas, aulas, escuelas, etc. Incluso se ha derivado una nueva disciplina, la Acústica de Edificios (Building Acoustics). En esta rama del conocimiento, se ve reflejada, entre otros temas, al creciente interés de dotar a las viviendas de condiciones de protección y de bienestar que no deterioren la salud física y mental de las personas que habitan en ellas. El aislamiento sonoro es una de éstas características, y es un aspecto que toda vivienda debe satisfacer y lograrlo, representa un reto científico - tecnológico.

2. PROCEDIMIENTOS E INSTRUMENTACIÓN

Todas las mediciones se realizaron en la Cámara de Transmisión (CT) del Laboratorio de Acústica y Vibraciones del CCADET-UNAM. Los procedimientos de medición se realizaron de acuerdo a la norma ISO 10140-2:2010. En la figura 1 se muestra un esquema de los arreglos experimentales utilizados.

Para el caso (a), se utilizó un Analizador de dos canales, por filtrado digital, marca Bruel & Kjaer modelo 2133. En el caso (b) se empleó un sonómetro analizador de dos canales marca Bruel & Kjaer, modelo 2270, con un programa especializado para Aislamiento Sonoro. El resto de la instrumentación utilizada es común para los dos procedimientos, es decir los micrófonos de medición, preamplificadores, fuente omnidireccional, y los sistemas de rotación

son los mismos en las dos configuraciones de medición.

La norma ISO 10140-2:2010, establece como procedimiento de medición. Determinar la potencia sonora incidente y la potencia sonora transmitida, las potencias se determinan (estiman) mediante el promedio espacial de la presión sonora; a esta cantidad hay que restar la potencia absorbida por la cámara receptora. Este procedimiento se resume en la siguiente ecuación:

$$R = L_1 - L_2 + 10 \log_{10} \left(\frac{S}{A} \right) \quad (1)$$

Donde: R es el Aislamiento Sonoro o Índice de Reducción Sonora. L_1 es nivel promedio en energía en recinto emisor o fuente, L_2 es nivel promedio en energía en el recinto receptor; S es el área de la muestra de prueba en m²; A Es el área equivalente de absorción sonora, también en m².

El valor promedio en energía es, en general, definida como:

$$L = 10 \log_{10} \left[\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n 10^{L_i/10} \right] \quad (2)$$

Para determinar el área equivalente de absorción sonora se utiliza la ecuación de Sabine, por lo que la ecuación (1) se modifica a:

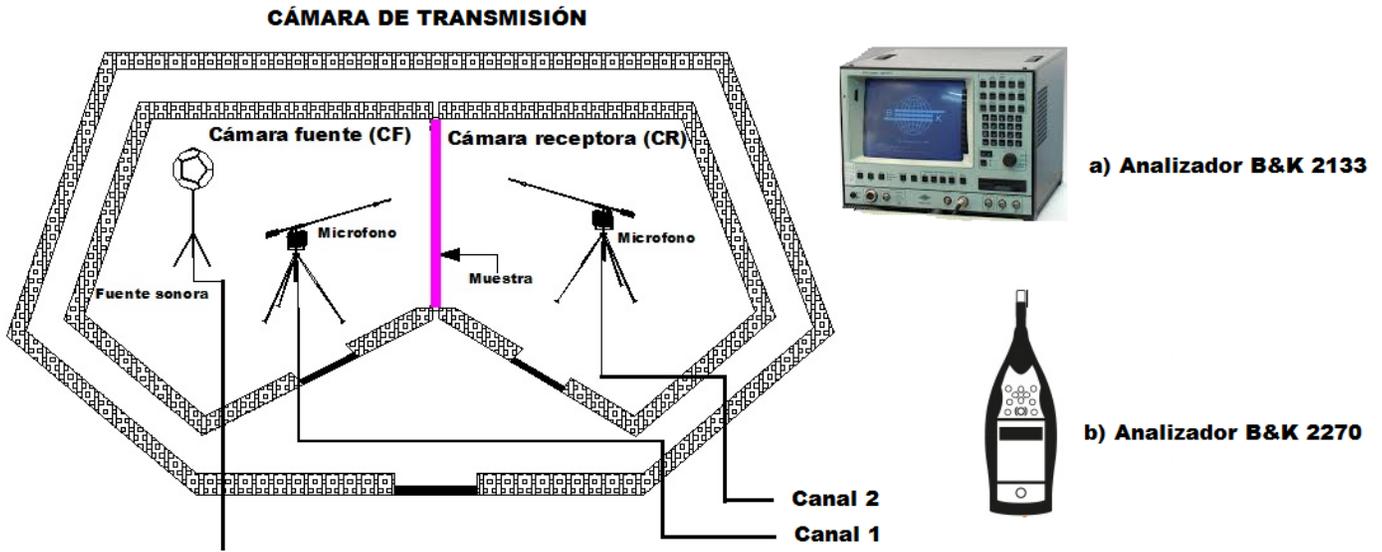


Fig. 1. Instrumentación utilizada.

$$R = L_1 - L_2 + 10 \log_{10}(T_R) + 10 \log_{10}\left(\frac{S}{0.16V}\right) \quad (3)$$

Donde T_R es el tiempo de reverberación en el recinto receptor y V es el volumen del recinto receptor.

La muestra es un muro de Block con 8 alveolos de densidad de 231 kg/m³, de dimensiones de 12 X 20 X 40 cm.

3. RESULTADOS

En la graficas de la figura 2 se muestra los valores promedio y su desviación normal de los métodos de medición.

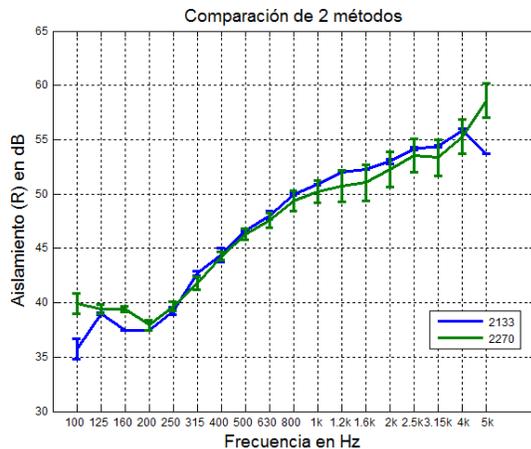


Fig. 2. Resultados de la comparación.

Como puede verse los resultados son razonablemente semejante. Sin embargo, es necesario realizar un análisis de la propagación de errores para definir qué método tiene un error menor. Dicho análisis se mostrará más adelante

4. CONCLUSIONES

Se compararon dos procedimientos de medición utilizando la misma cámara de transmisión, micrófonos, preamplificadores y fuente de excitación, pero distinto equipo de análisis. Las diferencias se encuentran dentro de los intervalos de incertidumbre esperados, en la gama de frecuencia de 100 Hz a 5 KHz.

AGRADECIMIENTOS

Este proyecto cuenta con apoyo de CONACYT a través del proyecto No 213883.

REFERENCIAS

[1] ISO 10140-2: 2010. Laboratory Measurement of Sound Insulation of Building Elements. Part 2. Measurement of Airborne Sound Insulation
 [2] C. Hopkins, "Sound Insulation", Ed. Elsevier 2007.

REFURBISHING THE NIST 4.45 MN DEADWEIGHT FORCE STANDARD MACHINE

Rick Seifarth, Mass and Force Group
National Institute of Standards and Technology
Gaithersburg, Maryland USA
seifarth@nist.gov

Abstract: Refurbishment of the 4.45 MN (1,000,000 lbf) deadweight machine was undertaken and completed. The newly restored machine has been tested and found to be in excellent operating condition. Numerous procedural steps were followed to assure that repair, recalibration and reassembly were performed correctly and that restart of the machine was performed methodically and with measured patience. Most importantly, the forces realized by all the deadweights in the machine before and after restoration have remained in agreement as shown by repeated measurements performed with a precision referee force transducer over the past 15 years. The consistency of these measurements verifies the absolute value of each realized force data point and substantiates the uncertainties associated with the values. The project will be discussed and validation of machine operation which permits reopening the 4.45 MN force calibration service to customers will be highlighted.

1. INTRODUCTION

The 4.45 MN (1000000 lbf) deadweight machine (DWM) has been in use in the NIST Force Laboratory since 1965 and has performed thousands of measurements during the lifespan of the machine. The machine participated in two multi-year, multi-NMI international key comparisons that assured comparability of measurements throughout the world; participated in several bi-lateral comparisons and has disseminated force units to a worldwide customer base.

2. RATIONALE FOR REFURBISHMENT

The largest NIST Deadweight Force Standard Machine had developed a material anomaly or a form of galling of key structural components inside the weight stack as evidenced by observations documented by staff members of the force laboratory. During machine operation, galling-induced binding of parts that should remain free occurs, and, shock or impact forces were imparted to the entire machine as the bound components are freed during weight unloading. Repair of the components required shutdown of the machine, disassembly of at least part of the weight stack, remachining of affected components, recalibration of all removed weights and reassembly and testing of the rebuilt machine. The machine was out of commission for more than 18 months.

3. RESULTS

Discussion and photographs documenting the material anomalies found after disassembly will be shown. Design drawings will be displayed.

3.1. Results A

The first material damage appeared on the bottom center hub seat of weight no. 5-3 which mated to center stud no. 5-4, also damaged. As suspected, weight nos. 5-3, 5-4 and 5-5 sustained some sort of galling/material damage at the seat/stud interfaces.

3.2. Results B

Concurrently to the ongoing machine work, structural analysis of the conical seated joints in the 4.45 MN machine was performed by members of the Mass and Force Group using finite element modelling. The parametric studies were performed by varying geometry, material constitutive relations and frictional forces at the interface of the convex and concave cones. The results provided insights into the generation of stress at the conical seats and the mechanism by which damage occurred in the high-stress joints. These results also contributed to the selection of tribological and mechanical solutions that were employed to minimize future damage to the interface joints. A full report of this study is published separately.

4. DISCUSSION

All of the weights were calibrated by the large mass staff of the Mass and Force Group. Several weights required the anticipated adjustment of mass values in order to match the nominal values of the weights that were not removed from the machine. The reasons for adjustment were either to compensate for the material removed during machining or to compensate for an original bolt replacement with a new-old-stock bolt. Following adjustment, the adjustment cavities were sealed with stainless steel caps using new-old-stock caps and a 50-year old custom device designed to properly seat the caps into a recessed counter bore at the tops of the cavities.

5. CONCLUSION

Results of the mass calibrations of the 22696 kg masses will be presented and discussed. Results of the startup and force realization and testing procedures will be presented and discussed.

ACKNOWLEDGEMENTS

Relevant personnel and documentation essential to success of the project will be listed.

REFERENCES

- [1] T. W. Bartel, "Uncertainty in NIST Force Measurements", NIST Journal of Research, Vol. 110, No. 6, pp. 589-603, 2005.
- [2] N. Vlajic, A. Chijioke, R. Seifarth, "Stress Analysis of Conical Contact Joints in the NIST 4.45 MN Deadweight Machine", NIST Journal of Research, Vol. 121, pp. 222-237, 2016.

EL IMPACTO DEL NUEVO SISTEMA INTERNACIONAL DE UNIDADES (SI) EN LA METROLOGÍA ELÉCTRICA DE ALTA EXACTITUD

C. David Avilés Castro

CENAM

Carretera a los Cués km 4.5, El Marqués, Querétaro, México

caviles@cenam.mx

Resumen: Este es un artículo de divulgación que pretende responder las siguientes preguntas: ¿Por qué es necesario cambiar el SI?, ¿Cómo cambiará la definición del ampere y por qué?, ¿Cómo se realizará en la práctica el ampere?, ¿Cómo se afectarán el volt y el ohm con el nuevo SI?, ¿Qué ventajas se tendrán de los cambios al SI?

1. INTRODUCCIÓN

El SI está formado por definiciones de siete unidades básicas (metro, kilogramo, segundo, ampere, kelvin, mol y candela), por unidades derivadas y por reglas de escritura [1]. El SI fue creado para establecer un lenguaje universal y coherente, útil para la ciencia, la tecnología, el comercio, etc. El SI es una muy herramienta valiosa, que es posible actualizar cuando se considera conveniente, con el propósito de incorporar los avances y desarrollos en materia de patrones y sistemas de medición, así como para reducir la incertidumbre de las mediciones. El encargado de realizar estos cambios es el CIPM (Comité Internacional de Pesas y Medidas) con la ayuda de diversos Comités Consultivos y el BIPM ("Bureau" Internacional de Pesas y Medidas).

El uso del SI nos asegura la coherencia entre las unidades de medición.

Actualmente el ampere se define de la siguiente manera: El ampere es la corriente eléctrica constante que si es mantenida en dos conductores rectos, paralelos, de longitud infinita, de sección circular despreciable y separados 1m en el vacío, producen entre estos conductores una fuerza igual a 2×10^{-7} newton por metro de longitud. Como parte de esta definición se fijó el valor de la permeabilidad del vacío μ_0 .

2. NECESIDAD DE ACTUALIZAR EL SI

En 2011 el CIPM decidió que es necesario modificar las definiciones del kilogramo (kg), el ampere (A), el kelvin (K), y la mol (mol), para ligarlas a constantes físicas fundamentales [2], estos cambios se materializarán en 2018 con el nuevo SI.

Siendo el ampere la unidad eléctrica de base, se acordó que es necesario cambiar su definición, ya que es totalmente idealista. La definición actual hace mención de condiciones imposibles de lograr en la realidad. De acuerdo a la definición actual, el ampere

se deriva del newton (unidad de fuerza) que es una unidad derivada. Además las mejores realizaciones de esta definición tienen niveles de incertidumbre de partes en 10^{-7} que están muy por debajo de lo que puede lograrse con los patrones cuánticos actuales.

Debido a lo anterior el ampere ya no se realiza en base a su definición. En la actualidad en los laboratorios nacionales de metrología, el ampere se deriva del volt y el ohm ($A=V/\Omega$) reproducidos por medio de efectos cuánticos. El volt se reproduce a través del efecto Josephson y el ohm a través del efecto Hall cuántico (EHC), cuyas ecuaciones son (1) para el efecto Josephson y (2) para el EHC:

$$V_j = n f / K_j ; K_j = 2e / h ; n = 1, 2, 3, \dots (1)$$

$$R_H = R_K / i ; R_K = h / e^2 ; i = 1, 2, 3, \dots (2)$$

3. VALORES CONVENCIONALES PARA LAS CONSTANTES JOSEPHSON Y VON KLITZING

En el año 1990 la incertidumbre del volt y del ohm era de partes en 10^{-7} , debido a que las incertidumbres de los valores de las constantes Josephson K_J y Von Klitzing R_K eran de ese mismo orden, sin embargo, la reproducibilidad del volt y del ohm era de partes en 10^{-8} , esto significa que si los patrones de tensión o resistencia eléctrica se reproducían por medio de estos efectos cuánticos, bajo diferentes condiciones, los resultados coincidían dentro de partes en 10^{-8} . Los valores de K_J y R_K se afinan continuamente en la medida en que se miden con cada vez menor incertidumbre. En 1990 se consideró riesgoso que los laboratorios nacionales usaran diferentes valores para estas constantes. Debido a esto y con la intención de mantener la uniformidad en las mediciones eléctricas de alta exactitud realizadas en el mundo, el CIPM en 1990 decidió definir valores convencionales para las constantes Josephson y Von Klitzing, llamándoles K_{J-90} y R_{K-90} respectivamente, estos valores fueron adoptados con incertidumbre ¡cero!, esto se hizo tomando las

mejores determinaciones de estas constantes en esa fecha. Estos valores se han utilizado en los laboratorios de metrología eléctrica en el mundo hasta la fecha. Las incertidumbres que se reportan en las mediciones de tensión eléctrica y resistencia eléctrica de la más alta exactitud son de partes en 10^{-11} . Sin embargo, si se requiere comparar, por ejemplo, la potencia eléctrica ($P=VI$) con la potencia mecánica ($P=Fv$) en términos del SI, a las bajas incertidumbres de las mediciones del mundo eléctrico hay que “sumarles” las incertidumbres de las constantes K_{J-90} y R_{K-90} , que desde luego no son cero. Esto nos lleva a que en términos del SI, las mediciones de tensión y resistencia eléctrica, que son la base del resto de las magnitudes eléctricas, reproducidas con patrones cuánticos tienen actualmente incertidumbres de partes en 10^{-7} , aunque su reproducibilidad sea actualmente de partes en 10^{-11} .

El fijar valores convencionales para K_{J-90} y R_{K-90} en 1990, permitió mantener la equivalencia entre las mediciones eléctricas de muy alta exactitud, pero limitó la incertidumbre de las mediciones eléctricas (de tensión y resistencia eléctrica) en términos del SI a partes en 10^{-7} .

4. FIJANDO EL VALOR DE ALGUNAS CONSTANTES FUNDAMENTALES

El valor de cualquier magnitud se expresa como el producto de un número por una unidad, por ejemplo, la velocidad de la luz se expresa como: $c = \{c\} [c] = 299\,792\,458 \text{ m/s}$, es decir, el producto del número $\{c\}$ por la unidad $[c]$. En este caso el producto no cambia, ya que es una constante fundamental de la naturaleza y no puede ser cambiada, pero los dos factores de este producto pueden cambiar, de manera que el producto se mantenga constante.

Lo que hace el nuevo SI es fijar el valor del número y de esta manera queda definida la unidad. Esta manera de definir las unidades asegura su estabilidad en el tiempo y permite una continua disminución de incertidumbre en la medida que los experimentos con los que se realizan las unidades se vayan afinando, además el nuevo SI permitirá que se tengan varias maneras de reproducir las unidades, ya que se desligará la definición del método de realización.

En el nuevo SI la idea es fijar el valor de siete constantes fundamentales en los términos anteriormente explicados, entre las que están e (carga elemental), y h (constante de Planck), lo que fija también a K_J y R_K que dependes de ellas, ahora sí, con incertidumbre cero [3].

El efecto de fijar e , h , y por tanto K_J y R_K es una reducción de la incertidumbre de las mediciones de tensión eléctrica y resistencia eléctrica en términos del SI de partes en 10^{-7} a partes en 10^{-11} . El hecho de usar los nuevos valores de K_J y R_K en lugar de K_{J-90} y R_{K-90} implicará también hacer un ajuste a los valores de las unidades. El volt sufrirá un cambio dado por el factor K_J / K_{J-90} que producirá un decremento en su valor de aproximadamente una parte en 10^{-7} , y el ohm se verá afectado por un factor de R_K / R_{K-90} que producirá un incremento aproximado de 2 partes en 10^{-8} . Los valores exactos de estos ajustes dependerán de los valores dados por CODATA justo antes de fijarse los valores de e , h , K_J y R_K en 2018. Otro efecto de cambiar la definición del ampere es que la permeabilidad del vacío μ_0 , que antes tenía un valor fijo (con incertidumbre cero) ahora deberá determinarse experimentalmente.

5. REALIZACIÓN DEL NUEVO AMPERE

En el nuevo SI se ha decidido mantener el ampere como la unidad eléctrica de base por razones históricas y para mantener la estructura actual del SI, con las mismas siete unidades de base.

La definición del nuevo ampere se podrá realizar directamente a través del tuneo individual de electrones [4]. Para efectuar este experimento se fabrican estructuras nanométricas llamadas bombas de tuneo individual de electrones que a temperaturas muy bajas permiten hacer pasar por estos dispositivos electrón por electrón, entonces conociendo la frecuencia de paso de electrones f es posible determinar la corriente eléctrica a partir de la relación $I = f e$. Sin embargo, actualmente solo es posible generar niveles de corriente de alrededor de 20 pA con esta técnica, con niveles de incertidumbre de partes en 10^{-6} , por lo que en la práctica el ampere seguirá siendo derivado del volt y del ohm como se hace en la actualidad.

En la nueva definición del ampere se fijará el valor de la carga elemental e en los términos ya explicados.

REFERENCIAS

- [1] <http://www.bipm.org/en/measurement-units/>
- [2] <http://www.bipm.org/en/CGPM/db/24/1/>
- [3] FAQs, Frequently Asked Questions about the New SI
<http://www.bipm.org/en/measurement-units/new-si/faqs.html>.
- [4] <http://www.bipm.org/en/measurement-units/new-si/>

INFLUENCIA DE LA MEDICIÓN DEL VOLUMEN DE UN PISTÓN EN UNA BALANZA DE PRESIÓN

Jesús Aranzolo Suárez, José Luis Rivera Ramírez, Jorge Torres Guzmán

Centro Nacional de Metrología, México

km 4.5 carretera a Los Cués, El Marqués, Querétaro, México

Teléfono (52) 442 211 0572, fax (52) 442 211 0578, dirección de correo electrónico: jaranzol@cenam.mx

Resumen: Se determina la influencia en una balanza de presión de la medición de volumen del pistón. Se presentan los resultados de la medición del volumen y se compara con otras magnitudes de influencia para determinar el impacto de cada una en la medición de presión de una balanza.

1. INTRODUCCIÓN

Una de las magnitudes de influencia en las balanzas de presión es la masa. La evaluación de la masa está en función del volumen. Aquí se determina cuanto influye la medición del volumen en una balanza de presión, así como el valor medido o el valor proporcionado por el fabricante.

2. CALIBRACIÓN DEL VOLUMEN DE PISTONES DE BALANZAS DE PRESIÓN

2.1. Principales puntos a considerar en el método de medición del volumen

Para determinar el volumen del ensamble pistón-cilindro se utilizó el procedimiento de medición del volumen de sólidos por el método de pesada hidrostática, utilizando agua como patrón de transferencia. Una vez libre de impurezas en el pistón, se determina el volumen del pistón. Para lograr la medición, primero se realiza la determinación de su peso en el aire y después se pesa suspendido en un líquido de densidad conocida (agua tipo 1).



Fig. 1. Sistema de pesada hidrostática.

2.2. Resultados obtenidos en la calibración de volumen

Serie	Masa m	Incertidumbre U	Volumen V	Incertidumbre U
108A	199.976 835 g	0.000 050 g	47.4787 cm ³	0.0090 cm ³

2.3. Análisis de la influencia de la medición del volumen en una balanza de presión

Para analizar la influencia de la medición del volumen se determina la masa de dos maneras, primero considerando el volumen del fabricante y después con los valores obtenidos por la calibración del volumen. Los resultados se aplican a la estimación de incertidumbre de la balanza de presión mediante la ecuación 1.

$$P = \frac{\sum_{i=1}^n m_i \left[1 - \left(\frac{\rho_a}{\rho_m} \right) \right] g l + \gamma C}{A_0 (1 + (\alpha_c + \alpha_p)(t - t_r)) (1 + b p_n)} - P_c \quad (1)$$

3. RESULTADOS

De acuerdo a las tablas 2 y 3, la diferencia máxima en la influencia de la incertidumbre expandida debida al volumen usando el valor del fabricante contra la medición del volumen, es de 0.01 %.

4. DISCUSIÓN

Es importante conocer cuanto afectan las variables, comparar cuando se tiene un valor del fabricante contra un resultado obtenido por una calibración. Con esto con se tiene un mejor conocimiento de la influencia de esta magnitud.

5. CONCLUSIONES

Para una balanza de presión que no sea de alta exactitud el valor de volumen proporcionado por el fabricante es suficiente.

AGRADECIMIENTOS

Se le agradece la participación de Luis Manuel Ramírez Muñoz en los cálculos de la incertidumbre del volumen.

Tablas 2 y 3. Primera tabla con valores de la medición del volumen; segunda tabla con valores de volumen proporcionados por el fabricante.

P =	350	kPa	coef. Sensib. rel.			inc.				Porcentaje de Impacto	Grados de Libertad	Contribuciones	
X_i	valor	unidades	Ecuación dP/dx_i	valor	unidades	X_i	unidades	inc. relativa	$dP/dx_i \cdot u(x_i)$ en kPa	$(DP/Dx_i \cdot u(x_i))^2 / (uc(P))^2$ en %	ν_i	$(u_i(y))^4 / \nu_i$	Tipo
m	35.0003	kg	γm	0.02857184	kg^{-1}	179E-05	kg	5.1E-07	179E-04	0.78%	200	3.0E-07	A (normal) certificado
g_l	9.780 845	m/s^2	γg_l	0.102 24	s^2/m	5.0E-06	m/s^2	5.1E-07	18E-04	0.8%	200	3.0E-07	B (Rect.) Rec. OIML I27
ρ_a	0.95	kg/m^3	$1/\rho_a$	0.000 13	m^3/kg	0.0050	kg/m^3	6.3E-07	2.2E-04	12%	200	7.1E-07	B (Rect.) calculada
ρ_m	7 920	kg/m^3	ρ_a / ρ_m^2	15E-08	m^3/kg	77	kg/m^3	12E-06	4.1E-04	4.1%	50	3.3E-05	B (Rect.) especificaciones
A_0	9.804 89E-04	m^2	γA_0	102E+03	m^2	5.2E-09	m^2	5.3E-06	19E-03	83.9%	200	3.5E-03	A (normal) certificado
α_p	4.50E-06	$^{\circ}C^{-1}$	Δ_i	2	$^{\circ}C$	4.5E-07	$^{\circ}C^{-1}$	9.0E-07	3.2E-04	2.4%	50	1.2E-05	B (Rect.) especificaciones
α_c	5.50E-06	$^{\circ}C^{-1}$	Δ_i	2	$^{\circ}C$	5.5E-07	$^{\circ}C^{-1}$	1.1E-06	3.9E-04	3.6%	50	2.6E-05	B (Rect.) especificaciones
Δ_t	2	$^{\circ}C$	$\alpha_p + \alpha_c$	100E-05	$^{\circ}C^{-1}$	0.100	$^{\circ}C$	10E-06	3.5E-04	3.0%	200	4.4E-06	B (Rect.) especificaciones
b	9.10E-09	kPa^{-1}	p_a	0.350	kPa	9.1E-10	kPa^{-1}	3.2E-07	1.1E-04	0.3%	200	4.6E-08	A (normal) certificado
p_n	350	kPa	b	9.10E-09	kPa^{-1}	0.0018	kPa	1.6E-11	5.6E-09	0.0%	50	1.1E-24	B (Rect.) especificaciones
										Grados de Libertad (ν_i)	278		
										Factor t95.5 (vef)	2.10		
										incertidumbre combinada	5.8E-06		
										incertidumbre expandida	1.2E-05		
										incertidumbre expandida/kPa	0.004		
										Nivel de confianza $p =$	aproximadamente de 95.45 %		

P =	350	kPa	coef. Sensib. rel.			inc.				Porcentaje de Impacto	Grados de Libertad	Contribuciones	
X_i	valor	unidades	Ecuación dP/dx_i	valor	unidades	X_i	unidades	inc. relativa	$dP/dx_i \cdot u(x_i)$ en kPa	$(DP/Dx_i \cdot u(x_i))^2 / (uc(P))^2$ en %	ν_i	$(u_i(y))^4 / \nu_i$	Tipo
m	35	kg	γm	0.028571429	kg^{-1}	178E-05	kg	5.1E-07	178E-04	0.77%	200	3.0E-07	A (normal) certificado
g_l	9.780 845	m/s^2	γg_l	0.102 24	s^2/m	5.0E-06	m/s^2	5.1E-07	18E-04	0.8%	200	3.0E-07	B (Rect.) Rec. OIML I27
ρ_a	0.95	kg/m^3	$1/\rho_a$	0.000 13	m^3/kg	0.0050	kg/m^3	6.3E-07	2.2E-04	12%	200	7.1E-07	B (Rect.) calculada
ρ_m	7 920	kg/m^3	ρ_a / ρ_m^2	15E-08	m^3/kg	77	kg/m^3	12E-06	4.1E-04	4.1%	50	3.3E-05	B (Rect.) especificaciones
A_0	9.804 89E-04	m^2	γA_0	102E+03	m^2	5.2E-09	m^2	5.3E-06	19E-03	83.9%	200	3.5E-03	A (normal) certificado
α_p	4.50E-06	$^{\circ}C^{-1}$	Δ_i	2	$^{\circ}C$	4.5E-07	$^{\circ}C^{-1}$	9.0E-07	3.2E-04	2.4%	50	1.2E-05	B (Rect.) especificaciones
α_c	5.50E-06	$^{\circ}C^{-1}$	Δ_i	2	$^{\circ}C$	5.5E-07	$^{\circ}C^{-1}$	1.1E-06	3.9E-04	3.6%	50	2.6E-05	B (Rect.) especificaciones
Δ_t	2	$^{\circ}C$	$\alpha_p + \alpha_c$	100E-05	$^{\circ}C^{-1}$	0.100	$^{\circ}C$	10E-06	3.5E-04	3.0%	200	4.4E-06	B (Rect.) especificaciones
b	9.10E-09	kPa^{-1}	p_a	0.350	kPa	9.1E-10	kPa^{-1}	3.2E-07	1.1E-04	0.3%	200	4.6E-08	A (normal) certificado
p_n	350	kPa	b	9.10E-09	kPa^{-1}	0.0018	kPa	1.6E-11	5.6E-09	0.0%	50	1.1E-24	B (Rect.) especificaciones

ANÁLISIS DE RESULTADOS DE DIFERENTES MEDICIONES DE LA CONSTANTE DE GRAVITACIÓN UNIVERSAL G

María Guadalupe Contreras Calderón, Luis Omar Becerra Santiago
 Centro Nacional de Metrología
 km 4.5 carretera a Los Cués, El Marqués, Querétaro
 Tel. 442 2110500 ext. 3534 gcontrer@cenam.mx

Resumen: Existen cuatro fuerzas fundamentales en la naturaleza, la fuerza nuclear débil, la fuerza nuclear fuerte, la fuerza de interacción electromagnética y la fuerza de interacción gravitatoria G , siendo la última, una de las más importantes para describir propiedades del universo. Es por eso que una medición exacta de la constante G ha sido de interés para muchos científicos. Basados en las teorías de Newton y estudios de Einstein, se han realizado diversos experimentos para la determinación de G , logrando resultados con incertidumbres relativas de 10 – 30 ppm. El presente artículo hará un resumen de los experimentos realizados para medir el valor de la constante de gravitación universal G .

1. INTRODUCCIÓN

La constante de gravitación universal G determina la intensidad de la atracción gravitatoria entre los cuerpos, las masas de la tierra y de otros cuerpos celestes como la luna, el sol, los planetas, etc. Esta fuerza de tracción es de interés no solo para la astronomía sino también para la física, debido a que la gravitación es una de las cuatro fuerzas fundamentales (interacción nuclear débil, interacción nuclear fuerte, interacción electromagnética e interacción gravitatoria).

Las interacciones nucleares débil y fuerte son efectivas en las proximidades del núcleo atómico, mientras que la fuerza electromagnética y la fuerza gravitatoria actúan a grandes distancias.

De las cuatro fuerzas de interacción entre partículas que componen el universo, la gravitacional, es por mucho la fuerza más débil de todas y por tanto muy difícil de medir.

La magnitud de G está dada por la magnitud de la fuerza entre dos masas de 1 kg, separadas por 1 m. o sea, 0.000 000 000 066 7 Newton, la cual es aproximadamente 3.7×10^8 veces más pequeña que la fuerza de atracción gravitacional ejercida por la tierra a cada uno de estos objetos de 1 kg que es de 9.78 N.

Estos valores ejemplifican que la magnitud de la fuerza de atracción gravitacional entre dos objetos separados una distancia x es prácticamente imperceptible comparada contra la fuerza de atracción gravitacional ejercida por la masa de la tierra sobre objetos ubicados en su superficie. [1]

2. MÉTODOS PARA LA MEDICIÓN DE LA CONSTANTE UNIVERSAL GRAVITACIONAL G

La medición de la constante gravitacional se ha realizado con diferentes experimentos basados en las teorías de Isaac Newton, siendo el primero el realizado por Henry Cavendish y a partir de él se han hecho otros experimentos que han arrojado valores similares a los obtenidos por Cavendish pero con incertidumbres poco confiables.

2.1. Medición de Henry Cavendish

Henry Cavendish midió el valor de G utilizando una balanza de torsión o péndulo de torsión. El principio de Cavendish consiste en una barra suspendida por un cable delgado. En los extremos de la barra se colocaron dos masas iguales con valores conocidos, (Fig.1).

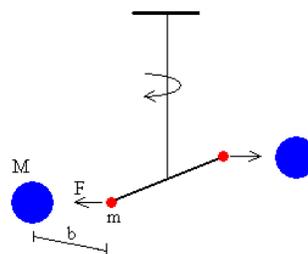


Fig.1. Balanza de torsión.

Al acercar a las masas dos esferas más grandes, Cavendish comprobó que la barra giraba produciendo una torsión en el cable. Este hecho mostró que realmente existe una atracción entre las masas.

2.2 Historia moderna de determinación de G

La historia moderna de la determinación de G viene de hace 30 a 35 años empezando desde los 70's con tres experimentos. Estos experimentos se realizaron en el Observatorio Nacional de Investigación de Metrología en Francia [1], en Instituto Astronómico de la Universidad de Moscú [4], y el experimento realizado en Oficina Nacional de Normas en USA [5].

CODATA sistema de valores de constantes fundamentales contiene el valor de G con una incertidumbre relativa de 128 ppm.

3. RESULTADOS

En la tabla 1 se muestra un resumen de resultados de mediciones de G .

En la tabla se puede observar la gran dispersión de los resultados obtenidos del valor de G , lo que han hecho que sea imposible saber su valor con exactitud, situación originada por la debilidad de la interacción gravitatoria y la imposibilidad de aislar los efectos de la gravedad.

Tabla 1. Valores de la constante de gravitación universal G

Autores de publicaciones	G , x 10^{-11} $m^3 kg^{-1} s^{-2}$	Desv. estándar x 10^{-11} $m^3 kg^{-1} s^{-2}$	ppm
Ponticis, 1972	6.6714	0.0006	90
Luther and Towler, 1982	6.6726	0.0005	75
CODATA, 1986	6.67259	0.00085	128
Michaelis et. Al., 1995	6.7154	0.0006	90
Karagioz, Izmailov, 1996	6.6729	0.0005	75
CODATA, 1998	6.673	0.010	1500
Gundlach, Merkowich, 2000	6.674215	0.000092	14
Schalminger et al., 2002	6.67407	0.00022	33
CODATA, 2002	6.6742	0.0010	150
Armstrong, Fitzegerald, 2003	6.67387	0.00027	41
Schamminger et al., 2006	6.67425	0.00010	16
CODATA, 2006	6.7428	0.00067	100
CODATA 2014	6.7408	0.00031	47

4. DISCUSIÓN

La constante universal gravitacional es de interés en muchos campos de la ciencia por lo que muchos científicos están interesados en la medición de la constante con la mayor exactitud posible y determinar si realmente es una constante o un valor cambiante a través del tiempo.

5. CONCLUSIONES

El trabajo presentará una breve descripción de los experimentos para medir el valor de la constante de gravitación universal G , así como los resultados obtenidos.

6. BIBLIOGRAFIA

[1] M. U. Sagitov, V. K. Milyukov, et al., A new determination of the Cavendish gravitational constant, Dokl. Akad. Nauk SSSR 245 (3), 567 (1979) [Sov. Phys. Dokl. 245 (1–6), 20 (1981)].

[2] P. R. Heyl, A redetermination of the constant of Gravitation, J. Res. Natl. Bur. Stand. 5 (256), 1243 (1930).

[3] Rosi, G Sorretino, F, Cacciapuoti, Prevedelli, M (2014) Precision measurement of the Newtonian gravitational constant using col atoms. Nature, 510 (7506).

[4] M. U. Sagitov, V. K. Milyukov, et al., A new determination of the Cavendish gravitational constant, Dokl. Akad. Nauk SSSR 245 (3), 567 (1979) [Sov. Phys. Dokl. 245 (1–6), 20 (1981)].

[5] G. G. Luther and W. R. Towler, Redetermination of the Newtonian gravitational constant G , Phys. Rev. Lett. 48, 121 (1982).

[6] CODATA Value: Newtonian constant of gravitation. CODATA Value: Newtonian constant of gravitation. (2016). Physics.nist.gov. Retrieved 31 May 2016, from <http://physics.nist.gov/cgi-bin/cuu/Value?bg>.

ANÁLISIS DE LOS COEFICIENTES ESTADÍSTICOS DE FORMA PARA DETERMINAR LA NO LINEALIDAD DE UN MODELO DE MEDICIÓN

Martines López E., Lira Cortés L.
 Centro Nacional de Metrología
 km 4.5 Carretera a Los Cués, El Marqués Querétaro
 Tel 442 2110500, x3420, emartine@cenam.mx

Resumen: Una herramienta para determinar la no linealidad de los modelos de medición es la evaluación de los coeficientes estadísticos de forma como son la agudez (curtosis) y el coeficiente de asimetría, los cuales están presentes en el desarrollo en la serie de Taylor para modelos no lineales. En este trabajo se presentan casos de modelos medición de humedad no lineales y se muestra que los coeficientes de agudez y de asimetría dan información útil para confirmar la no linealidad. Adicionalmente, se muestra que en los casos no lineales es más conveniente usar el método de Monte Carlo en lugar del método de la GUM (guía para la estimación de la incertidumbre).

1. INTRODUCCIÓN

La guía para la estimación de la incertidumbre (GUM, por sus siglas en inglés) es el documento de referencia que describe el método para estimar la incertidumbre de un modelo de medición, la cual tiene como base el desarrollo en series de Taylor [1].

La propagación de la incertidumbre por el método GUM en modelos lineales se describe satisfactoriamente con la aproximación en series de Taylor a primer orden; sin embargo, en modelos no lineales se requiere hacer la expansión a términos de orden superior.

El desarrollo en la serie de Taylor a términos de orden superior, permite que la propagación de la incertidumbre incluya a los coeficientes estadísticos de forma, como son el coeficiente de asimetría y el coeficiente de agudez (o curtosis), ya que éstos están relacionados con el tercer y cuarto momentos de una distribución de probabilidad [2].

En este trabajo se evalúan los coeficientes estadísticos de forma y su efecto en modelos de medición no lineales.

2. COEFICIENTES ESTADÍSTICOS DE FORMA

Los coeficientes estadísticos de forma son aquellos que dan información gráfica de la forma de una función de densidad de probabilidad. En particular son útiles para determinar cuando la distribución de un conjunto de datos se desvía de una curva normal estándar.

Los dos tipos de coeficientes de forma que se analizarán son el coeficiente de asimetría y el coeficiente de agudez.

2.1. Coeficiente de asimetría

Se define como el tercer momento de una distribución de probabilidad, y mide la falta de simetría de un conjunto de datos o de una distribución de probabilidad. Se calcula mediante la Ecuación (1)

$$\beta_1 = \frac{E(X - \mu)^3}{(E(X - \mu)^2)^{3/2}} = \frac{\mu_3}{\sigma^3} \quad (1)$$

Donde E es la esperanza matemática de la variable aleatoria X , μ es la media y σ desviación estándar de la población.

2.2. Coeficiente de agudez

Se define como el cuarto momento de una de una distribución de probabilidad respecto de la media, cuya ecuación es [3]:

$$\beta_2 = \frac{E(X - \mu)^4}{(E(X - \mu)^2)^2} = \frac{\mu_4}{\sigma^4} \quad (2)$$

Este coeficiente mide agudeza de la distribución y permite saber cuándo una distribución se desvía de la curva normal estándar.

De acuerdo a [2], la propagación de incertidumbre mediante la expansión de la serie de Taylor a segundo orden se puede escribir en términos de β_1 y β_2 mediante la ecuación (3).

$$\sigma^2_y = \left[\frac{dy}{dx} \right]^2 \sigma^2(x) + \frac{1}{4} \left[\frac{dy}{dx} \right]^2 \sigma^4(x) [\beta_2 - 1] + [\beta_1] \sigma^3(x) \frac{dy}{dx} \frac{d^2y}{dx^2} \quad (3)$$

De esta ecuación se observa que los coeficientes de β_1 y β_2 dan información sobre la no linealidad de un modelo de medición.

3. RESULTADOS

Considere el caso de un isoterma de sorción que relaciona el contenido de humedad de un material sólido (H_{bs}) en equilibrio con una atmósfera de humedad relativa (HR), como se muestra en la Figura 1.

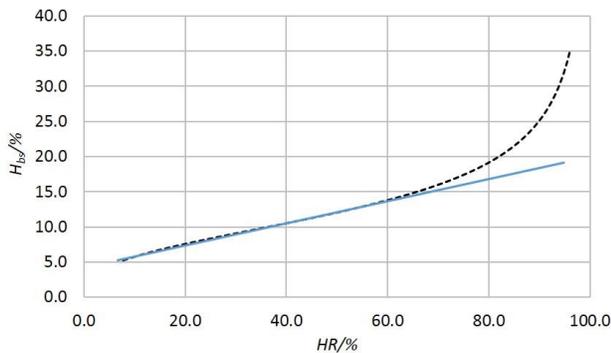


Fig. 1. Isoterma de sorción para una muestra de trigo rojo duro.

En la Figura 1 se observa que el modelo del isoterma de sorción es aproximadamente lineal hasta aproximadamente 80 %HR, pero a valores mayores se presenta una marcada desviación de la linealidad.

Se usó el isoterma de sorción de la Figura 1 para estimar los coeficientes de asimetría y curtosis, así como la incertidumbre del modelo. Esta última estimación se realizó con la GUM (u_{GUM}) y por el método de Monte Carlo (u_{MC}) [4].

Para la aplicación del método de Monte Carlo se generaron 100000 números semialeatorios que se obtuvieron con un software comercial. En la tabla 1 se muestran los resultados obtenidos.

En la Tabla 1 se observa que existe una correlación entre la no linealidad del modelo y los coeficientes de forma (asimetría y curtosis), lo que tiene implicaciones en la estimación de la incertidumbre. Se observa que en la parte no lineal el método de la GUM a primer orden no es recomendable.

Tabla 1. Resultados.

HR/%	$H_{bs}/\%$	$u_{GUM}/\%$	$u_{MC}/\%$	β_1	β_2
20	7.4	1.76	1.76	0.00	0.00
80	18.7	1.79	1.79	0.00	0.00
90	24.5	1.97	1.97	0.04	0.02
91	25.5	2.03	2.03	0.06	0.04
92	26.6	2.12	2.13	0.10	0.08
93	27.9	2.25	2.28	0.17	0.18
94	29.5	2.46	2.53	0.29	0.43
95	31.5	2.81	2.97	0.57	1.44

Adicionalmente, se obtuvo el histograma de frecuencias a 95 %HR y se confirma la asimetría estimada con los coeficientes estadísticos de forma calculados.

4. CONCLUSIONES

Se encontró que los coeficientes estadísticos de forma (asimetría y curtosis) dan información de la no linealidad del modelo de medición.

Se calcularon dichos coeficientes para un isoterma de sorción que tiene un intervalo donde se desvía de la linealidad.

Se muestra que al estimar la incertidumbre del modelo con el método de la GUM se puede subestimar su valor.

En casos de modelos no lineales es más apropiado usar un método alternativo como es el método de Monte Carlo.

REFERENCIAS

- [1] JCGM100:2008, GUM 1995 with minor corrections, Evaluation of measurement data- Guide to the expression of uncertainty in measurement, first edition September 2008, © JCGM2008.
- [2] A. Yegnan, D.G. Williamson, A.J. Graettinger "Uncertainty analysis in air dispersion modelling", Environmental Modelling & Software, vol. 17, pag. 639-649, 2002.
- [3] T. D. Lawrence, "On the meaning and use of Kurtosis", Environmental Modelling & Software, vol. 2 (3), pag. 292-3079, 1997.
- [4] Joint Committee for Guides in Metrology. Evaluation of Measurement Data- Supplement 1 to the "Guide to the expression of uncertainty of Measurement"- Propagation of Distributions using Monte Carlo Method, JCGM 101:2008.

HACIA UNA NUEVA DEFINICIÓN DE LA UNIDAD DE TIEMPO DEL SI

J. M. López², E. de Carlos¹, C. A. Ortiz^{1,2} and R. Gutierrez^{1,2}

¹ Dirección de Tiempo y Frecuencia, Centro Nacional de Metrología, CENAM, km 4.5 carretera a los Cués, El Marqués, 76246, Querétaro, México.

² Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional (IPN), CINVESTAV, Unidad Querétaro, Libramiento Norponiente No 2000, Fracc. Real de Juriquilla, Querétaro, Querétaro 76230, México.

+524422119931, jm.lopez@cinvestav.mx

Resumen: La incertidumbre fraccional alcanzada en los últimos 10 años por los patrones de frecuencia que operan en la región óptica ha llevado a la comunidad internacional a considerar una eventual redefinición de la unidad de tiempo en el SI, el segundo. Dicha unidad está definida desde 1967 en términos de una frecuencia en la región de las microondas. Una nueva definición implica la operación sistemática de un número suficiente de relojes ópticos, su comparación a través de enlaces de fibra óptica y el desarrollo de escalas de tiempo utilizando estas nuevas tecnologías. Los beneficios son indiscutibles y pueden ser aprovechados en un amplio rango de aplicaciones científicas y tecnológicas de frontera.

1. INTRODUCCIÓN

La unidad de tiempo del Sistema Internacional (SI) de unidades, el segundo, se define desde 1967 como *la duración de 9192631770 periodos de la radiación asociada a la transición hiperfina del estado base del átomo de Cesio-133*. La incertidumbre fraccional correspondiente a la realización de la unidad de tiempo del SI, hecha a través de relojes primarios de Cesio, mejora a razón de un orden de magnitud por década. Actualmente la mejor realización del segundo del SI obtenida con gas ultra frío de ¹³³Cs en las llamadas fuentes atómicas tiene una incertidumbre de 1.1×10^{-16} [1]. Por otro lado, los patrones de frecuencia óptica han evolucionado con mayor rapidez, a saber, a razón de 2 órdenes de magnitud por década. Actualmente la estimación de incertidumbre en relojes atómicos ópticos de ⁸⁷Sr es de 2.1×10^{-18} [2]. En la figura 1 se puede observar la evolución en el tiempo de la incertidumbre fraccional de la realización del segundo con relojes de ¹³³Cs y con estándares de frecuencias ópticas.

2. DISCUSIÓN

Si bien las necesidades industriales están por el momento satisfechas con la actual definición de la unidad de tiempo, aparecen ya en el horizonte diferentes aplicaciones que demandan reformular la definición del segundo. Entre estas se puede mencionar las de investigación básica, por ejemplo aquellas requeridas en la búsqueda de nueva física

a través del cuestionamiento de la validez de los modelos fundamentales de la naturaleza [3], la medición de la constancia de las constantes fundamentales [4], entre otras motivaciones. Actualmente despuntan también necesidades asociadas al desarrollo de nueva tecnología como la geodesia relativista [5, 6] y comunicaciones ultra rápidas.

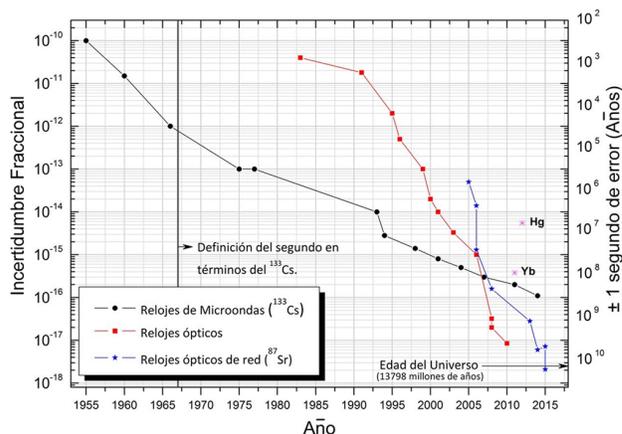


Fig. 1. Evolución en el tiempo (años) de la incertidumbre fraccional de la realización del segundo con relojes de ¹³³Cs y con estándares de frecuencias ópticas.

A esta lista hay que agregar la Metrología primaria que tiene la necesidad intrínseca de sustentar la definición de las unidades base precisamente en la frontera de la ciencia y la tecnología. Actualmente alrededor de una docena de mediciones de

diferentes transiciones ópticas han sido reportadas y adoptadas por el CIPM como representaciones secundarias de la unidad de tiempo [7]. Las incertidumbres en dichas mediciones van de 2.1×10^{-18} hasta 4.2×10^{-15} . La tabla 1 muestra tales transiciones y las incertidumbres reportadas para cada una de ellas. Entre los beneficios de una nueva definición de la unidad de tiempo se encuentra la generación de escalas de tiempo, particularmente la escala UTC, cuya estabilidad se verá mejorada por la participación de un número creciente de patrones primarios de frecuencia ópticos de mayor estabilidad y mejor exactitud. Sin embargo, la adopción de una nueva definición para el segundo del SI debe darse bajo ciertas condiciones mínimas en cuanto al desarrollo, madurez y número de relojes atómicos ópticos operados en los Institutos Nacionales de Metrología (NMIs). Entre las condiciones mínimas deseables se pueden mencionar las siguientes:

- i) Por lo menos tres diferentes NMIs deben desarrollar y operar de manera regular patrones primarios de frecuencia ópticos con una incertidumbre no mayor a 5×10^{-18} .
- ii) Cada uno de los relojes mencionados en el inciso anterior debe haber participado en la comparación con lo menos otro reloj similar resultando en una diferencia fraccional de frecuencia no mayor a 5×10^{-18} .
- iii) Cada uno de los relojes atómicos mencionados en el inciso i) debe haber participado en una comparación con un patrón primario de frecuencia de ^{133}Cs cuyo resultado debe estar limitado por la incertidumbre del reloj de Cesio.

3. CONCLUSIONES

De acuerdo con lo mencionado en este trabajo, hay ventajas significativas en un amplio rango de aplicaciones como consecuencia de adoptar una nueva definición del segundo en el SI. En particular en la exactitud y estabilidad de la escala de tiempo UTC. Sin embargo, se deben cumplir varias condiciones para que dicha redefinición resulte viable. Específicamente se debe avanzar en el desarrollo y maduración de técnicas de comparación entre relojes ópticos utilizando fibras ópticas y en el desarrollo de nuevos patrones de frecuencia ópticos en distintos lugares alrededor del mundo.

Tabla 1. Transiciones atómicas usadas en patrones de frecuencia ópticos.

Átomo / Ion	Tipo De Reloj	ν (THz)	λ (nm)	Incertidumbre ($\times 10^{-18}$)
^{87}Sr	Red	429	698	2.1
$^{171}\text{Yb}^+$	Ion octupolar	642	467	3.2
$^{27}\text{Al}^+$	Ion, Lógica cuántica	1121	267	8.6
$^{88}\text{Sr}^+$	Ion cuadrupolar	445	674	12
$^{199}\text{Hg}^+$	Ion cuadrupolar	1065	282	19
$^{40}\text{Ca}^+$	Ion cuadrupolar	411	729	34
^{199}Hg	Red	1129	266	72
$^{171}\text{Yb}^+$	Ion cuadrupolar	688	436	110
^{171}Yb	Red	518	578	340
^1H	Haz criogénico	1233	243	4200

AGRADECIMIENTOS

C. A. Ortiz thanks CONACYT for his Ph. D scholarship and Cinvestav / CENAM for scientific and technical support.

R. Gutierrez thanks CONACYT for his Ms.C. scholarship and Cinvestav / CENAM for scientific and technical support.

REFERENCIAS

- [1] Thomas P Heavner et al., "First accuracy evaluation of NIST-F2", *Metrologia*, vol. 51, pp. 174-182, 2014.
- [2] Hidetoshi Katori et al., "Cryogenic optical lattice clocks", *Nature Photonics*, vol. 9, pp. 185-189, 2015.
- [3] Margolis H., "Timekeepers of the future", *Nat. Phys.*, vol. 10, pp. 82-83, 2014.
- [4] Jean-Philippe Uzan, "Varying Constants, Gravitation and Cosmology", *Living Rev. Relativity*, vol. 14, 2011.
- [5] Enrico Mai, "Time, Atomic Clocks, and Relativistic Geodesy", *Deutsche Geodätische Kommission bei der Bayerischen Akademie der Wissenschaften*, 2013.
- [6] A. Bjerhammar, "On a relativistic geodesy", *Bull. Géod.*, vol. 59, pp. 207-220, 1985.
- [7] <http://www.bipm.org/en/publications/mises-en-pratique/standard-frequencies.html>.

RESULTADOS DE COMPARACIÓN CCM.P-K14 EN EL INTERVALO DE $1 \cdot 10^{-4}$ Pa A 1.0 Pa

Verdejo Guerrero Y. C., Torres Guzmán J. C.

Centro Nacional de Metrología, CENAM

km 4.5 carretera a Los Cués, El Marqués, Querétaro, México

(52) 442 2 11 05 00, fax + (52) 442 211 05 78, yverdejo@cenam.mx; jtorres@cenam.mx

Resumen. Se presentan resultados obtenidos de la participación del CENAM en la comparación del CIPM entre 7 laboratorios nacionales: METAS – Suiza (*laboratorio Piloto*), NMIJ-AIST - Japón, INRIM - Italia, NIST – USA, PTB – Alemania, KRIS – Corea, CENAM - MÉXICO. Cada laboratorio participante realizó mediciones con el patrón de transferencia utilizando sus propios patrones primarios para conocer el valor del coeficiente de acomodación (σ) del sensor de rotor giratorio (SRG) utilizando como fluido nitrógeno de ultra alta pureza en el intervalo de 0.1 mPa a 0.9 Pa.

1. INTRODUCCIÓN

En reunión del grupo de trabajo de presión y vacío del Consejo Consultivo de Masa y magnitudes relacionadas (CCM WGP&V) se decidió realizar una comparación clave en el intervalo de 0.1 mPa a 1 Pa con el fin de determinar y evaluar el grado de equivalencia en base a una media ponderada de los resultados obtenidos del valor del coeficiente de acomodación (σ) entre laboratorios nacionales primarios [1].

2. PATRONES DE TRANSFERENCIA

Se utilizó como patrón de transferencia un sensor de rotor giratorio (SRG) unido a una válvula y con un control electrónico, ver tabla 1.

Tabla 1. Características del patrón de transferencia.

Patrón de Transferencia	SRG1
Número Metas.	006771
SRG N. P.	MKS SRG-BF
SRG N. S.	G191993
Válvula N. P.	Varian 9515027
Válvula N. S.	LV0908L250
Volumen de válvula abierta.	120 cm ³ (u=1 cm ³)
Diámetro del rotor (nominal).	4.5 mm
Densidad del rotor (nominal).	7700 kg/m ³
Frecuencia de rotación.	405 – 415 Hz

2.1. Patrones de los laboratorios participantes

En la tabla 2 se presentan los laboratorios participantes y los patrones utilizados por cada laboratorio. Donde: SEE (Sistema de Expansión Estática), SED (Sistema de Expansión Dinámica), SEE y C (Sistema de Expansión Estática y Continua).

Tabla 2. Lista de laboratorios participantes y características de sus patrones de referencia.

Laboratorio	Patrón	Definición	Trazabilidad	CMC
NMIJ	SEE	Primario	Independiente	Si
KRIS	SED	Primario	Independiente	Si
CENAM	SEE	Primario	Independiente	Si
NIST	SED	Primario	Independiente	Si
INRIM	SEEC	Primario	Independiente	Si
PTB	SEE	Primario	Independiente	Si
METAS	SEE	Primario	Independiente	Si

En CENAM el patrón nacional de vacío (SEE-1) consta de 4 volúmenes conocidos. Dos volúmenes de 0.5 L y 1.0 L y dos cámaras de expansión de 50 L y 100 L nominales; se aplica la ley de Boyle-Mariotte, captando una presión conocida en uno de los volúmenes pequeños se expande a una de las cámaras de expansión previamente evacuada (bajo condiciones isotérmicas). Esto genera una reducción en la presión dependiente de la relación de volumen inicial y final. Las presiones se generan de acuerdo a las expansiones que se realicen, como se muestra en la tabla 3 [2].

Tabla 3. Relación de expansión con el intervalo a medir.

Intervalo	Expansión
10^{-5} Pa a 10^{-3} Pa	f_A, f_B, f_C
10^{-3} Pa a 10^{-1} Pa	f_A, f_B, f_C
10^{-1} Pa a 10^1 Pa	f_B, f_C
10^1 Pa a 10^3 Pa	f_C

2.2. Método usado para las mediciones

2.2.1. Corrección del arrastre residual

Consiste en medir el arrastre residual antes de cada punto de medición. Esta técnica es bien adaptada a las mediciones en un SEE [3].

2.2.2. Puntos de medición

Las mediciones realizadas por cada laboratorio fueron en 9 puntos objetivo utilizando nitrógeno, la temperatura acordada en el protocolo es de 20 °C y 24 °C, así mismo la desviación en la presión generada tiene que ser menor que el 10% de la presión nominal del punto más bajo y menor al 5% del valor nominal del punto más alto a medir. Los puntos a medir son los siguientes: (1.0 · 10⁻⁴, 3.0 · 10⁻⁴, 9.0 · 10⁻⁴, 3.0 · 10⁻³, 9.0 · 10⁻³, 3.0 · 10⁻², 9.0 · 10⁻², 0.3, 1.0) Pa.

2.2.3. Obtención de resultados

Los resultados obtenidos por cada laboratorio participante fueron enviados en modo electrónico al laboratorio piloto (Metas - Suiza). Los valores fueron los siguientes: presión generada por el patrón de referencia, desaceleración del SRG mientras es expuesto a la presión y en condiciones de presión residual con su incertidumbre, frecuencia de rotación del rotor, temperatura con su incertidumbre. El valor del coeficiente de acomodación (σ) es determinado mediante la relación entre la desaceleración y la presión.

$$\sigma = (DCR_{ijk} - RD_{ijk}(\omega)) \frac{\mu a \rho}{10^6 P_{ijk}} \sqrt{\frac{2RT_{ijk}}{\mu m}}$$

3. RESULTADOS

Resultados obtenidos por los laboratorios participantes se muestran resumidos en las figuras 1 y 2.

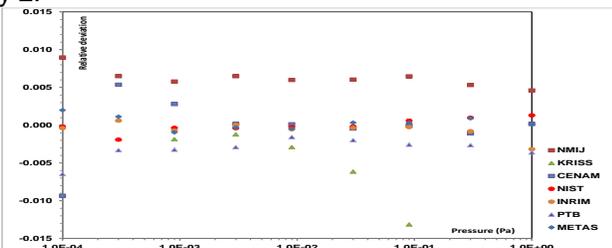


Fig. 1. Desviación relativa respecto a la presión de referencia de todos los participantes.

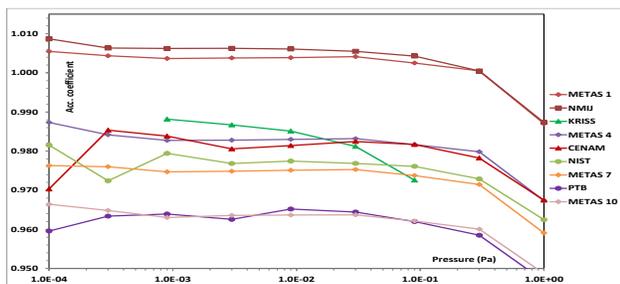


Fig. 2. Resultados de (σ) del SRG1 presentado por los diferentes participantes.

4. DISCUSIÓN

El grado de equivalencia es la relación entre la desviación y la incertidumbre de la desviación. El valor de equivalencia debe estar entre -1 y 1. El grado de equivalencia está dado por: $E_j(l) = \frac{d_j(l)}{U(d_j(l))}$

Tabla 4. Grado de equivalencia de los participantes.

P_j (Pa)	NMIJ	KRISS	CENAM	NIST	INRIM	PTB	METAS
1.0E ⁻⁰⁴	0.22	-	-0.13	-0.04	-0.03	-0.26	0.18
3.0E ⁻⁰⁴	0.37	-	0.20	-0.33	0.01	-0.29	0.25
9.0E ⁻⁰⁴	0.54	-0.07	0.25	0.00	-0.02	-0.29	-0.37
3.0E ⁻⁰³	0.57	-0.08	-0.02	-0.18	-0.02	-0.33	0.13
9.0E ⁻⁰³	0.55	-0.15	-0.01	-0.12	-0.07	-0.18	0.04
3.0E ⁻⁰²	0.57	-0.30	-0.12	-0.09	-0.05	-0.22	0.16
9.0E ⁻⁰²	0.61	-0.55	-0.01	0.16	-0.03	-0.42	0.05
3.0E ⁻⁰¹	0.49	-	-0.22	0.24	-0.12	-0.48	0.22
1.0E ⁰⁰	0.44	-	0.04	0.42	-0.42	-0.61	0.03

Todos los laboratorios participantes concuerdan con el criterio de equivalencia adoptado.

Otro punto en discusión es la deriva, el criterio aplicado fue Media Ponderada.

5. CONCLUSIONES

En base a los resultados obtenidos dentro de esta comparación se concluye en que el procedimiento operado dentro de la ejecución de esta comparación fue favorable.

AGRADECIMIENTOS

Agradeciendo la participación y apoyo brindado por parte del Dr. Jorge C. Torres Guzmán.

REFERENCIAS

- [1] Christian Wuethrich, Hitoshi Akimichi, Mercedes Bergoglio, James A. Fedchak, Karl Jousten, Seung Soo Hong, Jorge Torres-Guzman; "Final report on the key comparison CCM.PK14, in the pressure range from 1 · 10⁻⁴ Pa to 1.0 Pa", March 2016.
- [2] Torres-Guzmán J. C., Santander L. A., Jousten K. (CENAM, PTB); "Realization of the medium and high vacuum primary standard in CENAM, México", Metrología, 2005, 42, n° 6, S157-S160.
- [3] Karl Jousten "Handbook of Vacuum Technology", 2008.

THE TESTING VS CALIBRATION SITE AS A FUNDAMENTAL COMPONENT OF THE MEASUREMENT SYSTEM IN EMC AND RADIATED FIELDS METROLOGY

Luis Eduardo Carrión Rivera
 Centro Nacional de Metrología
 Carretera a Los Cués km 4.5. El Marqués, Querétaro. C. P. 76246
 +52 442 2110500 ext. 3460 lcarrion@cenam.mx

Abstract: This paper explains the key attributes that a site for performing radiated field measurements must comply, how it compares to an ideal site and how the quality of a realizable site might affect the measurement results.

1. INTRODUCTION

Radiated waves theory assumes free space propagation as an ideal condition. Experimental measurements are performed in sites whose quality should be validated in order to ensure near-free-space site conditions. This paper offers a brief explanation on ideal vs realizable sites and how the measurements are affected by the quality of the site. Section 2 describes the ideal site while Section 3 the realizable sites and its applications. Section 4 explains Normalized Site Attenuation as a measure of the quality of the site and Section 5 the validation of a site. Finally, Section 6 presents some concluding remarks.

2. THE IDEAL SITE

An ideal site consists of an infinite-size ground plane, perfectly flat, with infinite conductivity, immersed in a media with relative dielectric constant of 1, and free of surrounding reflecting objects. This site should have a theoretical normalized site attenuation which can be calculated from equation 1 [1]:

$$NSA_c = 48.92 + AF_T + AF_R - 10 \log(f_M) - E_D^{\max} \quad (1)$$

where

AF_T Antenna Factor of transmitting antenna in [dB(1/m)],

AF_R Antenna Factor of receiving antenna in [dB(1/m)],

f_M frequency in megahertz,

E_D^{\max} calculated maximum electric field strength in the receiving-antenna height-scan range $h_2^{\min} \leq h_2 \leq h_2^{\max}$ from a half-wave dipole with 1 pW of radiated power, in [dBuV/m].

Equation (1) calculates Site Attenuation using the Antenna Factor from both transmitting and receiving antennas. Site Attenuation is referred to a theoretical calculation of received field by an ideal dipole by means of E_D^{\max} . E_D^{\max} calculation can be found in [1]. Antenna factors can be obtained by means of a calibration certificate, or, in the case of a dipole, by means of antenna theory or by using computational electromagnetics code like NEC [2].

3. THE REALIZABLE SITE

A real site is a physically realizable site, with finite dimensions, made of materials with finite conductivity, with a certain level of inhomogeneity and non-uniformity, constructed over an open area with no obstacles, or at least not in the close vicinity of the site. Normalized Site Attenuation of a real site is given by equation (2)

$$NSA_m = 20 \log \left(\frac{U_r(f)}{U_s(f)} \right) - AF_T - AF_R \quad (2)$$

where

$U_r(f)$ is the S_{21} parameter with a thru connection between cables,

$U_s(f)$ is the S_{21} parameter when the antennas are inserted. This is the maximum value read when scanning receiving antenna over the height-scan range $h_2^{\min} \leq h_2 \leq h_2^{\max}$, using a measurement set as shown in figure 1. More explanation on measurement method can be found in [3].

Antenna Factor for Tx and Rx antennas can be obtained from the calibration certificate or by means of electromagnetic theory. Using a broadband antenna, implies an increase in the the measurement's uncertainty, but less time and effort is

needed when using the antenna in further applications.

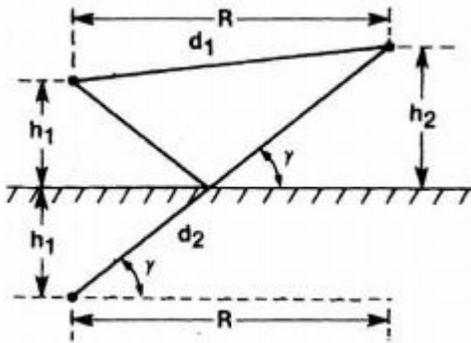


Fig. 1. Site Attenuation measurement set.

4. NORMALIZED SITE ATTENUATION

Equations (1) and (2) calculate the Normalized Site Attenuation (NSA) from antenna factors, i.e., remove the effect of the antenna to get a value that accounts only for the site effects. In other words, NSA is a figure that indicates how close is the testing site with respect to an ideal site. This quantitative measure of the quality of the site, can be compared to other values for other sites. CENAM’s Calibration Test Site (CALTS-CENAM) is the Mexico’s National Reference Site. In order to validate the metrological characteristics of this site, a set of standard dipoles was fabricated and characterized so theoretical values of Antenna Factor can be obtained with better uncertainty level than when using broadband antennas.

When performing electromagnetic fields measurement, for example radiated emissions in EMC testing, the quality of measurements strongly depends on the quality of the site. If antenna calibration was performed assuming certain conditions of propagation, this conditions should be reproduced during the measurement in order to guarantee uncertainty levels and to maintain traceability to national standards.

5. VALIDATION OF A SITE

A valid site which is suitable for performing electromagnetic fields or antenna measurements, follows:

$$|NSA_c - NSA_m| < T_{SA} - \Delta NSA_m \tag{3}$$

which means that the difference between theoretical site attenuation and measured sited attenuation,

including measurement uncertainty ΔNSA_m , should not exceed the tolerance T_{SA} defined for the specific application of the site. This tolerance is defined depending on the purpose of the site, i.e., smaller tolerances correspond to higher quality sites, used for calibration activities. Larger tolerances corresponds to less strict sites, used by testing laboratories that perform measurement for conformity tests respect to some standards. CISPR-16-1-5 [3] states $T_{SA} = 1$ dB as the allowed tolerance for Calibration Test Sites. CISPR 16-1-4 [4] states $T_{SA} = 4$ dB as the allowed tolerance for testing sites such as Fully Anechoic Rooms, Open Area Test Sites or Semi-Anechoic Rooms.

6. CONCLUSIONS

This brief explanation expects to give the reader a simple guide for understanding what a test site is, the way to compare it with other sites and its influence in measurements’ quality and uncertainty. As a conclusion, test site is part of the measurement system, and in Mexican law, this is stated in the Federal Law on Metrology and Normalization, fraction V and VII. CALTS-CENAM is the Mexican National Reference Site, as stated in article 3, fractions XIV and XV.

REFERENCES

[1] A. A. Smith, Jr. R. F. German, and J. B. Pate, “Calculation of site attenuation from antenna factors”, *IEEE Transactions on Electromagnetic Compatibility*, vol. EMC-24, pp. 301-316, August 1982.

[2] Numerical Electromagnetics Code NEC2 unofficial home page. Web site: <http://www.nec2.org/>

[3] CISPR International Standard Committee on Radio Interference: “Specification for radio disturbance and immunity measuring apparatus and methods – Part 1-5: Radio disturbance and immunity measuring apparatus – Specifications and validation procedures for CALTS and REFTS from 30 MHz to 1 000 MHz”. CISPR-16-1-5 Ed. 1.1 2012-06.

[4] CISPR International Standard Committee on Radio Interference: “Specification for radio disturbance and immunity measuring apparatus and methods – Part 1-4: Radio disturbance and immunity measuring apparatus – Ancillary equipment – Radiated disturbances”. CISPR-16-1-4 Ed. 2.1 2008-01.

CALIBRACIÓN DE DETECTORES DE GASES POR DILUCIÓN DINÁMICA PARA MONITOREO DE ATMÓSFERAS EN ESPACIOS CONFINADOS

Elizabeth Ayala Blanco, Víctor Manrique, Jhon Angulo
Corporación Centro de Desarrollo Tecnológico del Gas
Parque Tecnológico UIS Guatiguará, Km 2 vía El Refugio Piedecuesta-Santander-Colombia
+57(7)6543800, eayala@cdtdegas.com

Resumen: La acumulación de gases tóxicos como el monóxido de carbono, causado por combustión de diferentes combustibles en recintos con poca ventilación, se considera un riesgo mortal. Es importante verificar los niveles de concentración de este gas, de acuerdo con las regulaciones legales establecidas para controlar los límites de exposición, pero además con una alta confiabilidad metrológica. En el siguiente trabajo se presenta la calibración de los detectores utilizados en el monitoreo de atmósferas peligrosas, a través de un sistema de dilución dinámica, desarrollado por la Corporación CDT de GAS.

1. INTRODUCCIÓN

La contaminación atmosférica representa un importante problema ambiental, con impactos en la salud pública, y también en la salud ocupacional y la seguridad industrial. Debido a esto, se han establecido diferentes regulaciones internacionales con el objetivo de limitar los niveles de exposición de las personas en atmósferas con presencia de gases tóxicos. Por ejemplo, la Administración de seguridad y salud ocupacional -OSHA de los Estados Unidos, ha establecido límites de exposición permisible -PEL (29 CFR 1910.1000 Tabla Z1), que para el caso del monóxido de carbono, corresponde a 50 ppm ponderado en un tiempo de 8 horas de exposición, y un valor techo de 200 ppm en un intervalo de 5 minutos. Organizaciones como el Instituto Nacional para la Salud y la Seguridad Ocupacional (NIOSH) recomienda un límite de exposición (REL) de 35ppm, y por su parte la Conferencia Americana de Higienistas Gubernamentales Industriales (ACGIH) establece un umbral de exposición (TLV) de 25 ppm, ambos límites promediados en 8 horas. [1]

En Colombia existen diferentes regulaciones para limitar la concentración de contaminantes en el aire, tanto a nivel de calidad de aire urbano, como de exposición ocupacional. Por ejemplo la Resolución 90902 de 2013 (Reglamento Técnico de instalaciones internas de gas combustible) [2] requiere que la concentración de monóxido de carbono se verifique por debajo de 50 ppm en un radio de 1m alrededor del artefacto de gas. Por su parte, la Resolución 909 de 2008 establece los límites de calidad de aire urbano, con una concentración de 40 ppm (promediado en 8 horas) para el monóxido de carbono.

Debido a la criticidad de sus impactos, y las diferencias estrechas entre los límites de exposición recomendados, es necesario garantizar la cadena de trazabilidad metrológica y confiabilidad en las mediciones de estos gases. Actualmente en Colombia existe una demanda creciente de servicios de calibración de detectores de gas en calidad de aire urbano, emisiones atmosféricas de fuentes fijas y atmósferas peligrosas. Todas estas mediciones requieren contar con trazabilidad metrológica en diferentes intervalos de concentración.

Con el fin de calibrar y ajustar este tipo de instrumentos, los Laboratorios de Calibración deben adquirir varios Materiales de Referencias Gaseosos (MRG) en diversas concentraciones, generando altos costos, principalmente por la limitación del tiempo de vida útil del gas a evaluar. Actualmente no existen actualmente laboratorios con la capacidad de generar y proveer MRG. Principalmente son los países europeos y norteamericanos, los que disponen de capacidades analíticas para proveer adecuados MRG. Para brindar una solución efectiva a este problema la Corporación CDT de Gas, desarrolló un dispositivo para la preparación de MRG (TGD 2000 Trace Generator Device) a partir de una dilución dinámica de un gas UHP (Ultra High Purity) y un MRG de alta concentración de CO, utilizando capilares para controlar el flujo.

2. METODOLOGÍA

En esta sección se presenta un esquema para la preparación de MRG por dilución dinámica y el modelo matemático atribuido.

2.1. Método de dilución para la calibración de detectores de gas.

El método de dilución para la preparación de los MRG y calibración de estos detectores se presenta en la figura 1.

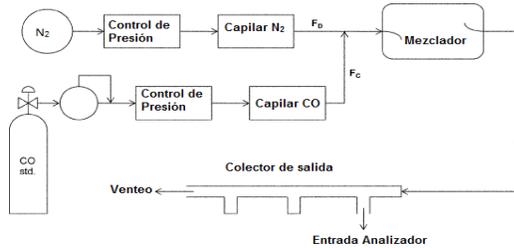


Fig. 1. Método de dilución para calibración de detectores de gas.

2.2. Modelo Matemático

Para generar las concentraciones necesarias para generar los puntos de calibración de los detectores, se utilizó la siguiente ecuación:

$$[MRG]_{CO(salida)} = [MRG]_{CO(STD)} * \frac{Q_{mCO}}{Q_{mN_2} + Q_{mCO}} \quad (1)$$

En donde $[MRG]_{CO(salida)}$ es la concentración de salida de CO $\mu\text{mol/mol}$ (ppm), $[MRG]_{CO(STD)}$ es la concentración de CO sin diluir del material de referencia gaseoso estándar $\mu\text{mol/mol}$ (ppm), Q_{mCO} caudal del MRG másico y el Q_{mN_2} es el caudal de nitrógeno.

3. RESULTADOS

La verificación de las concentraciones generadas por el dispositivo fueron comparadas analíticamente con un cromatógrafo de gases y con un equipo detector multigas AMPRO 2000. Además se validó el método seleccionado para la calibración de los detectores y analizadores de CO evaluando robustez, linealidad, repetibilidad y reproducibilidad.

4. CONCLUSIONES

La calibración de detectores de gases a partir del uso del equipo generador de trazas, permitirá establecer una nueva capacidad tecnológica, a través de la preparación de materiales de referencia utilizando un sistema de dilución dinámica por el método de capilares. La preparación local de los MRG a partir de únicamente dos cilindros representará una gran ventaja en cuanto a costo y espacio en el laboratorio, optimizando su preparación con la cantidad de concentraciones requeridas con valores con confiabilidad metrológica.

REFERENCIAS

- [1] Occupational Safety & Health Administration. Carbon monoxide - Exposure Limits. Disponible en: https://www.osha.gov/dts/chemicalsampling/data/CH_225600.html.
- [2] Ministerio de Minas y Energía. Resolución 90902 de 2013 Reglamento Técnico de instalaciones internas de gas combustible. Colombia.

MANIPULACIÓN DEL PROGRAMA REFPROP PARA LA EVALUACIÓN DE PROPIEDADES TERMODINÁMICAS PARA LA MEDICIÓN DE FLUJO DE FLUIDOS

Roberto Arias
Centro Nacional de Metrología
Dirección de Flujo y Volumen
rarias@cenam.mx
442-2110571

Resumen: Se describen las características del programa informático REFPROP, para la evaluación de múltiples propiedades termodinámicas, y de transporte, de sustancias puras o mezclas; se incluyen también recomendaciones para su uso, a partir de la operación de programas intermediarios como Microsoft Excel, Matlab, Python o R. Especial consideración se otorga al tratamiento de la humedad en las mezclas de gases, en particular para la evaluación de las propiedades de transporte.

1. INTRODUCCIÓN

El programa informático REFPROP [1] fue desarrollado por el National Institute of Standards and Technology (NIST), y es una herramienta de suma utilidad para evaluar numéricamente las propiedades termodinámicas y de transporte de sustancias puras, o mezclas de ellas. La programación de la herramienta de cálculo fue desarrollada como una Librería de Enlace Dinámico (DLL por sus siglas en inglés) y puede ser manipulada desde diversos recursos informáticos como: Microsoft Excel, Matlab, LabView, Python, entre otros.

Las propiedades que pueden ser evaluadas incluyen: densidad, viscosidad, constante crítica (C^*), velocidad de propagación del sonido, factor de compresibilidad, coeficiente de Joule Thompson, coeficientes viriales, energía de Helmholtz, energía de Gibbs, entre otras. Las regiones termodinámicas que se incluyen corresponden a líquido sub-enfriado, región de saturación, líneas de saturación y región de gas sobrecalentado.

En particular, REFPROP es propicio para evaluar las propiedades termodinámicas del gas natural; usando para este propósito las ecuaciones de estado propuestas en el Reporte No. 8 de la Asociación Americana del Gas (AGA R8, por sus siglas en inglés) [2], o bien en el proyecto GERG-2008 (European Gas Research Group) [3]. La DLL desarrollada por el NIST posee la cualidad de recibir la composición química de la mezcla de gases, en términos de concentración en masa o en concentración molar; puede ser manipulada también desde el programa libre de cálculo matemático y

estadístico R, a través del uso de librerías que vinculan a R con Python. La conveniencia del uso de R estriba en la disponibilidad de herramientas para la generación y manejo de números aleatorios provenientes de diversas funciones de distribución de probabilidad, indispensables para la implementación de cálculo de incertidumbre por el método de Simulación por Monte Carlo.

2. ENLACES CON APLICACIONES INFORMATICAS

La evaluación de propiedades termodinámicas y de transporte con REFPROP puede realizarse desde una aplicación auto-ejecutable elaborada por el NIST, o bien desde diversos programas comerciales o libres; siempre usando los algoritmos incluidos en la Librería de Enlace Dinámico (DLL), Refprop.dll.

La forma más común de usar REFPROP es desde Microsoft Excel, a través de la instalación de un programa complementario (add-in); este programa, escrito en Visual Basic, incluye las instrucciones para llamar y ejecutar las funciones de cálculo definidas en la DLL. Una vez instalado el complemento (Refprop Add-in), las funciones de cálculo se habilitan adentro del sub-menú de funciones definidas por el usuario

Para algunas versiones de Microsoft Excel es necesario la declaración de una variable de sistema para lograr que las funciones de REFPROP se ejecuten en cualquier hoja de cálculo. El programa complementario, escrito en Visual Basic debe modificarse manualmente cuando se desee cambiar de una ecuación de estado a otra.

Las funciones de cálculo de REFPROP también pueden ejecutarse con programas como Matlab, Labview, Perl, Linux o Phytion; siendo esta estrategia muy conveniente en sistemas de adquisición y/o procesamiento de datos; de hecho, en el portal del NIST es posible encontrar algunos ejemplos de programación para usar REFPROP desde cualquiera de dichos programas de cómputo.

3. USO DE REFPROP A TRAVÉS DE R

El programa de cómputo R [4] es ampliamente usado por la comunidad científica, como una excelente herramienta de cálculo, de análisis de datos y de generación de imágenes gráficas. El uso de este programa es de acceso libre, y la disponibilidad de recursos es muy grande, a través de los paquetes de cómputo desarrollados en forma altruista por la comunidad científica mundial.

Universidades de gran prestigio como La Universidad de California (Berkeley), El Instituto Nacional de Ciencias de Cómputo (NICS), La Universidad Tecnológica de Michigan, La Universidad Estatal de Iowa, El Colegio Imperial (Reino Unido), La Universidad de Bristol, La Universidad de Melbourne, la Universidad de Sao Paulo, La Universidad de la Plata, La Universidad Católica de Chile, El Instituto Tecnológico Autónomo de México (ITAM), entre muchas otras universidades del mundo entero, mantienen disponibles servidores de acceso abierto para poner a disposición los recursos informáticos y de cálculo de R. REFPROP no puede ser empleado de forma directa desde R; sin embargo, la ejecución de las funciones de REFPROP se puede realizar en Python y comunicados sus resultados a R a través de una interfase entre Python y R. El código siguiente ilustra este mecanismo de trabajo,

```
library(rPython)
setwd("C:/Program Files/refprop")
python.load("refprop.py")
python.call("ini")
elem <- c("nitrogen","carbondioxide","methane")
den<-rep(0,10000)
denn<-rep(0,10000)
for(i in 1:10000){
c1<-rnorm(1,0.0072,3.67e-5)
.....
c6<-rnorm(1,0.0202,1.031e-4)
c7<-rnorm(1,0.0058,2.96e-5)
Comps<- c(c1,c2,c3,c4,c5,c6,c7)
FluidName <- python.call("FluidString", Comps,
elem)
```

```
den[i]<-python.call("Density", FluidName, InpCode,
Units,rnorm(1,298.71,0.23),runif(1,1.755,1.855))
denn[i]<-den[i]+rnorm(1,0,0.001*den[i]/1.96)}
```

el paquete rPython funciona para establecer una comunicación bidireccional entre Python y R; refprop.py es un programa en lenguaje Python que contiene las instrucciones para manipular la librería de enlace dinámico (dll) Refprop. El histograma que se muestra en la fig. 2 corresponde a la representación gráfica de la distribución de probabilidad para la densidad de un gas natural, obtenida a partir de la ejecución del código expresado en los párrafos anteriores.

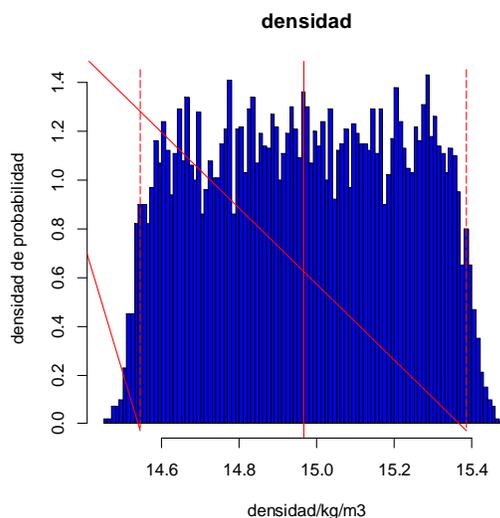


Fig. 2 Histograma correspondiente a la densidad de un gas natural a 25.6 °C y 1.8 MPa.

REFERENCIAS

- [1] NIST Reference Fluid Thermodynamic and Transport Properties Database (REFPROP): Version 9.1; <http://www.nist.gov/srd/nist23.cfm>
- [2] AGA R8; "Compressibility Factor of Natural Gas and Related Hydrocarbon Gases", American Gas Association, 1994.
- [3] O. Kunz and W. Wagner, "The GERG 2008 Wide-Range Equation of State for Natural Gases and Other Mixtures: An Expansion of GERG-2004; *J. Chem. Eng. Data*, 2012, 57 (11), pp 3032–3091
- [4] R, "The R Project for Statistical Computing", <https://www.r-project.org/>

MÉTODO PARA LA CARACTERIZACIÓN Y SELECCIÓN DE BANDAS DE MÍNIMA TRANSMISIÓN DE MATERIALES DE REFERENCIA PARA ESPECTROFOTOMETRÍA UV-VISIBLE COMO PATRONES DE MEDIDA

Jorge Pavel Victoria Tafoya¹, Gabino Estévez Delgado², Elisa López Loeza¹, Víctor Manuel Martínez Reyes³,
Mario Villanueva Flores³
Instituto de Física y Matemáticas – UMSNH¹, Facultad de Químico Farmacobiología – UMSNH², Centro
Metrológico de Michoacán, S.A. de C.V.³
Edificio C3-B Planta Alta, Ciudad Universitaria, Francisco J. Mújica S/N, Colonia Felicitas del Río, Morelia,
Michoacán, C.P. 58146
Tel.: +52 (443) 322 35 00 Ext. 4116

Resumen: La caracterización adecuada de un material de referencia para la evaluación de la longitud de onda es una actividad de suma importancia para los laboratorios de calibración en el área de óptica. El presente trabajo aborda la descripción de una metodología considerados por los autores del presente trabajo como adecuada para caracterizar y determinar si una banda de mínima transmisión puede ser usada como patrón de medida para los servicios de calibración.

1. INTRODUCCIÓN

Desde hace varios años, la trazabilidad en la escala de longitud de onda para la espectrofotometría UV-Visible se ha establecido a través de materiales de referencia que presentan bandas de mínima transmisión espectral regular características, como el caso del holmio en matriz de vidrio y solución, y el didimio en matriz de vidrio y solución.

Estas bandas de transmisión mínima se presentan a longitudes de onda características dependiendo del ancho de banda espectral al que estén caracterizados los materiales de referencia y cambian con respecto del mismo, tomando cada una de dichas bandas, que son propiedades ópticas de los materiales mencionados, como patrones de medida para la calibración de espectrofotómetros UV-Visible en escala de longitud de onda.

En la actualidad, las bandas características reportadas en la literatura se certifican y se usan indiscriminadamente para realizar la calibración y la verificación de espectrofotómetros UV-Visible en escala de longitud de onda, sin analizar previamente si las bandas del material con el que se realizan dichas actividades cuentan con las características metrológicas adecuadas, repetibilidad, reproducibilidad, homogeneidad y estabilidad, para ser consideradas individualmente como patrones.

El objetivo del presente trabajo es establecer un método de caracterización de las propiedades ópticas de los materiales de referencia utilizados para evaluar la escala de longitud de onda en la

calibración de espectrofotómetros UV-Visible y determinar las bandas individuales específicas de cada material de referencia que cumplen con los requisitos metrológicos para ser consideradas como patrones de medida.

2. DESARROLLO DEL MÉTODO

En la presente sección se describe el método propuesto para la caracterización de los materiales de longitud de onda, como también el proceso para el análisis estadístico de los resultados de las mediciones hechas a los materiales.

2.1. Materiales de referencia utilizados y equipo

Los materiales de referencia utilizados fueron un holmio en matriz de vidrio, un holmio en matriz de solución y un didimio en matriz de vidrio. Además, para caracterizar dichos materiales se utilizó un espectrofotómetro UV-Visible-Infrarrojo Cercano, marca Varian, modelo Cary 5000; todos propiedad de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo.

2.2. Método de caracterización

En el presente trabajo se propone como método de caracterización una modificación al método establecido para la caracterización en escala de longitud de onda de los materiales de referencia en espectrofotometría UV-Visible conocido como "Método de Asignación de Valores". La modificación al método consiste en medir la línea base para generar el 100 % de transmitancia tomando como

referencia el aire, después realizar una serie de cinco mediciones repetidas sobre el material tomando como referencia la línea base medida inicialmente. Posteriormente, volver a medir la línea base y realizar otro ciclo de cinco mediciones sobre el material tomando como referencia la nueva línea base. Por último, medir una nueva línea base, y realizar un ciclo final de cinco mediciones sobre la cara posterior del material. Estos tres ciclos de cinco mediciones se tomarán como pruebas de repetibilidad, reproducibilidad y homogeneidad del material, siendo modificados dos parámetros, la línea base generada por el instrumento y la cara por la que fue caracterizado el material a distinto ancho de banda espectral, 1 nm, 2 nm y 5 nm.

2.3. Análisis de las mediciones

El conjunto de los tres ciclos de mediciones se analizan según el siguiente proponiendo el siguiente modelo de estimación de la incertidumbre:

$$u_A = \sqrt{u_r^2 + u_R^2 + u_h^2} = \sqrt{\frac{\sum S_r \cdot \bar{\theta}^2}{\bar{c} \cdot \sqrt{5} \cdot \bar{\theta}} + S_R^2 + S_h^2} \quad (1)$$

Donde la incertidumbre tipo A es el resultado de la suma geométrica de las incertidumbres en condiciones de repetibilidad u_r , reproducibilidad u_R y homogeneidad u_h .

$$u_B = \sqrt{\frac{\sum U_P \cdot \bar{\theta}^2}{\bar{c} \cdot 2 \cdot \bar{\theta}} + \frac{\sum a_+ - a_- \cdot \bar{\theta}^2}{\bar{c} \cdot \sqrt{12} \cdot \bar{\theta}}} \quad (2)$$

Y la incertidumbre tipo B es el resultado de la suma geométrica de la incertidumbre del patrón de medida informada en su certificado de calibración y de la resolución del patrón, 0.05 nm.

Por lo tanto la incertidumbre combinada simplete es la suma geométrica de la incertidumbre tipo A y la tipo B. El porcentaje de contribución de cada una de las fuentes de incertidumbre se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$c_i(\%) = \frac{u_i}{u_c} \times 100 \quad (3)$$

Para finalizar se calculan los grados efectivos de libertad de la caracterización, idealmente mayor o igual a cien y el factor de cobertura real aproximadamente igual a dos.

Adicionalmente, al conjunto de 5 mediciones se les aplica la prueba de inferencia estadística $t_{student}$ para un par de muestras con número igual de eventos y suponiendo varianzas iguales para encontrar diferencias entre las mediciones en condiciones de repetibilidad, reproducibilidad y homogeneidad, con un nivel de significancia $\alpha = 0.05$.

3. RESULTADOS

Después del análisis de resultados, se obtiene que para cada banda de transmisión a diferente ancho de banda espectral, la variabilidad de cada una de ellas es diferente a las condiciones de repetibilidad, reproducibilidad y homogeneidad de los materiales.

4. CONCLUSIONES

Al estimar la incertidumbre de cada una de las bandas de mínima transmisión a los distintos anchos de banda espectrales, junto con sus grados efectivos de libertad y el factor de cobertura, se encontró que las bandas en las que existe diferencia significativa, el porcentaje de incertidumbre por reproducibilidad y/o homogeneidad excede el valor de 15 %, adicionalmente los grados efectivos de libertad están por debajo de 100, por lo que las bandas que presentan estos resultados se discriminan como patrones de medida. Cabe resaltar que cada material presenta resultados diferentes por lo que no se puede generalizar el comportamiento y este estudio debe realizarse por cada banda de transmisión por cada material sometido a caracterización.

AGRADECIMIENTOS

Los autores del presente trabajo agradecemos a la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo por el recurso y las facilidades para realizar el presente trabajo.

REFERENCIAS

[1] NMX-CH-140-IMNC-2002, Guía para la expresión de la incertidumbre en las mediciones, 2002.
 [2] Isidro Vargas, Araceli et al., Guía técnica de trazabilidad e incertidumbre en los servicios de en los servicios de calibración de espectrofotómetros UV-Visible, págs. 11-18, 2014.

DINÁMICA DE LA COMUNIDAD DE NEMATODOS DE SUELO AFECTADOS POR INCENDIO Y PLANTAS INVASORAS EN EL PARQUE ECOLÓGICO CHIPINQUE, SAN PEDRO GARZA GARCÍA, NUEVO LEÓN

Alejandro Peña R. y María F. Morales A.
Facultad de Ciencias Biológicas, Universidad Autónoma de Nuevo León
Ave. Pedro de Alba s/n cruz con Ave. Manuel L. Barragán
Tel. 8180867335 Correo: alep.rivera@gmail.com

Resumen: El estudio de los nematodos como indicadores de la productividad, contaminación y sucesión secundaria tuvo sus inicios con Bongers en la década de 1980, quien propuso el Índice de Madurez (MI) para la expresión de la estructura de la comunidad de nematodos. El MI atribuye un valor a los organismos dependiendo de sus características como estrategias r o k ; colonizadores o persistentes respectivamente, con el fin de medir la sucesión ecológica. Por medio de la sucesión en comunidades de nematodos se pretende determinar: 1) Los géneros representativos de nematodos de la región de cada grupo trófico, 2) El grado de perturbación del suelo tras incendio, y 3) El grado de perturbación en suelo con plantas invasoras (*Ligustrum lucidum*). Dentro del Parque Ecológico Chipinque fueron seleccionadas tres diferentes condiciones de suelo: Control, Incendio y Plantas Invasoras. Los nematodos fueron extraídos, identificados, y les fue asignada su Clasificación Funcional y Valor c-p para elaborar el MI. Se obtuvieron 58 géneros diferentes, de los cuales se incluyeron en las descripciones taxonómicas 39 géneros y sus 46 especies. Con base en la Clasificación Funcional se realizó la composición trófica de la comunidad de nematodos. El índice de madurez reveló que el área Control con MI 2.78 se encuentra en buenas condiciones, el área Incendio con MI 2.47 presenta condiciones moderadas, y el área Plantas Invasoras con MI de 1.91 se encuentra en malas condiciones.

1. INTRODUCCIÓN

Los nematodos ocurren en una gran diversidad y densidad en todos los ambientes, juegan un importante papel en las redes tróficas del suelo, son aislables e identificables y pueden ser ubicados con facilidad en grupos tróficos; por lo que son muy buenos indicadores ambientales en ecosistemas tanto terrestres como acuáticos (Bongers and Bongers 1998).

Cada taxón del filo Nematoda responde de forma diferente a los cambios en el ambiente. Especies de las familias Rhabditidae, Panagrolaimidae, Diplogasteridae y Monhysteridae representan colonizadores típicos (Woombs y Layhourn-Parry 1984). Las especies persistentes son representadas por especies de las familias Nygolaimidae, Thornematidae, Belonidiridae, Actinolaimidae y Discolaimidae, de acuerdo a Bongers (1988).

El Índice de Madurez (MI por sus siglas en inglés; Maturity Index) es propuesto como un valor semi-cuantitativo que indica la condición de un ecosistema basado en la composición de la 'comunidad de nematodos'. Moreno *et al* (2011) propone rangos del MI para determinar el estado de la calidad ecológica, que van de "Malo" siendo MI menor a 2.2, a "Bueno" con valor MI mayor a 3.

En México existen pocos estudios en los que se utilicen a los nematodos de suelo como bioindicadores. Dentro del Parque Ecológico Chipinque no se habían realizado estudios como este anteriormente, por lo que resulta evidente que esta es un área de oportunidad enorme tanto para la investigación como la ecología.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Área de estudio

El Parque Ecológico Chipinque que forma parte del Área Natural Protegida (ANP) Parque Nacional Cumbres de Monterrey (PNCM). Para este estudio se seleccionaron tres diferentes condiciones de suelo: Control, Incendio y Plantas Invasoras. Los sitios Control no presentaban perturbaciones naturales ni antropogénicas. La muestras de suelo tras Incendio fueron colectadas del área del parque donde sucitó este percance en el año 2006. Las zonas con Plantas Invasoras mostraban de entre 50% hasta 90% presencia del árbol del trueno (*Ligustrum lucidum*).

2.2. Extracción y Fijación de Nematodos

Los nematodos fueron extraídos de las muestras de suelo utilizando Embudos de Baermann, para posteriormente fijarse en solución de alcohol-glicerol (85-15 partes absolutas) en viales y puestos a transparentar en un autodesecador.

Tras alrededor de 48 horas los nematodos pasan a montarse en laminillas semipermanentes para observarse al microscopio. La identificación fue realizada con base en las descripciones de T. Goodey, 1963, G. Thorne, 1961, entre otros autores de distintas publicaciones.

Posterior a la identificación, le fue asignado a cada género su Clasificación Funcional con lo cual se obtiene la proporción de niveles tróficos de la muestra. Así mismo, por familia se establece el valor c-p de acuerdo con los datos provistos por Bongers, 1990; con el fin de determinar el Índice de Madurez (MI) por submuestra y por tratamiento.

3. RESULTADOS

Del total de muestras fueron obtenidos 58 géneros diferentes que fueron asignados a su clasificación funcional; los cuales se distribuyeron en 23 géneros bacteriófagos, 12 fitoparásitos, 5 fungívoros, 8 omnívoros y 10 predadores.

Las muestras del tratamiento Incendio fueron las más abundantes en nematodos (2278), siguiendo las muestras de Plantas Invasoras (1005) y finalmente Control (654).

El sistema Plantas Invasoras obtuvo el mayor porcentaje de bacteriófagos (66%), siguiendo los sistemas de Incendio (51%) y Control (37%).

El sistema Control mostró el mayor Índice de Madurez (MI) de 2.78, siguiéndole Incendio con 2.47 y Plantas Invasoras con 1.91.

4. DISCUSIÓN

El incremento significativo de nematodos bacteriófagos en la zona de Plantas Invasoras está relacionado con la presencia del árbol exótico invasivo *Ligustrum lucidum*, debido a la rápida degradación de su hojarasca que favorece la actividad microbiana.

El área Control presentó una abundancia del 61% de nematodos persistentes (valor c-p de 3 a 5), mayormente representada por organismos de las familias Dorylaimidae, Cyatholaimidae, Qudsianematidae y Mononchidae. El área de Incendio mostró una abundancia del 52% de nematodos persistentes, con las mismas familias del área Control. Sin embargo; el área con Plantas Invasoras mostró una dominancia del 78% de nematodos colonizadores (valor c-p de 1 a 2), representados principalmente por las familias Diplogasteridae, Tylenchidae y Cephalobidae.

5. CONCLUSIONES

Acorde a la clasificación de Moreno et al (2011) el sistema Control representó un ecosistema en buenas condiciones, el tratamiento Incendio es catalogado como moderado, mientras que Plantas Invasoras se considera en malas condiciones.

Las áreas Control e Incendio fueron mayormente representadas por nematodos persistentes de las familias Dorylaimidae, Cyatholaimidae, Qudsianematidae y Mononchidae; mientras que el área con Plantas Invasoras presentó en su mayoría nematodos colonizadores de las familias Diplogasteridae, Tylenchidae y Cephalobidae.

REFERENCIAS

- [1] Bongers, Tom, and Marina Bongers. 1998. "Functional Diversity of Nematodes" 10 (April 1997).
- [2] Woombs M, Laybourn-Parry J. 1984. Feeding biology of *Diplogasteritus nudicapitatus* and *Rhabditis curvicaudata* (Nematoda) related to food concentrations and temperature, in sewage treatment plants. *Oecologia* 64:163-167
- [3] Bongers T, Yeates GW. 1988. Report on a workshop: Nematodes in natural systems; the use of nematodes in environmental studies. *Pedobiologia* 32:88
- [4] Moreno, M., Semprucci F., Vezzulli L., Balsamo M., Fabiano M., Albertelli G. 2011. The use of nematodes in assessing ecological quality status in the Mediterranean coastal ecosystems. *Ecological Indicators* 11: 328-336.

EL FUTURO DE LOS TÉRMOMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO

Rosa Hernández Nava, Enrique Martines López
Centro Nacional de Metrología
km. 4.5 Carretera a Los Cués, Municipio El Marqués Querétaro, México.
4422593691, rhernand@cenam.mx.

Resumen: Entre los termómetros de líquido en vidrio (TLV) más conocidos se encuentran los termómetros de mercurio, los cuales se han utilizado por más de 300 años en diversas aplicaciones. En los últimos años varios organismos internacionales han alertado sobre los efectos negativos del mercurio tanto a la salud como al medio ambiente, por lo cual se espera que en los próximos años este tipo de termómetros salgan del mercado y ya no se utilicen en los procesos de medición; por lo anterior, se deben buscar alternativas para sustituirlos. En este artículo se hace una revisión del desarrollo histórico que han tenido los TLV, sus características y uso en el futuro. Además se discuten las alternativas que existen para sustituir a los termómetros de mercurio.

1. INTRODUCCIÓN

Los termómetros de líquido en vidrio (TLV) fueron los primeros tipos de termómetros que se fabricaron para medir la temperatura (hace más de 300 años) empleando fluidos termométricos como aire, agua o alcohol [1-3] y cuyo principio de medición relaciona el cambio de volumen con el cambio de temperatura.

El termómetro de mercurio es uno de los más conocidos y el que mayor tiempo de uso tiene a lo largo de la historia, el cual se ha utilizado para validar experimentalmente varias leyes físicas como la ley de Boyle [1-3], la ley de Dalton [1-3], Ley de Gay-Lussac [1-3], la teoría de calor de Maxwell [4], la ley conducción de calor de Fourier [5], entre otras. Además se utilizó en experimentos de Mayer, Joule y otros en la formulación de la primera ley de la termodinámica [2, 6]. Adicionalmente, fue un instrumento de transferencia en el establecimiento de la primera escala internacional de temperatura de 1888 (Escala de Hidrógeno Normal) [7]. Además se utilizó para estudiar las propiedades del agua y para obtener los primeros registros de temperatura con fines meteorológicos, entre otras [1-3].

Por otro lado, dado que el mercurio es un material altamente tóxico, hace varios años, diversos organismos internacionales alertaron sobre los efectos negativos de este material en la salud del ser humano, en los animales y en el medio ambiente. Por tal motivo varios países firmaron el convenio de Minamata [8] en el cual acordaron retirar del mercado y poner fuera de uso todos los instrumentos que contienen mercurio, como son los termómetros, los esfigmomanómetros, entre otros.

Para atender las recomendaciones del convenio de Minamata en el área de metrología, varios países suspendieron sus servicios de calibración de termómetros de mercurio, entre ellos el CENAM quién suspendió en 2013 varios de los servicios de calibración de estos termómetros y sólo ofrece este servicio de manera esporádica.

Ante la necesidad de reducir el uso de termómetros de mercurio, se requiere contar con iniciativas que apoyen la reducción paulatina de este tipo de termómetros, así como planear alternativas de termómetros que permitan sustituirlos satisfactoriamente.

2. PROPIEDADES DE LOS TERMÓMETROS DE MERCURIO

Algunas de las propiedades de los termómetros de mercurio que los hacen adecuados para medir la temperatura son:

- Indicación directa de la temperatura.
- Coeficiente de expansión térmica lineal.
- El mercurio no reacciona químicamente con el vidrio y éste último es compatible con muchos materiales.
- Cubre un amplio intervalo de temperatura (-38 °C a 550 °C).
- Tiene bajo costo.
- Alta exactitud
- Se puede verificar el estado de su calibración con sólo un punto de temperatura (0 °C).
- Inmersión variable.

3. ALTERNATIVAS DE LOS TERMÓMETROS DE MERCURIO

Las alternativas que existen para sustituir a los termómetros de mercurio son:

a) Termómetros de indicación directa

Entre los termómetros de indicación directa (Figura 1) más conocidos se encuentran los termómetros industriales de resistencia de platino, termistores, termopares, termómetros de estado sólido y termómetros infrarrojos. Con estos termómetros se puede cubrir un amplio intervalo de temperatura desde $-200\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta aproximadamente $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$, con incertidumbres desde décimas de $^{\circ}\text{C}$ hasta mK.

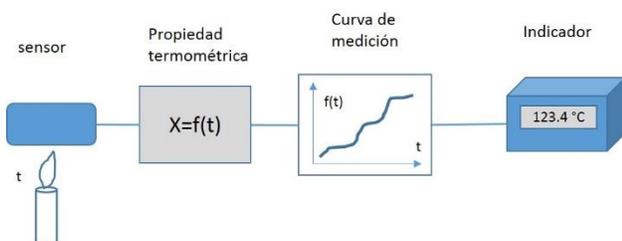


Fig. 1. Esquema general de un termómetro de indicación directa.

b) TLV con líquidos de bajo riesgo

Los TLV que no usan mercurio son las alternativas para sustituir a los termómetros de mercurio. El inconveniente que se tiene cuando se usan líquidos termométricos como alcohol, tolueno y pentano es que con ellos no se pueden alcanzar temperaturas mayores de $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ (generalmente operan de $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $80\text{ }^{\circ}\text{C}$), además de tener coeficientes de expansión no lineales, lo que dificulta su graduación.

En años recientes se han desarrollado termómetros con líquidos de bajo riesgo (a base de silicón) y se han investigado los líquidos iónicos (compuestos a base de sales) como otra alternativa.

Los termómetros con líquidos de bajo riesgo alcanzan temperaturas desde $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta $240\text{ }^{\circ}\text{C}$ [9]. La norma ASTM E2251-03 presenta las especificaciones de un conjunto de termómetros de líquido en vidrio con líquidos de bajo riesgo [10].

Los líquidos iónicos son compuestos químicos a base de sales que se han utilizado como solventes, lubricantes, materiales energéticos, en la ciencia de polímeros, entre otras. Operan desde $-76\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ [11].

4. CONCLUSIONES

Por sus efectos negativos en la salud y al medio ambiente, los termómetros de mercurio en los próximos años se dejarán de usar.

Las alternativas para atender las necesidades de medición que actualmente se tienen con termómetros de mercurio incluyen a los termómetros de indicación directa, los termómetros de líquidos iónicos y TLVs con líquidos de bajo riesgo.

REFERENCIAS

- [1] M.K. Barnett, The Development of Thermometry and Temperature concept, Osiris, Vol. 12, pag.. 269-341, 1956.
- [2] H. Chang, Inventing temperature: Measurement and temperature progress, Oxford University Press, Chap.1-Chap. 4, pp. 3-217, 2004.
- [3] S. Velasco Maillo, C. Fernández Pineda, "un paseo por la historia de la termometría", http://gtfe.usal.es/pdfs/ensenanza/santi_rsef_termometria_05.pdf, 13/05/2016.
- [4] J.C. Maxwell, the Theory of Heat, Longmans, Green and Co. 1872.
- [5] J. Fourier, the Analytical Theory of Heat, The Cambridge University Press, 1878.
- [6] E. Mach, The Theory of Heat: A critical and Historical Account of its Development, The Open Court, Vol XVI, no. II, 1902.
- [7] Temperature measurement, chapter 1, pag. 1-18, Wiley, 2002.
- [8] Minamata Convention Agreed by Nations <http://www.unep.org/newscentre/default.aspx?DocumentID=2702&ArticleID=9373>, 13/05/2016.
- [9] C. J. Miller. D. M. Emory, "preliminary results of a new type of non.hazardous liquid-filled precision Glass Thermometer", Temperature: Its measurement and Control in Science and Industry, volume 7, pag.1109-1114, 2003.
- [10] ASTM E2251 03a, Standard Specification for Liquid-in-Glass ASTM Thermometers with Low-Hazard Precision Liquids, 2003.
- [11] H. Rodríguez, M. Williams, J.S Wilkes, R. D. Rogers, Ionic liquids for liquid-in-glass thermometers, Green Chem., pag.501-505, 2008.

VALIDACIÓN DE UN SISTEMA DE CAPTURA DE OGM'S EN ILLUMINA

Maya-García F, Carvente-García RD, Perez-Agüeros SI, Santana Hernández ZI y Acatzi Silva AI
Subdirección de Secuenciación y Bioinformática, SENASICA-SAGARPA
km 37.5 Carretera Federal México-Pachuca, Edo. México, Tecámac de Felipe Villanueva Centro C.P. 55740.
(55) 5905-100 Ext. 53037, ibqfmaya@gmail.com

Resumen: La Secuenciación de Nueva Generación (NGS, por sus siglas en inglés) es un método cualitativo no normalizado para el análisis y caracterización de Organismos Genéticamente Modificados a través de su ADN, el cual brinda mayor sensibilidad, especificidad y certeza en comparación a otros métodos moleculares. En el presente trabajo se realizaron las pruebas preeliminarias para identificar y caracterizar eventos contenidos en maíz, algodón y soya genéticamente modificados, a través de un sistema de captura mediante sondas, así mismo, se establecieron los parámetros de desempeño necesarios para validar este sistema en la plataforma de secuenciación masiva MiSeq de Illumina.

1. INTRODUCCIÓN

En México, la Ley de Bioseguridad de Organismos Genéticamente Modificados [1] (LBOGM) tiene como uno de sus objetivos regular la liberación al medio ambiente de OGM's, con el fin de prevenir, evitar o reducir los posibles riesgos que dichas actividades pudieran ocasionar a la salud humana, vegetal, animal y/o acuícola.

A pesar del impacto de estos organismos, actualmente sólo se cuenta con métodos moleculares basados en PCR para su caracterización, cuantificación e identificación. En respuesta a esto, la reciente aparición de un sistema de enriquecimiento específico o sistema de captura (*SeqCap*), basado en la hibridación de ácidos nucleicos en solución, permite aislar los eventos transgénicos del resto del genoma, para posteriormente ser secuenciados por NGS. Con esto se logra una caracterización más detallada del evento, para cumplir con todos los requerimientos establecidos en la LBOGM.

El Servicio Nacional de Sanidad, Inocuidad y Calidad Agroalimentaria (SENASICA) pretende implementar la NGS como una tecnología de vanguardia para la eficiente caracterización de OGM's, en apoyo a cumplir con el control de la inocuidad alimentaria en México.

Por otro lado, SENASICA tiene como obligación validar todos aquellos métodos empleados para asegurar la inocuidad de los alimentos, lo cual hace indispensable la demostración del desempeño de un sistema de captura a través de NGS que asegure que los resultados en los estudios de caracterización de OGMs satisfacen las necesidades de medición especificadas [2].

Por lo anterior, el objetivo del presente proyecto es proponer las pruebas de desempeño necesarias para validar el método de sistema de captura para la identificación y caracterización de OGMs a través de NGS en la plataforma Illumina para ser implementado en nuestro laboratorio.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Material biológico

Se emplearon 61 elementos transgénicos contenidos en 30 eventos genéticamente modificados entre los que se incluyen eventos para resistencia a sequía, así como protección contra insectos y herbicidas. Dichos elementos provinieron de 5 materiales de referencia diferentes (maíz, trigo, algodón, soya y papa). De cada material de referencia, se obtuvo su ADN y se emplearon 34 ng de ADN de cada uno de ellos. Posteriormente se continuó con la metodología para sistema de captura [3].

2.2. Captura de elementos transgénicos

La captura de eventos transgénicos corresponde a un método cualitativo no normalizado; el cual se basa en su hibridación, captura y secuenciación. Para realizar la hibridación, el área de bioinformática del Centro Nacional de Referencia en Detección de Organismos Genéticamente Modificados (CNRDOGM) diseñó sondas de ARN complementarias a eventos GM, promotores y terminadores, así como algunos genes representativos [4]. La síntesis de dichas sondas estuvo a cargo de la compañía Agilent®, por lo cual para realizar la captura de las secuencias de interés se siguió su procedimiento. Bajo esta metodología, el sistema se probó en la plataforma 454 de Roche® para posteriormente proponer los parámetros de desempeño de la validación en MiSeq de Illumina®.

3. RESULTADOS

Al realizar la corrida de secuenciación en la plataforma 454, se obtuvieron poco más de un millón de lecturas, las cuales correspondieron a secuencias de 47 elementos transgénicos, es decir, se logró la captura del 77% de ellos. Una vez que se obtuvieron resultados satisfactorios para esta metodología, el sistema de captura se empezó a utilizar para iniciar la validación en la plataforma MiSeq de Illumina.

Dado que la secuenciación es un método cualitativo no normalizado, en el cual se logra generar la sucesión nucleotídica contenida en una cadena de ADN, se ha determinado emplear como parámetros de desempeño: Repetibilidad y Reproducibilidad, Selectividad, Límite de detección, Especificidad, Sensibilidad analítica [5].

Repetibilidad/Reproducibilidad: Para medir la repetibilidad, se secuenciarán 3 veces la misma captura de eventos realizados por el mismo analista. En tanto que, para evaluar la reproducibilidad, se secuenciarán los mismos eventos por 3 analistas diferentes siguiendo las mismas condiciones de medición. En ambos parámetros se espera obtener una cantidad de información similar. La información obtenida también servirá para medir precisión y exactitud.

Selectividad: Su medición se efectuará incorporando ADN de bacterias durante el proceso de captura de OGM's, con lo cual el proceso tendrá que asegurar ser selectivo para tomar únicamente las secuencias de OGM's presentes en la mezcla.

Límite de detección y Limite de cuantificación: Se realizarán diferentes diluciones seriales de un evento transgénico y se verificará la dilución más baja en la cual el equipo es capaz aún de detectar la presencia del evento.

Especificidad y Selectividad: Su medición se realizará mezclando ADN de planta modificada con ADN de bacterias durante el proceso de secuenciación. El análisis deberá ser capaz de diferenciar entre ambos tipos de ADN.

Robustez: Se evaluará la captura en presencia de contaminantes (ADN bacteriano), así como la capacidad del método para capturar uno o más de un evento a diferentes concentraciones.

4. DISCUSIÓN

La LBOGM establece que para poder llevar a cabo la liberación experimental de un OGM es necesario conocer la secuencia detallada de la transformación génica, la descripción de las secuencias flanqueantes, el número de copias insertadas y la localización de las mismas, sin embargo, la complejidad y tamaño de los genomas de la mayoría de las plantas hace que las estrategias de detección molecular actuales tales como la PCR, sean incapaces de dar cumplimiento a todos los rubros que esta ley establece; ya que no son capaces de detallar el evento transgénico de forma tal que pueda dar cumplimiento a la LBOGM.

La utilización del sistema de enriquecimiento específico nos permitió capturar únicamente aquellas secuencias de los eventos transgénicos, los cuales posteriormente se analizarán bioinformáticamente para lograr detallar cada uno de los parámetros que la LBOGM exige. Aunado a esto, con los resultados obtenidos se trabajará para validar el método de secuenciación masiva para la captura de OGM's en la plataforma MiSeq de Illumina.

5. CONCLUSIONES

Se logró capturar secuencias específicas de eventos transgénicos utilizando sondas diseñadas para este fin. Además, con base a estos experimentos se lograron establecer los parámetros de desempeño necesarios para dar inicio al proceso de validación en la plataforma Illumina.

REFERENCIAS

- [1] Ley Mexicana de Bioseguridad en Organismos Genéticamente Modificados, www.diputados.gob.mx/LeyesBiblio/pdf/LBOGM.pdf
- [2] Instituto Mexicano de Normalización y Certificación, NMX-EC-17025-IMNC-2006 "Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración", Junio 2006.
- [3] Ortega V. "Implementación del Sistema de Captura de ADN de OGM's por Sondas de ARN Acopladas a perlas Electromagnéticas para el Sistema de Pirosecuenciación". UNAM. 2013
- [4] Romero S. "Aplicación e Integración de Metodologías Bioinformáticas y de Secuenciación Masiva de ADN para el análisis y caracterización de OGM's". UNAM, 2012.
- [5] Charles M. "Development and Validation of a Next- Generation Sequencing Assay for BRCA1 and BRCA2 Variants for the Clinical Laboratory". PLoS One 20150 Aug 21, 13641.

DISEÑO DE LA MEDICIÓN DE RUIDO EN LA CIUDAD DE QUERÉTARO

Maricela Gamiño G.⁽¹⁾, Andrés E. Pérez M.⁽¹⁾, y Santiago Jesús Pérez R.⁽²⁾

⁽¹⁾ Centro Nacional de Metrología

Carretera a los Cués km 4.5. Municipio El Marqués, Querétaro. CP 76246.

⁽²⁾ Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico

Cto. Exterior S/N. Ciudad Universitaria. Universidad Nacional Autónoma de México. México, D.F. CP 04510.

442 2110500 ext. 3584 mgamino@cenam.mx

Resumen: Se diseña y realiza un programa de medición de ruido en la ciudad de Santiago de Querétaro. La ciudad se estratifica en cuatro zonas, cada una con cinco puntos de medición. El principal descriptor acústico usado es el Nivel Sonoro Continuo Equivalente (L_{eq}), en tercios de octava y con ponderaciones A y Z. Los horarios de medición corresponden a: día, tarde y noche, los siete días de la semana. Se realizaron 202 mediciones de una hora, de septiembre a diciembre de 2015. Los resultados indican un fuerte dominio del ruido vehicular en todos los puntos medidos.

1. INTRODUCCIÓN

En este trabajo explicamos el diseño de la medición de ruido en la Ciudad de Santiago de Querétaro. Algunos puntos se repiten de la medición de ruido vehicular durante 1999 [1]. La distribución de los horarios de medición, se realizó considerando el ruido como una variable aleatoria. Se seleccionó L_{eq} (A y Z) de una hora como el descriptor físico de las mediciones de ruido [2].

2. DISEÑO DEL PROGRAMA DE MEDICIONES

Se eligieron 20 puntos de medición, distribuidos geográficamente, agrupados en 4 zonas: Zona 1: Comercial, Zona 2: habitacional exterior, Zona 3: habitacional al interior de las vivienda y Zona 4: Tráfico vehicular.

Se definieron 3 horarios de medición de acuerdo al indicador L_{den} [3]: mañana (d), tarde (e) y noche (n). Se establecieron 10 horarios de medición dentro de las 24 horas del día, quedando 5 para la mañana, 1 para la tarde y 4 para la noche. Se midió los 7 días de la semana.

2.1. Primera aproximación

Considerando que la distribución de las mediciones en días, horarios y puntos de medición debía ser aleatoria, etiquetamos cada una de estas variables con un número, lo que nos llevó a tener 7 opciones para los días de la semana, 10 para los horarios establecidos y 20 para los puntos de medición. Se usó un sorteo aleatorio en Excel para distribuir 320 mediciones (en promedio 8 mediciones por punto de medición con dos repeticiones por medición).

Debido a problemas de seguridad con los horarios nocturnos (00h30 a las 06h59), solamente se realizaron mediciones de noche en el horario de las 22h00 a las 00h29. Lo anterior redujo el número de muestras (mediciones) a 240.

2.2. Agenda de mediciones

Para reducir el número de puntos de medición, se midió y probó la hipótesis de que las emisiones de ruido fueran similares en algunos días de la semana. Esto permitió disminuir el número de mediciones, siempre considerando que la muestra estadística fuera suficientemente grande. Se establecieron entonces 3 grupos de días: grupo 1: lunes y viernes; grupo 2: martes, miércoles y jueves; y grupo 3: sábado y domingo.

La fig. 1 muestra una tabla de la distribución de las mediciones, considerando los 10 horarios establecidos originalmente y los tres grupos de días.

HORARIOS	Lunes	Martes	Miércoles	Jueves	Viernes	Sábado	Domingo
07h00 a 09h29	12,12	16,16			9,9	4,4	7,7
09h30 a 11h59	5,5,7,7	18,18		17,17	7,7	18,18	18,18
12h00 a 14h29	2,2			1,1	4,4	3,3,19,19	3,3,7,7
14h30 a 16h59	1,1,16,16		14,14	14,14	1,1,16,16	6,6,12,12,20,20	11,11,17,17
17h00 a 18h59	11,11	11,11	6,6		2,2	16,16	1,1,5,5
19h00 a 21h59	5,5,13,13	14,14	12,12	9,9	14,14,15,15	14,14	8,8
22h00 a 00h29	10,10		19,19	19,19	2,2	7,7	15,15
00h30 a 02h29	19,19	3,3	3,3		3,3	13,13	10,10
02h30 a 04h30	20,20		10,10	10,10	15,15,17,17	19,19,9,9	9,9
04h30 a 06h59	6,6,18,18	8,8			8,8	20,20	2,2

Fig. 1. Distribución de puntos de medición por día y horario.

3. RESULTADOS

Durante las mediciones, principalmente en horarios de tarde y noche, se presentaron incidentes como un intento de robo de los equipos de medición por una persona intoxicada. También revisiones policiales, llamados por los habitantes cercanos a los puntos de

medición. Se hicieron 202 mediciones de ruido, en un período de 3 y medio meses. Aquí se muestran algunas gráficas representativas de estos datos. La figura 2 muestra las mediciones de los 5 puntos de la Zona de Tráfico vehicular, en bandas de tercios de octava y el intervalo en frecuencias de 20 Hz a 20 kHz.

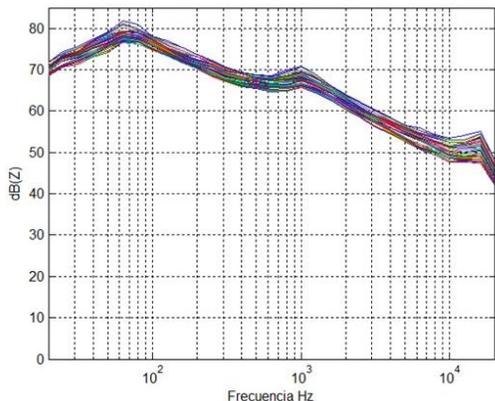


Fig. 2. Espectros de las mediciones en la zona 4.

La figura 3 muestra los valores por zona de medición y horario (día, noche) de acuerdo al indicador L_{dn} [2,4].

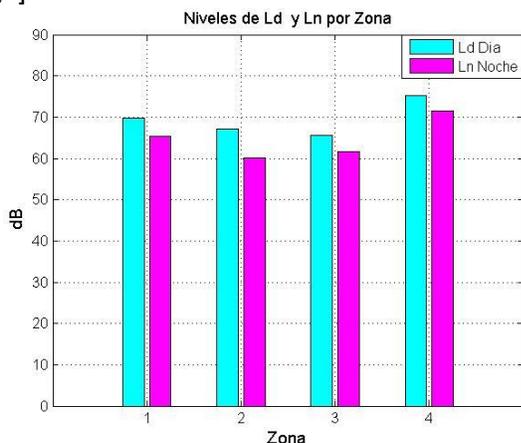


Fig. 3. Niveles de L_d y L_n por zona.

4. DISCUSIÓN

Se puede observar de la figura 2 que sin importar día de la semana u hora, el nivel del ruido vehicular en la zona de tráfico es casi constante (muy poca variabilidad). De manera general se observó que las principales fuentes de ruido en Querétaro son derivadas del tráfico vehicular (el ruido comercial fue controlado por los dueños al momento de las mediciones). De la figura 3 se puede observar que los valores de ruido (L_d y L_n) son similares entre las Zonas 1 a 3. Solamente la Zona 4 muestra valores más altos. Cabe señalar que L_n puede estar

sobrevaluado, debido al poco muestreo, que por razones de seguridad, se pudo hacer en el horario nocturno.

5. CONCLUSIONES

Se diseñó y realizó un programa de mediciones de ruido para la ciudad de Santiago de Querétaro. La información recabada permite evaluar la situación actual, así como comparar con el histórico de 1999^[1], para ver su evolución. En promedio, los valores L_{Aeq} por punto de medición fluctúan alrededor de 82 dB. Durante el primer análisis de datos se seleccionaron los indicadores L_{dn} [2,4] en lugar de L_{den} [3], reuniendo en un solo horario las mediciones de mañana y tarde.

El sonómetro utilizado nos permitió guardar varios parámetros de medición de manera simultánea. Un análisis más extenso será realizado posteriormente, dentro del proyecto “Investigación y Evaluación del efecto de la contaminación por Ruido en viviendas de México” en el marco de la convocatoria 2013 Proyectos de desarrollo científico para atender problemas nacionales. Estas mediciones permiten seleccionar y probar materiales acústicos que pudieran usarse de manera efectiva en la construcción de viviendas en México.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo fue realizado dentro del proyecto CONACyT 213883. Además de los autores de CENAM, las mediciones de ruido fueron realizadas por: Adolfo Esquivel Delgado, José Noé Razo Razo y Osvaldo Llamas Llamas. Las mediciones contaron con el apoyo de Rodolfo Omar Camacho Ledezma e Iván Augusto Alarcón Herrera. Vicente González Juárez realizó el análisis estadístico para reducir el número de mediciones.

REFERENCIAS

- [1] Gamiño Galindo Maricela, Esquivel Delgado Adolfo. Estudio sobre Ruido Vehicular en la ciudad de Santiago de Querétaro. Centro Nacional de Metrología. 1999.
- [2] Marquis-Favre, C. et al. Noise and its Effects – A Review on Qualitative Aspects of Sound. Part I: Notions and Acoustic Ratings. ACTA ACUSTICA UNITED WITH ACUSTICA Vol. 91 (2005) 613–625.
- [3] Lden or CNEL, NoiseMeters Inc. <https://www.noisemeters.com/apps/ldn-calculator.asp>, 2015-04-01
- [4] Kang Jian, Urban Sound Environment. pag. 27-29, 2007.

TECNOLOGÍAS FOTOCATALÍTICAS PARA EL TRATAMIENTO DE AGUAS GRISES

Eloy Iván Ornelas Gutierrez, María Guadalupe López Granada, Aarón Rodríguez López, Flora E. Mercader Trejo

Universidad Politécnica de Santa Rosa Jáuregui
Carretera Federal 57 QRO- SLP Km. 31 + 150, Santa Rosa Jáuregui, 76220 Santiago de Querétaro, Qro.
(442) 1961300 ext 133, mariagp@hotmai.com

Resumen: El óxido de titanio (TiO_2) nanoestructurado es de gran interés para el tratamiento de agua, por su excelente desempeño fotocatalítico, dado que como óxidos mixtos favorece una mayor eficiencia fotocatalítica que las sustancias puras, en este trabajo se reporta la preparación de polvos nanoestructurados de titania-alúmina ($\text{TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ % peso) por el método de sol-gel estudiando su desempeño fotocatalítico para el tratamiento y purificación del agua, ya que es simple, flexible y económica. La caracterización de los polvos fue evaluada mediante DRX, espectroscopía Raman y FTIR, mostrando la formación de polvos nanoestructurados de TiO_2 sobre una matriz amorfa de Al_2O_3 .

1. INTRODUCCIÓN

La fotocatalisis es una reacción fotoquímica que convierte la energía solar en energía química en la superficie de un catalizador o sustrato, consistente en un material semiconductor que acelera la velocidad de reacción. Durante el proceso tienen lugar reacciones tanto de oxidación como de reducción, promoviendo la eliminación de la mayor parte de los contaminantes. La tecnología fotocatalítica basada en semiconductores ha incrementado, buscando obtener una solución a los problemas de contaminación ambiental. De varios tipos de fotocatalizadores, el TiO_2 , dióxido de titanio o titania, ha sido ampliamente investigado por sus propiedades catalíticas y electroquímicas basadas en sus amplias aplicaciones como fotocatalizador y sensor de gas. [1]

Los procesos de oxidación avanzada (AOP) se basan en procesos fisicoquímicos capaces de producir cambios profundos en la estructura química de los contaminantes debido a que involucran la generación y uso de especies transitorias con un elevado poder oxidante como el radical hidroxilo ($\text{HO}\cdot$). Los AOP se caracterizan por ser procesos novedosos, viables desde el punto de vista tecnológico ambiental, con elevada efectividad para el tratamiento de efluentes tanto del tipo doméstico como industrial, además de que el costo de implementación no es elevado. Los AOP están considerados como la “mejor técnica disponible” para la depuración de compuestos recalcitrantes, tóxicos, y contaminantes solubles no biodegradables [2].

El dióxido de titanio (TiO_2) es el semiconductor más usado en la investigación en fotocatalisis durante los últimos años debido a que es químicamente y biológicamente inerte, no es tóxico, es estable a la corrosión, es abundante y económico. La degradación fotocatalítica de compuestos orgánicos usando TiO_2 como un catalizador, puede ser propuesta como una alternativa en los procesos de oxidación; en el avance de la descontaminación de aguas residuales y aire. El proceso de oxidación se inicia en la generación de un par de electrón hueco, como un semiconductor en la absorción de luz UV.

2. MÉTODO EXPERIMENTAL

Obtención de TiO_2 -óxidos metálicos por el proceso de sol-gel. Se lleva a cabo la síntesis de materiales nanoestructurados de $\text{TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ en forma de polvos.

2.1. Método sol-gel

La obtención de sol se logra a través de la mezcla del precursor de titanio con una adecuada cantidad de alcohol isopropílico. La mezcla obtenida se somete a agitación hasta obtener una mezcla homogénea. Al sol de titanio se adiciona acetilacetato de aluminio para la preparación de polvos de TiO_2 -óxidos metálicos. Posterior a esto se lleva a cabo un proceso de secado durante 24 horas, obteniendo xerogel, el cual se pulveriza hasta obtener un polvo cristalino, posteriormente el material es caracterizado por diferentes técnicas.

2.2. Caracterización fisicoquímica

La caracterización fisicoquímica de los polvos de TiO_2 y TiO_2 -óxidos metálicos obtenidos por sol-gel se realizó mediante Difracción de Rayos X principalmente complementando el análisis con FT-IR y RAMAN. En la figura 1 se presentan los difractogramas correspondientes a T85A15 y se observa que la presencia de alumina evita la transformación de fase ya que a temperaturas de 700 °C la fase que predomina es la fase anatasa.

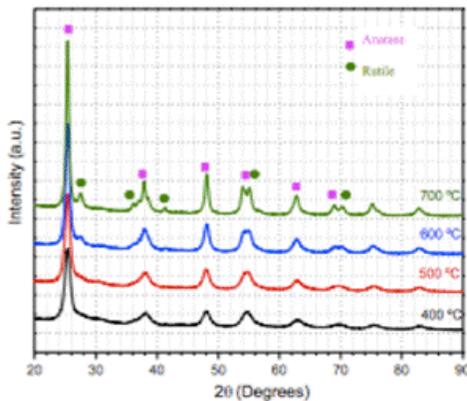


Fig. 1. Difractogramas de Titania-alumina.

2.3. Degradación fotocatalítica

La degradación fotocatalítica se llevó a cabo en una caja de acero inoxidable con una lámpara de UVP para identificar la eficiencia en la degradación de contaminantes representativos clasificados en agentes tensoactivos que se encuentran principalmente en aguas grises.

Para el análisis de sustancias activas al azul de metileno (SAAM), se empleó el método basado en la norma mexicana NMX-AA-039-SCFI-2001 [3], adicionalmente se realizó un estudio para observar el comportamiento inhibitor de enterobacterias.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las mediciones se hicieron con agua gris y polvos de óxidos mixtos con una concentración de 85% de TiO_2

y 15% de Al_2O_3 (T85A15). Mediante difracción de rayos X, se corroboró que la fase predominante para la titania pura es la anatasa a temperaturas de 400 °C, sin embargo al incrementar la temperatura la fase que va predominando es rutilo. Así mismo para los polvos de T85A15 y se observó que la presencia de alumina evita la transformación de fase ya que a temperaturas de 700 °C la fase que predomina es la fase anatasa.

4. CONCLUSIONES

Se puede concluir con los resultados obtenidos hasta el momento que los polvos que muestran mejor eficiencia en la degradación de contaminantes asociados a detergentes es el sistema Ti 85 % y Al 15 %. En el análisis sobre el efecto inhibitor de enterobacterias aun no se concluye y actualmente se está en la etapa de caracterización de las nanoestructuras de los polvos para poder complementar los resultados anteriormente expuestos, pero con los resultados hasta ahora obtenidos se tiene una eficiencia en la eliminación de contaminantes asociados a los detergentes.

AGRADECIMIENTOS

Agradecimiento a PRODEP y a CONCYTEQ por los recursos otorgados para el desarrollo del presente trabajo.

REFERENCIAS

- [1] Pavas, E. (2002). Fotocatálisis: una alternativa viable para la eliminación de compuestos orgánicos. REVISTA Universidad EAFIT, Vol. 38.
- [2] Gil, E. (2007). Degradación de colorantes de aguas residuales empleando UV/ TiO_2 / H_2O_2 / Fe^{2+} , REVISTA Universidad EAFIT, Vol. 42
- [3] Norma mexicana NMX-AA-039-SCFI-2001.

MEDICIÓN DE ARSÉNICO EN SUELO

Faviola A. Solís González, Edith Valle Moya, Griselda Rivera Sánchez, María del Rocío Arvizu Torres
 Centro Nacional de Metrología, Dirección de Análisis Inorgánico
 km 4.5 a carretera a los Cués, Mpio. El Marqués, Querétaro
 Teléfono (442) 211 0500/asolis@cenam.mx

Resumen: El arsénico un elemento contaminante en el suelo y otros compartimentos ambientales y altamente tóxicos en la salud humana. Se presentan los métodos de medición de arsénico en muestras de suelo industrial, comparándose tres técnicas analíticas de medición.

1. INTRODUCCIÓN

Preocupados por la regulación nacional e internacional, que genera necesidades en el control de la contaminación [1], en este trabajo se expone los métodos de medición de As, en suelo industrial. Los cuales fueron utilizados para la asignación del valor certificado en un nuevo material de referencia y participación en una comparación internacional del marco del Grupo de Trabajo de Análisis Inorgánico (IAWG) del CCQM-BIPM.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

Para la validación de los métodos de medición de As, se utilizó el material de referencia SRM-2711a "Suelo de Montana II".

2.1. Instrumentación

Horno de microondas MARS 6 CEM; Espectrómetro de absorción atómica con generador de hidruros (EAA-GH), AA-200 Perkin Elmer; Espectrómetro de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente (ICP-AES), Optima 8300 Perkin Elmer; Espectrometría de masas de sector magnético con plasma acoplado inductivamente (ICP-SFMS), Element 2 Thermo Finnigan.

2.2. Materiales de referencia y reactivos

Material de referencia certificado de 10 mg/mL de arsénico SRM 3103; Material de referencia certificado de Suelo de Montana II SRM-2711a. Disolución de 1 000 mg/L de Ge y 1 000 mg/L de Ga. Reactivos: ácido clorhídrico, ácido nítrico, peróxido de hidrógeno, ácido fluorhídrico, borohidruro de sodio, hidróxido de sodio, yoduro de potasio y ácido ascórbico.

2.3. Digestión de muestras

Digestión ácida asistida por microondas con 0.5 g de muestra y una mezcla ácida de 10 mL de HCl, 4 mL de HNO₃, 2 mL de H₂O₂ y 2 mL HF.

2.4 Métodos de calibración y cuantificación de As

2.4.1. Calibración con material de referencia certificado externo

Método diseñado para muestras de matriz natural compleja, donde hay interferencias de matriz. Evaluando el recobro, con la adición de material de referencia (AE), en las siguientes ecuaciones: [2]

$$w_{As\text{suelo}} = (w_{As_x} - w_{bco}) \cdot \frac{m_2}{m_1} \cdot \frac{m_4}{m_3} \cdot \frac{m_6}{m_5} \cdot f_{recobro} \quad (1)$$

$$w_{As_x} = \frac{\alpha(\lambda) - a}{b} \quad (2)$$

donde w_{Asx} es la fracción de masa de As medido en la curva de calibración, $f_{recobro}$ factor de recobro, w_{bco} fracción de masa de As en la muestra blanco, m_{1-6} masa de muestra suelo; en la ecuación 2 $\alpha(\lambda)$ es la absorbancia detectada, a es la ordena y b la pendiente ambos de la curva de calibración.

2.4.2 Calibración con material de referencia interno con adición de material de referencia certificado

Método de calibración basado en dos principios: la medición de la relación de la señal (I_{EI}) del MRC interno adicionado (EI) a la muestra y la señal en intensidad mensurando (I_{As}) presente en la muestra, empleando la ecuación 3. [3, 4]

$$w_{(As,x)} = \left\{ \frac{\left(\frac{R_{by}}{R_{b(y+s)} - R_{by}} \right) \cdot \left(\frac{m_s \cdot w_{As} \cdot m_{d1}}{m_{x1}} \right) - w_{bco}}{m_x \cdot w_{H2O}} \right\} \quad (3)$$

donde $w_{(As,x)}$ es la fracción de masa de As en la muestra, R_{by} relación de la intensidad del elemento de interés con respecto a la intensidad del EI sin adición de AE, $R_{b(y+s)}$ relación de la intensidad del elemento de interés con respecto a la intensidad del EI con adición de AE, m_s masa de alícuota de la disolución del AE adicionado, w_{As} fracción de masa de As en la disolución de la mezcla con adición de

AE, m_{d1} masa de aforo de disolución final, m_{x1} masa de alícuota de la muestra en la disolución final, w_{bco} fracción de masa de As en la muestra blanco, m_x masa de muestra y $w_{(H_2O)}$ fracción de masa de agua.

3. RESULTADOS

3.1 Digestión de muestras

Se obtuvo una digestión completa.

3.2 Cuantificación de la fracción de masa de As

En la tabla 1 y figura 1 se presentan los valores de la fracción de masa de As en $\mu\text{g/g}$.

Tabla 1. Fracción de masa de As en suelo.

Técnica	Método de calibración	$w_{(B)}$ $\mu\text{g/g}$	$[U(y)]$
EAA-GH	CE+AE	77.8	3.8
ICP-AES	EI+AE	78.23	3.2
ICP-SFMS		77.7	2.7

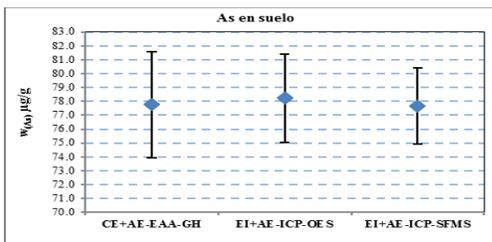


Fig. 1. Fracción de masa de As en cada una de las técnicas analíticas medidas.

Los resultados obtenidos en el material de referencia, SRM-2711a, con valor certificado de (107.0 ± 5.0) mg/kg se presenta a continuación:

Tabla 2. Fracción de masa de As en SRM-2711a

Técnica	Método de calibración	$w_{(B)}$ $\mu\text{g/g}$	$[U(y)]$
EAA-GH	CE+AE	104.71	2.43
ICP-AES	EI+AE	108.89	2.11
ICP-SFMS		103.14	0.55
VALOR CERTIFICADO		107.0	5.0

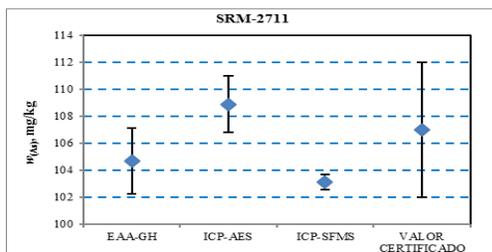


Fig. 2. Fracción de masa en SRM-2711a.

Los resultados de los valores de $w(As)$ en el suelo industrial en las tres técnicas analíticas son

consistentes. La incertidumbre es mejor para el método EI+AE-ICP-SFMS, por lo que fue el valor que participó en la comparación de IAWG-CCQM (BIPM) de As en suelo.

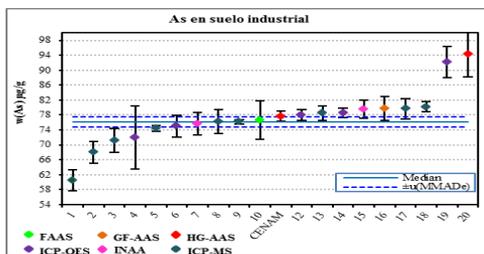


Fig. 3. Resultados comparación del IAWG-CCQM del BIPM.

En la figura 3 se muestran los resultados de la comparación internacional entre institutos de metrología de diversos países. El valor de CENAM es satisfactorio, por lo que los métodos desarrollados son validados con el nivel de incertidumbre requerido para certificar el candidato a material de referencia.

4. CONCLUSIONES

Los métodos de medición desarrollados para As en suelo industrial, son consistentes para certificar un material de referencia de suelo industrial. Los resultados en cada técnica/método de medición, comparados con el valor certificado del SRM-2711a y con los resultados de la comparación internacional, queda demostrado la capacidad de medición en CENAM para As en matriz de suelo empleando técnicas espectrométricas.

REFERENCIAS

- [1] NOM-147-SEMARNAT/SSA1-2004. Establece los criterios para determinar las concentraciones de remediación de suelos contaminados por arsénico, bario, berilio, cromo hexavalente, mercurio, níquel, plata, plomo, selenio, talio y/o vanadio.
- [2] Marc L. Salit et al., (2001); Single-Element Solution Comparisons with a High-Performance Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometric Method. Anal. Chem 73, 4821-4829.
- [3] Stephen L. R. Ellisona and Michael Thompson (2008); Standard additions: myth and reality; Analyst, 133, 992–997.
- [4] Marc L. Salit and Gregory C. Turk (1998); A drift Correction Procedure; Analytical Chemistry Vol 70, No. 15.
- [5] Hauswaldt, A. et al., Uncertainty of standard addition experiments: A novel approach to include the uncertainty associated with the standard in the model equation; Springer Verlag 2011.

ESTUDIO NACIONAL COLABORATIVO PARA LA ARMONIZACIÓN DE LA METODOLOGÍA DÚPLEX DEL TERMINADOR NOS-RESPECTO AL GEN *Le1* EN HARINA DE SOYA

Maria G. Barrera Andrade¹, Laura E. Tovar², y Melina Pérez Urquiza³

¹CNRDOGM, Carretera Federal México-Pachuca km 37.5 C.P. 55740, Municipio de Tecámac, Estado de México Tel. (55) 5905-1000, Ext. 53039 maria.barrera@senasica.gob.mx

²CIBIOGEM, Av. San Borja No. 938, Esq. Heriberto Frías Col. Del Valle, Del. Benito Juárez. C.P. 03100 Ciudad de México, D.F. Tel. 55756878 ext. 8210 Tel. 53227873 e-mail: ltovar@conacyt.mx

³CENAM, km 4.5 Carretera a los Cués Mpio el Marqués Qro. 442 2110500 x3920, meperez@cenam.mx

Resumen: En este trabajo se presentan los resultados del 4° estudio nacional colaborativo de la RNLD-OGM (ENC 2015), participaron 10 laboratorios, con dos de nuevo ingreso. Se cumplió con el objetivo de armonizar los métodos de cuantificación de OGMs, utilizando MRC para la determinación de la fracción *t-NOS/gen* de referencia *Le1* por método dúplex en 8 laboratorios, y en dos de nuevo ingreso los métodos simplex para la determinación del *p35S/gen* de referencia *Le1*.

1. INTRODUCCIÓN

México ha creado y fortalecido su capacidad para la generación de materiales de referencia certificados para OGM en los últimos 5 años, siendo el primer país en Latinoamérica que cuenta con esta capacidad. En el momento de diseñar el estudio que se presenta, no existía comercialmente un MRC para el terminador Nos, por lo que únicamente se realizaba el análisis cualitativo de dicho elemento. Fue necesario desarrollar un material de referencia que permitiera determinar y emitir un resultado cuantitativo, ya que varios eventos de modificación genética no tienen la presencia del promotor 35S *CaMV*. Para evidenciar el cumplimiento de la regulación nacional e internacional se requiere que en la prueba de *screening*, donde se encuentre un resultado positivo para el terminador Nos, pueda registrarse el contenido del mismo expresado en porcentaje en masa.

Se trató de un estudio nacional colaborativo (ENC), para la armonización de metodologías en materia de detección y cuantificación de Organismos Genéticamente Modificados (OGM). Se utilizó el material de referencia certificado DMR 495 IIa, y el material de referencia DMR 495 IIIa utilizado como muestra ciega para la medición de su contenido de *p35S*, y del terminador Nos con el objeto de realizar la comparación de los resultados de la Red Nacional de laboratorios de Detección, Identificación y Cuantificación de OGMs (RNLD-OGM) respecto a los valores de referencia. Con el material de referencia certificado (MRC) se estableció el valor de referencia para el promotor 35S, y con el valor de referencia obtenido con PCR digital el del terminador Nos, respecto al gen de referencia *Le1*.

2. DESARROLLO

El ENC 2015 corresponde a una cuarta etapa de estudios colaborativos nacionales para establecer la comparabilidad de las mediciones, en este caso para el marcador de modificación genética *t-NOS/Le1* en soya, entre laboratorios, utilizando las técnicas de medición que se emplean para su detección y cuantificación. Este marcador es uno de los elementos de regulación más comúnmente empleados para el tamizaje de OGMs en los laboratorios analíticos, además de ser una de las cinco secuencias propuestas por Waiblinger para la detección de OGMs autorizados y no autorizados en maíz [1] y soya entre otros, por lo que estandarizar su protocolo de detección fortalecería las capacidades de la RNLD-OGM. Se propuso armonizar los métodos de cuantificación de OGM, analizando parámetros de medición como, veracidad, repetibilidad, reproducibilidad, límites de detección y cuantificación e incertidumbres de medición, y obtener de esta manera información útil para evidenciar el cumplimiento de la regulación nacional e internacional. Así como fortalecer la capacidad analítica de México en esta área.

3. RESULTADOS

En la **tabla 1** se presentan los valores de Referencia Certificados y valores de Referencia del MRC utilizado como muestra ciega problema entregada a los participantes.

Mensurando	Fracción copias, % (cp/cp)	Incertidumbre (±) Fracción copias, % (cp/cp)
Promotor 35S/Le1	1.9	0.3
Terminador NOS/Le1	1.9	0.1

U (k=2.8), para el promotor 35S/Le1 y U (k=2) para el terminador NOS/Le1, que define un nivel de confianza de aproximadamente el 95 %.

En la figura 1 se presentan los resultados obtenidos por los laboratorios.

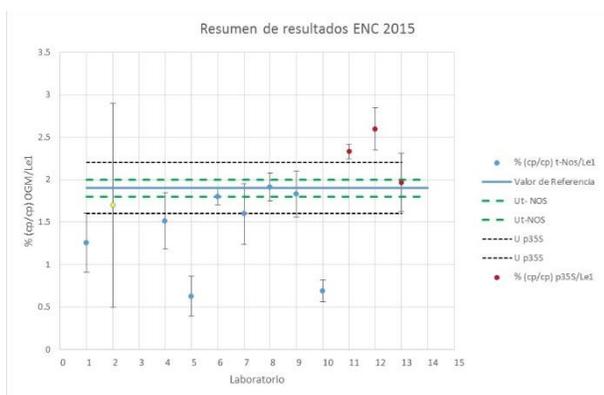


Fig. 1. Resultados obtenidos por los laboratorios en el ENC 2015.

En la **tabla 2** se presentan las medidas de tendencia central y de dispersión obtenidas en el ENC 2015.

Medidas de tendencia central		Medidas de dispersión	
Promedio	1.7	0.4	desviación estándar del promedio
Mediana	1.8	0.30	promedio de las desviaciones absolutas de la media
Media geométrica	1.5	0.6	desviación estándar de la población

Se calculó el z-score para cada laboratorio participante, considerando el valor de referencia 1.9, y 1.8 Mediana de todos los resultados, como estimador de referencia; la incertidumbre expandida del valor de referencia y el promedio de las desviaciones absolutas de la media como estimador de la dispersión de resultados.

4. DISCUSIÓN

De los resultados de 10 laboratorios presentados en el gráfico, seis (2, 4, 6, 7, 8-9, y 13) mostraron resultados, cuyo valor e incertidumbre se encuentran dentro del intervalo del valor de referencia incluyendo su incertidumbre ($\pm ulab$).

5. CONCLUSIONES

Se concluye que se cumplió con el objetivo del estudio de armonizar los métodos de cuantificación de OGM, en este caso utilizando un método dúplex para la determinación de *t-NOS/gen* de referencia *Le1* en 8 laboratorios de la Red, y en 2 laboratorios de nuevo ingreso métodos simplex para la determinación del *p35S/gen* de referencia *Le1*. El uso de MRC permitió definir los parámetros de medición: veracidad, repetibilidad, reproducibilidad, y cada laboratorio cuenta con información suficiente para determinar sus límites de detección, límite de cuantificación e incertidumbre de medición, con lo cual se avanza en la consolidación de la RNLD-OGM, demostrando que los laboratorios que la conforman cuentan con capacidad y calidad de medición. Dentro de las experiencias del estudio colaborativo, se identificaron fuentes de error comunes durante el proceso de análisis, mismas que fueron corregidas y que se incluirán como puntos de atención dentro del protocolo a seguir, a fin de evitar su recurrencia. Es importante destacar que a nivel comercial no está disponible un material certificado para el terminador Nos, por lo que su desarrollo constituye una fortaleza nacional en el área.

Finalmente estas acciones posicionan a México como referencia en América Latina para el análisis de Organismos Genéticamente Modificados.

AGRADECIMIENTOS

Al fondo CIBIOGEM por el apoyo a la Red con el suministro de reactivos para la caracterización de materiales y para realizar las mediciones por los laboratorios.

REFERENCIAS

[1] Waiblinger, H. U.; Grohmann, L.; Mankertz, J.; Engelbert, D.; Pietsch, K. Anal. Bioanal. Chem. 2010, 396, 2065–2072.

ACTUALIZACIÓN DE LA NORMA NOM-081-SEMARNAT – DISCUSIÓN DE LOS LÍMITES MÁXIMOS PERMISIBLES Y MÉTODO DE MEDICIÓN

Razo Razo J. N.¹, Pérez Matzumoto Andrés E.² y Llamas Llamas Osvaldo²

¹ MeyLab S.A de C.V. Calzada de los Arcos 46 Col. Carretas. Querétaro, Qro. CP 76050.

² Centro Nacional de Metrología. Carretera a Los Cues km 4.5. Municipio El Marqués, Querétaro. CP 76246.

Contacto: 442 2136611; josenoe.razorazo@gmail.com

Resumen: La contaminación ambiental por ruido considera, además del daño potencial, la molestia o efectos no deseados en las actividades rutinarias del ser humano y, en general en los ecosistemas. Como medio de control las autoridades emiten normas que describen el método de medición y fijan límites máximos permisibles. En México la SEMARNAT, cuenta con la norma NOM-081-SEMARNAT-1994; para la que en 2013 se modificaron los límites máximos permisibles (numeral 5.4). En este trabajo se discute el cambio propuesto y las complicaciones en el desarrollo de un método de medición *ad-hoc*; así mismo, se presenta la propuesta de CENAM y las ventajas de la misma.

1. INTRODUCCIÓN

“La contaminación acústica ambiental se refiere al ruido causado por carreteras, ferrocarriles, tráfico de aeropuertos, la industria, la construcción, así como algunas otras actividades al aire libre” [1]. Para su estudio y legislación, este fenómeno se puede considerar como un sistema (emisor-medio-receptor). Así las perspectivas o puntos de vista serían; primero: enfoque en la generación del ruido (emisor o fuente - *emisión*), segundo: enfoque en quien lo percibe (receptor - *inmisión*); y, tercero: considerar el medio (espacio, barreras, etc.). Como ejemplo, para fuente se tiene la norma NOM-079-SEMARNAT-1994, que regula la emisión de ruido de vehículos automotores. Como ejemplo para inmisión se tiene la NOM-011-STPS-2001 que regula la exposición de los trabajadores a ruido. Por otro lado, en México no se cuenta con normatividad acerca del medio, en la que se especifiquen requisitos de calidad acústica para recintos. Es importante notar que el objetivo de la NOM-081-SEMARNAT, es regular los límites de emisión; esto es, la perspectiva de la norma se enfoca en las fuentes (fijas); típicamente de tipo industrial o comercial. Sin embargo, al no existir otra alternativa esta misma herramienta se emplea por autoridades locales, aún para resolver disputas entre vecinos, y atender quejas relacionadas con molestia por ruido. Una dificultad adicional, resulta de las sociedades industriales modernas expuestas cada vez más a niveles sonoros más altos, mayores tiempos de exposición, con fluctuaciones mayores tanto en nivel como en contenido en frecuencia; lo que hace que la complejidad de las mediciones requeridas, y la rigurosidad de las normas se incrementen. A nivel internacional la norma ISO 1996 partes 1 [2] y 2 [3], describe métodos generales para la medición de niveles de ruido ambiental; dejando a las autoridades locales la especificación de los límites máximos permisibles (LMP); los que deberían considerar, entre otros aspectos, estudios sobre efectos específicos del ruido, los usos y costumbres, zonas específicas, actividades

económicas principales, y horarios en que éstas se llevan a cabo, etc. En este sentido, en México no se cuenta con estudios, con suficiente evidencia técnica y estadística, que permitan establecer valores particulares para los LMP; lo mismo ocurre con el método de medición, lo que no permite establecer algún modelo de equivalencia con otras normas nacionales o internacionales. Por lo anterior, la alternativa para contar con normas eficientes es considerar métodos de medición como los descritos en [2] y [3], e importar de otros países valores para LMP definidos para actividades similares a las que son de interés en México.

2. ANÁLISIS DE LOS LMP DE 2013

La modificación del numeral 5.4 (nueva tabla 1 para los LMP) de la norma [4], ha sido decisión de la Comisión del Medio Ambiente y Recursos Naturales (COMARNAT); quien la entrega a SEMARNAT para publicación. Por su parte, SEMARNAT solicita a CENAM el desarrollo del método de medición *ad-hoc* para la nueva tabla 1. La modificación incluye un esfuerzo de zonificación, aspecto mínimo a considerar dadas las diferencias entre las principales actividades desarrolladas en cada zona. Lamentablemente, la modificación presenta fallas de origen en la interpretación de la literatura de referencia. Comparando la tabla dada en [4], con la tabla 1 del documento “*Community Noise*” (pág. xv), [5], ver figura 1; se identifica el origen de la modificación. El primer punto que se debe considerar corresponde a la divergencia con el enfoque de la norma. Las “zonas” consideradas en la figura 1(a); como las escuelas y las zonas residenciales ¿Corresponden a fuentes, o a colindancias con la fuente? Por otro lado, las *Ceremonias, festivales y eventos de entretenimiento*, ¿Efectivamente se considera como LMP 100 dB(A) en la periferia? Se hace notar que LMP, dado por la OMS [5], se basa en el daño a la audición de las personas que asisten a este tipo de eventos (inmisión) menos de 5 veces al año; no al LMP para las fuentes.

Tabla 1. LIMITES MÁXIMOS PERMISIBLES.

ZONA	Horario	
	6:00 a 22:00	22:00 a 6:00
Residencial† (exteriores)	55	50
Industriales y comerciales	68	65
Escuelas (áreas exteriores de juego)	Durante el juego	
	55	
Ceremonias, festivales y eventos de entretenimiento.	4 horas	100

(a)

Table 1: Guideline values for community noise in specific environments.

Specific environment	Critical health effect(s)	L _{Aeq} [dB(A)]	Time base [hours]	L _{Amax} fast [dB]
Outdoor living area	Serious annoyance, daytime and evening	55	16	-
	Moderate annoyance, daytime and evening	50	16	-
School, playground outdoor	Annoyance (external source)	55	During play	-
Ceremonies, festivals and entertainment events	Hearing impairment (patrons: <5 times/year)	100	4	110

(b)

Fig. 1. Comparación de tablas de LMP. (a) Tabla 1 en [4]-formato adaptado; (b) Extracto de la tabla 1 de [5].

3. LA PROPUESTA DE CENAM

Atendiendo las restricciones y sugerencias de SEMARNAT, CENAM presentó una propuesta de LMP, ver tabla 1, que incluye, zonificación a pequeña escala, la convivencia de diferentes zonas y la interacción como fuente-receptor entre ellas, por lo tanto los LMP dependen de la condición de cada una.

Tabla 1. Tabla propuesta LMP para nivel sonoro total corregido.

Receptor		Horario diurno (p. ej. 06h00 a 22h00)				
		En otro horario (p. ej. nocturno) restar 5 dB				
Emisor	Categoría de zona receptor (medido al interior del límite de la propiedad)					
	Escuelas y hospitales	Habitacional	Espacios abiertos	Comercial y de servicios	Industrial	
Categoría de Zona de la Fuente (medido en el límite exterior de la	Escuelas y hospitales	55	55	55	55	60
	Habitacional	55	55	55	60	65
	Espacios abiertos	55	55	60	60	65
	Comercial y de servicios	55	60	60	70	70
	Industrial	60	65	65	70	75

Se propone el término nivel sonoro total corregido (NSTC), el cual considera mediciones empleando la red de ponderación en frecuencia A; y del espectro sonoro en bandas de 1/3 de octava. A las mediciones se aplican ajustes por ruido de fondo, y por la presencia de impulsos, así como tonos y bajas frecuencias audibles en el ruido; además, de una compensación por antigüedad de la fuente. Los ajustes considerados corresponden a la principal causa de molestias en el ruido, [6, 7, 8]. El método de medición considera los lineamientos descritos en las normas ISO 1996, [2, 3].

4. DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

Los LMP establecidos en la tabla actual, [4] son ambiguos y no están alineados con el objetivo de la norma, por lo que requieren revisarse; de otro modo, el método de medición requerirá subsanar las deficiencias de origen, incrementando su complejidad y costos de aplicación. La tabla 1, presenta una solución y un enfoque más integral que considera la convivencia de zonas de diferente clase, y permite atender de modo general las interacciones entre ellas. Ciertamente esta

propuesta, por lo amplio, puede abordar actividades o zonas más allá del ámbito de competencia del área de SEMARNAT encargada de la actualización de la norma. Una alternativa es dejar abiertos, por ejemplo horarios y algunos LMP, de modo que autoridades locales los establezcan de acuerdo sus actividades productivas y criterios de específicos. El uso de un método de medición alineado con normas internacionales, [2, 3], asegura la confiabilidad en la metodología usada, y además, la posibilidad de equivalencia de las mediciones con las realizadas en otras partes del mundo. Los instrumentos normativos son un ente en mejora continua y ajuste, considerando la evolución de las actividades, las mejoras en la instrumentación, etc. Por lo que se requiere de seguimiento de resultados, y el impacto que presentan. Esto permitirá realizar cambios y ajustes con un objetivo específico y un mejor enfoque. Finalmente como trabajo futuro se requiere de políticas que aborden el caso de ruido de inmisión, aquél presente cuando las fuentes no pueden considerarse como fijas, y, además la regulación de la calidad acústica de los recintos, iniciando por el aislamiento necesario que garantice confort.

REFERENCIAS

- [1] Comisión Europea (última visita: 2015-11-26): http://ec.europa.eu/environment/noise/index_en.htm
- [2] ISO 1996-1:2003 Acoustics -- Description, measurement and assessment of environmental noise -- Part 1: Basic quantities and assessment procedures.
- [3] ISO 1996-2:2007 Acoustics -- Description, measurement and assessment of environmental noise -- Part 2: Determination of environmental noise levels.
- [4] ACUERDO por el que se modifica el numeral 5.4 de la NOM 081 SEMARNAT 1994, Que establece los límites máximos permisibles de emisión de ruido de las fuentes fijas y su método de medición. Diario Oficial de la Federación: 2013-12-03.
- [5] Guidelines for Community Noise. Edited by Birgitta Berglund, et al. World Health Organization. Occupational and Environmental Health Team, 1999. Documento disponible en (última visita: 2016-07-15): <http://www.bvsde.paho.org/bvsci/i/fulltext/noise/noise.pdf>
- [6] HG Leventhall. Low frequency noise and annoyance. Noise and Health. 2004. Volume 6. Issue : 23 Page : 59-72.
- [7] Joonhee Lee. Annoyance and Performance. PhD Thesis. 2016-04. University of Nebraska-Lincoln.
- [8] Torben Holm Pedersen. Objective method for measuring the prominence of impulsive sounds and for adjustments of LAeq. Internoise 2001. The Netherlands, August 27-30.

ESTIMACIÓN DE DERIVA EN UN TERMÓMETRO ÓTICO

Daniel Cárdenas-García
 Centro Nacional de Metrología (CENAM)
 km 4.5 Carretera a los Cués, Municipio el Marqués, Qro. C.P. 76246 México
 (442)2110500, dcardena@cenam.mx

Resumen: En 2012 se calibraron tres termómetros óticos comerciales con un patrón de medición desarrollado en CENAM. Se encontró que sólo uno de los tres cumplió con el error permisible de ± 0.2 °C para valores de temperatura entre 35 °C y 40 °C. Se repitieron las calibraciones de dicho instrumento en 2014 y 2016. Con los resultados de las calibraciones se estimó una deriva de 0.05 °C/año.

1. INTRODUCCIÓN

Como indicador de la salud del paciente, la medición de la temperatura corporal es parte del examen médico general. La temperatura interna corresponde a la temperatura de la sangre que circula en la parte central del cuerpo y se puede medir en la arteria pulmonar y otras regiones internas, con procedimientos quirúrgicos [1].

La temperatura de la membrana del tímpano es una buena aproximación de la temperatura interna debido que el canal auditivo está cerca del hipotálamo (órgano que regula la temperatura del cuerpo humano) y las arterias que alimentan el cerebro [2]. La membrana del tímpano es muy delicada por lo que para medir su temperatura se utiliza un método sin contacto con termómetros óticos (TO).

Para los termómetros de uso clínico, el error permisible debe estar en el intervalo de ± 0.2 °C para valores de temperatura entre 35 °C y 40 °C. [3]

En el CENAM se desarrolló un patrón de medición, con el que se calibraron tres TO comerciales en 2012. Como resultado de la calibración se encontró que sólo uno de ellos cumplió con el requisito de error permitido [4]. Con dicho instrumento se repitió el ejercicio de calibración dos y cuatro años después, en 2014 y 2016 respectivamente. En este trabajo se presentan los resultados de las calibraciones y se hace una estimación de la deriva por año.

2. PATRÓN DE MEDICIÓN

El patrón de medición se describe a detalle en la referencia [4]. Consiste principalmente de una cavidad radiante, diseñada y fabricada en CENAM, cuya temperatura se mide con un termómetro de resistencia de platino de referencia. La cavidad se

aloja en el interior de un horno de bloque seco comercial. La cavidad tiene una apertura que permite colocar el extremo del TO para hacer las mediciones de temperatura.

3. RESULTADOS

En la figura 1 se observan los resultados de las calibraciones realizadas en 2012, 2014 y 2016 para el mismo TO. Las mediciones se hicieron en los valores de temperatura de 34 °C a 40 °C. La línea verde muestra el error máximo permisible.

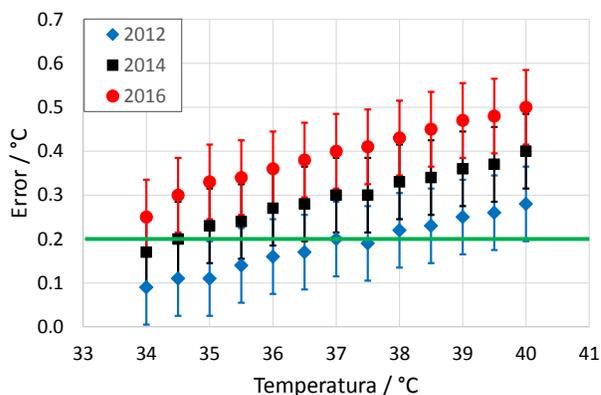


Fig. 1 Error del TO obtenido de calibraciones en 2012, 2014 y 2016.

La diferencia entre los errores de 2012 y 2014 es aproximadamente 0.1 °C; esto es una diferencia de 0.05 °C/año. Se obtuvo una diferencia similar entre los errores de 2014 y 2016. También se puede observar que los resultados de la segunda y tercera calibración indican que el TO no cumple con el error permisible.

4. DISCUSIÓN

Una condición para obtener valores confiables en las mediciones con los TO es que estén calibrados. Con la calibración se conoce el error en la lectura de temperatura del instrumento, así como su incertidumbre.

Con el paso del tiempo, el error en la lectura de temperatura de un TO cambiará. Esta deriva es una magnitud que debe tomarse en cuenta al realizar mediciones con estos termómetros de radiación.

En los TO, la deriva está relacionada con los cambios en la transmitancia de sus componentes ópticas y los cambios en la respuesta del detector de radiación.

La transmitancia de las componentes ópticas se puede mantener estable de tal forma que su variación sea menor o igual que 0.05 %/año. Esto es posible si se evita que se ensucien o contaminen.

Los detectores más comunes en TO son las termopilas que tienen una estabilidad que se traduce en una variación en su respuesta que puede llegar a 0.2 %/año [5].

Debido a que varias de las componentes mencionadas se encuentran en el interior del TO, en general no es posible determinar la contribución a la deriva debida a cada una de ellas sin desarmar el instrumento. Por esta razón, es preferible estimar la deriva experimentalmente a partir de la variación del error entre calibraciones. Así, de los resultados obtenidos, se estima una deriva de 0.05 °C/año para el TO.

Esta medición también puede servir de guía para determinar qué tan frecuentemente debe calibrarse o verificarse un TO. Entre mayor sea la deriva, las calibraciones y verificaciones deben realizarse más frecuentemente.

5. CONCLUSIONES

Con los TO se mide la temperatura del oído interno aprovechando la alta emisividad efectiva del canal auditivo.

En 2012 se calibraron tres TO con un sistema de medición desarrollado en CENAM. Se encontró que sólo uno de los tres TO cumplió con el error permisible. Se repitieron las mediciones con este

termómetro en 2014 y 2016, y con los resultados se estimó una deriva de 0.05 °C/año.

Esto indica la necesidad de establecer un plan de calibración y verificación de este tipo de instrumentos.

REFERENCIAS

- [1] G.L. Brengelmann, "Dilemma of body temperature measurement", in *Man in Stressful Environments: Thermal and Work Physiology*, edited by K. Shiraki and M.K. Yousef, Springfield, Ill: Charles C. Thomas, 1987, pp. 5-22.
- [2] J. Fraden, "Medical infrared thermometry: review of modern techniques," in *Temperature; Its Measurement and Control in Science and Industry*, Vol. 6, edited by J.F. Schooly, NY: American Institute of Physics, 1992, pp. 825-830.
- [3] J. Ishii, T. Fukuzaki, T. Kojima, A. Ono, "Calibration of Infrared Ear Thermometers" in *Tempmeko 2001 Proceedings: 8th International Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science*, Vol. 2, edited by B. Fellmuth, J. Seidel, G. Scholz, PTB & VDI/VDE-GMA, Berlin, 2002, pp. 729-734.
- [4] D. Cárdenas-García, E. Méndez-Lango, "Blackbody For Metrological Control of Otic Thermometers", in *Temperature; Its Measurement and Control in Science and Industry*, Vol. 8, edited by C.W. Meyer, NY: American Institute of Physics, 2013, pp. 976-980.
- [5] S-N. Park, B-H. Kim, C-W. Park, D-H. Lee, "Realization of radiance temperature scale from 500 K to 1, 250 K by a radiation thermometer with a thermal detector", *International Journal of Thermophysics*, 29, 301-311, 2008.

CARACTERIZACIÓN VOLUMÉTRICA DEL GLIOBLASTOMA MULTIFORME Y CORRELACIÓN CON EL TENSOR DE DIFUSIÓN MEDIANTE IMÁGENES DE RESONANCIA MAGNÉTICA

Filiberto A. Cortés¹, Miriam Flores², Sergio Moreno³, y Ernesto Roldan⁴

¹Universidad Autónoma del Estado de México. Facultad de Medicina

²Universidad Autónoma del Estado de México. CICMED,

³Instituto Nacional de Neurología y Radiocirugía. Unidad de Radio Neurocirugía.

⁴Universidad Panamericana. Facultad de Medicina.

55-34-74-18-43 y iradei2@gmail.com

Resumen: El Glioblastoma multiforme conforma el 50% de las neoplasias cerebrales primarias en adultos [1]. Se diagnostica con resonancia magnética (MR). Sin embargo, existen varias métricas asociadas al tensor de difusión no usadas y volúmenes tumorales que pudieran servir para conocer la severidad tumoral y facilitar la toma temprana de decisiones en cuanto a la planificación del tratamiento.

1. INTRODUCCIÓN

En México se desconoce la epidemiología de los tumores del Sistema Nervioso Central. En el Instituto Nacional de Neurología y Neurocirugía (INNN) el glioblastoma multiforme (GBM) representa 28% de los gliomas [2]. La imagen de Resonancia Magnética (MR) es el método para determinar el blanco en el tratamiento por radioterapia [3]. Además, los marcadores de resonancia magnética FA y MD sirven para evaluar los tumores cerebrales. Sin embargo, existe poca información sobre la habilidad diagnóstica de otras 10 métricas [4]

Por otra parte, investigadores de la Universidad de California en San Francisco proponen clasificar la severidad del GBM en cuanto a su capacidad invasiva a partir de la zona de probable origen anatómico [5]. El propósito de este trabajo es relacionar las características volumétricas cerebrales asociadas al GBM y las variables del Tensor de Difusión con el grado de severidad.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

Un estudio retrospectivo con una lista de 36 pacientes con diagnóstico de GBM referidos al INNN.

Un neurocirujano estableció el grado de severidad del GBM. Quedaron los siguientes grupos en orden creciente según la severidad: I Epéndimo + Corteza: 22 observaciones, II Epéndimo: 1 observación, III Corteza + Materia Blanca: 12 observaciones y IV Materia Blanca Solamente: 1 observación.

Se reagruparon las categorías I y II en la categoría 1 (severidad alta) y las categorías III y IV en la categoría 0 (severidad media).

2.1. Obtención de las métricas asociadas al Tensor de Difusión

Se usaron imágenes obtenidas en un Resonador Marca General Electric xt de 1.5 Teslas, modelo Sigma Excite. Se obtuvieron las 11 métricas de Difusión (MD, FA, RA, RD, Cs, p, q, L, Cl, Cp y Ca) para los componentes tumoral, necrótico, edema y tejido sano.

2.2. Medición de los volúmenes tumorales

Se utilizaron imágenes ponderadas en T1, T1+C, T2 y FLAIR para alimentar el software de segmentación BratumIA [6]. Se registraron los siguientes volúmenes: tejido necrótico, tejido tumoral con realce activo, tejido tumoral sin realce, edema, materia gris y la materia blanca (*tabla 1*).

VOLUMETRIC STATISTICS

		GREY MATTER VOLUME	WHITE MATTER VOLUME	NECROTIC TISSUE VOLUME	ENHANCING TUMOR TISSUE VOLUME	NON ENHANCING TUMOR TISSUE VOLUME	EDEMA VOLUME
N	Valid	36	36	36	36	36	36
	Missing	0	0	0	0	0	0
Percentiles	25	518,0362500	435,6787500	3,46725000	2,65050000	6,70350000	64,3140
	50	544,8240000	470,5775862	8,45239655	8,14536207	13,70110345	89,4609
	75	570,4717500	489,5835000	11,55150000	12,20700000	17,81925000	103,8938

Tabla 1

Sumando estas 6 variables volumétricas a las 44 de difusión se tiene un total de 50 métricas.

2.3 Modelación con la Red Neuronal

Dado el número tan grande de variables comparado con el número de observaciones, se usó una red

neuronal multicapa, la cual no exige la confirmación de hipótesis estadísticas.

3. RESULTADOS

De los 36 pacientes estudiados (64%) fueron hombres; la edad promedio fue de 48 ± 13 años. La prevalencia de la severidad alta fue 63%.

3.1. Análisis de la Red Neuronal

De las 50 variables consideradas, el análisis de sensibilidad realizado por SPSS, consideró relevantes 25 (figura 1).

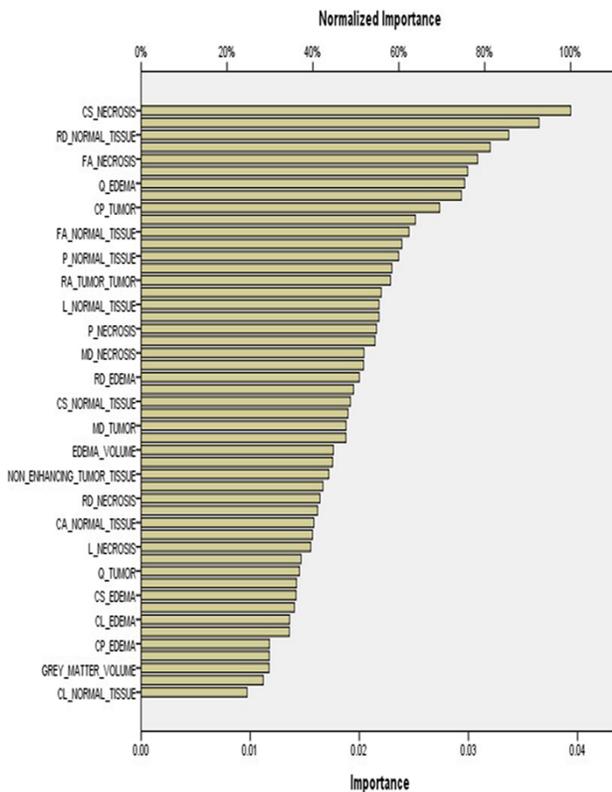


Figura 1. Análisis de Importancia.

4. DISCUSIÓN

Evaluación de la eficiencia diagnóstica *Tabla 3.*

Results of Diagnostic Tests	
Sensitivity	0.96
Specificity	0.69
Positive predictive value	0.85
Negative predictive value	0.90
Likelihood ratio positive (LR+)	3.11
Likelihood ratio negative (LR-)	0.06

Tabla 3.

5. CONCLUSIONES

La red neuronal es buen instrumento diagnóstico.

AGRADECIMIENTOS

A la unidad de Neuroradiocirugía del INNN.

REFERENCIAS

- [1] L.A.Stewart,Chemotherapy in adult high-grade glioma: a systematic review and meta-analysis of individual patient data from 12 randomised trials. Lancet, Vol. 359, pag. 1011-1028, 2002.
- [2] M.A. Lopez-Gonzalez, and J. Sotelo, Brain tumors in Mexico: characteristics and prognosis of glioblastoma, Surg Neurol, Vol. 53, pag. 157-162, 2000.
- [3] N.Galldiks, R. Ullrich, M.Schroeter,G.Fink and L. Kracht, Volumetry of [(11)C]-methionine PET uptake and MRI contrast enhancement in patients with recurrent glioblastoma multiforme, Eur J Nucl Med Mol Imaging, Vol. 37, pag. 84-92, 2010.
- [4] D.Cortez-Conradis, R.Favila, K. Isaac-Olive, M. Martinez-Lopez, C.Rios and E. Roldan-valadez, Diagnostic performance of regional DTI-derived tensor metrics in glioblastoma multiforme: simultaneous evaluation of p, q, L, Cl, Cp, Cs, RA, RD, AD, mean diffusivity and fractional anisotropy,Eur Radiol,Vol.23, pag.1112-1121, 2013.
- [5] D.Lim, S.Cha, M.Mayo, E. Keles,S.VandenBerg and M. Berger, Relationship of glioblastoma multiforme to neural stem cell regions predicts invasive and multifocal tumor phenotype,Neuro-Oncology, Vol 9, pag 424-429,2007.
- [6] N.Porz, S- Bauer, A. Pica, P. Schucht, J.Beck, RK. Verma et al., Multi-modal glioblastoma segmentation: man versus machine,PLoS One Vol. 9 , pag. 1-9, 2014.

ENSAYO DE APTITUD DE ACEFATO EN AGUACATE PARA EL FORTALECIMIENTO DE LA CAPACIDAD DE MEDICIÓN DE LABORATORIOS DE INOCUIDAD ALIMENTARIA

Ávila C. Marco A, Ramírez A. Diana G., Arce O. Mariana, Hernández M. Victor H., Sainz U. Judith
Centro Nacional de Metrología
km 4.5 de la Carretera a los Cués, El Marqués, Qro.
442 2110500 ext. 3921, mavila@cenam.mx

Resumen: Mediante la organización de un ensayo de aptitud de acefato en aguacate liofilizado, se evaluó la competencia técnica de medición de los laboratorios que apoyan la inocuidad de los aguacates mexicanos. El ensayo consistió en comparar el valor de referencia asignado por el Centro Nacional de Metrología (CENAM), con los valores obtenidos por los laboratorios participantes. En esta prueba participaron un total de 11 laboratorios, de los cuales 7 obtuvieron resultados satisfactorios de acuerdo a los criterios establecidos para este ensayo. Los resultados recibidos se analizaron utilizando dos parámetros: Error cuadrático medio (ECM) y el error cuadrático medio relativo (ECMR).

1. INTRODUCCIÓN

México es el mayor productor de aguacate (*Persea americana* variedad *Hass*) en el mundo [1]. Este fruto es susceptible a plagas y enfermedades que pueden llegar a afectar considerablemente los niveles de producción; para combatirlo, los productores hacen uso de diversos plaguicidas, sin embargo, existen normatividades que especifican cuáles son permitidos para cada cultivo y en qué proporción. Japón ha rechazado embarques de aguacate debido a que permite el uso, como máximo, de acefato de 0.01 mg/kg [2]; Para evitar estos rechazos, es necesario demostrar que los laboratorios mexicanos son capaces de medir a esas fracciones de masa.

El presente ensayo de aptitud [3] se realizó con los MRC producidos dentro del proyecto FOMIX MICHOACÁN-CONACYT y en coordinación con el SENASICA para evaluar la capacidad de los laboratorios oficiales y auxiliares en la detección, identificación y cuantificación de plaguicidas.

2. DESARROLLO

2.1. Asignación del valor de referencia

El material de referencia utilizado fue el obtenido por medio de la exposición de las plantas de aguacate, con acefato, de una huerta localizada en la zona de Aputzilo de Juárez, Michoacán, México. Preparado, liofilizado y molido a un tamaño de partícula menor de 300 µm en las instalaciones del CENAM.

Para la asignación del valor de referencia se utilizó el método primario de dilución isotópica para compuestos orgánicos por cromatografía de gases-espectrometría de masas, empleando un

cromatógrafo de gases con espectrómetro de masas de triple cuadrupolo, CG-TQ, en modo de monitoreo de reacción múltiple, MRM. De este modo certificó el mensurando: Fracción de masa de acefato en de aguacate liofilizado en base seca, con valor asignado de 1933 µg/kg ± 188 µg/kg.

2.2. Organización del ensayo de aptitud

Se utilizó un protocolo en el que se establecieron las instrucciones del proceso de medición de los materiales de referencia enviados. Los laboratorios se inscribieron a través del portal del CENAM y recibieron dicho protocolo y los formatos para llenarse con los resultados de sus mediciones. En dicho documento, se estableció que los participantes realizarían las mediciones y extracciones del mensurando en estudio, de acuerdo con la metodología empleada en su propio laboratorio y reportando para cada uno de ellos, la fracción de masa y su incertidumbre asociada.

Este ensayo consistió en comparar el valor de referencia establecido por el CENAM para el acefato con el valor obtenido por el laboratorio.

A cada laboratorio participante se le enviaron 4 frascos ámbar, contenidos en bolsas metalizadas, selladas al vacío y elegidos de manera aleatoria.

Cada frasco contenía aproximadamente 10 g de aguacate liofilizado, de los cuales 3 pertenecían al lote de aguacate expuesto a acefato, en una fracción de masa esperada de 0.01 mg/ kg a 2 mg/kg en base seca y el otro para utilizarse como blanco, que no fue expuesto a algún plaguicida. Se les solicitó que de cada frasco se midieran al menos dos submuestras y se procesara en día diferente.

3. RESULTADOS

Los laboratorios participantes reportaron la fracción de masa de acefato incluyendo la estimación de su incertidumbre de medición y éstos se compararon con los valores de referencia establecidos por el Centro Nacional de Metrología (CENAM).

En la figura 1, se presentan los resultados reportados por los laboratorios identificados con un código, en fracción de masa de acefato en $\mu\text{g}/\text{kg}$ de muestra seca. Las líneas azules representan la incertidumbre establecida en la asignación del valor y las líneas verdes representan los intervalos de aceptación para los participantes.

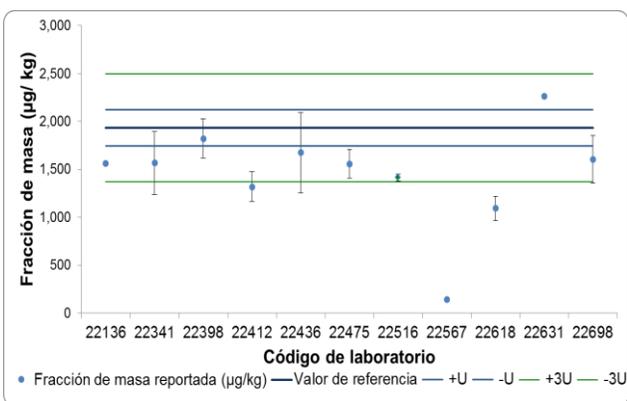


Fig. 1. Valores de fracción de masa reportados por los laboratorios comparados con el valor de referencia.

4. DISCUSIÓN

El valor fue asignado por la metodología primaria de dilución isotópica con cromatografía de gases-espectrometría de masas de triple cuadrupolo. Todos los laboratorios utilizaron cromatografía de líquidos con espectrometría de masas en cuatro variaciones: 8 laboratorios utilizaron cromatografía de líquidos con espectrómetro de masas de triple cuadrupolo, LC-TQ, 2 laboratorios utilizaron la variación de cromatografía de líquidos de ultra alta resolución, UPLC-TQ, un laboratorio utilizó cromatografía de líquidos con espectrometría de masas de cuadrupolo y tiempo de vuelo, LC-QToF, un laboratorio utilizó cromatografía de líquidos- espectrometría de masas de simple cuadrupolo, LC-MS.

De acuerdo a la figura 1, se observan que 7 laboratorios están dentro del intervalo de aceptación de 3 veces la incertidumbre expandida del valor de referencia, un laboratorio presenta un valor ligeramente debajo de este intervalo, pero su barra de error superior, entra en el intervalo y los

laboratorios 3 laboratorios restantes se salen de este intervalo.

5. CONCLUSIONES

Con este ensayo de aptitud se evaluó la capacidad medición de los laboratorios, se observa que más del 70 % presentaron resultados satisfactorios en este ensayo de aptitud. A los laboratorios con resultados no satisfactorios se recomendó revisar su metodología, sobre todo poner énfasis en la evaluación de la recuperación a pesar de que la mayoría utiliza metodologías similares y revisar también si están utilizando el modelo matemático adecuado, así como los factores de dilución. En cuanto a la evaluación del presupuesto de incertidumbre, se recomendó a algunos laboratorios a que revisaran sus fuentes de incertidumbre y las unidades con las que está trabajando para evitar inconsistencias, así como poner trabajar más a detalle en la estimación de la misma.

AGRADECIMIENTOS

Al CONACYT de Michoacán por proporcionar los fondos necesarios para preparar y certificar el material de referencia. al SENASICA por el apoyo en la coordinación y la convocatoria a los laboratorios oficiales y auxiliares en la detección, identificación y cuantificación de plaguicidas.

REFERENCIAS

- [1] SIAP. (08 de 2014). Sistema de Información Agroalimentaria y Pesquera. (SAGARPA) Recuperado el 10 de septiembre de 2014, de <http://www.siap.gob.mx/cierre-de-la-produccion-agricola-por-cultivo/>; http://w6.siap.gob.mx/comercio/muestra_producto.php
- [2] Ministry of Health, Labour and Welfare, Japan, 2006. Analytical methods for residual compositional substances of agricultural chemicals, feed additives, and veterinary drugs in food.
- [3] Tholen, D. W. (2008). ISO/IEC 17043: the new International Standard for proficiency testing. Accreditation and quality assurance, 13(12), 727-730.

VARIACION DE LA SENSITIVIDAD Y COEFICIENTE DE CALIBRACION DE UNA MICROCAMARA DE IONIZACION EXRADIN A1SL DEBIDO A CAMBIOS ESTRUCTURALES EN SU VOLUMEN

José T Álvarez Romero, Daniel de la Cruz Hernández, y M. Raymundo Cabrera Vertti
LSCD, Departamento de Metrología de Radiaciones Ionizantes, ININ
Carretera Federal Mexico Toluca S/N, La Marquesa, Ocoyoacac, Edo. De México, CP 52750
53297200 Ext 13844, trinidad.alvarez@inin.gob.mx

Resumen: Se analizan los coeficientes de calibración N_{Dw} , obtenidos a las temperaturas de referencia de 20 °C y 22°C en dos fechas y laboratorios diferentes, para una misma microcámara de ionización Exradin A1SL con un volumen nominal de 0.053 cm³, la variación porcentual de los N_{Dw} es del 1.6 % y no puede explicarse por la corrección de los gases ideales para el cambio de la temperatura de referencia, ni los cambios en el volumen debido a la dilatación térmica, ni tampoco por las incertidumbres en el proceso de calibración. Por lo tanto, se asumen cambios estructurales en el volumen de la cámara; cambios que deben explicarse y entenderse para tener control sobre la estabilidad, exactitud y precisión de las mediciones de la dosis absorbida en agua en campos pequeños.

1. INTRODUCCIÓN

Un problema reciente en la metrología de radiaciones ionizantes en la radioterapia de haces de fotones externos para el tratamiento de neoplasias malignas, es la calibración dosimétrica de campos pequeños.

Las condiciones de referencia para la calibración de haces de fotones se refieren tamaños de campos de 10 cm x 10 cm a un metro de distancia [1,2]. Sin embargo, se han desarrollado nuevos equipos de tratamiento como la tomoterapia, el Cyberknife, el Gammaknife, y aceleradores lineales dedicados a radiocirugía con sistemas de conos, donde no es posible realizar la calibración dosimétrica en términos de las condiciones de referencia, ya que los campos de radiación son campos pequeños.

En efecto, los campos pequeños, o campos no convencionales, se caracterizan porque: a) no existe equilibrio electrónico lateral. b) no hay visibilidad completa de la fuente de radiación desde la posición del detector. c) y, por la falta de resolución espacial del detector que produce el efecto de promediar la dosis absorbida en el volumen de interés, debido a los altos gradientes de dosis presentes.

Por otro lado, una condición indispensable para tener éxito en el control tumoral es que la dosis absorbida impartida al tumor cumpla que su incertidumbre expandida $U(k=2) \leq 5\%$; pudiendo ser esta condición en neurocirugía menor al 3%.

2. PROTOCOLOS DE CALIBRACION DOSIMETRICA PARA CAMARAS DE IONIZACION

En radioterapia de haces externos hay dos tipos de dosimetría: la absoluta y la relativa.

La dosimetría absoluta consiste en la calibración del haz en términos de la dosis absorbida en agua (D_w) en condiciones de referencia con los protocolos de practica internacionales como el TRS 398 del OIEA [1] o protocolos de sociedades de físicos médicos como la Americana, con el AAPM TG 51 [2]. En efecto, el protocolo TRS 398 [1] establece como temperatura de referencia $T_0=20^\circ\text{C}$ y el protocolo AAPM TG 51 tiene como referencia $T_0=22^\circ\text{C}$; además de diferir en el parámetro que caracteriza la calidad del haz de los fotones, en el primero se usa el $\text{TPR}_{20,10}$ y en el segundo se emplea el parámetro $\%dd(10)_x$, [2].

Concretamente, para la dosimetría absoluta de campos pequeños, se ha propuesto una extensión del protocolo TRS 398, [3], donde se emplean microcámaras de ionización como la discutida en este trabajo. La dosimetría relativa no la tocamos por no ser de interés en este trabajo.

2.1. Relación entre el coeficiente de calibración, la sensibilidad, y el volumen de la cámara

La sensibilidad se define como: la razón de cambio en la indicación del sistema de medida y el correspondiente cambio en un valor de la magnitud medida, [4]. Es bien conocido que la sensibilidad y el coeficiente de calibración de la cámara de ionización son funciones inversas, por lo tanto:

$$N_{Dw} = \frac{1}{S} = \frac{\Delta D_w}{\Delta Q} \quad (1)$$

Cabe aclarar que el valor de la capacitancia de la cámara de ionización depende de su volumen, si este cambia, cambia su sensibilidad y por lo tanto su N_{Dw} . La literatura ha reportado cambios estructurales en el volumen de las microcamaras para la respuesta de la cámara corregida por condiciones atmosféricas de referencia, cambios mayores a los esperados por la dilatación térmica de las paredes que definen el volumen efectivo de la cámara, al calibrar a diferentes temperaturas de referencia,[5].

3. RESULTADOS

De acuerdo con los protocolos TRS 398 y AAPM TG 51, N_{Dw} debe determinarse a condiciones de referencia de presión $P_0 = 1013.25$ hPa y temperatura T_0 , mediante la aplicación del factor de corrección k_{PT} , [1,2]. Usando este factor y, asumiendo un volumen constante para la cámara, que las lecturas son previamente normalizadas a P_0 y que son realizadas a la misma T , obtenemos:

$$\frac{[N_{Dw}]_{22}}{[N_{Dw}]_{20}} = \frac{T_{22}}{T_{20}} \quad (2)$$

En la segunda columna de la Tabla 1 se muestran los valores de N_{Dw} correspondientes a la Universidad de Wisconsin (UW), donde el N_{Dw} se determinó experimentalmente para $T_0 = 22^\circ\text{C}$ y se normalizó para $T_0 = 20^\circ\text{C}$ que se obtuvo de corregir el primero con la Ec.(2); la variación de estos coeficientes no es mayor que 68 partes por 10 000 (0.68%).

Tabla1. Resumen de valores de N_{Dw} y V_{eff} para la microcámara A1SL.

T_0 / $^\circ\text{C}$	$N_{Dw,UW}$ / Gy C^{-1}	$N_{Dw,ININ}$ / Gy C^{-1}	$N_{Dw,ININ}$ / $N_{Dw,UW}$	V_{eff} cm^3	V_{20}/V_{22}
20	5.867E+0 8	5.774E+0 8	0.9841	0.0529 5	0.999 2
22	5.907E+0 8			0.0529 9	

En el caso de la tercera columna se muestra el N_{Dw} determinado experimentalmente por el LSCD-ININ para $T_0 = 20^\circ\text{C}$. En la quinta columna se muestra el volumen efectivo (V_{eff}) de la cámara a $T_0 = 22^\circ\text{C}$ y para $T_0 = 20^\circ\text{C}$ determinado a partir del coeficiente de dilatación térmico volumétrico para el plástico C 552

($4.1 \times 10^{-4} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$, [5]); de los valores de la sexta columna se concluye que el volumen cambia en 8 partes en 10 000.

4. DISCUSIÓN

En la Tabla 1 se puede observar que el cociente de los N_{Dw} determinados por la UW para diferentes temperaturas de referencia, previamente normalizados a la misma P_0 es de 0.9932, lo que implica un cambio del 0.68% tomando como referencia el $N_{Dw,UW}$ de 22°C . Ahora, si calculamos el cociente de $N_{Dw,ININ}/N_{Dw,UW} = 0.9841$ para 20°C tenemos una variación porcentual de 1.59 %, ver cuarta columna de la Tabla 1; que no puede explicarse por los cambios en el volumen debido a la dilatación térmica (0.08%), ni por la corrección al número de moles contenido en el volumen de la cámara.

Por lo tanto, se asume que la cámara sufre cambios estructurales, en el intervalo de tiempo entre la calibración en la UW y en el ININ (aproximadamente 2 años), que afectan su volumen efectivo. En efecto, los manuales de operación de las microcámaras sugieren evitar someterlas a esfuerzos mecánicos, térmicos, o humedad que puedan causar daños permanentes en su pequeño volumen que es del orden de 0.053 cm^3

5. CONCLUSIONES

Se propone que la NOM NUCL 33 [6] requiera la calibración dosimétrica para las micro cámaras en un periodo de 1 año y no de 2 años, como se solicita actualmente, hasta no tener una explicación satisfactoria de sus cambios estructurales.

REFERENCIAS

- [1] International Atomic Energy Agency, IAEA, Technical Reports Series No. 398, 2000.
- [2] AAPM TG 51. Medical Phys. 26, 1847, 199.
- [3] Alfonso, R., *et al*. Med. Phys., 35(11), 5179-5186. (2008).
- [4] International Vocabulary of Metrology – Basic and General Concepts and Associated Terms 3rd edition, JCGM 200, (2012).
- [5] Chul-Y. Yi et al, Metrologia 50 (2013) 146–152
- [6] Norma oficial mexicana NOM-033-NUCL-1999, Diario Oficial de la Federación, lunes 5 de julio, (1999).

CALIBRACIÓN DE MONITORES FETALES POR METODO DE MEDICIÓN DIRECTA

Mariana Bedoya Patiño, Andrés F. Ramírez*, Edilson Delgado-Trejos
 Instituto Tecnológico Metropolitano ITM, CL 73 No 76A-354, Medellín, Colombia
 *Tel +57 300 612 7259; E-mail: andresramirez@itm.edu.co

Resumen: La metrología como ciencia de las mediciones, se establece como apoyo formal al soporte de los procesos de medida, convirtiéndose en fundamento para evaluar el desempeño de instrumentos de medición. Sin embargo, en la actualidad no hay referentes únicos y normativos que permitan establecer procesos de calibración de dispositivos médicos, específicamente equipos de diagnóstico, como son los monitores fetales, por lo que este artículo presenta herramientas de apoyo a los procesos de medición para garantizar calidad en la calibración, a fin de reducir los errores en los procesos de diagnóstico.

1. INTRODUCCIÓN

Los monitores fetales se han convertido en los más usados en el mundo para detectar y seguir el ritmo cardiaco fetal y las contracciones uterinas, pero no hay criterios únicos y normativos que determinen su calibración, ni parámetros establecidos para la realización de la gestión metrológica, además de no tener guías estándar para evaluar el desempeño. La calidad del diagnóstico de un monitor fetal está dada por la precisión con que la presión intrauterina y la frecuencia cardiaca fetal son adquiridas [1]. Los procedimientos de calibración, se componen del análisis del desempeño y estandarización como de sus propiedades al ser un dispositivo electrónico [2]. El problema abordado en este artículo, parte de que los monitores fetales están sujeto a limitaciones de interpretabilidad en el marco de las prácticas clínicas actuales, además de los problemas de software y hardware cuando se conectan a un computador [3]. Por tanto, se propone un método de calibración de monitores fetales y una discusión alrededor de esta calibración usando métodos directos.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Monitores fetales (Caso de estudio)

Los monitores fetales transmiten ondas sonoras de alta frecuencia, de forma continua o pulsada [4]. En la Fig. 1, se observan dos sondas, (a) y (b), con transductores de cristal piezoeléctrico. La sonda (a), se ajusta al abdomen de la madre en la región del corazón del feto y mide la frecuencia cardiaca fetal. La sonda (b), se ajusta al vientre de la madre midiendo la presión intrauterina. La lectura registra los latidos del corazón del bebé y mide las contracciones del útero. Aunque esta técnica es confiable, la lectura puede variar por movimientos de la madre.

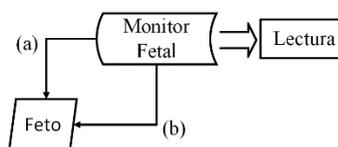


Fig. 1. Esquema de medición del monitor fetal.

2.2 Mensurando y método de medición

Para definir la calibración del monitor fetal (General Electric, Corometrics 170 Series), se identificaron las magnitudes sujetas a medición, que serían la frecuencia cardiaca fetal (FCF) y la presión intrauterina (PIU). Se propone el método de medición directo, el cual obtiene un valor en unidades del mensurando, mediante un instrumento, cadena o sistema, donde el sensor es colocado en contacto con el fenómeno que se mide [2]. En este caso, se compara de forma directa la FCF en *bpm* con valores referentes del simulador fetal Fluke PS320 como patrón. La PIU en *mmHg* se compara con un simulador eléctrico de presión (convierte voltaje a presión), exigiéndose la verificación de este proceso de conversión, a través de la medición directa desde el simulador.

2.3 Equipos y condiciones ambientales

La calibración se realizó en un laboratorio bajo condiciones ambientales requeridas por la pruebas (ver Tabla 1).

VARIABLE	VALOR
Temperatura	21 °C ±1 °C
Humedad Relativa	55 % - 56 %

Tabla 1. Condiciones ambientales del laboratorio.

El simulador fetal Fluke PS320 fue calibrado previamente. La conversión de 1 V a *mmHg* fue extraído del manual del fabricante. Como patrón de

trabajo se usó bajo los siguientes términos: Sensibilidad del ECG Fetal en 0,5 mV, 1 mV y 2 mV. Sensibilidad de la PIU (1 V \equiv 100 mmHg): 50 μ V o 40 μ V para el encendido.

2.4 Proceso de medición y montaje

En primera instancia se definieron los puntos de medición por mensurando, así: La FCF en bpm a 60, 90, 120, 150, 180, 210 y 240; y la PIU en mmHg a 20, 40, 60, 80 y 100. Además, se realizó la conexión directa del monitor fetal con el simulador Fluke PS320 y como mínimo se tomaron tres repeticiones por medición. Las condiciones ambientales del lugar fueron registradas por un termohigrómetro.

3. RESULTADOS

Los resultados del procedimiento de calibración propuesto, se observan en la Fig. 2 y Fig. 3.

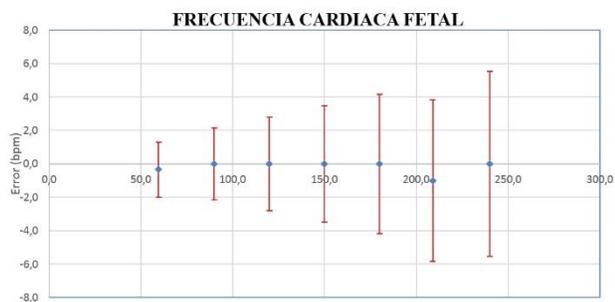


Fig. 2. Resultados de calibración para la FCF.

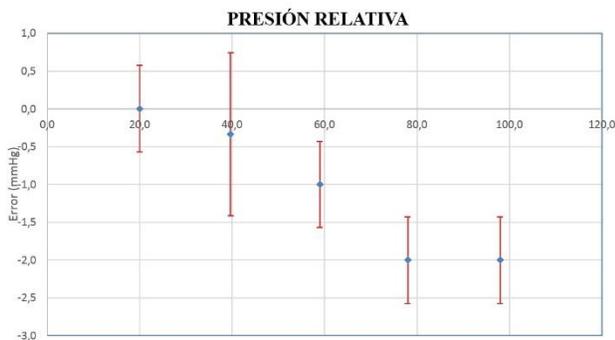


Fig. 3. Resultados de calibración para la PIU.

Los resultados de incertidumbre se derivaron del valor nominalmente verdadero del simulador fetal y la medición del monitor fetal, mediante evaluaciones tipo A y B [5], con fuentes de exactitud y resolución del patrón, resolución del instrumento bajo prueba y el resultado de la calibración del patrón.

4. DISCUSIÓN

Los procedimientos de calibración de FCF y la PIU por medidas indirectas usan relaciones matemáticas que agregan complejidad a las operaciones. Los métodos directos estratégicamente suprimen el transductor que opera como sensor primario, con el fin de que un simulador de la variable de estudio actúe como patrón de calibración. De esta forma, el análisis por métodos directos incurre en menos complejidad, haciendo más fácil la operación asociada a la calibración.

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se logró un procedimiento de calibración de monitores fetales por medición directa, a fin de establecer una guía estándar que asegure la calidad de la medición en este tipo de equipos. Así, entonces, se resalta la importancia de implementar buenas prácticas en la gestión metrológica en todos los dispositivos que están involucrados en los diagnósticos clínicos.

AGRADECIMIENTOS

Programa Jóvenes Investigadores del Instituto Tecnológico Metropolitano ITM de Medellín Colombia, SENA y COLCIENCIAS.

REFERENCIAS

- [1] A. K. Valdivia, "Eficacia del monitoreo electrónico anteparto en el diagnóstico de sufrimiento fetal", Universidad Nacional Mayor de San Marcos (Tesis), Perú, 2014.
- [2] G. H. Breborowicz et al., "Report of the FIGO Study Group on the Assessment of New Technology: Evaluation and standardization of fetal monitoring", Int. J. of Gynecology & Obstetrics, vol. 59, No. 2, Pág. 169-173, 1997.
- [3] J. Jezewski et al., "Centralised Fetal Monitoring System with Hardware-Based Data Flow Control", IET 3rd International Conference on Advances in Medical, Signal and Information Processing, pp.1-4, 2006.
- [4] J. A. Córdova et al., Guía Tecnológica No. 21: Cardiotocógrafos y Fonodetectores, México: Secretaría de Salud, Sec. I, Pág. 7, 2010.
- [5] Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM). "Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement". 2008.

PROPUESTA DE VALIDACIÓN DE UN LISTADO DE PALABRAS BISILÁBICAS EN ESPAÑOL PARA LA MEDICIÓN DE LA INTELIGIBILIDAD DEL HABLA

Martínez Gutiérrez, Daniel; Pérez Ruiz, Jesús Santiago

Departamento de Ingeniería de Control, Facultad de Ingeniería, UNAM, Circuito Exterior S/N, Ciudad Universitaria, Coyoacán, 04510, Cd. Mx., México.
e-mail: dmartinezg73@gmail.com

Resumen: Presentamos los resultados obtenidos en la evaluación de un conjunto de palabras bisilábicas, empleadas en pruebas logoaudiométricas, para poder utilizarse en la acústica de recintos. La evaluación se hizo mediante la determinación del Índice de Transmisión del Habla (STI) empleando un filtro que emula la respuesta en frecuencia de una mujer. Se comparó dicho resultado con una prueba subjetiva aplicada a sujetos normo oyentes que evaluó la cantidad de palabras reconocidas. Los resultados obtenidos confirman la hipótesis de que el listado de palabras puede ser empleado en la evaluación de la inteligibilidad del habla en un recinto.

1. INTRODUCCIÓN

En un sistema de comunicación (como un recinto) los factores que afectan a la inteligibilidad del habla son: el ruido y la cantidad de reverberación. La inteligibilidad puede medirse directamente, pero requiere de oradores y oyentes entrenados. También se puede estimar a partir de medidas físicas del habla y del ruido y/o reverberación.

En el Laboratorio de Acústica y Vibraciones del Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico (CCADET) se ha propuesto el uso de un conjunto de palabras bisilábicas que contienen todos los sonidos o fonemas del idioma español (fonéticamente balanceadas) para evaluar la inteligibilidad del habla. Dicho material de voz ha sido empleado en pruebas logoaudiométricas y es posible utilizarlo para evaluar la inteligibilidad del habla de un recinto sin necesidad de recurrir a oyentes previamente entrenados.

En este trabajo, se presenta una propuesta para validar el uso de las listas de palabras bisilábicas mediante la determinación del índice de transmisión del habla (*Speech Transmission Index: STI*) en diversos recintos con condiciones acústicas (tiempo de reverberación y ruido de fondo) distintas.

2. METODOLOGÍA PARA LA EVALUACIÓN DEL HABLA

Se empleó el material de voz previamente desarrollado en el CCADET, para evitar la necesidad de oradores y escuchas entrenados.

El tiempo de reverberación del recinto, se obtuvo a partir de la respuesta al impulso. Con la curva de decaimiento de energía, se determina el parámetro T_{30} . Para el nivel de ruido de fondo se midió nivel de ruido equivalente, L_{eq} , aplicando la curva de ponderación A. La estimación del STI se hizo también a partir de la respuesta al impulso. Las señales de excitación se reprodujeron por un altavoz de 10 cm de diámetro y se aplicó un filtro *female* (mujer) para realizar la comparación con la prueba subjetiva, que ha sido previamente grabado con voz femenina.

Se eligieron varios recintos que presentaran condiciones acústicas diversas para llevar a cabo las mediciones y la prueba subjetiva con sujetos normo oyentes que contestaron un cuestionario en el cual se evalúa el porcentaje de palabras que reconocen correctamente en el recinto. En la figura 1 se muestra el arreglo experimental empleado y considerando tres puntos para evaluar los índices acústicos y llevar a cabo la prueba subjetiva, tal como se muestra en la figura 2.



Fig. 1. Instrumentación empleada en la determinación del índice de inteligibilidad del habla.



Fig. 2. Prueba subjetiva. Posición que ocupan los oyentes durante la prueba.

3. RESULTADOS

En la Tabla 1 y en la Tabla 2 se muestran los resultados obtenidos durante las pruebas realizadas.

Tabla 1. Comparación entre prueba subjetiva y medición del STI con fuente de ruido encendida. Nivel del ruido de fondo 65 dB(A). Nivel de presión sonora de la fuente 68 dB(A).

	$T_{30} = 0.6 s$		Prueba subjetiva	
	STI mujer	% ALC	Ensayo 1 % de palabras	Ensayo 3 % de palabras
Posición 1 (Claro)	0.47	13.7	0.68	0.68
Posición 2 (Claro)	0.47	13.7	0.60	0.56
Posición 3 (Pobre)	0.34	27.4	0.60	0.60

Tabla 2. Comparación entre prueba subjetiva y medición del STI con la fuente de ruido apagada. Nivel de ruido de fondo 45 dB(A). Nivel de presión sonora de la fuente 68 dB(A).

	$T_{30} = 0.6 s$		Prueba subjetiva	
	STI mujer	% ALC	Ensayo 2 % de palabras	Ensayo 4 % de palabras
Posición 1 (Buena)	0.73	3.3	0.96	0.92
Posición 2 (Excelente)	0.75	2.9	0.92	0.96
Posición 3 (Buena)	0.70	3.8	1.00	0.96

4. DISCUSIÓN

Como se puede apreciar en las tablas 1 y 2, los resultados confirman que hay correlación entre los resultados obtenidos con la medición de los índices acústicos, y la prueba subjetiva al emplear las palabras bisilábicas. Aunque se presentan sólo los resultados de un recinto en particular, al realizar el mismo ensayo en distintos recintos, el resultado fue muy similar.

5. CONCLUSIONES

Según los resultados obtenidos bajo la prueba estandarizada %PB ANSI para palabras monosilábicas, para valores de STI entre 0.35 y 0.50, el porcentaje de palabras reconocidas oscila entre el 30% y el 60%, mientras que para valores de STI entre 0.7 y 1 el porcentaje de palabras que se reconoce va del 90 al 100%. Los valores que se han registrado durante las pruebas realizadas con las palabras bisilábicas, según las tablas 1 y 2, muestran que concuerdan con dichas observaciones. Por tanto, se puede concluir que el material de voz con el cual se está trabajando, puede ser validado para su utilización en la evaluación de la inteligibilidad del habla en recintos.

REFERENCIAS

- [1] Sommerhoff, J., Rosas, C., Logatom corpus for the assessment of the intelligibility in Spanish speaking environments and its relation with STI measurements, Applied Acoustics. 73, 1190–1200 (2012).
- [2] Harris, C.M., Manual de medidas acústicas y control de ruido, Mc Graw Hill. Tercera Edición, 16.1 –16.22 (1991).
- [3] Brüel & Kjaer, Measurement Speech Intelligibility using DIRAC – Type 7841, Technical Note, Brüel & Kjaer, 1-24 (2003).

ANÁLISIS BIBLIOMÉTRICO EN EL CAMPO DE APLICACIÓN DE LA GESTIÓN METROLÓGICA EN EL SECTOR SALUD

Jhon Fredy Martínez G, Andrés F. Ramírez B*, Carlos A. Acevedo, Gonzalo Narváez
Instituto Tecnológico Metropolitano ITM
Calle 73 No 76A -354 Vía al Volador, Medellín – Colombia
*Tel +57 300 612 7259; E-mail: andresramirez@itm.edu.co

Resumen: En la actualidad, la metrología cobra gran importancia en los procesos de medición en el sector salud, dado que aporta a las actividades de confiabilidad de los datos lo cual en el momento es fundamental en los procesos asistenciales, por lo tanto, el objetivo del artículo es presentar los resultados de un análisis bibliométrico en el campo de la aplicación de la Gestión Metrológica en el sector salud que permita realizar un diagnóstico de la evolución y estado actual del tema. La metodología empleada consiste en la construcción y posterior análisis de los indicadores bibliométricos de cantidad y calidad, con una ventana de análisis de 2004 – 2016 utilizando redes de conocimiento científicas.

1. INTRODUCCIÓN

La óptima prestación de los servicios de salud es un factor determinante para el desarrollo de los países [1]. En este sentido, los eventos adversos son considerados como las lesiones ocasionadas o atribuidas a fallas, errores o planes equivocados generalmente prevenibles por parte del personal de un centro médico [2]. Entre las actividades orientadas a disminuir estos eventos adversos encontramos evaluaciones de desempeño realizadas a los equipos biomédicos que, entre sus actividades, pueden contemplar las mediciones establecidas en procesos de calibración, donde la aplicación de la Gestión Metrológica a los equipos biomédicos [3], cobran gran relevancia como estrategia de controles de calidad orientados para el respaldo de las actividades las actividades de seguridad del paciente. Dado lo anterior, la generación del conocimiento en esta área tiene un impacto relevante para el sector salud, por ello, se hace necesario incrementar la producción científica y académica en el campo de la metrología aplicada al sector salud, esto basado en un análisis bibliométrico, que permite realizar un diagnóstico de la evolución y estado actual del tema [4]. En forma regular se piensa la bibliometría como un componente de la cienciometría que trata de analizar de forma más general el conjunto de la actividad de investigación académico-científica [5].

2. METODOLOGÍA

Para la realización del análisis bibliométrico, en primera instancia se definió la información a utilizar, en este caso orientada a la aplicación de la Gestión Metrológica en el sector salud, y una vez definida esta información, el primer paso para la elaboración

de la bibliometría consistió en determinar la ecuación de búsqueda que permitirá ser el motor en la base de datos, que para este trabajo en específico se eligió la base de datos SCOPUS para realizar la búsqueda de la información bibliográfica. A través de la literatura exploratoria consultada, se identificaron como términos equivalentes a Gestión Metrológica aplicado en la salud, términos como metrología biomédica, metrología en la salud, y gestión metrológica. Posterior a la definición de la ecuación de búsqueda se definió el conjunto de indicadores con los cuales se realizará la evaluación deseada, aplicando tres niveles de agregación en los indicadores bibliométricos: (1) micro, cuya unidad de análisis es de documentos por materia en metrología biomédica; (2) meso, cuya unidad de análisis fueron los tipos de documento y documentos por año y (3) macro, cuya unidad de análisis es territorio o país. El análisis bibliométrico se realiza teniendo en cuenta las mediciones en conjunto de todos los indicadores.

3. RESULTADOS

Siguiendo lo establecido en el apartado 2 del presente artículo, se procedió a utilizar la información referente a la Gestión Metrológica aplicada en la salud, utilizado como palabra clave *Metrology Biomedical* obteniendo la siguiente ecuación de búsqueda en la base de datos SCOPUS: *TITLE-ABS-KEY (metrology biomedical) AND PUBYEAR > 2003*, obteniendo los resultados de los indicadores bibliométricos (1) micro, (2) meso y (3) macro, según se puede observar en las Figuras 1, 2 y 3.

Documents by subject area

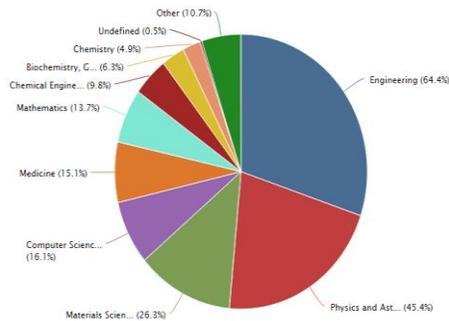


Fig.1. Documentos por materia en metrología biomédica.

Documents by year

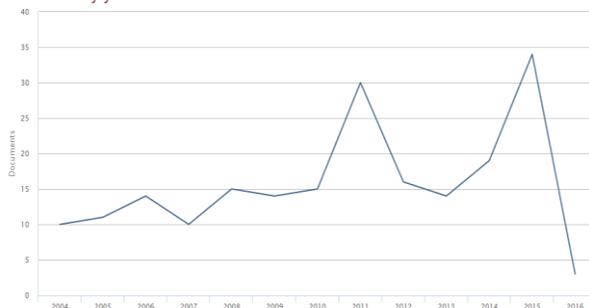


Fig.2. Documentos por año en metrología biomédica.

Documents by country/territory

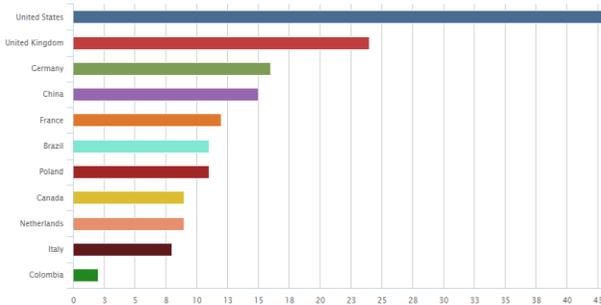


Fig.3. Documentos por territorio o país en metrología biomédica.

4. DISCUSIÓN

El análisis bibliométrico es un método documental, que permite analizar la producción científica en un sector, que en este artículo se analiza la productividad de la aplicación de la gestión metrología en el sector salud, detectando entre algunos aspectos, que el porcentaje de artículos originales publicados, es muy bajo con relación a la publicación en general de Metrología, además que algunos países poseen relevante las publicaciones

en esta área como Estados Unidos comparados con otros países como Colombia.

5. CONCLUSIONES

El presente artículo tiene como objetivo presentar los resultados de un análisis bibliométrico en el campo de la aplicación de la Gestión Metrología en el sector salud, realizando la búsqueda para los cálculos en la base de datos SCOPUS, evidenciando la poca generación y difusión que se observa en esta área del conocimiento, así es entonces, que se resalta la importancia de la generación de nuevo conocimiento en esta área por medio de artículos científicos originales.

AGRADECIMIENTOS

Este artículo se presenta en el marco de la Tesis de Maestría denominada "Metodología de Vigilancia Tecnológica para los procesos de gestión metrología en entidades prestadoras del servicio salud en Medellín" del Instituto Tecnológico Metropolitano – ITM de Medellín Colombia.

REFERENCIAS

- [1] S. Singer , D. Gaba , J. Geppert J y A. Sinaiko, «The culture of safety: results of an organization-wide survey in 15 California hospitals,» Qual saf Health Care, vol. Vol.12, nº 15, pp. 112-118, 2003.
- [2] L. P. Alfonso Marin, C. Salazar Lopez y A. L. Franco Herrera, «Incidencia de eventos adversos asociados a dispositivos médicos en una institución de salud en Colombia,» Revista Ingeniería Biomédica, vol. 4, nº 8, pp. 71-84, 2010.
- [3] A. F. Ramirez Barrera, J. F. Marinez Gomez y G. Narvaez, «Caracterización de la Gestión Metrología en entidades prestadoras del servicio de salud,» Revista Ingeniería Biomédica, vol. Volumen 9, nº Número 18, pp. pp. 57-64, 2015.
- [4] R. Bailón Moreno, E. Jurado Alameda, R. Ruiz Baños y J. Courtial, «Bibliometric laws: Empirical flaws of fit,» Scientometrics, vol. 63, pp. 209-229, 2005.
- [5] E. Delgado , D. Torres y E. R. Jimenez, «Análisis bibliométrico y de redes sociales aplicado a las tesis bibliométricas defendidas en España,» Revista Española de Documentación Científica, vol. Vol. 29, nº No. 4, p. P. 493–524, 2006.

SOBRE LAS CARACTERÍSTICAS METROLÓGICAS DE LAS DETERMINACIONES APOYADAS EN LA PERCEPCIÓN

Enrique Villa - Diharce, Rubén J. Lazos - Martínez
 Centro de Investigación en Matemáticas, Centro Nacional de Metrología
 Callejón Jalisco S/N Col. Valenciana, Guanajuato, Gto.
 01(473)732 7155 ext 4562, villadi@cimat.mx

Resumen: Se encuentra en la práctica la necesidad de cuantificar características sensoriales para las cuales se utilizan como sensores los órganos de los sentidos. Este trabajo discute la aplicabilidad a estas determinaciones de algunos conceptos metrológicos habituales en las mediciones físicas y químicas que incluyen medición, magnitud, resolución, error de medida, incertidumbre de medida y trazabilidad metrológica. También muestra una fundamentación estadística que permite el análisis de datos de estudios sensoriales.

1. INTRODUCCIÓN

En algunas industrias como la alimentaria y la de cosméticos se encuentran productos cuyas características de calidad requieren cuantificarse aunque son organolépticas, que son percibidas por los órganos de los sentidos, e incluyen apariencia, textura, sabor u olor. Por su naturaleza y al no existir referencias, en general estas características perceptivas son difícilmente medibles con el rigor metrológico usual.

Cabe mencionar por un lado que las características perceptivas pueden extenderse más allá del ámbito organoléptico para incluir percepciones mentales e incluir actitudes; adicionalmente pueden enmarcarse como parte de aquellos conceptos acerca de los cuales "se sabe más de lo que se es capaz de escribir" [1].

En muchos casos se elaboran escalas con fundamentos empíricos [2]. También se conocen escalas que se apoyan en algoritmos, como la escala Scoville para cuantificar el picor de chiles que reduce sistemáticamente por dilución controlada la sensación de picor hasta que la percepción del ser humano se utiliza únicamente como detector de nulos, pica o no pica, resultando la cuantificación del proceso de dilución.

Dada la distinta naturaleza de este tipo de determinaciones respecto a las mediciones físicas y químicas habituales, este trabajo analiza la aplicabilidad rigurosa de algunos conceptos metrológicos habituales, bajo el supuesto de que las capacidades de percepción del ser humano son utilizadas como sensor.

2. APLICABILIDAD DE CONCEPTOS METROLÓGICOS

Magnitud y medición. Definidas [3] respectivamente como la "propiedad de un fenómeno, cuerpo o

sustancia, que puede expresarse cuantitativamente mediante un número y una referencia" y como el "proceso que consiste en obtener experimentalmente uno o varios valores que pueden atribuirse razonablemente a una magnitud", no se encuentra dificultad para aplicarlas íntegramente a las determinaciones perceptivas, si se consideran asociadas a una magnitud ordinal cuyo procedimiento de medida se convenga, por lo que podría utilizarse con toda propiedad la expresión "mediciones perceptivas". Como corolario, puede utilizarse el concepto de mensurando, la magnitud que se desea medir, en toda su amplitud.

Patrón de medida: Para concretar su función como referencia de acuerdo a su definición [3], "realización de la definición de una magnitud dada, con un valor determinado y una incertidumbre de medida asociada, tomada como referencia", puede convenirse una referencia y asociarle un valor en una escala ordinal, aunque debe advertirse que no necesariamente se conoce alguna relación algebraica entre los distintos valores.

Error de medida. Dado que requiere un valor de referencia, ante la ausencia de éste en la mayor parte de las mediciones perceptivas y como en escalas ordinales no se conoce la relación algebraica entre sus valores, no se recomienda en general su utilización en el ámbito de las mediciones perceptivas.

Incertidumbre de medida. Entendida como un "parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de los valores atribuidos a un mensurando, a partir de la información que se utiliza", se reconoce como un estimado de la variabilidad de la medición. Presente en mayor o menor nivel en todos los sistemas de medición, su origen es variado: diversos operadores e instrumentos de medida, variación de

las condiciones ambientales, métodos distintos de medida, además de otros. Usualmente es necesario monitorear y controlar esta variabilidad considerando que se requiere un sistema capaz de distinguir una diferencia determinada de magnitudes. Para controlarla es conveniente descomponerla, al menos alguna parte de la misma, en repetibilidad y reproducibilidad. En el caso de mediciones sensoriales, donde las personas son los instrumentos de medición, en lugar de instrumentos de medición físicos, tenemos panelistas que utilizan sus sentidos para evaluar ciertos atributos de un producto determinado. Así, el desempeño del panel en las mediciones sensoriales es muy importante, ya que una falta de consistencia entre los panelistas, dificulta la interpretación de los datos de medición sensorial. En los panelistas, la repetibilidad se define como la capacidad para calificar el mismo producto consistentemente, para un atributo dado. La reproducibilidad en cambio, se entiende como la capacidad para calificar aproximadamente igual al promedio de las calificaciones de todos los panelistas.

Resolución. Definida [3] como la “mínima variación de la magnitud medida que da lugar a una variación perceptible de la indicación correspondiente”, bajo la interpretación de la “indicación” como la sensación en el sensor el concepto aplica íntegramente a las determinaciones perceptivas.

Estrechamente relacionadas con la resolución, las pruebas de discriminación producen información sobre la diferencia entre productos por comparación. La teoría de estas pruebas, asume que cuando un sujeto recibe un estímulo, su respuesta es una sensación que se expresa como una variable aleatoria que se modela mediante una distribución de probabilidades. El modelo más común, asume que dos diferentes estímulos generan dos distribuciones de estímulos con diferentes sensaciones promedio, pero con iguales desviaciones estándar no correlacionadas. La distancia estándar entre las dos medias de las distribuciones, d , se utiliza como una medida de discriminación sensorial o diferencia sensorial. Esta medida de diferencia sensorial, en términos de d , puede estimarse a partir de la proporción observada de respuestas correctas, utilizando alguno de los métodos de discriminación existentes. La propuesta de asociar una distribución de probabilidades a la sensación que se presenta como respuesta al estímulo que recibe un sujeto, fue inicialmente planteada por Thurstone [4] y después resurgió en la teoría de detección de señales, que tuvo auge en la Segunda Guerra Mundial. Esta

propuesta ha permitido crear un marco de referencia estadístico para el análisis de datos de medición sensorial, que es la base de la sensometría. En los últimos años ha crecido la investigación estadística en el área de pruebas de discriminación sensorial y con esto se ha ampliado la disponibilidad de protocolos y metodología estadística para los estudios de discriminación sensorial, que la industria utiliza cada vez más para tomar decisiones.

3. RESULTADOS

El análisis revela que la mayor parte de los conceptos metroológicos son aplicables a las determinaciones perceptivas, con la previsión de que en algunos casos son necesarias interpretaciones y que una limitante importante es la falta de una relación algebraica conocida entre los valores de la escala. Destacan entre estos conceptos los de medición, magnitud, resolución, precisión, y en general los que no requieren de una referencia metroológica. Aquéllos como error de medida, veracidad, trazabilidad y exactitud para los que es indispensable contar con un valor de referencia presentan dificultades importantes por lo que no se recomienda su utilización.

4. CONCLUSIONES

En el terreno de las mediciones perceptivas, y en particular en el sensorial, es válida la aplicación de aquellos conceptos metroológicos que no dependen de valores de referencia ni de relaciones algebraicas entre los valores de la escala ordinal que se utilice. También se muestra la fundamentación estadística que permite el análisis de datos de estudios sensoriales, enfatizando el estudio de la variación y pruebas de discriminación sensorial.

REFERENCIAS

- [1] M. Polanyi, “The Tacit Dimension”, The University of Chicago Press, 1966.
- [2] G. F. Summers, “Medición de actitudes”, Ed. Trillas, 1984.
- [3] NMX-Z-055-IMNC-2009. Vocabulario Internacional de Metrología – Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados (VIM).
- [4] L.L. Thurstone, “A law of comparative judgement”, Psychological Review 34, 273-28.

NECESIDADES METROLÓGICAS EN RADIOFRECUENCIA PARA ANTENA DE DETECCIÓN

¹José Esteban Cerda Palma, ²Marco Antonio Peyrot Solís

¹Instituto de Investigación y Desarrollo Tecnológico de la Armada de México jcerdap1300@alumno.ipn.mx

² Instituto de Investigación y Desarrollo Tecnológico de la Armada de México mapeyrot@yahoo.com

Resumen: En el presente artículo se exponen las necesidades metrológicas que estarían relacionadas a la medición de una antena de tipo reflector parabólico con aplicación de antena de detección, estas necesidades estarían orientadas a desarrollar y validar métodos de medición nuevos e innovadores que generen trazabilidad entre mediciones analíticas y mediciones científicas, generando así soluciones a las problemáticas metrológicas existentes en algunos proyectos de investigación.

1. INTRODUCCIÓN

En México existen proyectos de investigación y desarrollo tecnológico en el área de antenas y radiofrecuencia en los cuales se requiere comprobar su buen desempeño, diseño, practicidad y que están relacionados con la detección.

El diseño de estos proyectos engloba distintas etapas a desarrollar, una de ellas es la etapa de potencia (radiofrecuencia) y otra de la antena, estas dos etapas requieren en específico ser caracterizadas metrológicamente hablando con métodos de medición novedosos que sean exactos para poder determinar su desempeño y diseño.

La estructura planteada es un reflector parabólico o superficie reflectora y una antena de apertura tipo piramidal como alimentador. Este diseño [1, 2] debe cumplir con ciertos requerimientos de modelado que una vez obtenidos deben ser corroborados midiendo la estructura fabricada, tomando en cuenta que la medición debe ser lo más exacta y precisa posible.

2. REQUERIMIENTOS DE DISEÑO Y MANUFACTURA PARA ANTENA DE TIPO REFLECTOR

Como primer paso en la metodología para diseñar una antena de tipo reflector se debe estimar un valor inicial e ideal de ganancia, con el cual se llega a calcular un área efectiva y por lo tanto obtener el tamaño que tendría el reflector, es decir, el tamaño del plato reflector es directamente proporcional a la ganancia.

Como requerimientos cabe mencionar que la ganancia, el diagrama de radiación y las dimensiones del plato reflector son esencialmente los parámetros principales en este diseño, haciendo énfasis en la antena de alimentación ya que se guarda una

estrecha relación entre esta y dicho plato reflector. La ecuación (1) [2] muestra la relación para lograr estimar la ganancia requerida:

$$G = \rho \frac{4\pi A_p}{\lambda^2} = \rho \left(\frac{\pi D}{\lambda} \right)^2 \quad (1)$$

donde A_p es el área física de la apertura de la antena y ρ es la eficiencia de la apertura, esta cantidad típicamente se estima del 60% al 70% (0.6 a 0.7) y λ es la longitud de onda a la frecuencia de diseño. El siguiente paso es estimar un radio mayor ra y un radio menor rb que sirven para determinar el tamaño del reflector que tenga la apertura ya calculada.

El tercer paso es determinar Dp que es el diámetro de la parábola de donde se saca el reflector, además de la distancia del punto focal que describe la curvatura de la parábola, se calcula a partir de la relación F/Dp , la cual varía entre 0.25 y 1.0 mostrado en la ecuación (2) [2]. Otro parámetro a considerar es el offset (h), que es la distancia fuera de foco a la que se encuentra el reflector.

$$0.25 \leq \frac{F}{Dp} \leq 1 \quad (2)$$

Los valores de la ecuación (2) son los que habitualmente se encuentran en la práctica de fabricación de reflectores parabólicos, físicamente lo que sucede con esta relación es que entre más cerca de la unidad se esté el reflector es más plano, una desventaja de hacer esto es que se requeriría un alimentador con haz estrecho, es decir, una antena de alimentación de mayor apertura y tamaño.

En el quinto paso se debe calcular el ángulo de máxima iluminación del reflector a partir del punto focal por medio de geometría óptica, después, se diseña una antena de corneta como alimentador,

cuya apertura, dimensiones y ganancia son determinadas por dicho ángulo de iluminación [8].

El último paso hace relación al modelado de la estructura en un software especializado para simulación de dispositivos electromagnéticos, continuando con el análisis y evaluación de resultados. Si el resultado no es el deseado se hacen ajustes en el diseño tanto en las dimensiones del reflector como en las de la antena alimentadora, hasta conseguirlo.

El proceso de fabricación es complejo por sí mismo y se dificulta más si se intenta fabricar un diseño con dimensiones imprácticas, es por esta razón que se debe tener la capacidad de manufacturar todos y cada uno de los elementos que conforman la antena. Actualmente en el país no existe una empresa capaz de maquinar un prototipo como el diseñado y que cumpla con las especificaciones de calidad requeridas.

3. REQUERIMIENTOS METROLÓGICOS

Caracterizar una antena de este tipo generará muchos retos metrológicos, ya que los parámetros a medir son de difícil medición, no solo por la cuestión analítica que resulte en un valor cercano al real, sino por el mismo procedimiento de medición, que debe ser el adecuado para obtener un resultado fiable de la magnitud bajo prueba, en especial para definir la ganancia y el diagrama de radiación, caracterizando el ancho de haz del lóbulo principal (forma en que esté radiando) y sus lóbulos laterales (posición y niveles de potencia).

Aunado a la ganancia y el diagrama, también se debe caracterizar la impedancia en el puerto de entrada de la antena de alimentación y su coeficiente de reflexión, la relación de onda estacionaria, la polarización, entre otros [3, 7, 8].

En el caso del diseño de la etapa de potencia o amplificación, se pueden caracterizar parámetros como la compresión a 1 dB o linealidad de amplificación, además de los armónicos generados en frecuencia que pueden llegar a provocar interferencia con otros sistemas de comunicaciones o detección, los parámetros de dispersión en los puertos de entrada y salida, entre otros [4, 5, 6].

En cuanto a la infraestructura requerida en el proceso de medición es indispensable contar con laboratorios de radiofrecuencia que incluyan equipos especializados y ambientes controlados.

Actualmente en nuestro país no se cuenta con las capacidades de medición de algunos de estos parámetros por tratarse de proyectos de investigación especializados, y el hecho de no contar con ellos nos hace depender tecnológicamente de otros países. Es aquí en donde el esfuerzo conjunto de diferentes instituciones nacionales para colaborar en el desarrollo de estas técnicas de medición cobran especial relevancia.

4. CONCLUSIONES

Al cumplir con las necesidades que conlleva el desarrollo de esta clase de proyectos tanto en la etapa de antena como de potencia para diversos sistemas de detección se desarrolla la competitividad no solo en la cuestión metrológica, de diseño y manufactura, sino en muchos aspectos más, como lo es la formación del recurso humano capaz de resolver la problemática, además de la innovación científica. En metrología primaria se desarrollarían métodos de medición innovadores que permitan la trazabilidad con mediciones científicas y mediciones analíticas o predicciones teóricas.

REFERENCIAS

- [1] Silver Samuel, *Microwave Antenna Theory and Design*, First Edition, McGraw Hill, 1949.
- [2] Terada Marco A.B., *Educational Procedure for Designing and Teaching Reflector Antennas in Electrical Engineering Programs*, Proceedings of the 2002 ASEE Gulf-Southwest Annual Conference, The University of Louisiana at Lafayette, March 20-22, 2002, American Society for Engineering Education.
- [3] J.S. Hollis, T.J. Lyon, and L. Clayton, Jr., *Microwave Antenna Measurements*, Scientific-Atlanta, Inc., Atlanta, Georgia, July 1970.
- [4] Steven C. Cripps, *Advanced Techniques in RF Power Amplifier Design*, Artech House Microwave Library, 2002.
- [5] John L. B. Walke, *Handbook of RF and Microwave Power Amplifiers*. Series: The Cambridge RF and Microwave Engineering Series.
- [6] Gonzalez Guillermo. *Microwave Transistor Amplifiers: Analysis and Design*, FINANCIAL TIMES/PRENTICE HALL; 1996.
- [7] Laverghetta Thomas S., *Modern Microwave Measurements and Techniques*, Artech House Publishers, 1988.
- [8] Balanis C.A., *Antenna theory: Analysis and Design*, Third Edition, Jhon Wiley & Sons, Inc., 2005.

REVISIÓN DE LOS MÉTODOS DE VERIFICACIÓN DE UN SISTEMA DE PESAJE DINÁMICO VEHICULAR

Ramírez Jiménez Sandra M., Becerra Santiago Luis O.
 Centro Nacional de Metrología
 km 4.5 Carretera a Los Cués, Municipio El Marqués, Qro. C.P. 76246 México
 sramirez@cenam.mx

Resumen: En el presente trabajo se comparan los métodos de prueba presentados en los documentos internacionales COST 323 y OIML R134, con la finalidad de determinar la conveniencia de utilizarlos en la verificación de los sistemas de pesaje dinámico y dimensionamiento vehicular. Se revisaron las pruebas estáticas, las pruebas en movimiento, condiciones ambientales, los tipos de vehículos utilizados y la velocidad de operación de los mismos. En general los documentos revisados no se contraponen, sin embargo, existen diferencias en cuanto a los criterios de clasificación de los sistemas de pesaje dinámico y el criterio de evaluación de sus resultados.

1. INTRODUCCIÓN

Con la finalidad de proteger la vida, garantizar la seguridad de los usuarios y disminuir los daños en la infraestructura de la red de carreteras de la república Mexicana, surgió la necesidad de regular las dimensiones, capacidad y peso de los vehículos de autotransporte federal y transporte privado que circulan en las diferentes carreteras federales del país [1].

Por tal motivo, en México se está adoptando el uso de sistemas de pesaje dinámico y dimensionamiento vehicular que ya son ampliamente utilizados en la comunidad europea.

En este trabajo se presenta una revisión de las pruebas para la verificación de los subsistemas de pesaje dinámico propuestas por el documento COST 323 [2], en comparación con las pruebas propuestas por la recomendación internacional publicada por la Organización Internacional de Metrología Legal (OIML) OIML R 134 [3].

2. SISTEMA DE PESAJE DINÁMICO Y DIMENSIONAMIENTO VEHICULAR

Un sistema de pesaje dinámico y dimensionamiento vehicular es un conjunto de instrumentos de medición, equipos electrónicos y programas de cómputo cuya finalidad es detectar, clasificar, identificar, determinar el peso, las dimensiones y velocidad de los vehículos que circulan por una carretera.

En México se pretende instalar sistemas de pesaje dinámico que están conformados por 5 subsistemas:

1. Subsistema de detección de vehículos
2. Subsistema de pesaje dinámico
3. Subsistema de identificación vehicular por reconocimiento de placas
4. Subsistema de dimensionamiento vehicular
5. Subsistema de clasificación vehicular

La instalación y puesta en funcionamiento de estos sistemas es coordinado por la SCT (Secretaría de Comunicaciones y Transportes) y tiene como objetivo la prevención de accidentes a través de la aplicación de sanciones de manera automática a los usuarios que no respeten los límites de velocidad, peso y dimensiones de los vehículos que circulen por la red de carreteras federales.

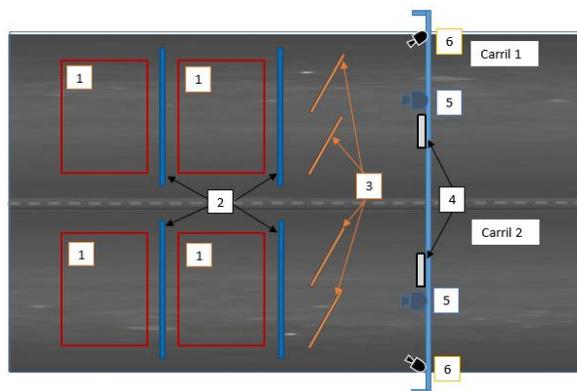


Fig. 1. Estructura de un sistema de pesaje dinámico y dimensionamiento vehicular.

Los elementos numerados de la Fig. 1 corresponden a:

1. Lazos inductivos, detectan la presencia del vehículo.
2. Sensores piezoeléctricos, miden el peso.

3. Sensores piezoeléctricos poliméricos, detectan el número de llantas del vehículo.
4. Sistemas que a base de rayos láser miden las dimensiones del vehículo.
5. Cámaras para el reconocimiento de las placas delanteras del vehículo.
6. Cámara de vigilancia.

2.1. Subsistema de pesaje dinámico

La presente revisión se centra en el subsistema de pesaje dinámico, éste utiliza sensores instalados bajo el asfalto los cuales miden el peso de cada rueda de un vehículo que transita en la zona de instrumentación, y también permiten estimar la distancia entre ejes, el número de ejes y la velocidad del vehículo [2].

Aparte de la aprobación de modelo, en México los sistemas o instrumentos de medida utilizados con fines legales deben ser verificados para asegurar que cumplen con los criterios establecidos en las normas vigentes. Por lo tanto es imperativo establecer los métodos de prueba adecuados a las características metrológicas de los instrumentos que serán utilizados para el pesaje dinámico de los vehículos que circulan por las carreteras.

3. MÉTODOS DE PRUEBA

A nivel internacional se han desarrollado diversos documentos para establecer los requisitos que deben cumplir el sitio de instalación y los elementos que conforman un sistema de pesaje dinámico. Dos de los más importantes son el documento COST 323 [2] y la recomendación internacional OIMLR R 134 [3]. En ambos documentos se establecen criterios para la clasificación de estos sistemas, el desarrollo de las pruebas y el tipo de vehículos utilizados en éstas.

3.1 Pruebas estáticas

Para determinar el error de medida, el método más usado es el que involucra vehículos de referencia cuyo valor de masa debe ser conocido, para calcular este valor se requiere realizar una prueba en un instrumento de control. En esta sección se compara los criterios de ambos documentos para determinar el peso de los vehículos que se utilizan como referencia, y las características del instrumento de control.

3.2. Pruebas en movimiento

La finalidad de estas pruebas es saber las diferencias entre el valor de la masa de un vehículo de referencia y la indicación del sistema de pesaje dinámico cuando el vehículo de referencia circula a una velocidad controlada. Los documentos [2] y [3] presentan métodos diferentes para la realización de esta prueba, en esta sección se comparan estos métodos, las tolerancias y el nivel de confianza considerados en cada uno.

4. CONCLUSIONES

En general los métodos de los dos documentos revisados no se contraponen, existen diferencias significativas como los criterios de clasificación del sistema de pesaje dinámico, la velocidad y el número de recorridos de los vehículos para las pruebas en movimiento.

La recomendación internacional OIML R 134[3] utiliza el concepto de errores máximos permitidos para la evaluación del desempeño del sistema verificado mientras que el documento COST 323[2] utiliza tolerancias, en este sentido, el primer documento es consistente con el lenguaje de que utilizan otras Normas Oficiales Mexicanas como la NOM-010-SCFI-1994 y la NOM-038-SCFI-200. Es importante considerar que la OIML R 134 [3] se utiliza para pruebas en donde la velocidad del vehículo es controlada, el documento COST 323 declara que para fines comerciales se debería utilizar el documento publicado por la OIML.

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos al personal de la Dirección General de Normas y del Instituto Mexicano del Transporte quienes nos invitaron a participar en el anteproyecto de Norma Oficial Mexicana PROY-NOM-XXXX-2014 "Sistemas de medición – sistema de pesaje dinámico y dimensionamiento vehicular – requisitos técnicos y especificaciones".

REFERENCIAS

- [1] NOM-012-SCT-2-2014, Sobre el peso y dimensiones máximas con los que pueden circular los vehículos de autotransporte que transitan en las vías generales de comunicación de jurisdicción federal, 2014.
- [2] COST 323 "Weigh-in-Motion of Road Vehicles", European WIM Specification, 1999.
- [3] OIML R 134-1 Automatic instruments for weighing road vehicles in motion and measuring axle loads. Part 1: Metrological and technical requirements – Tests, 2006.

MEDICIÓN DE AISLAMIENTO Y DISCRIMINACIÓN DE POLARIZACIÓN EN ANTENAS DE POLARIZACIÓN CIRCULAR

Dr. Jorge Sosa Pedroza, M. en C. Fabiola Martínez Z, M. en C. Sergio Peña Ruiz
 Escuela Superior de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Instituto Politécnico Nacional
 UPALM IPN Edif. 5, 3er piso Col. Lindavista Cd. de México
 (55) 57296000 ext. 54667 y 54557 jsosa@ipn.mx

Resumen: Los sistemas satelitales actuales emplean diversidad de polarización para reusar las bandas de frecuencia, con niveles de discriminación adecuados entre señales ortogonalmente polarizadas. Los satélites comerciales geoestacionarios usan polarización vertical y horizontal en las banda C y Ku y en banda L en polarización circular derecha. Los Satélites MEXSAT usan polarización circular izquierda en Banda L para no interferir con otros sistemas cercanos de polarización contraria. Este trabajo presenta la caracterización de los parámetros de discriminación y aislamiento de polarización, en antenas terrenas de banda L, para asegurar la no interferencia de MEXSAT con otros sistemas con polarización ortogonal.

1. INTRODUCCIÓN

La interferencia entre polarizaciones ortogonales se caracteriza con el aislamiento por polarización cruzada (XPI) y por la discriminación de polarización cruzada (XPD). Una antena diseñada para transmitir o recibir una polarización dada no debe transmitir ni recibir la polarización contraria. En la práctica, XPI y XPD [1,2] son parámetros relacionados y a menudo se describen simplemente con el término de "aislamiento". El aislamiento permite enlaces satelitales simultáneos en la misma frecuencia para la misma posición terrestre, lo que se conoce como reuso de frecuencia por polarización ortogonal.

Conociendo la relación axial de una antena de polarización circular, XPD se calcula por:

$$XPD(dB) = 20 \log \left(\frac{AR+1}{AR-1} \right) \quad (3)$$

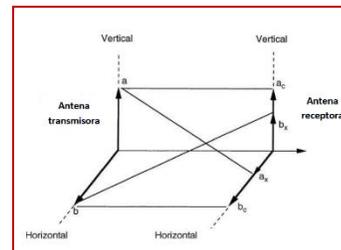


Fig. 1. Definición de XPI y XPD.

2. POLARIZACIÓN CRUZADA

La figura 1 describe el caso de dos polarizaciones lineales ortogonales, aunque es igualmente válida para dos polarizaciones de cualquier tipo [3]. Supongamos que a y b son las amplitudes (que se suponen iguales) del campo eléctrico de dos ondas transmitidas simultáneamente con polarización igual, por otro lado a_c y b_c son las amplitudes recibidas con la misma polarización y a_x y b_x las amplitudes recibidas con polarización ortogonal. De acuerdo con lo anterior, el aislamiento por polarización cruzada en dB se define como:

$$XPI = 20 \log(a_c/b_x); \quad XPI = 20 \log(b_c/a_x) \quad (1)$$

La discriminación XPD se obtiene de:

$$XPD = 20 \log(a_c/a_x); \quad XPD = 20 \log(b_c/b_x) \quad (2)$$

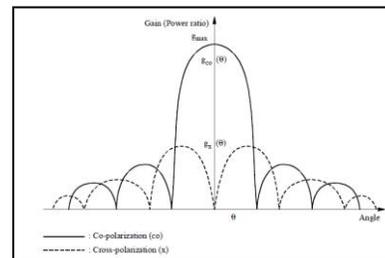


Fig. 2. Aislamiento de polarización cruzada.

El aislamiento de polarización cruzada (XPI) en antenas con polarización lineal se define como la relación entre las amplitudes de campo recibido en una antena (g_{co}) y la del campo recibido de polarización contraria (g_x) en una dirección dada de acuerdo a la figura 2. XPI define cómo dos señales diferentes con polarizaciones opuestas, transmitidas al mismo tiempo, interfieren entre si y se caracteriza por la relación entre los diagramas de radiación g_{co} y g_x . XPI es generalmente máximo en el eje de la

antena y se degrada para otras direcciones diferentes de máxima radiación.

3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

Como ejemplo del proceso de caracterización de XPI, se midió la relación axial en 1.5 GHz de una antena de polarización circular (ABP) usando una antena HyperLOG 4000 de polarización lineal (Figura 3). La figura 4 muestra la ABP en la cámara anecoica donde fue medida, usando la recomendación S-736-3 de la UIT [4]; se omite el nombre por razones de confidencialidad.



Fig. 3. Antena HyperLOG 4000.

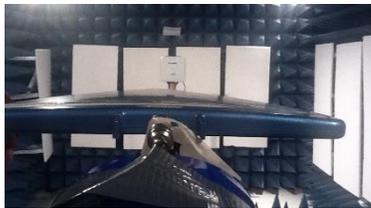


Fig. 4. Medición de la ABP.

Los parámetros de aislamiento se obtienen en forma indirecta, midiendo la relación axial (RA), para calcular tanto XPI como XPD. La RA que define “la circularidad” de la ABP, se obtiene de la diferencia entre los diagramas de radiación horizontal y vertical medidos, mostrados en la Figura 5. Las figuras 6 y 7 muestran los diagramas de XPD y XPI calculados en aperturas de $\pm 90^\circ$.

4. CONCLUSIONES

Se ha presentado en este trabajo el procedimiento de cálculo de los parámetros de aislamiento de polarización, a partir de la medición de RA, de sus diagramas vertical y horizontal. Los resultados muestran que la ABP tiene un XPI mínimo de 20 dB y una XPD de hasta -80 dB. El valor más crítico se

observa en 90° , sin embargo es de esperarse que la radiación interferente satelital sea mínima en esa dirección. Se observa que en la dirección de máxima radiación, XPI y XPD son casi iguales, lo que indica que ambos son equivalentes.

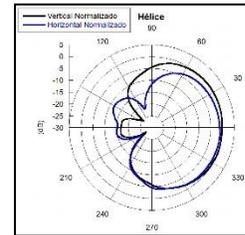


Fig. 5. Diagramas de radiación.

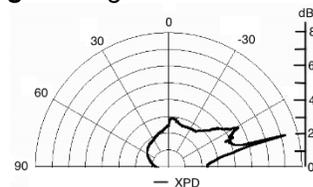


Fig.6. Discriminación de polarización cruzada

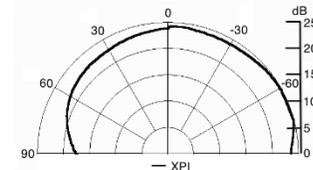


Fig. 7. Aislamiento de polarización cruzada.

REFERENCIAS

- [1] B.G. Evans. *Satellite Communication Systems*. IET Telecommunications Series 38. The Institution of Engineering and Technology, London, United Kingdom 2008. Chapter 15 *Earth station and satellite antennas*.
- [2] Gérard Maral. *Satellite Communications Systems Systems Techniques and Technology*. Wiley and Sons, Ltd, Publication, UK, 2009.
- [3] International Telecommunications Union. *Handbook on Satellite Communications (Third Edition)*. Ed. Wiley, U.S.A. 2002. Appendix 2.2 *Antenna radiation diagrams and polarization*.
- [4] ITU-R S.736-3 Estimation of Polarization Discrimination in Calculations of Interference between Geostationary-Satellite Networks in the Fixed-satellite Service. 1997.

SOLUCIÓN DE LA ECUACIÓN DE HAMILTON-JACOBI PARA UN COLECTOR SOLAR EN UN SISTEMA DE DESHIDRATACIÓN

Román Bravo C., José Eduardo Flores O.
 Universidad Tecnológica del Valle del Mezquital
 Carr. Ixmiquilpan-Capula km 4, Col. El Nith, Ixmiquilpan, Hidalgo.México. CP 42300
 Tel: (759) 72 3 27 89 ext 48. E-mail: rbravo@utvm.edu.mx

Resumen: Este trabajo propone la solución de la ecuación de Hamilton-Jacobi para las condiciones de transporte de calor de una partícula fluida, utilizada en un sistema de deshidratación solar. El gradiente térmico del fluido caloportador es afectado por el sol, el cálculo indica que 99.55% de la energía solar absorbida por el sistema es energía interna, utilizada para deshidratar perecederos y el resto 0.45% de la energía es la energía de Hamilton. Para un sistema de deshidratación solar estas condiciones permiten drenar masa de manzanas en un 86% durante un periodo de exposición solar de 48 h.

1. INTRODUCCIÓN

El crecimiento poblacional y la economía de mercado aumentan la demanda de productos y energía, por lo que, es necesario utilizar los recursos naturales de la región. La mayor parte del año en el Valle del Mezquital cuenta con 320 días soleados aproximadamente, favorable para aplicaciones solares. En las poblaciones marginadas del Valle se producen frutas, legumbres y plantas aromáticas, que en temporada de producción bajan su costo por lo que, el productor prefiere no comercializarlas y dejar una parte considerable al abandono. En consecuencia es indispensable utilizar tecnologías verdes y aprovechar los recursos naturales, que mejoren su economía familiar y por ende la calidad de vida de los habitantes [1].

2. CONDICIONES DE TRANSPORTE EN EL COLECTOR DE PLACA PLANA

Para los sistemas de deshidratación es fundamental conocer la velocidad del fluido caloportador, con el objetivo de eficientar el proceso y conservar las propiedades de los alimentos. El estudio del fenómeno de transporte de calor se realiza tradicionalmente considerando la cantidad de movimiento, el transporte de energía [2] y finalmente el transporte de masa.

Partiendo del primer principio de la termodinámica $H = \sum_{\alpha=1}^n p_{\alpha} \dot{q}_{\alpha} - L$, se tiene:

$$Q - W = T + V + U \quad (1)$$

Donde Q es el calor, W el trabajo, T la energía cinética, V la energía potencial y U la energía interna. Para el colector en estudio se considera que $\frac{dT}{dt} \sim 0$, entonces $W \approx 0$.

Ahora, considerando la ecuación de enfriamiento de Newton:

$$Q = hA(T_s - T_{\infty}) \quad (2)$$

sustituyendo (2) en (1),

$$hA(T_s - T_{\infty}) = (\sum_{\alpha=1}^n p_{\alpha} \dot{q}_{\alpha} - L) + U \quad (3)$$

De la energía de Hamilton $H=T+V$ y de (3) U resulta,

$$U = hA(T_s - T_{\infty}) - (\sum_{\alpha=1}^n p_{\alpha} \dot{q}_{\alpha} - L) \quad (4)$$

$$U = hA(T_s - T_{\infty}) - \left(p\dot{q} - \left(\frac{p^2}{2m} - mhg \right) \right) \quad (5)$$

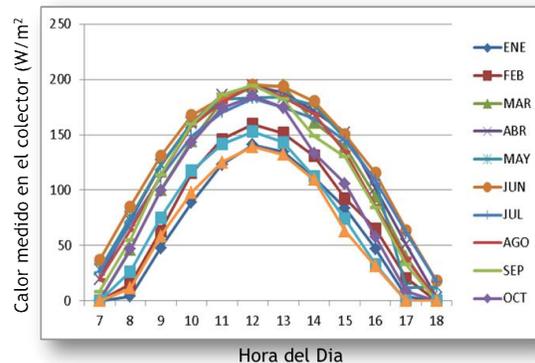


Fig. 1. Calor útil promedio medido en el colector durante el año.

Considerando las mediciones del calor útil (Figura 1), para los parámetros de entrada y salida del fluido, sobre la placa plana de un colector que se encuentra colocado hacia el sur, con una inclinación de 32°. El colector, es un prisma de base rectangular fabricado de lámina tipo pintor calibre 18, color negro mate con un aislante de poliestireno expandido de 0.0127 m, y un área del colector de 0.2 m² cubierta con vidrio de 3mm, con una distancia de separación a la placa absorbente a 0.02 m.

3. RESULTADOS

Considerando una velocidad de desplazamiento del fluido caloportador (\dot{q}) de 1cm/s, como condición inicial (este dato obtenido en [3] para \dot{q} , como referencia) y sustituyendo en la ecuación (5) se determina que:

$$U = 0.9955Q \quad (6)$$

Obtenemos que en cualquier instante de tiempo, el 99.55 % de la energía incidente en nuestra placa se transforma en incremento del gradiente térmico del fluido, por tanto, el resto será la Hamiltoniana, entonces

$$H = 0.0045Q \quad (7)$$

a su vez

$$T = 16.9 \times 10^{-6} H \quad (8)$$

o bien en términos de Q,

$$T = 76.7 \times 10^{-9} Q \quad (9)$$

Como el estado mecánico futuro del sistema está definido por la ecuación (10), que presupone que el sistema mecánico es conservativo, y el momento está definido a partir de la mínima acción (Usando $p = \partial S / \partial q$ y sustituyendo la acción integral, resulta: $\frac{1}{2m} \left(\frac{\partial S_1}{\partial q} \right)^2 + mgh = -\frac{dS_2}{dt}$). Resolviendo y tomando los resultados de las medidas realizadas en el colector, las condiciones iniciales como $\beta=H$ y $\gamma=0.01$ (posición inicial) se tiene

$$q = (\gamma + t) \left(\frac{\sqrt{2\beta - 2mgh}}{\sqrt{m}} \right) \quad (10)$$

$$= (0.01 + 1) \left(\frac{\sqrt{2 \cdot 0.0045Q - 2 \cdot 0.3 \cdot 9.81 \cdot 0.3}}{\sqrt{0.3}} \right) \quad (11)$$

Donde q toma un valor de 0.026m, que sería la posición de un diferencial de masa definido, en $t+1$ segundos para el caso de las condiciones de frontera propuestas, así encontramos una velocidad del fluido de 1.6 cm/s. Se puede obtener el valor de \dot{q} derivando la ecuación (10). Dado que el momento depende de la velocidad y la masa, quedará determinado el estado mecánico del sistema.

4. DISCUSIÓN

Se construyó un deshidratador constituido de tres partes, colector solar, cámara de secado y chimenea. Véase figura 2.

Al colocar un kilogramo de manzana durante 36 horas de exposición en el deshidratador, la manzana pierde el 86 % de su peso. Con secado directo al sol esta pérdida de peso tarda 72 horas. Es importante considerar las pérdidas por suciedad, se impregnan de polvo debido a la zona, las frutas se oxidan rápidamente, pierden su color natural y obtienen un mal aspecto, las atacan los insectos o los pájaros por lo que el producto se contamina, En el deshidratador se mantienen protegidas y limpias.



Fig. 2. Deshidratador solar.

5. CONCLUSIONES

La mayor cantidad de energía solar incidente sobre la placa plana del colector es utilizada para incrementar el gradiente térmico del fluido. El 99.55 % de la energía solar absorbida por el colector se convierte en energía interna, el 0.45 % de la energía restante pertenece al Hamiltoniano. El resultado de (8) es una solución de la ecuación de Hamilton-Jacobi, que permite obtener un desasplazamiento de la capa limite de 0.016 m/s, condición suficiente y necesaria para provocar la convección natural.

Por lo anterior, en 48 horas el deshidratador solar permite liberar 86% del peso de manzana rebanada.

REFERENCIAS

- [1] Flores Ortega, José Eduardo. Bravo Cadena, Román. Carvajal Mariscal, Ignacio. Análisis diferencial de las condiciones de transporte de calor en un colector solar de placa plana. Científica, vol.17, núm. 3, pp. 107-113. ISSN 1665-0654, ESIME IPN, México. 2013.
- [2] E. H. Holt, R. E. Maskell. Foundation of plasma Dynamics. The McMillan Company. Library of Congres Catalog Card Number: 65-14072. USA, pp. 156-175,1968.
- [3] D. R. Pangavhane, R. L. Sawhney, P. N. Sarsavadia. Design, development and performance testing of a new natural convection solar dryer. Energy, vol. 27, núm. 2020, pp. 579-590, 2002.

CONVERSION DE DATOS OBTENIDOS POR ACTINÓGRAFO A DATOS UTILIZABLES EN EL ÁREA DE LA ENERGÍA SOLAR

M.C. y M.E.R. Miguel Barragán Bueno
 Universidad Tecnológica de Morelia
 Vicepresidente Pino Suárez No. 750, Cd. Industrial, Morelia, Mich.
 Cel.: 443-273-0557, correo electrónico: mikebb180269@hotmail.com

Resumen: El presente trabajo, está realizado con la finalidad de que los datos obtenidos por un actinógrafo o piranógrafo [1] el cual registra los datos de radiación solar diaria o irradiancia[1] en las unidades de calorías sobre centímetro cuadrado, estas puedan estar presentadas en las unidades de medida del Sistema Internacional, así como en unidades de medida apropiadas utilizarse en el desarrollo de proyectos de la Energía Solar, partiendo del valor de la caloría en Joules, como son lo equivalente a un kilo Watt hora sobre metro cuadrado y de igual forma lo equivalente a Horas Solar Pico [3].

1. INTRODUCCIÓN

El presente trabajo pretende exponer los datos registrados por el actinógrafo o piranógrafo[1], el cual registra la cantidad de radiación solar o irradiancia recibida en cierta localidad, datos registrados están en calorías sobre centímetro cuadrado (cal/cm^2), estas unidades son convertidas a Joules sobre centímetro cuadrado (J/cm^2) partiendo del valor asignado al factor de conversión o equivalencia de una caloría en Joules, es decir, $1\text{cal} = 4.1868\text{ J}$ [2] y hasta Mega Joules sobre metro cuadrado (MJ/m^2), donde el resultado de esta última conversión, se puede emplear de forma directa en el diseño de colectores solares o calentadores solares. Continuando, con las conversiones de unidades, ahora a unidades de potencia eléctrica por unidad de tiempo sobre unidad de área, es decir, kilo Watts hora sobre metro cuadrado (kWh/m^2), considerando que en el Sistema Internacional $1\text{ kWh} = 3,600\text{ kJ}$ [2], donde los resultados obtenidos pueden ser utilizados directamente para el diseño de proyectos de Sistemas Solares Fotovoltaicos, por último, se convierten estos valores a la determinación de las Horas Solares Picos (HSP) [1], partiendo que el valor asignado a $1\text{HSP} = 1000\text{ Wh}/\text{m}^2 = 1.0\text{ kWh}/\text{m}^2$ [3].

Los datos que se emplean en este trabajo, provienen de los registrados en el actinógrafo (para los cuales la calibración del equipo viene garantizada y realizada por el fabricante, este equipo es de la marca Ota Keiky Seisakusha) que se encuentra actualmente en el Centro de Previsión Meteorológico de Morelia (CPMM).

2. CONVERSION DE DATOS REGISTRADOS POR EL ACTINÓGRAFO, A DATOS UTILIZABLES

EN EL ÁREA DE LA ENERGÍA SOLAR DE FORMA DIRECTA.

Para el comienzo de la conversión de los datos registrados, primero veamos que es un actinógrafo y las gráficas que genera.

2.1 El actinógrafo, datos y gráficas que genera

El actinógrafo o piranógrafo (**Fig. 1**), es un instrumento que nos sirve para medir la radiación total recibida durante un día, es decir, la cantidad de energía calorífica total recibida en una localidad, es decir, es un aparato para medir la radiación solar global y la solar de onda corta que incide sobre una superficie plana. La unidad se indica en calorías sobre cm^2 . Si lo hace graficando se llama piranógrafo[1]. Este instrumento, registra unidades de calorías sobre centímetro cuadrado (cal/cm^2) que corresponde al total de energía registrada bajo la curva de la gráfica.

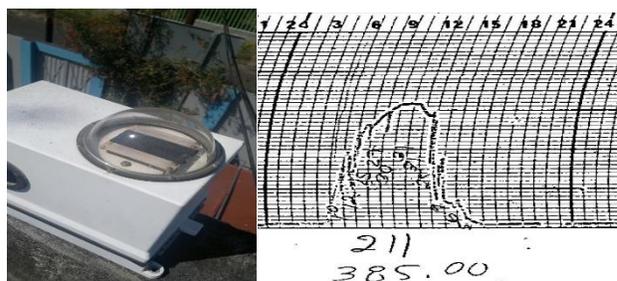


Fig. 1. Fotografía de actinógrafo y gráfica que genera e indica la cantidad de energía recibida por unidad de área.

2.2. Conversión de unidades

Primero, nos basamos en las gráficas y la hoja de Excel donde se asientan los datos registrados del actinógrafo, para ejemplo consideramos el dato registrado en la fecha de la correspondiente al día 19 de Marzo de 2015, la **Tabla 1.**, muestra una porción de la hoja de Excel donde se asientan los datos de todo el año por parte del CPMM.

MARZO			
Día	Cal/cm ²	J/cm ²	kJ/cm ²
19	385.0	1611	1.61

Tabla 1. Tabla de datos obtenidos por el actinógrafo y registrados por parte del CPMM en hoja de Excel con conversiones.

Como se observa en la **Tabla 1.** Contiene los datos registrados en el actinógrafo en la fecha señalada, para este día se registraron **385.0 cal/cm²**, y las conversiones correspondientes a **1612 J/cm²** o bien, lo que es igual a **1.61 kJ/cm²**. La aportación realizada, a estos resultados corresponden a: Convertir los **kJ/cm² a MJ/m²**, así como de **MJ/m² a kWh/m² y Horas Solar Pico (HSP)** [3]. Donde se parte de realizar y utilizar las equivalencias y factores de conversión correspondientes: 10,000 centímetros cuadrados es igual a un metro cuadrado y un Mega Joule son 1,000 kilo Joules, 1 kWh = 3,600 kJ = 3.6 MJ [1] y por último 1 HSP = 1000 Wh/m² = 1.0 kWh/m² [3], con estos valores se comienzan con las operaciones, para obtener las conversiones mencionadas:

- 1- $(1.611 \text{ kJ/cm}^2) \cdot (10,000 \text{ cm}^2 / 1.0 \text{ m}^2) \cdot (1.0 \text{ MJ}/1,000 \text{ kJ}) = \mathbf{16.11 \text{ MJ/m}^2}$.
- 2- $(16.11 \text{ MJ/m}^2) \cdot (1.0 \text{ kWh}/3.6 \text{ MJ}) = \mathbf{4.475 \text{ kWh/m}^2}$.
- 3- $(4.475 \text{ kWh/m}^2) \cdot (1.0 \text{ HSP}/1.0 \text{ kWh/m}^2) = \mathbf{4.475 \text{ HSP}}$.

Los resultados obtenidos de estas conversiones se pueden utilizar por ejemplo, si pretendo diseñar un SSFV, de una potencia pico determinada, puedo estimar el valor directamente mediante el valor registrado por el actinógrafo, es decir, el SSFV, generará al menos la cantidad de veces que se tiene del recurso solar determinado en HSP. Ejemplo, si un SSFV, de una potencia 1.0 kWp (se lee un kilo Watt pico), generará una potencia total del día señalado de 4.475 kWh/día (4.475 kilo Watts hora al día). Así cualquier persona que conozca estos datos del recurso solar diario, podrá ir determinando la potencia eléctrica generada por su SSFV.

3. RESULTADOS

Los resultados obtenidos en las conversiones realizadas se muestran en la **Tabla 2.** Con las columnas adicionales de MJ/m², kWh/m² y HSP, para cada día y mes del año.

Marzo						
Día	Cal/cm ²	J/cm ²	kJ/cm ²	MJ/m ²	kWh/m ²	HSP
19	385.0	1611	1.61	16.11	4.475	4.475

Tabla 2. Contenido en tabla de Excel con columnas de datos adicionales a las conversiones realizadas.

4. DISCUSIÓN

En función de las conversiones realizadas que se aportan en este trabajo, el propio CPMM, podrá mostrar los datos registrados por el actinógrafo hasta las de HSP, como se muestran en la **Tabla 2.** Y se puede tener un registro en unidades de radiación solar más completas por parte del propio CPMM.

5. CONCLUSIONES

El presente trabajo puede aportar gran beneficio a la información relacionada a la irradiancia o radiación solar diaria generada mediante un actinógrafo por parte del CPMM. La cual nos servirá de parámetro para quienes podamos consultarla de forma común, además de emplearse en el diseño de proyectos relacionados a la Energía Solar, de forma directa.

AGRADECIMIENTOS

Agradezco al Lic. José Antonio León Chávez, encargado del CPMM, por proporcionarme los datos de la radiación solar registrada.

REFERENCIAS

- [1] Omar Guillén solís, "Energías Renovables, Una perspectiva ingenieril", Trillas, pag. 12-13. 2012.
- [2] Yunus A. Cengel, Michael A. Boles, "TERMODINÁMICA", Segunda Edición, Mcgraw-Hill, Factores de Conversión, s/n, 1996.
- [3] Miguel Barragán Bueno, "Irradiación en Morelia, Mich., recurso disponible para integrar Sist. FV.", Editorial Académica Española, pag. 27-67. 2015.

ANÁLISIS COMPARATIVO EN LA MEDICIÓN DE ILUMINACIÓN EN ESPACIOS DE ESTUDIO Y SU EFICIENCIA ENERGÉTICA

Carlos F. González H., Miguel A. Franco N., Manuel J. Sol H., Oscar J. Guevara P.
 Instituto Tecnológico de Mazatlán
 Corsario 1 No. 203 Colonia Urías C.P. 82070, Mazatlán, Sinaloa
 Tel: 01669-983-84-00, correo electrónico: cgonzalez@itmazatlan.edu.mx

Resumen: El presente trabajo tiene como objetivo el análisis del sistema de iluminación en espacios de estudio del Instituto Tecnológico de Mazatlán. Para lograrlo se manejó como muestra un edificio que cuenta con 8 aulas idénticas de 7.5 x 7.5 metros donde se recolectaron los datos para su análisis. Se utilizó un Luxómetro con un rango de medición de 0-50000 lx y una precisión del $\pm 5\%$, para medir la iluminación máxima, mínima en el espacio de estudio, así como el consumo energético para dos tipos de lámparas fluorescentes. Los resultados mostraron una diferencia significativa entre las dos fuentes de iluminación y se propone alternativa para mejorar la luminosidad y ahorro de energía.

1. INTRODUCCIÓN

Para disminuir en la medida de lo posible el efecto de calentamiento global, se ha propuesto en foros internacionales la conversión para la generación de energías a partir de fuentes renovables, pero también se requiere realizar auditorías energéticas que permitan eficientar lo más posible el consumo de energía. En el presente trabajo se realizó el análisis de iluminación sobre un edificio que cuenta con 8 aulas de las mismas dimensiones. Se pretende conocer la capacidad del sistema actual y uno propuesto, para cumplir con los requerimientos de iluminación, alcanzar la optimización de los recursos energéticos usados mediante el bajo consumo energético, el bajo costo el mismo y mayor tiempo de vida de los sistemas analizados.

Lámparas fluorescentes

En las lámparas de vapor de Mercurio (Fluorescentes), la luz se produce debido al fenómeno de fluorescencia por medio de una descarga eléctrica dentro de un tubo cuya longitud es mucho mayor que su diámetro, en una atmósfera de vapor de mercurio a baja presión. La radiación de mercurio en estas condiciones no es visible, por lo que se utilizan polvos fluorescentes, los cuales tienen la propiedad de cambiar la longitud de onda ultravioleta del arco a longitudes dentro del espectro visible. Este tipo de lámparas disponen de un elevado rendimiento luminoso y su duración de vida es prolongada, disponen de encendido inmediato y alcanzan en poco tiempo la totalidad de su potencia luminosa. En el mercado existen diversas medidas y capacidades de consumo e iluminación, dentro de las cuales destacan; diámetros de 15, 26 o 38 mm, sus longitudes y potencia más usuales son 0.6 m: 16, 18 y 20 W, 1.2m: 32, 36 y 40 W, 1.5 m: 50, 58 y 65 W, además su eficacia oscila entre 38 y 91 lm/W [1,2].

2. PROCEDIMIENTO

Las áreas analizadas fueron aulas idénticas de dimensiones 7.5 x 7.5 metros efectivos, las cuales usan normalmente de 12 lámparas fluorescentes tipo T12 de 75 W y para este estudio, fueron cambiadas por T8 de 32 W. En el caso de las lámparas fluorescentes tipo T12, se midió la iluminación más alta obtenida en el área y a la altura de trabajo (1.2 m del suelo) para comparar entre las fuentes de iluminación. Adicionalmente para las lámparas tipo T8, se realizó la medición dividiendo el espacio en 25 partes iguales y se realizó un análisis de contornos. Por último se obtuvo el valor de eficiencia haciendo los cálculos considerando el total de luminaria de todo el edificio, se calculó la diferencia y el porcentaje de eficiencia energética (ahorro) en el edificio.

El número de puntos a analizar se generó de acuerdo al criterio de la Tabla 1, la cual se basa en la Norma NOM-025-STPS-2008 [3].

Tabla1. Relación entre índice de área y número de zonas de medición.

Índice de área	Número mínimo de zonas a evaluar	Número de zonas a considerar por la limitación
IC < 1	4	6
1 ≤ IC < 2	9	12
2 ≤ IC < 3	16	20
3 ≤ IC	25	30

En donde el Índice de Área (IC) está representado por la ecuación:

$$IC = \frac{(x)(y)}{h(x+y)} \quad (1)$$

x , y , son las dimensiones del área (largo y ancho) en metros y h es la altura de la luminaria respecto al

plano de trabajo, en metros [3]. También se obtuvo la iluminación promedio de cada espacio, representado por lo siguiente:

$$E_p = 1/N(\sum E_i) \quad (2)$$

Donde E_p es el nivel promedio en lx, E_i , nivel de iluminación medido en lux en cada punto y N , el número de medidas realizadas [2]. Por último se consideró que el espacio de trabajo en las aulas debe estar en un promedio de 300 lx [3].

3. RESULTADOS

La Figura 1, muestra la distribución de la iluminación en el aula cuando están encendidas las 12 lámparas fluorescentes T8 de 32 W en donde se consideraron 25 puntos de medición. Se observa que el eje vertical cuenta con iluminación en gran parte entre los 300 y 400 lx que corresponde al espacio en donde se encuentra el pintarrón. Así el promedio de luz medida fue de 248 lx, y en el caso de las lámparas T12 fue de 188 lx.

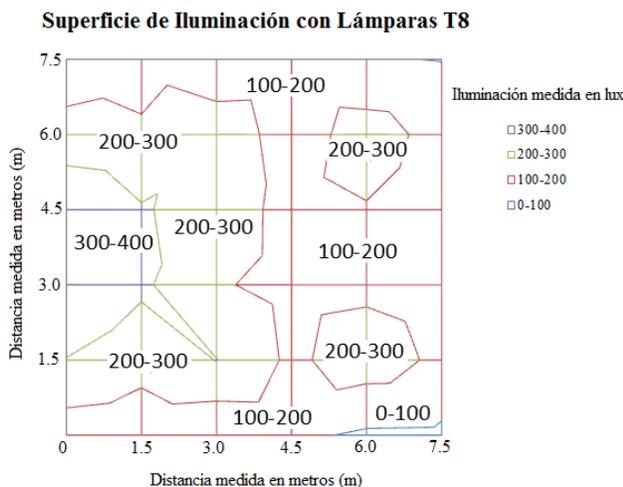


Fig. 1. Líneas de contorno de sistema.

Por su parte la Figura 2, muestra el comparativo energético entre las lámparas fluorescentes tipo T12 de 75 W que se encontraban en el espacio estudiado y las Fluorescentes T8 de 32 W que se encuentran actualmente, adicionalmente se incorporó el análisis en lámparas Leds T8 de 18 W, en donde se puede observar que si existe un ahorro de energía entre cada uno de los sistemas de iluminación en cuanto a consumo se refiere.

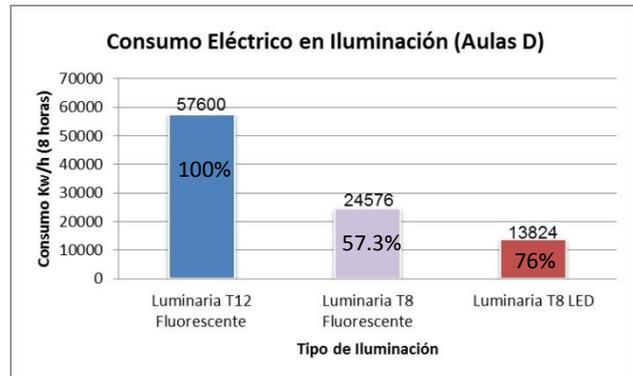


Fig. 2. Comparativo entre tres tipos de luminarias.

4. DISCUSIÓN

El análisis de iluminación y las mediciones muestra que la zona de influencia intermedia tiene un promedio de 248 lx para la luminaria tipo T8, lo que indica un incremento en la iluminación del 24% comparado con las lámparas utilizadas anteriormente T12, las cuales generaban una máxima de 188 lx. En lo que respecta al consumo energético entre las luminarias, las tipo T8 generaron un 57.3% menos de consumo comparadas con las tipo T12, por su parte, las tipo Leds T8 un 76% menos de consumo, lo que representa dejar de quemar hasta 10.5 kg de CO₂ a la atmosfera.

5. CONCLUSIONES

El estudio de iluminación en los espacios analizados permitió generar un ahorro energético del 57.3% comparado con el sistema anterior, sin embargo, no solo se obtienen ahorros económicos, se incrementa la calidad de la iluminación, tamaño y costos del material eléctrico. Aunado a esto se planteó una segunda alternativa con lámparas tipo Led las cuales son aún más eficientes en consumo y mayor luminosidad pero el costo en su implementación es aún muy elevado.

REFERENCIAS

- [1] J.A Huerta, "Descripción de Lámparas Fluorescentes y Lámparas Fluorescentes Compactas", Tesis Profesional, FIME, Universidad Veracruzana, pág. 48-55, 2012.
- [2] M. Vargas, J. Rivera, V. Vázquez, "Análisis Comparativo entre un Sistema de Iluminación Convencional y Uno Utilizando Tecnología Leds, Aplicado a Interiores", Tesis Profesional, ESIME, pág. 68-76, 2007
- [3] Norma Oficial Mexicana NOM-025-STPS-2008, <http://www.stps.gob.mx/bp/secciones/dgsst/normatividad/normas/Nom-025.pdf>.

IMPACTO ECONÓMICO DE LA NO ESTANDARIZACIÓN DE PATRÓN DE CALIBRACIÓN DE MEDIDORES DE GAS NATURAL EN LOS USUARIOS REGULADOS PARA COLOMBIA

Jorge Enrique Martínez Carvajal, Raúl Andrés Medina Romero, Rodrigo Fernando Augusto Cuellar
 Universidad Santo Tomás
 Bogotá – Colombia

Móvil 310 7671732 E-mail: enrique.martinez@usantotomas.edu.co

Resumen: El objetivo fue diseñar el modelo conceptual y metodológico para la evaluación inicial o línea base del proyecto de Laboratorio Primario para Flujo de Gas del Instituto Nacional de Metrología (INM), que conlleve a la aplicación de estudios de impacto económico. Se utilizó el método hipotético-deductivo estimando el impacto directo de la implementación de estándar de calibración sobre gas natural en Colombia. Como conclusión se dimensionó el efecto de contar con un patrón nacional para Gas Natural en usuarios regulados, con el beneficio anual directo a 501.877 usuarios, que corresponde a COP 13.563.169.923 efectos monetarios netos en el mercado.

1. INTRODUCCIÓN

La Cadena de Producción del Gas Natural se caracteriza por una sucesiva integración vertical de las etapas de producción, transporte, distribución y comercialización en Colombia, esta última, actividad de compra y venta del gas que incluye el pago de los servicios de transporte y distribución, medición del consumo, emisión y entrega de facturas, recaudo, mercadeo y atención al usuario, como eslabón final de la cadena de valor.

La evaluación se realiza de forma ex –ante, para analizar los beneficios y oportunidades de inversión en banco de calibración para bajos caudales (10 m³/h), en el Instituto Nacional de Metrología (INM) en Colombia, para esto se enfoca en las empresas comercializadoras y la verificación metrológica de los equipos de medición nuevos a instalar.

Se verifica las condiciones de la estructura tarifaria, la cadena de valor y los elementos metrológicos que pueden mejorar la eficiencia (términos monetarios) del sector, con un parámetro de trazabilidad y comparabilidad de los métodos de calibración de medidores de usuarios regulados nuevos para Colombia.

2. ESTRUCTURA DE LA EVALUACIÓN

Las empresas comercializadoras de Gas Natural deben realizar la verificación metrológica de los equipos de medición que se van a instalar para asegurar que los parámetros de los mismos se encuentren dentro de los límites que estipula la NTC 2728.

Los bancos de prueba de los comercializadores utilizan medidores de la misma referencia y marca para la instalación de acometidas residenciales, se puede calcular el efecto de los laboratorios con sus distintos métodos, patrones y procedimientos mediante un análisis de los requerimientos para medidores de diafragma.

La NTC 2728 establece los siguientes elementos de verificación metrológica:

$$A. Q_{\min} \leq Q < 0,1Q_{\max}$$

Errores máximos permisibles verificación inicial $\pm 3\%$ y en servicio: 6%, +3%

$$B. 0,1Q_{\max} \leq Q < Q_{\max}$$

Errores máximos permisibles verificación inicial $\pm 1.5\%$ y en servicio $\pm 2\%$

Se puede asumir que los laboratorios pueden moverse libremente con las tolerancias expresadas en A y B.

Un medidor en servicio pasa en cualquiera de los laboratorios con un rango del 6% como primer caso expuesto, es decir que un laboratorio podría hacer una verificación de un medidor y estar muy cerca del +3% y otro laboratorio del país podría estar muy cerca del -3%, y aun así los dos medidores aparecerían como aptos para ser instalados. Cabe recordar acá, que es posible asumir este escenario dado que los mismos medidores han sido adquiridos por distintas empresas comercializadoras, en distintas regiones del país, y han pasado las verificaciones metrológicas.

Se han fijado tres escenarios, estimando el efecto del establecimiento de un patrón nacional, a saber:

- Escenario uno 3% valor absoluto
- Escenario dos 6% valor absoluto
- Escenario tres 9% valor absoluto

Para efectos del cálculo de impacto económico, se establecen estos escenarios de tal manera que se puedan calcular los efectos económicos de un ajuste en la trazabilidad que permita determinar exactamente en qué punto se encuentra el sistema de medición de volumen de gas del país.

3. RESULTADOS

El efecto combinado de las variaciones en el consumo de las regiones interconectadas en Colombia definidas por el interior y la costa atlántica tiene como efecto total en el valor facturado de COP 3.946.344.341 bajo escenario optimista, COP 7.892.688.681 bajo una variación absoluta del 6% y de COP 11.839.033.022 en el escenario pesimista.

En términos económicos se refiere a cifras del orden de COP 9.381.173.831, COP 12.022.963.058 y COP 14.664.752.285; y el de los no residenciales de COP 4.181.966, COP 5.825.073.703 y COP 7.468.151.313, para los tres escenarios de incertidumbre definidos en 3%, 6% y 9%, respectivamente, si consideramos el primer escenario, sólo en el mes de diciembre se estima una mejora en la eficiencia de mercado de trece mil millones de pesos, que con creces es un valor significativo tanto para los comercializadores, consumidores y el agente regulador del mercado, por lo que considerar el patrón nacional de Gas Natural es una prioridad, si estamos en un marco de largo plazo de pérdida de autonomía en la producción de gas.

4. DISCUSIÓN

El estudio presenta resultados, que justifican la inversión en un Laboratorio de Flujo de Gas Primario para el Instituto Nacional de Metrología – INM dado que en Colombia, las perspectivas de crecimiento de la oferta de gas son limitadas y en el mediano plazo los costos asociados al consumo de gas natural, estarán con grandes presiones en el precio, con incertidumbre de importación de gas natural. La estructura tarifaria en el país debe ajustarse a reducir los rangos de incertidumbre, dado que no permite generar ahorros o elementos de competencia entre los comercializadores y los usuarios regulados.

5. CONCLUSIONES

La estimación desarrollada en esta investigación da cuenta de los efectos económicos absolutos de mediano plazo de no contar con un parámetro nacional de calibración. Es importante tener presente que los mismos son vistos como ineficiencias de mercado presentes en los tres escenarios planteados, que justifica el ejercicio de costo – beneficio en cuanto a implementar el parámetro de Gas para Colombia.

Cabe resaltar, que el impacto de esta medida, no se debe cuantificar de forma individual, sino debe ser el elemento colectivo de utilidad agregada y de carácter nacional, el que debe prevalecer para el análisis de las medidas adoptadas, esto dado que para unos usuarios pueden haber reducciones en la factura, y para otros, aumentos, resaltando que el mercado debe tener niveles de incertidumbre menores, reduciendo las divergencias nacionales de algunos bancos, que en este momento no se tienen monitoreados o controlados.

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos el apoyo brindado por la Universidad Santo Tomás, a las facultades de Economía e Ingeniería Mecánica y al Instituto Nacional de Metrología – INM, especialmente al Ing. Carlos Porras.

REFERENCIAS

- [1] Centro Nacional de Metrología de México. (2013). Estructura e Impacto del Sistema Nacional de Metrología de Colombia.
- [2] Comisión de Regulación de Energía y Gas (13 de agosto de 2015). www.creg.gov.co. Obtenido de Historia en Colombia: <http://www.creg.gov.co/index.php/sectores/gas-natural/historia-gas>.
- [3] Concentra Inteligencia en Energía. (2013). www.concentra.com. Obtenido de Estructura Sector Gas Natural: http://www.concentra.co/index.php?option=com_content&view=article&id=155&Itemid=389.
- [4] CEPAL (2011). Impacto de la infraestructura de la calidad en América Latina. Göthner, Karl-Christian y Sebastián Rovira.

CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE RADIACIÓN BAJO LAS CONDICIONES DE USO EN CAMPO

Hugo Rodríguez Arteaga, Daniel Cárdenas García
Centro Nacional de Metrología
Carretera a Los Cues km 4.5, El Marqués, Qro., C. P. 76246.
(442) 2110500, ext. 3465; hrodrigu@cenam.mx

Resumen: Al calibrar un termómetro de radiación, el campo medido puede ser distinto al que se tiene durante el uso. Esto puede invalidar la aplicación de las correcciones declaradas en el informe de calibración a las indicaciones que se obtienen durante el uso del termómetro. Para prevenir esta situación y asegurar las mediciones, en este trabajo se propone que la calibración se realice bajo las mismas condiciones de uso. Se discute el método y sus implicaciones.

1. INTRODUCCIÓN

El efecto de tamaño de la fuente (ETF) es una de las magnitudes de mayor influencia en las mediciones de temperatura con termómetros de radiación. Éste se produce por efectos de difracción, dispersión y reflexiones internas en las componentes del termómetro de radiación cuando la radiación viaja del objeto que se desea medir hasta el detector. Debido a este efecto, también llega al detector la radiación producida por los alrededores de la zona de interés, y que puede incluir objetos que tienen diferentes temperaturas y emisividades.

El ETF es una magnitud de influencia cuyo efecto puede reducirse si las condiciones de calibración reproducen las condiciones de uso del termómetro de radiación. Este efecto es análogo al que se presenta en las mediciones que se hacen con termómetros de contacto a una inmersión insuficiente. En este grupo de termómetros se tienen a los de líquido en vidrio de “inmersión parcial” que se deben calibrar y usar a la inmersión indicada por una línea grabada en su tallo y además aplicar las correcciones por “columna emergente” [1], ya que hay una porción del tallo del termómetro que contiene a la columna de líquido termométrico que da la indicación, las cuales no quedan sumergidas en el fluido que se mide, sino sujetas a un gradiente de temperatura.

En muchos casos, los termómetros de radiación se utilizan para medir objetos de tamaño fijo, y cuya superficie es menor que el campo de visión del termómetro. Se propone que la calibración se haga utilizando una abertura (controlada en temperatura), colocada enfrente de una fuente radiante, con diámetro equivalente al 90% de la dimensión mínima de los objetos que se medirán.

2. ERROR COMPUESTO POR LA CORRECCIÓN POR EFT Y POR EL ERROR INTRÍNSECO DEL TERMÓMETRO

Cuando el ETF afecta las mediciones, el error introducido tiene dos componentes: uno propio del termómetro y otro debido a ese efecto. Sin un estudio de caracterización del ETF, no se puede distinguir uno del otro e incluso se puede llegar a desconocer cuál es el diámetro mínimo requerido para evitar el ETF.

Por ejemplo, si el valor indicado por el termómetro fuera 150.08 °C al usar una abertura que por su tamaño no produjera más cambios en las indicaciones y la temperatura de referencia fuera 149.94 °C, ello indicaría que el error propio del termómetro es 0.14 °C.

Por otra parte, si el termómetro se hubiera calibrado con mediciones realizadas a través de una abertura que afectara a las indicaciones del termómetro por el ETF y se hubiera obtenido el valor de 149.36 °C entonces el error compuesto (debido a la corrección por el ETF y el error propio del termómetro), habría resultado igual a -0.58 °C, con respecto a la temperatura de referencia de 149.94 °C.

El valor del error compuesto depende del diámetro de la abertura utilizada para hacer las mediciones, pero aún con valores distintos del error, los valores corregidos llevan al valor de la temperatura de referencia. Obsérvese que no es relevante conocer el valor de la corrección por ETF, ni tampoco el error intrínseco del termómetro.

2.1. Preservación de la validez del error compuesto

El compromiso para preservar la validez de los valores corregidos de un termómetro con los valores del error compuesto declarados en un informe de calibración, es el de reproducir durante el uso las condiciones que se tuvieron durante la calibración, es decir:

- Mismo diámetro de abertura,
- Misma distancia entre el termómetro y la abertura,
- Alineación correcta,
- Misma temperatura del panel que tiene a la abertura,
- Emisividad de ese panel igual a la del panel utilizado durante la calibración.

No relacionada con el ETF, pero también necesaria para la preservación de la validez, es la condición siguiente:

- Emisividad del objeto que se mide igual a la de la fuente utilizada en la calibración.

Se pueden desarrollar métodos de calibración para termómetros de radiación con ajuste de emisividad a valores menores que 1, como se describe en [3, 4].

3. RESULTADOS

El cumplimiento de las condiciones dadas en 2.1 asegura la validez de los valores del error compuesto del termómetro que se publiquen en su informe de calibración, para realizar las correcciones a las indicaciones obtenidas durante su uso. En consecuencia, se asegura que los valores corregidos serán los de las temperaturas que se pretenden medir, independientemente del diámetro de la abertura utilizada para restringir el campo observado por el termómetro, tanto en la calibración como en el uso, mientras ese campo no se le restrinja demasiado.

4. DISCUSIÓN

No se puede validar el uso de los valores del error de un termómetro de radiación declarados en un informe de calibración, si durante su uso no se tienen las condiciones del ETF que se tuvieron durante la calibración. Con la propuesta aquí presentada se puede evitar la pérdida de la validez de esos valores, pero sólo para las condiciones del ETF tenidas durante la calibración.

La estimación de la incertidumbre de los resultados obtenidos con el método aquí presentado, se debe realizar como se hace de manera rutinaria, bajo las indicaciones dadas en [2].

5. CONCLUSIONES

Se discutió la situación bajo la cual no son válidos los valores del error de un termómetro de radiación publicados en su informe de calibración y se hizo una propuesta para preservar esa validez. Para ello, se establecieron las condiciones de referencia, pertinentes al ETF, que deben ser equivalentes durante la calibración y el uso.

El método es útil para mediciones de objetos que tengan un tamaño cuya dimensión mínima sea mayor que el diámetro de la abertura utilizada en la calibración y durante el uso.

Con la aplicación del método aquí presentado se puede prescindir de llevar a cabo el estudio para caracterizar el ETF, pero sería obligado hacerlo si el termómetro en cuestión se tuviera que usar para medir objetos de tamaños distintos.

REFERENCIAS

- [1] Grupo de Trabajo 2, CCT, "Techniques for approximating the International Temperature Scale of 1990", BIPM, Cap. 15, pág. 127, reimpresión de 1997.
- [2] Grupo de Trabajo 5 en Termometría de Radiación, "Uncertainty Budgets for Calibration of Radiation Thermometers Below the Silver Point", Cap. 2, pág. 3, versión 1.71 (final), abril 2008.
- [3] H. Rodríguez y D. Cárdenas, "Gray-Body Radiation Using a Blackbody Source and an Optical Chopper", International Journal of Thermophysics, Volumen 36, publicación 8, págs. 1757-1785, agosto 2015.
- [4] H. Rodríguez, D. Cárdenas y D. Cywiak, "Wavelength Independent Method for the Calibration of Radiation Thermometers with Fixed Emissivity of Less than One", NCSLI Measure, Volumen 9, No. 2, págs. 56-58, junio 2014.

CARACTERIZACIÓN Y MEDICIÓN DE MICRO PARTÍCULAS PARA OPTIMIZACIÓN DE PROCESOS DE PRODUCCIÓN

José Manuel Juárez García, Froylán Martínez Suárez
 Centro Nacional de Metrología
 km 4.5 Carretera a Los Cués, Municipio del Marqués, Querétaro, C. P. 76246
 (442) 2110500, jjuares@cenam.mx

Resumen: Se presenta el caso en donde las mediciones han servido para mejorar la calidad de partículas contenidas en emulsiones poliméricas producidas por una empresa, mediante el análisis de distribución del tamaño y morfología utilizando difracción láser y microscopía de barrido de electrones, ya que anteriormente no se tenía idea de cómo afectaban estas características al poder de recubrimiento al aplicarse en el producto terminado, el impacto en la calidad de las emulsiones al tenerse control en estos parámetros, fue de gran relevancia comercial y económica para la empresa, en donde finalmente se obtuvo el control total del producto.

1. INTRODUCCIÓN

A lo largo de la existencia de los laboratorios de dispersión de luz y microscopía de barrido con electrones en el centro (1996), distintas empresas han solicitado la caracterización y medición físico química de materiales micro y nano métricos así como la calibración de sus equipos para ser utilizados en distintas aplicaciones. Adicionalmente, la aplicación de estos materiales se ha ido incrementando en diferentes sectores industriales, por lo que la metrología a estos niveles de medición se considera y para satisfacer presentes y futuras necesidades de medición.

En el trabajo presente, una empresa solicitó a nuestros laboratorios, la caracterización de las micro esferas contenidas en sus emulsiones poliméricas, por lo que se sugirieron las técnicas de dispersión de luz láser para medir la distribución de tamaño y la observación por MEB para la medición de diámetro individual y micro defectos. La meta propuesta es fabricar emulsiones controlando de tamaño y forma de las partículas presentes, con un 95 % de distribución volumétrica de 1 micrómetro en diámetro, sin partículas colapsadas y con la menor cantidad de partículas menores al tamaño propuesto.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Para la medición de la distribución y del tamaño de partícula, se tiene una emulsión, por lo que la una etapa muy importante en el proceso de medición es la preparación de la muestra. Para medición por dispersión de luz en un equipo Malvern, modelo Master ziser X, la muestra se diluye en agua en una proporción 3:1 con homogeneización por medio de ultrasonido, para medición en un MEB JEOL, modelo JXA-8200, una gota de la emulsión diluida se coloca

sobre un porta muestras cilíndrico de bronce. Posteriormente se deja secar temperatura del laboratorio ($20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$) durante 24 horas, después del secado se le aplica un recubrimiento metálico (por ejemplo, de oro-paladio).

3. RESULTADOS

En la figura 1 a) y b), se presentan las imágenes obtenidas por MEB de 2 diferentes emulsiones de la empresa que presentaron al inicio y después de 2 años del proyecto, en donde se observan partículas de tamaños distintos y algunas colapsadas (rotas).

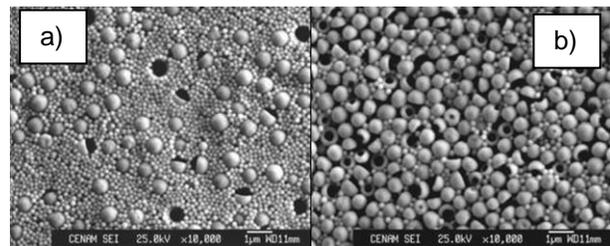


Fig 1. Imágenes de dos emulsiones poliméricas que presentó la empresa a) en el inicio del proyecto y b) después de 2 años del inicio del proyecto, se observan partículas de distintos tamaños y algunas colapsadas.

En la figura 2 se presenta la gráfica de dispersión del tamaño de partícula de una de las muestras anteriores, en donde se puede ver la amplia dispersión del tamaño de partícula de la emulsión.

En las figuras 3 y 4, se presentan las imágenes y la distribución de tamaño de partícula del producto final obtenido, respectivamente, después de varios años de experimentación y control del proceso de las emulsiones poliméricas.

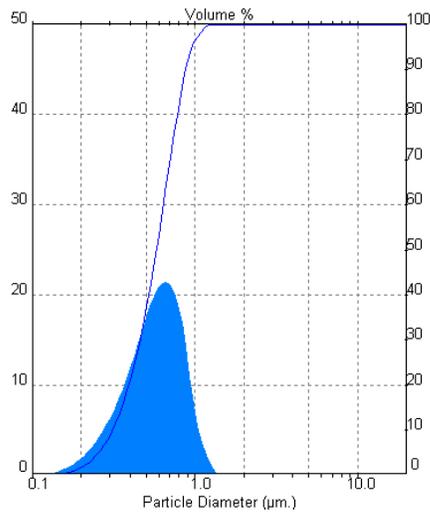


Fig 2. Distribución del tamaño de partícula para la emulsión polimérica de la figura 1, a), aquí se observa que se tiene una distribución muy amplia, desde 0.1 a 2 µm.

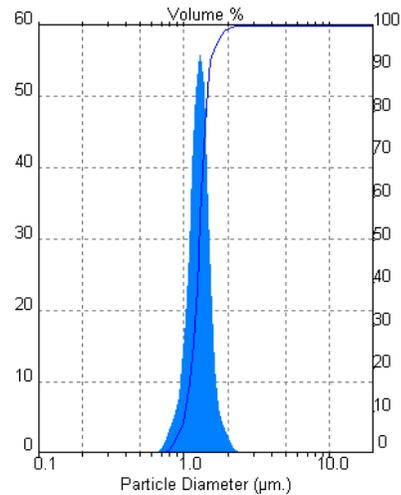


Fig 4. Distribución del tamaño de partícula para la emulsión polimérica de la figura 3, a), aquí se observa una distribución cerrada, alrededor de 1 µm.

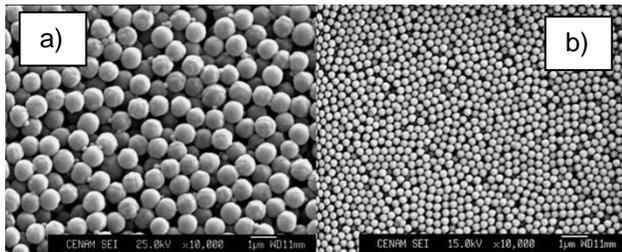


Fig 3. Imágenes de dos emulsiones poliméricas que presento la empresa al final del proyecto a) tamaño de 1 µm, b) tamaño de 300 nm, se observan partículas con un 95 % del mismo tamaño sin partículas colapsadas.

4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Los resultados de las técnicas utilizadas para la determinación de tamaño de partícula, nos indicaron que en las primeras etapas la distribución del tamaño se encontraba en el intervalo de 0,16 µm a 1,67 µm y en la etapa final se tuvieron tamaños entre 0,81µm y 1,07 µm, adicionalmente se pudo controlar a tamaños alrededor de 300 nm en otro lote. De aquí, se observó una mejor uniformidad de las esferas de poliestireno. Esto es corroborado en las imágenes obtenidas por MEB en las que se observan partículas colapsadas en las primeras etapas y partículas casi esféricas en la etapa final.

5. CONCLUSIONES

Los resultados de medición proporcionados por CENAM, ayudó de una manera efectiva a la empresa a controlar su proceso para la producción de emulsiones de poliestireno. La empresa incrementó sustancialmente sus volúmenes de venta dándole un mayor valor agregado a su producto y que le permitió incluso competir con empresas a nivel global.

REFERENCIAS

- [1] Rawle Alan, The Importance of Particle Size Analysis in the Cement Industry, Malvern Instruments Ltd
- [2] Rawle Alan, The Importance of Particle Sizing to the Coating Industry. Part 1: Particle Size Measurement, Advances in Colour Science and Technology, Vol. 5, No.1, Jan 2002.
- [3] Seminario sobre Caracterización de Materiales. CENAM-Micromeritics Corp. 21 y 22 de mayo de 2003.

CONFIABILIDAD METROLÓGICA DE UN MANÓMETRO TIPO BOURDON PARA APLICACIONES EN PROCESOS DE TRANSFERENCIA DE CALOR

Leonardo Pérez M.¹, Fernando Pastor F.¹, Cristian Pedraza Y.¹, José Daniel H. Vásquez ^{2,3}, Iván Ibañez A.^{2,3}

¹Universidad del Atlántico, Facultad de Ingeniería - Programa de Ingeniería Mecánica

²Programa de Pós-Graduação em Metrologia, MQI/PUC-Rio

³Departamento de Engenharia Mecânica, DEM/PUC-Rio

(+57) 300 535 9991, leofdavinci@msn.com

Resumen: Este trabajo tiene como objetivo evaluar la confiabilidad metrológica de un manómetro tipo bourdon para aplicaciones en procesos de transferencia de calor. La metodología consiste en la aplicación del método de los mínimos cuadrados ordinarios para estimar un polinomio que mejor ajuste los datos experimentales. Los resultados confirmaron que es posible disminuir la incertidumbre asociada a la medición por medio de un polinomio de segundo grado. Finalmente, la confiabilidad metrológica del instrumento evaluado fue estimada en 2,41 PSI, para un nivel de confianza de 95%.

1. INTRODUCCIÓN

En diversos procesos de medición, garantizar la confiabilidad metrológica de todos los instrumentos asociados, es un anhelo para la industria y un desafío para la metrología. Por esta razón, especialistas del área han propuesto diferentes metodologías para evaluar y obtener menores incertidumbres asociadas a la medición.

En 2013, Bragantine [1] evaluó metrológicamente un banco dinamométrico para el ensayo de motores de combustión interna, mediante la aplicación del modelo Main Withney, que compara dos series de datos experimentales. Según el autor, fue posible validar para un nivel de confianza de 95%, los sensores de presión, temperatura, torque y fuerza que componen el sistema. En 2014, Hernández *et al.* [2], aplicando modelos paramétricos y no paramétricos, validaron un sistema de baterías estacionarias en una sub-estación de energía eléctrica localizada en Rio de Janeiro (Brasil), para 90, 95 y 99% de confianza.

En ese orden de ideas, el objetivo de este trabajo consistió en evaluar la confiabilidad metrológica de un manómetro tipo bourdon para aplicaciones en procesos de transferencia de calor.

2. APARATO EXPERIMENTAL

La Figura 1 ilustra el banco de prueba para el estudio del proceso de transferencia de calor por convección libre y forzada, localizado en el CELTI (Centro de Laboratorio y Talleres de Ingeniería) de la Universidad del Atlántico [3]. De igual forma, son ilustrados los instrumentos de medición en conexión

al aparato experimental, i.e.: controlador de presión, manómetro tipo bourdon (rango: 0 a 100 PSI; resolución: 2 PSI); sensor de temperatura, termómetro bimetálico (rango: 50 a 300 °F; resolución: 2 °F).

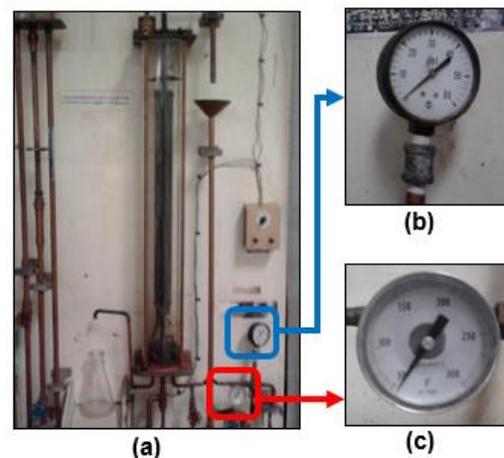


Fig. 1. (a) Aparato experimental; (b) Manómetro; (c) Termómetro bimetálico.

En términos específicos, este trabajo está centrado en evaluar la confiabilidad metrológica del manómetro tipo bourdon, que es utilizado para controlar y medir la presión manométrica del vapor en la entrada del sistema.

3. MÉTODO ESTADÍSTICO

El método de los mínimos cuadrados ordinarios (OLSM) es una de las técnicas de regresión numérica más utilizada en los procesos de calibración de instrumentos y sistemas de medición en diferentes

áreas de la industria [4]. En particular, este método consiste en estimar, un polinomio que mejor modele los datos experimentales, en función de la menor desviación media cuadrática (u_s):

$$u_s = \sum_{i=0}^n \frac{[y(x_i) - y_i]^2}{n - m - 1} \quad (1)$$

En esta expresión:

$y(x)$: variable representando el valor ajustado de la calibración; y_i : valor medido por el patrón durante la calibración; x_i : valor indicado por el instrumento durante la calibración; u_s : desviación media cuadrática; m : grado del polinomio de ajuste; n : número de puntos medidos.

4. RESULTADOS

La Tabla 1 presenta las indicaciones del patrón y del instrumento (manómetro). Adicionalmente, se presenta el valor de presión ajustada para cada grado del polinomio evaluado.

Tabla 1. Presión ajustada para cada polinomio

Puntos experimentales	Unidad (PSI)		Presión ajustada para cada polinomio (PSI)			
	Patrón	Instrumento	Grado 1	Grado 2	Grado 3	Grado 4
1	0,00	0,0	-0,3	-0,2	0,0	0,0
2	5,75	6,0	5,8	5,9	5,8	5,8
3	11,90	12,0	11,9	11,9	11,8	11,8
4	17,85	18,0	18,0	18,0	17,8	17,9
5	23,95	24,0	24,1	24,0	23,9	24,0
6	30,12	30,0	30,2	30,1	30,0	30,1
7	36,20	36,0	36,2	36,2	36,0	36,2
8	42,42	42,0	42,3	42,3	42,1	42,2
9	48,45	48,0	48,4	48,4	48,0	48,2
10	54,58	54,0	54,5	54,6	53,9	54,1
11	60,53	60,0	60,6	60,7	59,6	59,9

La Tabla 2 presenta el cálculo de la desviación media cuadrática. La Tabla 3 muestra la incertidumbre expandida, para 95% de confianza.

Tabla 2. Desviación media cuadrática

Desviación media cuadrática (PSI)			
Grado 1	Grado 2	Grado 3	Grado 4
0,0066	0,0059	0,0943	0,0456

Tabla 3. Cálculo de incertidumbre de ajuste

ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE (PSI)						
Patrón	Instrumento	Desv. Med. Cuadrática	Combinada	Parámetro t-student	Expandida	Grado de confiabilidad
u_p	u_{ins}	u_s	u	t	U	%
0,050	1,155	0,0059	1,16	2,09	2,41	95,0

Finalmente, la Figura 2 ilustra la curva de calibración para el controlador de presión evaluado. Adicionalmente, se puede observar el polinomio de ajuste estimado a partir de los datos experimentales de calibración.

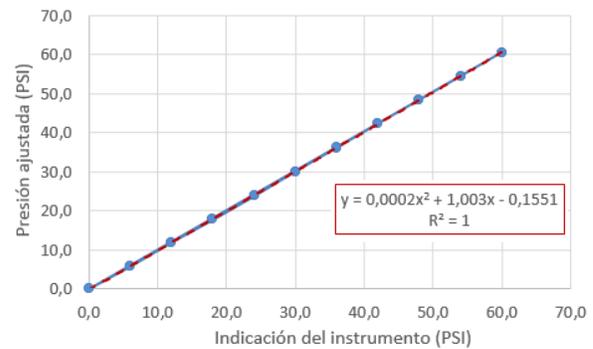


Fig. 2. Curva de calibración

5. CONCLUSIONES

Este trabajo evaluó en 2,41 PSI (Tabla 3) la confiabilidad metrológica de un manómetro tipo bourdon para aplicaciones en procesos de transferencia de calor. Los resultados fueron validados para un nivel de confianza de 95%. Adicionalmente, a partir de la aplicación del método de los mínimos cuadrados, los resultados permitieron confirmar una disminución de la incertidumbre asociada a la medición de presión, por medio del uso de una ecuación de segundo grado. Lo anterior, confirma que el mejor ajuste no necesariamente, corresponde a una ecuación de primer grado. Por lo tanto, se torna imprescindible realizar un análisis metrológico detallado, conforme descrito en este trabajo, en aras de obtener las menores incertidumbres en un proceso de calibración y medición.

REFERENCIAS

- [1] Bragantine, S. Confiabilidade metrológica de banco de dinamométrico para ensaio de motores. 2013. Dissertação de Mestrado. PósMQI. PUC-Rio, Brasil.
- [2] Hernandez, J.; Rangel, G.; Frota, M. Remote measurements of electrical quantities: a Strategy for real time monitoring of stationary Batteries. XXI IMEKO World Congress "Measurement in Research and Industry", Prague, Czech Republic, 2015.
- [3] Pérez, L.; Pastor, F. Caracterización metrológica de los bancos de pruebas en el CELTI de la Universidad del Atlántico. Trabajo de Grado en fase de conclusión. Universidad del Atlántico, Facultad de Ingeniería - Programa de Ingeniería Mecánica. 2016.
- [4] De Souza, S. V.; Junqueira, R. G. A procedure to assess linearity by ordinary least squares method. Analytica Chimica Acta, v. 552, n. 1, p. 25-35, 2005. ISSN 0003-2670.

SERVICIO DE DISEMINACIÓN DE TIEMPO POR RED EN EL CENAMEP AIP

Raúl Fernando Solís Betancur
Centro Nacional de Metrología de Panamá AIP
Edificio 215, Ciudad del Saber, Panamá
Teléfono: +507 517-3100. Email: rsolis@cenamep.org.pa

Resumen: El tiempo es la magnitud más empleada en el mundo de las telecomunicaciones. Por ello la necesidad de tener fuentes de tiempo confiables son de mucha importancia en temas legales, como por ejemplo la firma digital. Por ello el CENAMEP AIP a través del Laboratorio de Diseminación de Tiempo y Frecuencia ofrece el servicio de diseminación de tiempo para que pueda ser empleado como referencia para cualquiera organización, que requieran referencias confiables de tiempo por red y que no puedan acceder a los equipos o sufragar los gastos de mantenimiento.

1. INTRODUCCIÓN

La Unión Internacional de Telecomunicaciones (UIT) define al Tiempo Universal Coordinado (UTC) y las realizaciones locales llamadas UTC(k), como las referencias de tiempo en las áreas de radiocomunicaciones y telecomunicaciones, y la importancia de su empleo se ve por ejemplo en la nueva economía digital, como es el caso de la firma digital con la cual se valida la identidad y se asegura la integridad de la información en la red mediante técnicas criptográficas y el estampado de tiempo. Siendo el estampado de tiempo referenciado a una fuente de tiempo confiable [1].

El Centro Nacional de Metrología de Panamá (CENAMEP AIP) tiene entre sus funciones la diseminación del UTC(CNMP), y es a través del Laboratorio de Diseminación de Tiempo y Frecuencia (LDTF) que se brinda una fuente de tiempo confiable y rastreado al UTC(CNMP) mediante el protocolo de tiempo por red (NTP) y su versión simple (SNTP), añadiéndole a los usuarios un esquema de transmisión de tiempo por red más seguro y personalizado, que accediendo a servidores de acceso públicos.

2. PROCESO DE DISEMINACIÓN

Las señales del UTC(CNMP) son generadas por el Laboratorio Primario de Tiempo y Frecuencia [2], y luego son transmitidas a los distribuidores de señales del LDTF. Con estas señales se disciplinan un servidor de tiempo comercial ajustado a la hora local, y otro servidor es disciplinado mediante NTP, y estos dos servidores son los que realizan la diseminación. Los clientes realizan los pedidos de sincronización al

IP público designado para el CENAMEP y estos reciben las respuestas dependiendo de su capacidad de manejar el protocolo NTP y el SNTP, mientras que el control del tráfico en la red es realizado por firewalls.

2.1. Estructura de diseminación del tiempo

La diseminación se da mediante un servidor en Stratum 1 el cual está disciplinado a las señales de UTC(CNMP) y otro en Stratum 2, el cual está disciplinado por NTP al que está en Stratum 1. Los clientes que requieren el mayor grado de confiabilidad y soporte en la sincronización acceden al que está en Stratum 1, mientras que los clientes que pueden tolerar un grado menor de soporte acceden al servidor en Stratum 2. Para poder acceder a los servidores, los clientes deben aportar las direcciones IP públicas para ser filtradas mediante un firewall local del laboratorio, el incrementa la seguridad y permite tener el control del acceso a los servicios de manera más dinámica mejorando la atención a los clientes, ya que para ambos servicios.

2.2. Seguridad

Para lograr la seguridad en la diseminación del tiempo UTC(CNMP), el tráfico entre los clientes y los servidores está restringido mediante dos etapas de seguridad implementadas en dos firewalls, los cuales limitan el tráfico solamente al puerto 123, del protocolo UDP, en el cual los protocolos NTP y SNTP están establecidos. Debido a que no todos los clientes pueden implementar el algoritmo criptográfico MD5, no se emplea para disminuir posibilidades de conflictos o confusiones en el acceso.

2.3. Calidad del servicio

Para asegurar la confiabilidad del servicio en Stratum 1, se emplea la comparación de servidores NTP del Sistema Interamericano de Metrología (SIM) [3]. Localmente también se emplean el servidor en Stratum 2 como un cliente virtual y un tercer servidor trabajando en Stratum 1 para verificar las diferencias de tiempo entre los tres servidores y demostrar su disponibilidad. Además, junto con una computadora y una serie de programas cliente NTP desarrollado por el laboratorio y también propietarios, se realizan cada minuto los pedidos de sincronización, registrándose las respuestas para mostrar funcionalidad en caso de incidentes legales.

3. RESULTADOS

En este momento se tienen una cantidad de siete clientes los cuales tres están en el servicio de Stratum 1 y cuatro están en servicio de Stratum 2. Los clientes son entidades bancarias, infraestructura de comunicación financiera, servicio de certificación digital y organismos públicos y privados.

El impacto de este servicio en el país se puede ver desde el punto de vista de apoyo al gobierno, ya que el Registro Público de Panamá logró implementar su proyecto de la firma digital empleada por distintos elementos del estado para el proyecto del gobierno digital. Y desde el punto de vista del CENAMEP, además de que los equipos dan soporte a la página de la Hora, los ingresos generados por la prestación del servicio de diseminación representan una entrada superior a la prestación de todos los servicios de calibración en el área de Tiempo y Frecuencia a lo largo de un año.

4. DISCUSIÓN

A pesar de las limitaciones actuales de realizar la diseminación del UTC por NTP [4], sigue siendo un mecanismo muy empleado mundialmente. Además, estas limitaciones pueden ser manejadas mediante restricción del acceso a los servidores, supervisión constante y trazabilidad demostrada al UTC mediante la red de comparaciones de tiempo y frecuencia del SIM.

También es importante señalar que este es un servicio que busca suplir la necesidad de fuentes de tiempo confiable, las cuales son difíciles de asegurar cuando se tienen servicios abiertos y se requiere

trabajar bajo marcos legales para garantizar la confianza de la cadena de servicios.

5. CONCLUSIONES

Para muchas organizaciones en el país, los costos elevados de la adquisición y mantenimiento de sistemas de referencia en tiempo (tanto equipos como personal), hacen que el servicio que brinda el CENAMEP sea escogido como referencia de tiempo para sus procesos. También se demuestra que este modelo de servicio es factible para economías pequeñas pudiéndose emplear por sus institutos de metrología que participen en las redes de comparaciones del SIM, y así satisfacer la necesidad de fuentes de tiempo confiables a sus naciones.

REFERENCIAS

- [1] Unión Internacional de Telecomunicaciones, "Recomendación TF.1876 Fuentes de tiempo fiable para la autoridad de sello temporal", <http://www.itu.int>, 2016-05-01.
- [2] R. F. Solis and L. M. Mojica, "Application of SIMT and UTCr timescales for the maintenance of the Universal Time Coordinated in Panama," Proceedings of the 2014 IEEE Central America and Panama Convention (CONCAPAN XXXIV), Panama City, Panama, 5 p., November 2014.
- [3] M. A. Lombardi, J. Levine, J. M. López-Romero, F. Jiménez, J. Bernard, M. Gertszolf, H. Sanchez, O. G. Fallas, L. C. Hernández Forero, R. J. de Carvalho, M. N. Fittipaldi, R. F. Solis, and F. Espejo, "International Comparisons of Network Time Protocol Servers," Proceedings of the 46th Annual Precise Time and Time Interval (PTTI) Systems and Applications Meeting, pp. 57-66, December 2014.
- [4] A. N. Novick and M. A. Lombardi, "Practical Limitations of NTP Time Transfer," Proceedings of the Joint 2015 IEEE Frequency Control Symposium and the European Frequency and Time Forum (EFTF), pp. 570-574, April 2015.

DESARROLLO DE UN SISTEMA PARA LA GESTIÓN DE LA INFORMACIÓN PARA EL LABORATORIO PRIMARIO DE TIEMPO Y FRECUENCIA

Raúl Fernando Solís Betancur
Centro Nacional de Metrología de Panamá AIP
Edificio 215, Ciudad del Saber, Panamá
Tel: +507 517-3100. Email: rsolis@cenamep.org.pa

Resumen: La gestión de la información generada y empleada por los laboratorios es importante para el cumplimiento del sistema de calidad, la mejora de sus capacidades de medida y la demostración de la trazabilidad de sus patrones de referencia. Por ello, la implementación de un sistema de gestión de la información asociada a la automatización de los procesos clave basado en el conocimiento adquirido por el personal es importante para ayudar a los laboratorios a realizar sus trabajos, expandir sus capacidades y preservar el conocimiento adquirido a lo largo de los años.

1. INTRODUCCIÓN

Demostrar la trazabilidad de los patrones de referencia es una labor fundamental para los Institutos Nacionales de Metrología (INM), siendo gran parte de sus esfuerzos orientados a sustentar la trazabilidad mediante calibraciones o comparaciones interlaboratorios, siendo el caso de los laboratorios de tiempo y frecuencia, cuya trazabilidad es obtenida participando en la comparación clave [1] que define el Tiempo Universal Coordinado (UTC).

En el Centro Nacional de Metrología de Panamá (CENAMEP AIP), para que el Laboratorio Primario de Tiempo y Frecuencia (LPTF) realice el UTC(CNMP) [2], se debe ejecutar una serie de tareas locales, el posterior envío de los datos y la obtención de los resultados de la comparación del servidor del Buró Internacional de Pesas y Medidas (BIPM). Además se debe realizar la diseminación del UTC(CNMP) a los patrones locales y hay que mantener el registro de los resultados obtenidos para sostener la trazabilidad de la magnitud en otros laboratorios. Toda esta labor es realizada por dos personas que también deben compartir actividades de trabajo con otros laboratorios del CENAMEP AIP.

Debido a que se busca mejorar el desempeño del trabajo en el LPTF, se optó por automatizar sus procesos empleando la gestión del conocimiento adquirido por el personal, para asegurar que el trabajo se realice de manera autónoma manteniendo el nivel operativo alcanzado, permitiendo al personal trabajar en otras áreas para cumplir con las demandas de servicios y nuevas capacidades que requiere la sociedad y la industria en Panamá.

2. SISTEMA DE GESTIÓN DE LA INFORMACIÓN

Debido a que los procesos llevados por el LPTF están más orientados al análisis y búsqueda de patrones o variaciones, la estructuración del sistema está orientada para apoyar al personal a simplificar su trabajo al momento de tomar decisiones.

2.1. Identificación de procesos clave

Los procesos clave que permiten establecer las bases en la que el sistema de gestión debe levantarse son: adquisición y análisis de los datos provenientes de la comparación local de patrones y mediante la técnica de vista común, el estado de los equipos y las variables del entrono que son medibles y los resultados de UTC. Además está la transferencia del UTC(CNMP) a los patrones, el registro de todos los datos generados y la corrección de la señal que realiza el UTC(CNMP).

2.2. Gestión del conocimiento

Los procesos claves identificados fueron estudiados con el personal entender su ejecución, las referencias o normativas empleadas, los límites de control y aceptación establecidos, los criterios personales, la experiencia sobre el funcionamiento de los sistemas y las herramientas estadísticas empleadas que les han traído buenos resultados. También se trabajó con el personal para el establecimiento y homologación de los datos de salida que debían tener los procesos para lograr compatibilidad entre ellos y que fueran entendibles

por el personal, el cómo se deberían mostrar los datos y su almacenamiento conforme al sistema de calidad del CENAMEP AIP.

2.3. Automatización de los procesos

La automatización de los procesos de análisis es mediante sistemas expertos basados en reglas, mientras que los procesos de comunicación, transferencia de datos y despliegue de información se emplean programas simples. Todo estos programas están codificados bajo el lenguaje C#.

2.4. Validación del sistema de gestión

La validación del funcionamiento del sistema se realiza en base a la comparación del resultado obtenido y el esperado, los cuales están basados en lineamientos del BIPM para procesamiento de datos, los resultados históricos de los datos ya adquiridos y las proyecciones de los resultados matemáticos y estadísticos de los modelos empleados.

3. RESULTADOS

En este momento se tienen en funcionamiento una serie de programas que realizan los procesos de adquisición de datos de las comparaciones y su posterior procesamiento, la supervisión del estado de los equipos, además del envío de los datos de comparación al servidor del BIPM. Con respecto a la implementación de los procesos que soportan la escala de tiempo para el UTC(CNMP), conllevará un tiempo mayor debido a la actualización del sistema de comparación multicanal para poder incluir en la comparación los nuevos patrones de cesio adquiridos mediante la expansión de 4 canales a 8 canales del sistema. También se ha generado una serie de documentos que ayudarían preservar el conocimiento adquirido y ya se dispone de un plan para implementar el sistema de gestión en un periodo no mayor a un año desde el inicio de su ejecución con cumplimiento del sistema de calidad del CENAMEP AIP.

4. DISCUSIÓN

Con personal reducido, la implementación de sistemas automatizados para la gestión de la información es necesaria, ya que permite disminuir la dependencia del sistema ante las respuestas de los seres humanos, permite realizar un registro completo de las actividades realizadas en el laboratorio (algo

muy difícil de realizar manualmente) y ayuda a encontrar nuevas informaciones a partir de estos datos. Lastimosamente esto trae como consecuencia un incremento en la complejidad e interdependencia de los procesos que ahora se están llevando a cabo. También cabe mencionar que, como estos sistemas se levantan sobre el conocimiento de los expertos del laboratorio, la exportación del sistema entero y su implementación en otros laboratorios se complica, debiendo volver a levantar el conocimiento experto en el laboratorio que se va a trabajar, aunque es posible realizarse con la transferencia adecuada del conocimiento.

5. CONCLUSIONES

La gestión del conocimiento en conjunto con la implementación de la automatización de procesos es una herramienta importante que tienen los INM cuando cuentan con poco personal y con gran demanda de servicios a la industria, ya que estos sistemas no solo ayudan a incrementar las capacidades del laboratorio, sino también asegura la conservación del conocimiento adquirido a lo largo de los años preservando el nivel alcanzado por el laboratorio, permitiéndole darle continuidad al trabajo que se está desarrollando.

AGRADECIMIENTOS

Se le agradece al profesor Dr. José Manuel Molina y al profesor MSc. Gustavo Días por el asesoramiento para llevar este trabajo a cabo.

REFERENCIAS

- [1] Consultative Committee for Time and Frequency, "CCTF MRA Guideline 7: Participation in the ongoing key comparison in time CCTF-K001.UTC," <http://kcdb.bipm.org/>, 2016-05-20.
- [2] R. F. Solis and L. M. Mojica, "Application of SIMT and UTCr timescales for the maintenance of the Universal Time Coordinated in Panama," Proceedings of the 2014 IEEE Central America and Panama Convention (CONCAPAN XXXIV), Panama City, Panama, pp 5., November 2014.

ELIMINACIÓN DE OUTLIERS: UNA ESTRATEGIA PARA REDUCIR LA INCERTIDUMBRE TIPO A EN LA CALIBRACIÓN DE BALANZAS

Ronald Barrios C.¹, Mauro Castañeda E.¹, Cristian Pedraza Y.¹, José Daniel H. Vásquez^{2,3}, Iván Ibañez A.^{2,3}

¹Universidad del Atlántico, Facultad de Ingeniería - Programa de Ingeniería Mecánica

²Programa de Pós-Graduação em Metrologia, MQI/PUC-Rio

³Departamento de Engenharia Mecânica, DEM/PUC-Rio

(+57) 300 611 4752, ing-ronaldbarrios@hotmail.com

Resumen: Este trabajo tiene como objetivo evaluar tres diferentes técnicas de eliminación de *outliers*, (Dixon, Chauvenet y Grubbs) como una estrategia para reducir la incertidumbre Tipo A en la calibración de balanzas. Los resultados confirmaron que, en función de la técnica utilizada, la eliminación de valores aberrantes reduce la incertidumbre Tipo A en un intervalo de 18,01 a 31,21%.

1. INTRODUCCIÓN

La medición de masa a nivel industrial o de laboratorio, con el paso del tiempo, se ha tornado un factor fundamental. Los resultados dependen, en gran medida, de la confiabilidad metrológica de las balanzas utilizadas. Por tal motivo, cabe a la metrología proponer y aplicar técnicas analíticas que permitan disminuir la incertidumbre de medición asociada a la calibración de balanzas.

La literatura [1] muestra que una de las técnicas para reducir la incertidumbre es la eliminación de valores *outliers* (i.e.: valores aberrantes que no pertenecen a la muestra obtenida). Estos valores pueden presentarse durante el proceso de calibración por diversos motivos, e.g.: errores sistemáticos inherentes, inestabilidad de la plataforma de pesaje, flujo de aire externo (inesperado) durante el proceso de pesaje, entre otros. Además, *outliers* pueden súper estimar la incertidumbre de medición, los errores aleatorios y generar indeseables errores sistemáticos al proceso de medición [2].

En ese orden de ideas, este trabajo tiene por objetivo evaluar tres diferentes técnicas de eliminación de *outliers*, (Dixon, Chauvenet y Grubbs) como una estrategia para reducir la incertidumbre Tipo A⁷ asociada a la calibración de una balanza.

2. OUTLIERS: CRITÉRIOS DE ELIMINACIÓN

Esta sección describe, sucintamente, tres técnicas para eliminación de valores *outliers*, i.e.: Dixon, Chauvenet y Grubbs. Mayores detalles pueden ser encontrados en otros trabajos [2, 3].

2.1. Criterio de Dixon (Q)

El criterio de Dixon postula que el valor $Q_{\text{calculado}}$ es comparado con el valor de Q_{tabulado} para un nivel de confianza especificado. Si, $Q_{\text{calculado}} \geq Q_{\text{tabulado}}$, el valor dudoso es eliminado. Para: $8 \leq n \leq 12$, Q es dado por:

$$Q = \frac{x_2 - x_1}{x_{n-1} - x_1} \quad (1)$$

2.2. Criterio de Chauvenet (r)

Este criterio establece que un valor medido x_i debe ser eliminado si el valor de r calculado (Ecuación 2) es mayor que el valor de R_c tabulado para el criterio de Chauvenet.

$$r = \frac{|x_i - \bar{X}|}{s(X)} \quad (2)$$

2.3. Criterio de Grubbs (G)

Para la situación de un valor *outliers* observado, dado un conjunto de datos experimentales g_i con $i = 1, 2, \dots, n$, ordenados ascendentemente, para detectar n valor *outliers* se debe aplicar la siguiente expresión:

$$G_c = \frac{(g_i - \bar{g})}{s} \quad (3)$$

El valor (G_c) es comparado con un valor crítico, para un nivel de significancia especificado. Un valor *outliers* es detectado si $G_{\text{calculado}} > G_{\text{tabulado}}$.

3. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

En este trabajo fueron aplicados los criterios de Dixon, Chauvenet y Grubbs para la eliminación de

⁷ Evaluación de una componente de la incertidumbre de medida mediante un análisis estadístico de los valores medidos obtenidos bajo condiciones de medida definidas (VIM, 2012).

valores *outliers* en la calibración de una balanza digital que es utilizada para diversas investigaciones en la Facultad de Ciencias Básicas de la Universidad del Atlántico (Figura 1).



Fig. 1. Balanza digital (Cap.: 1020 g; Res.: 0,01 g).

En el curso de los experimentos fueron tomados 11 puntos de carga ascendente y descendente (se realizaron 10 repeticiones para cada punto), utilizando masas patrones de clase de exactitud E1.

4. RESULTADOS

La Tabla 1 resume los principales resultados obtenidos a partir de los experimentos realizados para *carga ascendente*. Es importante destacar que para la situación de *carga descendente*, no fueron obtenidos valores *outliers* durante el proceso de calibración.

Tabla 1. Reducción de la incertidumbre Tipo A

Puntos	Masa patrón g	CARGA ASCENDENTE										Incertidumbre Tipo A			
		Indicación de la balanza (g)										Datos Originales	Dixon	Chauvenet	Grubbs
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	g	g	g	g
1	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000
2	100	99,87	99,87	99,87	99,87	99,87	99,87	99,88	99,89	99,89	99,87	0,00850	0,00850	0,00850	0,00850
3	200	199,75	199,75	199,75	199,78	199,77	199,75	199,75	199,77	199,75	199,75	0,01160	0,01160	0,00000	0,01160
4	300	299,62	299,62	299,62	299,62	299,62	299,62	299,62	299,64	299,64	299,62	0,00843	0,00843	0,00843	0,00843
5	400	399,50	399,50	399,53	399,50	399,50	399,50	399,50	399,50	399,53	399,53	0,01449	0,01449	0,01449	0,01449
6	500	499,35	499,35	499,35	499,35	499,35	499,35	499,35	499,35	499,35	499,37	0,00632	0,00000	0,00000	0,00000
7	600	599,25	599,25	599,25	599,25	599,25	599,25	599,25	599,28	599,28	599,29	0,01633	0,01633	0,01633	0,01633
8	700	699,13	699,13	699,13	699,13	699,13	699,13	699,13	699,13	699,13	699,14	0,00316	0,00000	0,00000	0,00000
9	800	799,01	799,01	799,01	799,01	799,01	799,01	799,01	799,01	799,02	799,02	0,00422	0,00422	0,00422	0,00422
10	900	898,89	898,89	898,89	898,89	898,89	898,89	898,89	898,89	898,89	898,91	0,00632	0,00000	0,00000	0,00000
11	1000	998,75	998,75	998,75	998,75	998,75	998,77	998,75	998,77	998,75	998,75	0,00843	0,00843	0,00843	0,00843
Incertidumbre Tipo A para rango máximo de la balanza												0,00798	0,00655	0,00549	0,00655
Reducción de la incertidumbre Tipo A para cada criterio												100,00%	18,01%	31,21%	18,01%

5. DISCUSIÓN

La tabla anterior muestra los resultados para la carga ascendente de la calibración de la balanza. Las medidas resaltadas en amarillo corresponden a los valores *outliers* detectados por los métodos Dixon, Chauvenet y Grubbs. La medida en azul fue detectada únicamente por el método de Chauvenet. Adicionalmente, se puede observar que para el valor de masa patrón igual a 200, 500, 700 y 900 g, la incertidumbre Tipo A fue reducida en 100% con relación a los datos originalmente obtenidos. Considerando una población normal, fue posible aplicar el Teorema Central del Límite y calcular la incertidumbre Tipo A para cada criterio evaluado, en función del rango máximo de la balanza. De esa forma, fue observado que, con relación a los datos originales, el criterio de Chauvenet mostró mejores resultados para la reducción de la incertidumbre Tipo A, i.e.: mientras Dixon y Grubbs ofrecieron una reducción del 18,01% (3 *outliers* detectados), el criterio de Chauvenet redujo tal incertidumbre en 31,21% (4 *outliers* detectados).

6. CONCLUSIONES

Este trabajo mostró tres diferentes técnicas de eliminación de *outliers*. Los resultados confirmaron que, en función de la técnica utilizada, la eliminación de valores aberrantes reduce la incertidumbre Tipo A en un intervalo de 18,01 a 31,21%. Esta reducción se torna crítica, principalmente, para procesos de medición que requieren alta confiabilidad metrológica (i.e.: bajas incertidumbres asociadas a la medición).

REFERENCIAS

[1] Oliveira, E.; De Faro, O.; Dos Santos, A.; Oliveira, C. Comparison of different approaches for detection and treatment of outliers in meter proving factors determination. Flow Measurement and Instrumentation. 2016.

[2] Oliveira, E. C. Comparação das diferentes técnicas para a exclusão de "outliers". 2008.

[3] Barrios, R.; Castañeda, M. Evaluación metrológica de diferentes técnicas paramétricas para el análisis de outliers en la calibración de instrumentos no automáticos de pesaje de tipo digital. Trabajo de Grado en fase de conclusión. Universidad del Atlántico. Programa de Ingeniería Mecánica. 2016.

GUÍA SIM PARA LA CALIBRACIÓN DE HIDRÓMETROS, MÉTODO DE CUCKOW

Daued Arturo A, Becerra Luis O, Peña Luis M, Mata Cesar A.
 Centro Nacional de Metrología
 km 4.5 Carretera a los Cués, El Marqués, Querétaro. México
 (442) 2 11 05 00 - vservin@cenam.mx

Resumen: En este trabajo se presenta la Guía SIM para la Calibración de Hidrómetros por el método de Cuckow. Esta Guía SIM ha sido discutida por el Grupo de Trabajo de Masa y Unidades Relacionadas del SIM (SIM-MWG7) con la intención de armonizar los métodos para la calibración de los hidrómetros utilizando el método de Cuckow entre los países del SIM. El documento ofrece una guía a las entidades nacionales de acreditación sobre los requerimientos mínimos para la calibración de los hidrómetros, y por otro lado, propone procedimientos prácticos para los laboratorios de calibración de hidrómetros.

1. INTRODUCCIÓN

En este trabajo se presenta la Guía SIM para la calibración de hidrómetros utilizando el método de Cuckow.

La Guía Técnica aplica para la calibración de hidrómetros a masa constante en el intervalo de medición de 600 kg m^{-3} a $2\,000 \text{ kg m}^{-3}$, a un valor de temperatura definida por el instrumento o a la que el usuario lo requiera, y con incertidumbre expandida ($k=2$) de calibración asociada a la corrección de la escala del instrumento de hasta 0.033 kg m^{-3} .

Esta Guía Técnica establece los requisitos mínimos para la calibración de hidrómetros, para garantizar la uniformidad en la estimación de incertidumbre de calibración y la evaluación de la trazabilidad de los patrones de medición de laboratorios en la calibración [1].

2. CLASIFICACIÓN DE LOS DENSÍMETROS DE TIPO OSCILATORIO E INCERTIDUMBRE REQUERIDA.

Los hidrómetros tienen características como resolución, alcance nominal, intervalo de indicaciones entre otras; las cuales deben ser consideradas al momento de elegir el instrumento adecuado a las necesidades del uso y/o aplicación.

De acuerdo con la norma internacional ISO 649/1 se tienen cinco series principales de hidrómetros, con las cuales se cubre un alcance de 600 kg m^{-3} a $2\,000 \text{ kg m}^{-3}$. Las series de fabricación de estos instrumentos son L20, L50, M50, M100 y S50. La terminación 20, 50 y 100 indica la amplitud nominal del instrumento en kilogramos por metro cúbico. La

ISO 649/1 incluye también tres sub-series que cubren un rango total de 600 kg m^{-3} a $1\,100 \text{ kg m}^{-3}$, éstas son las L50SP, M50SP Y S50SP [2].

Cada serie y sub-serie de instrumentos tiene asociados características de fabricación, además de errores máximos permitidos asociados a cada una de ellas.

La incertidumbre requerida en la calibración de los hidrómetros (incertidumbre expandida con un factor de cobertura igual a 2), deberá ser menor o igual a un tercio del *emp* (error máximo permitido) de la serie correspondiente al instrumento bajo calibración como se muestra en la Tabla 1.

Series	<i>emp</i> kg m^{-3}	<i>Ureq, k=2</i> kg m^{-3}
L20	± 0.2	≤ 0.067
L50	± 0.5	≤ 0.17
M50	± 1.0	≤ 0.33
M100	± 2.0	≤ 0.67
S50	± 2.0	≤ 0.67
Sub-series		
L50SP	± 0.3	≤ 0.10
M50SP	± 0.6	≤ 0.20
S50SP	± 1.0	≤ 0.33

Tabla 1. Incertidumbre requerida en la calibración de los hidrómetros en función de la serie [2].

3. PROCEDIMIENTO GENERAL PARA LA CALIBRACIÓN

La calibración de hidrómetros por el método de Cuckow requiere de la medición de la masa del hidrómetro en el aire, y la medición de la masa del

hidrómetro parcialmente inmerso en el líquido de referencia hasta la marca a calibrar.

El nivel del espejo del líquido debe estar alineado al centro de la marca. Existen diferentes técnicas para la alineación de la marca del hidrómetro al espejo del líquido de referencia así como diferentes dispositivos para auxiliar al metrologo en esta alineación, p.ej. cámara, lente de aumento, etc. El método y dispositivo a emplear por el metrologo depende del nivel de incertidumbre requerido en calibración [3].

4. MODELO DE MEDICIÓN

Para obtener la corrección de la indicación del densímetro se calcula el promedio de las indicaciones registradas durante la calibración y se calcula la corrección del instrumento según el siguiente modelo matemático, Ec. (1):

$$E(I) = I(\rho) - \rho_x - \varepsilon_d \quad (1)$$

Donde,

$I(\rho)$	Indicación del hidrómetro, valor nominal de la marca a calibrar; kg m^{-3}
ρ_x	Densidad a la marca calibrada; kg m^{-3}
ε_d	Error debido a la resolución finita del hidrómetro, tiene media cero pero contribuye a la incertidumbre $\approx 0 \text{ kg m}^{-3}$

La unidad de medida es el kilogramo por metro cúbico kg m^{-3} , sin embargo pueden ser utilizados los múltiplos o submúltiplos de la unidad de densidad p.ej. gramo por centímetro cúbico, g cm^{-3} .

5. INCERTIDUMBRE ASOCIADA AL ERROR DE INDICACIÓN

El cálculo de la incertidumbre de calibración del hidrómetro se realiza aplicando la ley de propagación de incertidumbres al modelo matemático que describe la calibración, Ec. (2) [4].

$$u^2(E(I)) = u^2(I) + u^2(\rho_x) + u^2(\varepsilon_d) \quad (2)$$

6. MEDICIÓN DE DENSIDAD DE LÍQUIDOS UTILIZANDO UN HIDRÓMETRO CALIBRADO

En la industria es necesario medir la densidad de líquidos utilizados en procesos de transformación,

por lo que se utilizan hidrómetros calibrados para la determinación de la densidad de líquidos.

En la Guía se presenta el modelo de medición a utilizar en el uso normal de un instrumento calibrado el cual incluye las principales correcciones y fuentes de incertidumbre a considerar [5].

7. CONCLUSIONES

La Guía SIM para la calibración de hidrómetros – Método de Cuckow, es un documento original que presenta una propuesta para la calibración de este tipo de instrumentos con la intención de armonizar el método de calibración y ofrecer al usuario la posibilidad de obtener resultados de densidad con trazabilidad e incertidumbre apropiadas a las características del instrumento. Adicionalmente en el documento se encuentran algunas recomendaciones sobre el uso apropiado del instrumento una vez calibrado.

REFERENCIAS

- [1] SIM Guidelines on the calibration of hydrometers – Cuckow method, SIM MWG//cg-03/v.00 2016, ISBN 978-607-97187-3-2, 978-607-97187-1-8, 978-607-97187-5-6, 978-607-97187-7-0.
- [2] ISO 649-1:1981 Laboratory glassware – Density hydrometers for general purposes—Part 1: Specification.
- [3] CUCKOW – Calibration of Reference Standard Hydrometers (**Journal of the Society of Chemical Industry, 68, February 1949**).
- [4] ISO/IEC – Guide to the expression of Uncertainty in Measurements, second edition 1995.
- [5] Luis O Becerra, Luis M Peña, Arturo A Daued – Incertidumbre requerida en la evaluación de la conformidad de instrumentos para la medición de densidad, Octubre 2012, Simposio de Metrología 2012.

THE ISO/IEC 17025 REVISION PROCESS

María del Rosario Rodríguez Báez y Carlos Antonio Rivera Orozco
 Bufete de ingenieros industriales, S.C.
 Francisco Pimentel 4104 B Col. Las Granjas. Chihuahua Chih., C.P. 31100
 614 - 419 3700; info@bii.com.mx

Abstract: ISO/IEC 17025:2005 is nowadays in a revision process that started in 2014. This paper is intended to display the information about the revision process itself, the changes of the standard, the actors involved in the revision process, and the complexity of the revision related to the different approaches within ISO/IEC 17025. Besides the ILAC and ISO/CASCO newsletters about the changes of the standard, other sources of data were consulted from legal, scientific and industrial metrology organizations; finding clear information about the change in the structure of the standard, and some ideas of the particular changes in the ISO/IEC 17025 requirements.

1. INTRODUCTION

The use of ISO/IEC 17025 for granting accreditation as a laboratory with technical competence started in 1999 with the first edition of the standard; in 2005 the standard was revised mainly for paring it with the principles of ISO 9001, and in 2010 the review resulted in no modifications at all.

As said by ILAC on April 2014 [1], ISO/IEC 17025 *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories* was due for review in 2015 and remarked that “The Accreditation Committee has set up a working group to address areas for improvement of the standard which really has not been significantly changed since 1999.”

2. THE ISO/IEC 17025:2005 REVISION PROCESS

The search of what the focus of the change process would be directed started since the announcement of the revision of the ISO/IEC 17025:2005. At the beginning following the process through the ISO/CASCO and ILAC newsletters, then reviewing the information (points of view) of the legal, scientific and industrial metrology organizations on the matter. In Mexico the Mexican accreditation body started a group representing the CASCO committee in the revision process, and at an international level a working group (WG44) initiated the gathering and analysis of the comments worldwide.

The following is the timeline of the revision process according to the ILAC and ISO/CASCO newsletters.

- April 2014, ILAC proposes the revision of the standard [1].

- July 2014, CASCO joins the ILAC revision proposal [2].

- November 2014 CASCO working group WG44 is assigned for the revision of ISO/IEC 17025 [3].

- February 2015, CASCO WG44 with more than 60 experts holds a meeting to launch the revision [4].

- April 2015, ISO/CASCO informs the modification of the standard structure and the consultation period for the change [5].

- August 2015, ISO/CASCO reports that WG44 has two consultations among the experts to identify the gaps in the current version [6].

- September 2015, ISO/CASCO writes that WG44 started the vote on the Committee Draft (CD) ISO/IEC 17025, setting the competence requirements for testing and calibration laboratories [7].

- December 2015, ISO/CASCO announces that the vote on the Committee Draft (CD) ISO/IEC 17025 closed and that the WG44 will meet again to decide whether to progress the document to the next stage or organize a second CD ballot due to the number of comments received [8].

With no more information available from ILAC or ISO/CASCO related to the revision process the following citation is included as part of the timeline.

- March 2016, CALA remarks that “given the number of important comments received and the changes made to the CD at this 4th meeting, it was decided not to proceed to Draft International Standard but to launch a second CD for a period of 2 months.” [9]

It is important to note that the revision process must be completed in three years, so the new edition should be public in 2017 [10].

3. ACCOUNTABILITY OF THE CHANGES OF THE ISO/IEC 17025 REVISION PROCESS

The only change that may be considered official up to date is the new structure of the document to comply with the ISO/CASCO standards format. The other changes remained closed for the public; nevertheless some organizations in the legal, industrial and scientific metrology have openly been discussing some of the possible ones.

3.1. New structure of the standard

The proposed structure is process based and converges with the other 17000 series standards.

3.2. Changes in the requirements

The changes mentioned by some of the metrological organizations such as NCSL [11], BIPM [12], French Agency for Food, Environmental and Occupational Health & Safety (ANSES) [13], PTB [14], NATA [15], EUROLAB [16] among others, are focused in the following topics:

- Sampling and sub-sampling.
- Top management, management systems and management systems function, documentation.
- ISO/IEC 17025 approach, notes, scope, pre/post analysis, bio-security/safety, ISO/IEC 17000, national regulations, product certification.
- Metrological traceability, reference materials, metrological inter-comparison, calibration and uncertainty.
- Vocabulary and terminology, International vocabulary of Metrology (VIM), and bibliography.
- Impartiality, confidentiality, claims, preventive action, outsourced processes, subcontracting.
- Risk, tests and calibrations.
- Information technologies, technology, control data, and information management, computer systems, electronic records/report issue, remote issue of results/reports, software validation, records.
- Personnel competence, quality assurance.

4. DISCUSSION

The uncertainty of the ISO/IEC 17025:2005 revision process, with more than 200 comments worldwide, might be high considering that the previous revisions of the standard did not consider the changes the world was experiencing in the organizations in matters like management systems with system, process and lean approaches, the electronic documentation (Internet) with different means of

communication, and the software development with its impact in the Metrology practice; and therefore the changes in Metrology worldwide, for example the third edition of the International Vocabulary of Metrology.

One possibility for minimizing the uncertainty mentioned above is that ISO/CASCO and ILAC initiate continuous updates possibly similar to the ones in the software management, where antiviruses for example send daily revisions of the antivirus status and the software versions changes according to the actual so fast changing world and the communication means.

5. CONCLUSIONS

The main question relies on whether the ad hoc laboratories competence requirements would be fulfill in the third edition of the standard, on the state of the art management systems, metrology, technology and information technology because of the revision process times and the process itself.

REFERENCES

- [1] ILAC News, Issue 45, April 2014.
- [2] CASCO news, July 2014.
- [3] CASCO Newsletter, November 2014.
- [4] CASCO Newsletter, January 2015.
- [5] CASCO Newsletter, April 2015.
- [6] ISO/CASCO Newsletter, August 2015.
- [7] ISO/CASCO Newsletter, September 2015.
- [8] ISO/CASCO Newsletter, December 2015.
- [9] CALA Newsletter, March 2016.
- [10] NIST OSAC Organization of Scientific Area Committees NEWSLETTER January 2016.
- [11] G. J. O. T., "NCSL International ISO/CASCO Working Group 44".
- [12] BIPM Version 1 "DOCUMENT JCRB-34", September, 2015.
- [13] P. O., Journée de la référence "ANSES: Révision de la norme ISO/CEI 17025", November 2015.
- [14] Vollversammlung für das Mess- und Eichwesen 2015 Physikalisch-Technische Bundesanstalt Braunschweig , 25. November 2015.
- [15] NATA eNews, Issue 162, April 2016.
- [16] EUROLAB NEWSBRIEFING January - March 2015.

CRITERIOS PARA EVALUAR EL DESEMPEÑO DE LOS MEDIDORES DE FLUJO TIPO LINEAL EN LA DETERMINACIÓN DE LA CONFORMIDAD DE LOS SISTEMAS DE MEDICIÓN QUE EMPLEAN UCL

Manuel Antonio Ortiz Montuy Rodríguez, Uriel Inocencio Alegría Rodríguez, Jorge Pérez Vera
CIATEQ A.C.

Av. Del retablo 150, Col. Constituyentes Fovissste, Querétaro, México
manuel.ortizmontuy@ciateq.mx

Resumen: Actualmente la repetibilidad y la linealidad son algunos de los criterios evaluados para determinar la conformidad de los sistemas de medición de hidrocarburos líquidos con medidores de flujo lineal, sin embargo, la linealidad calculada a partir de los factores del medidor que se ingresan a la unidad de control local (UCL), puede llegar a ser insuficiente, debido a que por diversas condiciones, es posible obtener factores del medidor con una relación de linealidad menor a 0.25% y con valores que superan los límites del error máximo permisible establecidos por OIML R117 para un sistema de medición con clase de exactitud de 0.3.

1. INTRODUCCIÓN

Actualmente en México la repetibilidad y linealidad son considerados por los organismos reguladores como los principales criterios para determinar la conformidad de los medidores lineales que emplean unidad de control local (UCL); Aunque la linealidad es ampliamente utilizada y sus definiciones se mencionan en estándares internacionales como API, ISO e ISA, su interpretación suele ser confusa e incluso el cálculo puede llegar a ser complejo.

Se realizó un estudio para determinar el estado metrológico en sistemas de medición con medidores de flujo tipo turbina y desplazamiento positivo utilizados para el llenado y vaciado de contenedores; con la finalidad de conocer y comparar el desempeño de los medidores en un periodo de tiempo aproximado a un año; fue necesario graficar en cartas de desempeño (Meter factor VS Caudal) los factores del medidor (MF) obtenidos de las últimas cuatro calibraciones realizadas a estos sistemas.

El propósito de este trabajo es, justificar el uso del error máximo permisible establecido por OIML R117-1 en conjunto con la repetibilidad y linealidad calculados a partir del Meter factor (MF) como parte de los criterios de aceptación adecuados y necesarios para la evaluación de la conformidad de los sistemas de medición con medidores de flujo lineal que emplean UCL para el cálculo volumétrico.

2.0 DETERMINACIÓN DE LA REPETIBILIDAD Y LA LINEALIDAD

La repetibilidad de un medidor lineal se determina a partir de la siguiente ecuación:

$$\frac{\text{máximoMF} - \text{mínimoMF}}{\text{mínimoMF}} \times 100$$

Esta ecuación aplicada a los factores del medidor (MF) obtenidos de las corridas de calibración.

La ecuación utilizada para calcular la linealidad es la siguiente:

$$\frac{\text{máximoMF} - \text{mínimoMF}}{\text{promedioMF}} \times 100$$

Esta ecuación se aplicó a los factores del medidor (MF) provenientes de los certificados de calibración, debido a que estos resultan más representativos del desempeño del medidor a diferencia de los factores a ingresar a la UCL que se ven afectados por condiciones de reproducibilidad como son (diferentes laboratorios, método de calibración, medidor patrón, personal técnico)

2.1 ERROR MÁXIMO PERMISIBLE

OIML como organismo regulador, en la recomendación 117-1, establece los errores máximos permitidos (EMP) y las condiciones para aplicarlos de acuerdo a la clase de exactitud del sistema, esta clasificación está en función del campo de aplicación y se divide en cuatro grupos (0.3, 0.5, 1.0 y 1.5); para la clase de exactitud de 0.3 (sistemas de medición en tubería recta), el EMP del sistema de medición es de 0.3% y el EMP del elemento de flujo es de 0.2%.

En el estudio realizado se evaluó la conformidad del sistema de medición con el método tradicional (repetibilidad y linealidad del elemento de flujo), sin embargo, se añadió a la carta de desempeño el error máximo permisible del sistema (0.3%), considerando que el factor del medidor relaciona las cantidades

medidas por el elemento bajo calibración y el instrumento de referencia y en su determinación se consideran otras variables de influencia (temperatura y presión).

$$MF = \frac{IV \times CTL_P \times CPL_P \times MF_P}{IV \times CTL_{IBC} \times CPL_{IBC}}$$

2.2 CARTA DE DESEMPEÑO

Para la elaboración de la carta de desempeño se graficaron los factores del medidor obtenidos de la última calibración y tres anteriores, se establecieron límites fijos del error máximo permisible (\pm EMP) y se consideró como valor de referencia el MF 1.0000, (mejor línea recta) el cual es representativo del valor convencionalmente verdadero; se establecieron límites de advertencia superior e inferior (LAS, LAI) y límites de control (LSC, LIC), calculados a partir del promedio de los factores del medidor de la última calibración; se tomó como referencia el valor de linealidad declarado por los fabricantes de los medidores (\pm 0.15%) y el valor típico declarado en la normatividad (\pm 0.25%), para los límites de advertencia y control respectivamente.

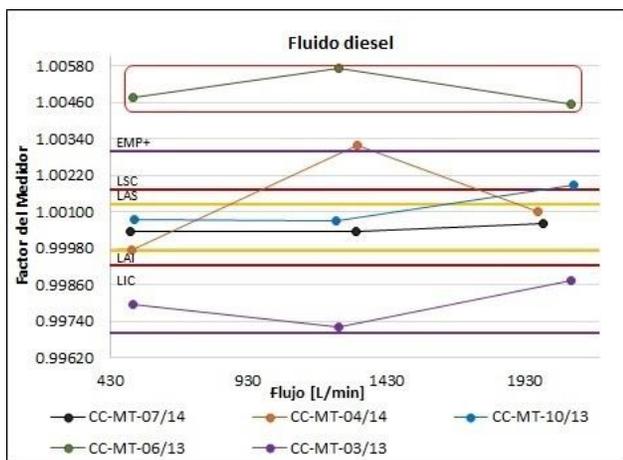


Fig. 1 Carta de desempeño del medidor tipo turbina

3. RESULTADOS

El análisis gráfico de los factores del medidor en las cartas de desempeño permitió conocer el desempeño de los sistema de medición en el periodo de estudio, y en algunos casos se comprobó que a pesar de tener factores del medidor con una repetibilidad y linealidad dentro de los límites establecidos, hubieron factores del medidor que superaron hasta en dos o más periodos consecutivos de calibración los límites del EMP, al no tener considerado el error máximo permisible dentro de los

criterios de aceptación, se corre el riesgo de dar por valido el desempeño del medidor aun cuando este no cumple con la parte de obtener una medición confiable.

4. DISCUSIÓN

La repetibilidad es un indicativo de la precisión del sistema de medición, así mismo como criterio de aceptación la linealidad evalúa el estado del medidor de flujo y de las condiciones de operación en las que se realiza la medición, sin embargo, no son por si solos determinantes en la conformidad de un sistema de medición. La ventaja de aplicar el criterio del error máximo permisible, en una carta de desempeño es que nos permite de manera inmediata observar cuando se están realizando mediciones que aunque son precisas y lineales carecen de la veracidad necesaria para ser consideradas como exactas.

5. CONCLUSIONES

La linealidad en sistemas de medición que implementen unidades de control local (UCL) para cuantificar el volumen, debería ser evaluada utilizando los Factores del Medidor (MF) y no los Factores a Ingresar, los cuales son susceptibles a la influencia de las condiciones de reproducibilidad.

Los factores del medidor (MF) observados en las cartas de desempeño fuera del área de conformidad del error máximo permisible (EMP) se originan por la combinación del método de ajuste empleados por las UCL'S (linealización) más la influencia de las condiciones de reproducibilidad procedentes de los factores a Ingresar a la UCL.

Es conveniente la aplicación de cartas de desempeño empleando la repetibilidad, la linealidad y error máximo permisible para determinar la conformidad de sistemas de medición que emplean UCL.

REFERENCIAS

- [1] International Organization of Legal Metrology, OIML R 117-1. Ed. 2007. Pp 20
- [2] API MPMS, Chapter 4, section 8, "Operation of Proving Systems". Ed. 1995, R. 2007.
- [3] API MPMS, Chapter 5, Section 2, "Measurement of Liquid Hydrocarbons by Displacement Meters", Ed. 2005.
- [4] API MPMS, Chapter 5, Section 3. "Measurement of Liquid Hydrocarbons by Turbine Meters", Ed. 2005, AD. 2009.

METROLOGÍA PARA LA MEJORA DE LA PRODUCTIVIDAD: LA ECONOMÍA DE LAS MILÉSIMAS

Salvador Echeverría-Villagómez¹, Luis Zambrano-Valencia²,
Adriana Fernanda Rincón², Luz Adriana Castellón²

¹Centro Nacional de Metrología
El Marqués, Querétaro, México
saleche@cenam.mx

²CIM Global Metric-Grupo Zambrano
Barranquilla, Atlántico, Colombia
gerencia@globalmetric.org

Resumen: El auge de la globalización y la creciente demanda de mejores tecnologías obligan a las compañías a plantear diferentes estrategias para ser más productivos. Se ha demostrado que con la maximización de los recursos y/o minimización de las pérdidas se alcanzará un nivel que satisfaga las necesidades de los clientes, manteniendo la competitividad de la organización. No hay mejoramiento de la eficiencia sin aumento en el conocimiento del proceso y las mediciones son la base para la construcción de dicho conocimiento. En el presente artículo se muestra el desarrollo de una metodología que incide en la productividad industrial a partir de la cuantificación de impactos económicos provocados por el mejoramiento de las condiciones de operación, la calidad e idoneidad de las mediciones.

1. INTRODUCCIÓN

Toda organización empresarial tiene como fin satisfacer necesidades predeterminadas por el mercado. Sin embargo, es importante resaltar que dicho desarrollo va encaminado a la generación de utilidades, la cual se ve afectada si en la ejecución existen procesos ineficientes. Si no se logran alcanzar niveles óptimos de operación, las empresas se ven obligadas a participar en el rediseño de los sistemas de producción, los cuales impactan directamente la competitividad de la organización. El objetivo se logra minimizando pérdidas y/o maximizando el aprovechamiento de los recursos.

Para que las mejoras sean cuantificables y sostenibles en el tiempo, se hace necesario buscar soluciones más profundas que implican llevar el conocimiento que se tiene de los procesos a un siguiente nivel. Se presenta una metodología basada en el cálculo del impacto de la calidad de las mediciones (incertidumbre, sesgo y tolerancia) y sus correspondientes procesos de optimización o reingeniería.

2. METODOLOGÍA: LA ECONOMÍA DE LAS MILÉSIMAS

El Centro de Investigaciones Metroológicas Global Metric, con el apoyo de instituciones gubernamentales, como COLCIENCIAS (Colombia) y CENAM (México), junto con un equipo multidisciplinario de investigadores, desarrolló una metodología enfocada en la eficiencia operacional

que conecta las variables de ingeniería propias del sistema productivo con su variable económica más representativa. Ésta consta de ocho etapas, donde se disponen de diferentes estrategias para interconectar la información característica de los procesos, tales como las variables medidas, especificaciones de las condiciones de operación y de calidad del producto, indicadores de desempeño, consumos asociados a la producción, variabilidad en cantidad de los insumos y posibles fugas de rentabilidad en las operaciones, entre otros.

Dicha información servirá de insumo a la Herramienta metodológica generada por esta investigación, en la cual se establecen óptimos y se calculan los impactos económicos provocados por el mejoramiento de: a) las condiciones de operación de las variables de ingeniería, donde se tienen en cuenta el valor de la incertidumbre en las mediciones b) la calidad de las mediciones y c) idoneidad de las mediciones sobre un proceso productivo.

A partir de estos resultados, se establecen proyectos de inversión, los cuales no solo intervienen los procesos llevándolos a un punto de producción óptimo, sino que determinan el grado de confiabilidad de las mediciones y la posibles mejoras de los mismos, convirtiéndose en un factor determinante para el aseguramiento de la calidad de los productos ofrecidos por una industria y por ende, de su rentabilidad.

3. RESULTADOS

A partir de la investigación desarrollada por los autores, se obtiene la primera herramienta metodológica que, usando simulaciones, integra modelos matemáticos del proceso, modelos de incertidumbre de las mediciones y modelos económicos, con lo cual se permite detectar variabilidad en el proceso derivado del sistema de mediciones actual, identificando las posibles fuentes, cuantifica el nivel de incertidumbre propagado por las mismas y estima el valor económico que representa el grado de incertidumbre generado.

Está compuesta por un modelo de 4 capas (FLM, por sus siglas en inglés), el cual ha sido desarrollado como una herramienta modular con los siguientes niveles:

1. Engineering – Especificaciones de operación.
2. Manufacturing – Variables de proceso.
3. Measurement – Parámetros de incertidumbre.
4. Management- Indicadores económicos.

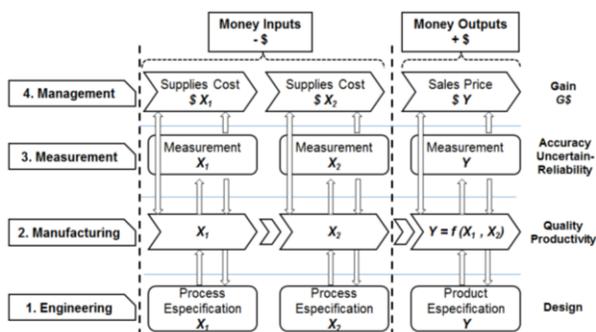


Fig. 1. Modelo de cuatro capas FLM = EM³ [1].

4. DISCUSIÓN

No es nuevo que las organizaciones busquen mejorar, reducir costos y ser más eficientes; existen empresas consultoras expertas y diversas herramientas que están disponibles y al alcance de cualquier empresa. Dichas herramientas, especialmente las enfocadas en la eficiencia operacional de los sistemas, entregan al cliente como resultado el potencial de mejora a través de la intervención de los procesos llevándolos a un punto de producción óptimo, pero en muchos estudios de caso se ha establecido que los niveles de eficiencia que se pueden alcanzar podrían ser mayores a los que se obtuvieron.

Teniendo en cuenta lo anterior, se hace necesario diseñar estrategias en pro de la eficiencia operacional más profundas y duraderas, y la única manera de alcanzar éste propósito es llevando el

conocimiento que se tiene de los procesos a un siguiente nivel. Para ir un paso más adelante, se debe evolucionar en las metodologías existentes y ahondar en el establecimiento de nuevas estrategias de mejora, a partir de la cuantificación de impactos económicos provocados por el ajuste óptimo de las condiciones de operación, la calidad e idoneidad de las mediciones.

5. CONCLUSIONES

No hay mejoramiento de la eficiencia sin aumento en el conocimiento del proceso y las mediciones son la base para la construcción objetiva y explícita de dicho conocimiento. A partir de la implementación de la metodología y la herramienta se definen las estrategias para lograr los cambios en el desempeño del sistema productivo. Finalmente, se obtienen el conocimiento a fondo del proceso y una cartera de oportunidades de mejora teniendo en cuenta los impactos operacionales y financieros generados, así como la inversión requerida para disminuir fugas de rentabilidad, incertidumbre de las mediciones e idoneidad de las mismas. Además, sintoniza el lenguaje técnico y el gerencial y permite conectar a los indicadores de ingeniería de la línea de producción con los Indicadores Claves de Desempeño (KPI) de la empresa.

Está dirigida a empresas que:

- Tienen un buen desempeño en su eficiencia operacional, pero tienen potencial para mejora de su competitividad.
- No tienen un desempeño operacional satisfactorio y requieren mejorarlo.
- Tienen un problema específico en sus procesos y requieren conocer las pérdidas económicas originadas no solo por la ejecución de sus procesos sino por la calidad e idoneidad de los proceso de medición.

REFERENCIAS

[1] Echeverría, S.; Zambrano, L., et al. (2016). "Uncertainty score card with economic estimations", NCSLI Workshop & Symposium July 2016, Saint Paul, Minnesota, USA.

[2] Echeverría, S.; Zambrano, L., et al (2015). "Metrology investment projects for process effectiveness", NCSLI Workshop @ Symposium, July 2015, Grapeville, TX, USA.

EXPERIMENTAL CHARACTERIZATION OF MACRO FIBER COMPOSITE SENSORS FOR CYLINDRICAL GUIDED WAVE GENERATION

Erick Rojas¹, Arturo Baltazar²

^{1,2}Robotics and Advanced Manufacturing Program. CINVESTAV –Unidad Saltillo. Ramos Arizpe, Coahuila, 25903, México

¹05.erickrojas@gmail.com, ² Corresponding author: arturo.baltazar@cinvestav.edu.mx

Abstract: Ultrasonic structural health monitoring of in-operation engineering structures demands the development of new sensors that easily can adapt, have high sensitivity, are low energy demanding and have low cost. Macro Fiber Composite (MFC) sensors are made of piezo ceramic rods and can provide in-plane and out-of-plane displacement which makes them appropriate for guided ultrasonic generation and sensing. In this work, we present a study for the experimental characterization of MFC sensors for the generation of cylindrical waves, which have a potential application for damage detection in pipeline structures. The comparison is carried out in time and time-frequency domain analysis. Preliminary results show that MFC sensors at low frequencies are capable of generating cylindrical guided waves, also it was possible to identify the in-plane and out-of-plane displacements of propagated cylindrical modes.

1. INTRODUCTION

The need for a continuous monitoring of engineering structures has led to research and development of new sensor technologies that could be used for early damage detection [1]. It includes optimizing their: size, power requirements, weight, robustness and adaptability to complex geometries of current commercially available sensors [3].

Recently NASA Langley Research Centre developed a new type of flexible sensor based on composite material, Macro Fiber Composite (MFC) sensors. These sensors can be used as sensor and actuator at a lowered cost than typical piezoelectric transducers (PZT). They also require in some cases low power consumption and are easily adaptable to the shape of the testing structure. The MFC sensors have been studied for guided wave generation of Lamb waves or plate waves [4]. However, more work to characterize directionality, mode generation and sensing sensitivity is still needed.

The aim of this work is to experimentally characterize a MFC sensor for the generation of cylindrical guided waves. The objectives are 1) to identify vibration modes generated by MFC in a cylindrical structure; 2) to determine in-plane and out-of-plane displacement sensitivity; 3) to study the directionality of MFC response.

2. MFC SENSOR DESCRIPTION

A basic structure of an MFC sensor is shown in Figure 1. It is formed by rectangular piezoceramic fibers locked in an epoxy matrix and sandwiched between two arrays of integrated electrodes. An electric field is generated by the electrode pattern on polyimide film on the top and bottom of the MFC sandwiched sensor

to generate in-plane and out-of-plane displacements depending on the polarization direction of the fibers and the electrodes polarization.

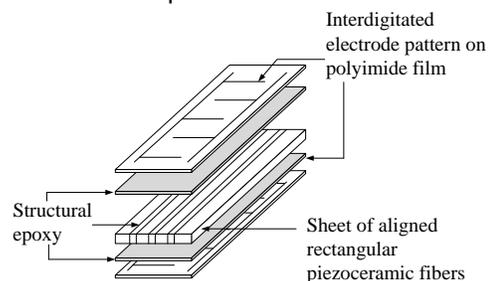


Fig. 3. Scheme of a typical MFC sensor.

Here, MFC sensors for generation of cylindrical guided waves are studied. There are three different cylindrical modes that can be generated: longitudinal, torsional and flexural [4](Figure 2a). As the ratio wavelength/ diameter of the cylinder gets smaller modes converge to Lamb wave modes. Both type of guided waves propagate along the structure and can be dispersive (phase velocity is frequency dependent).

3. EXPERIMENTS DESCRIPTION

Experiments were carried out on an A-36 steel pipe (48.2 mm outer diameter and 2.3 on wall thickness). MFC sensor was attached to the cylinder's exterior surface with double sided tape. The distance between sensors was 5.3 m. Figure 3 shows MFC and PZT-SH placed on the test cylinder. A five cycles tone burst with frequencies between 50 and 100 kHz, was excited with a function generator, and amplified with a power amplifier. The signals were gathered using a broadband receiver as shown in Figure 3. In this

range of frequencies the cylindrical modes are not overlapped and that helps to experimentally identify the vibration modes.

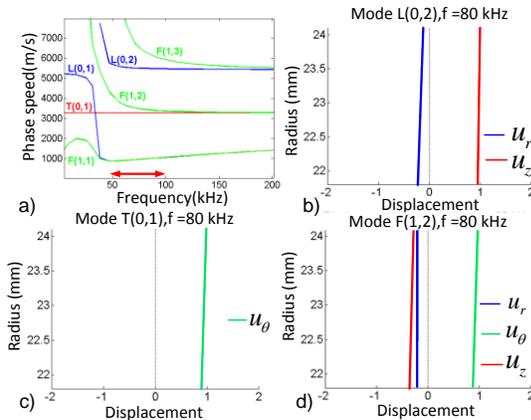


Fig. 4. a) Cylindrical phase velocity dispersion curves. Red arrow indicates frequency range used in the experiments; Normalized displacements on the pipe wall thickness for b) L(0,2), c) T(0,1) and d) F(0,2) at 80 kHz.

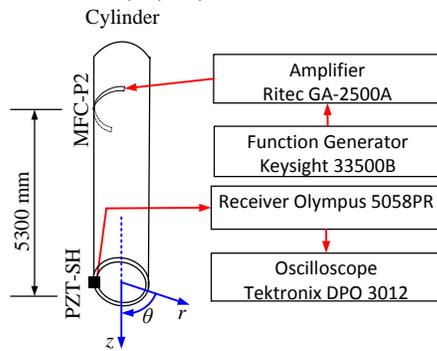


Fig. 5. Experimental set up scheme.

4. RESULTS AND DISCUSSION

Figure 4 shows MFC directionality on an aluminum plate of in-plane displacements for Lamb waves S0 mode.

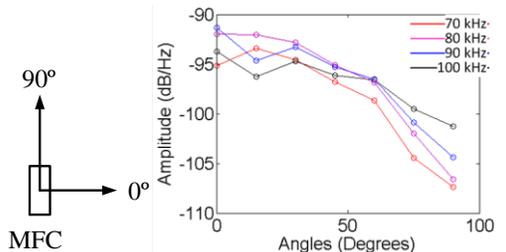


Fig. 6. MFC directionality amplitudes correspond to S0 mode in aluminum plate. Scheme at left side of graphic indicates MFC position during tests.

A larger sensitivity was found in the 0° direction. Figure 5 shows a time domain signal and its

corresponding time-frequency description of T(0,1), L(0,2) and F(1,2) modes was identified. The in-plane or θ displacements (Figure 2c and d) of the modes were detected by the PZT-SH. On the other hand, L(0, 2) exhibits a low amplitude because it is mostly formed by out-of-plane displacements (Figure 2b).

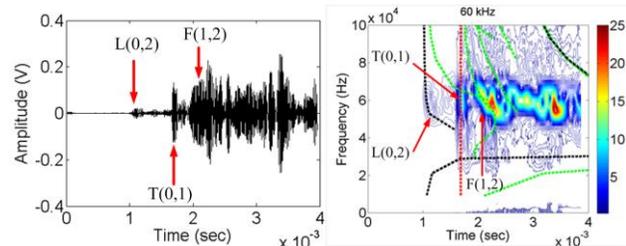


Fig. 7. T(0,1), L(0,2) and F(1,2) generated by the MFC sensor. Dashed lines are theoretical group velocity curves.

5. CONCLUSIONS

The directionality of a MFC sensor was determined experimentally. It was found that MFC sensors are capable of generating cylindrical waves that are identified with theoretical dispersive curves in the time-frequency domain. The future work focuses on the development of algorithms that can filter specific cylindrical modes to aid in the detection of hidden damage.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors thank CONACYT for providing financial support for Erick Rojas enrolled in the Ph.D. program at Cinvestav.

REFERENCES

- [1] E. Rojas and A. Baltazar, "Structural Health Monitoring Method Based on the Entropy of an Ultrasonic Sensor Network for a Plate-like Structure," Review of Progress in Quantitative Non Destructive Evaluation, 2014.
- [2] E. Rojas, A. Baltazar and K. Loh , "Damage detection using the signal entropy of an ultrasonic sensor network," Smart Materials and Structures, 2015.
- [3] R. Gang, D. Yun, H. Seo, M. Song and K.-Y. Jhang, "Feasibility of MFC (Macro-Fiber Composite) Transducers for Guided Wave Technique," Journal of the Korean Society for Nondestructive Testing, vol. 33, no. 3, pp. 264-269, 2013.
- [4] J. L. Rose, Ultrasonic waves in solid media, First ed., Cambridge: Cambridge University Press, 1999.

EVALUACIÓN DIMENSIONAL MEDIANTE TOMOGRAFIA COMPUTARIZADA EN UNA PIEZA DE RESINA COMPUESTA

S. Ontiveros Zepeda¹, J. Yagüe Fabra², R. Jiménez Pacheco³, D. Acosta Higuera⁴

¹Dpto. de Ingeniería Industrial. Universidad Autónoma de Baja California.

²Dpto. de Ingeniería de Diseño y Fabricación. Universidad de Zaragoza.

³Centro Universitario de la Defensa.

⁴Dpto. de Ingeniería de Diseño y Fabricación. Universidad de Zaragoza.

Boulevard Universidad 1 San Fernando, 21460 Tecate, Baja California México.

(01 665) 654 33 40 - sinue.ontiveros@uabc.edu.mx

Resumen: La Tomografía Computarizada (TC) es una tecnología que cada vez es más utilizada en aplicaciones metrologías. Sin embargo, tiene numerosos y complejos factores de influencia que afectan la precisión de las mediciones. Dos de los más importantes, por tener gran impacto directo en las mediciones finales, son la determinación del umbral y el cálculo del factor de escala. En esta investigación se ha planteado como objetivo principal evaluar la precisión de las mediciones en una pieza de resina compuesta. Basado en el análisis de los resultados, se ha demostrado que los métodos utilizados mejoran de manera significativa la precisión.

1. INTRODUCCIÓN

La Tomografía Computarizada (TC) es una tecnología que cada vez es más utilizada en aplicaciones metrologías. Debido a sus características, la TC se convierte en la única tecnología disponible para llevar a cabo análisis dimensional de geometrías internas o sin accesibilidad sin la necesidad de destruir o seccionar una pieza de trabajo. Sin embargo, tiene numerosos y complejos factores de influencia que afectan la precisión de las mediciones. Además, no cuenta con procedimientos de medición y de cálculo de las incertidumbres estandarizados.

Dentro de los numerosos factores de influencia, dos de los más importantes, por tener gran impacto directo en las mediciones finales, son la determinación del umbral y el cálculo del factor de escala.

Existen algunos trabajos en los que se han llevado a cabo calibraciones de valor de umbral para materiales específicos [1], tal y como ocurre en el área de medicina con el cuerpo humano. Sin embargo, esto es prácticamente imposible en la industria debido a la precisión exigida y a la gran variedad de materiales y geometrías que existen.

En esta investigación se plantea como objetivo principal evaluar la precisión de las mediciones en una pieza de resina compuesta. Para fines de este estudio se ha utilizado una máquina de TC no especializada en aplicaciones metrologías con una

fente de haz cónico. Por esta razón se han utilizado métodos para determinar de forma precisa el valor de umbral y para realizar una eficaz corrección del factor de escala.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Sistema de Tomografía Computarizada

Es un sistema de Micro-TC de haz cónico de la marca General Electric que no está específicamente diseñado para aplicaciones metrologías. Cuenta con una fuente de rayos X que tiene un rango de potencia que va desde 50 hasta 90kV, una resolución (tamaño de pixel mínimo) de 8 μ m y un volumen de trabajo cilíndrico de 44mm de diámetro por 56mm de altura. En la Tabla 1 se presentan los parámetros de exploración para la pieza de trabajo.

Parámetro	Ajuste
Voltaje	45kV
Corriente	120 μ A
Ángulo de incremento	0,4 grad.
Tamaño de vóxel	47 μ m

Tabla. 1. Parámetros de exploración.

2.2. Pieza de trabajo

La pieza consiste en un patrón ranurado. Está fabricado de una resina compuesta que es utilizado

en aplicaciones dentales (Figura 1). En esta pieza se han verificado las siguientes dimensiones: La distancia entre cada una de las ranuras (R) y la distancia entre cada almenar (A). Cada ranura y almenar tiene una distancia nominal de 2mm. Esta pieza fue calibrada utilizando una máquina de medir por coordenadas de la marca Carl Zeiss, que tiene volumen de medición de 850mm x 700mm x 600mm, una resolución de 0,1µm y un MEP longitudinal de 2,30µm + (L/300)µm (L en mm).

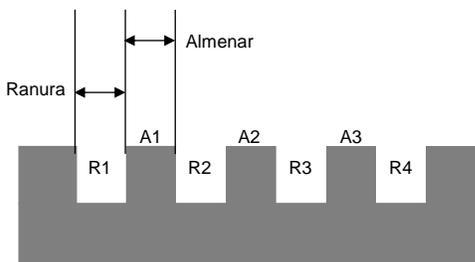


Fig. 1. Pieza de trabajo.

3. RESULTADOS

Los procedimientos utilizados para realizar la determinación del umbral y para la corrección del factor de escala se explican a detalle en [2]. En la Tabla 2 se muestran los resultados obtenidos del cálculo de la desviación de la medición con respecto a la referencia antes y después de la corrección para la dimensión de la ranura (R) de la pieza patrón 3. Se puede observar que la desviación máxima absoluta antes de la corrección es de alrededor de 149µm y después de la corrección es de 6,8µm, mientras que el porcentaje máximo de la desviación con respecto a la dimensión antes de la corrección es del 7,51% y después de la corrección es del 0,34%.

Ranura	Desviaciones respecto a ref. antes de corrección		Desviaciones respecto a ref. después de corrección	
	(µm)	(%)	(µm)	(%)
R1	-36,0	1,81	6,8	0,34
R2	32,4	1,63	3,6	0,18
R3	90,6	4,57	5,5	0,28
R4	149	7,51	2,5	0,13

Tabla. 2. Resultados Ranura.

En la Tabla 3 se muestran los resultados obtenidos del cálculo de la desviación de la medición para la dimensión del almenar (A). Se puede observar que la

desviación máxima absoluta y el porcentaje de desviación con respecto a la dimensión de referencia disminuyen significativamente de 534µm a -4,0µm y del 27,05% al 0,20% respectivamente.

Almenar	Desviaciones respecto a ref. antes de corrección		Desviaciones respecto a ref. después de corrección	
	(µm)	(%)	(µm)	(%)
A1	534	27,05	-3,3	0,17
A2	473	23,98	-4,0	0,20
A3	411	20,83	-0,8	0,04

Tabla. 3. Resultados Almenar.

4. DISCUSION

Se ha demostrado que los métodos de corrección de factor de escala y de determinación del umbral basados en el método del umbral local mejoran de manera significativa la precisión de las mediciones en una pieza de trabajo con las características de la utilizada en este trabajo.

5. CONCLUSIONES

Se ha demostrado que un sistema no especializado en aplicaciones metrologías puede ser utilizado para estos fines, siempre y cuando se utilicen métodos de determinación de umbral y corrección de factor de escala pertinentes.

REFERENCIAS

[1] M. Haitham, Y. Ohtake, H. Suzuki. Segmentation of multi-material CT data of mechanical parts for extracting boundary surfaces. Computer-Aided Design, Vol. 42/2, pag. 118–128, 2010.

[2] R. Jiménez, S. Ontiveros, S. Carmignato, J.A. Yagüe-Fabra. Fundamental correction strategies for accuracy improvement of dimensional measurements obtained from a conventional micro-CT cone beam machine. CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology, CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology, Vol. 6-2, pag.143–148, 2013.

ESTUDIO DEL FENÓMENO FÍSICO DEL RECHINIDO EN LOS DISCOS DE FRENOS

Aldo A.G.G., Guillermo S.P., Mauricio R.A., Ángel I.G.G., Lisbeth H.L., Antonio L., Roberto A.P.U.
 Centro Nacional de Metrología
 algarcia@cenam.mx

Resumen: Desde el comienzo del uso del freno de disco en automóviles, se ha hecho un considerable número de investigaciones alrededor de todo el mundo dirigidas a comprender las causas que generan el ruido del frenado para poder brindar a los conductores estabilidad y confianza a la hora de utilizar un vehículo. Se muestra el inicio del estudio del fenómeno que parte del análisis experimental en disco de freno.

1. INTRODUCCIÓN

Se Implementa un método experimental que permita caracterizar al disco de frenos obteniendo sus frecuencias naturales y modos de vibración.

2. FASE 1

La instrumentación para obtener la función de respuesta a la frecuencia (FRF) se observa en la Figura 1, donde la fuente de excitación puede ser con un excitador de vibraciones o martillo de impacto y la respuesta ser medida con un acelerómetro piezo-eléctrico o un vibrómetro laser junto con un transductor de fuerza.

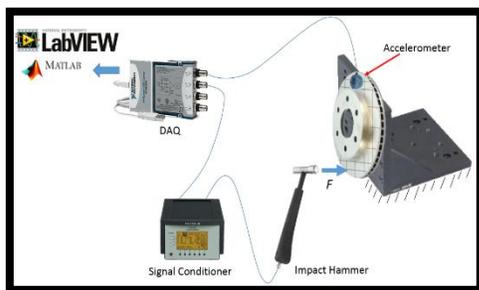


Fig.1. Proceso para obtener la función de la respuesta a la frecuencia.

La configuración del sistema consiste de un martillo de impacto tipo 8202 de Brüel & Kjaer (B&K) con una punta con intervalo de fuerza de 300 N a 1000 N sin masa adicional el cual posee una sensibilidad de carga por unidad de fuerza de 4 pC/N, el cual utilizando un acondicionador de señales se obtienen 10 mV/N. El acelerómetro que registra la respuesta modelo 4519-001 de B&K posee una sensibilidad de 100 mV/g donde g es la unidad de aceleración (aprox. 9.81 m/s²).

La metodología empleando el martillo de impactos requiere hacer una división cuadrícula sobre la

superficie del disco como se muestra en la figura 2. Para realizar el impacto en las intersecciones de las líneas o nodos y así registrar la respuesta ante el impacto tanto de acelerómetro como de transductor de fuerza. Se tienen 28 puntos en total distribuidos en el disco, incluyendo uno donde se monta el acelerómetro, por lo tanto habrá 27 mediciones hechas con el martillo de impacto.



Fig. 2. Disco de frenos con mallado y el montaje de un acelerómetro en condición libre.

La forma del impacto con el martillo debería ser aproximada a la función delta de Dirac $[\delta(x)]$ donde tiende a infinito cuando $x = 0$ y para cualquier otro punto es cero, la razón de esto es que la transformada de Fourier de $\delta(x)$ es uno, lo que significa que este posee un valor constante para todas las frecuencias, y significa que cuando una fuerza $\delta(x)$ es aplicada el sistema impactado se excita en todas las frecuencias, en la realidad esto no sucede y menos proviniendo el impacto de un ser humano, a partir de esto el impacto dura un cierto tiempo, en donde el comportamiento se aproxima al de una señal rectangular $[\Pi(x)]$ con una duración aproximada de 500 micro segundos, siendo su transformada de Fourier de la función sinc (f) la cual queda definida en la ecuación 1.

$$\text{sinc}(f) = \begin{cases} 1 & \text{para } f = 0 \\ \frac{\sin(\pi f)}{\pi f} & \text{para } f \neq 0 \end{cases} \quad (1)$$

Donde la magnitud es $[\text{sinc}(f)]^2$ y se representa en la figura 3.

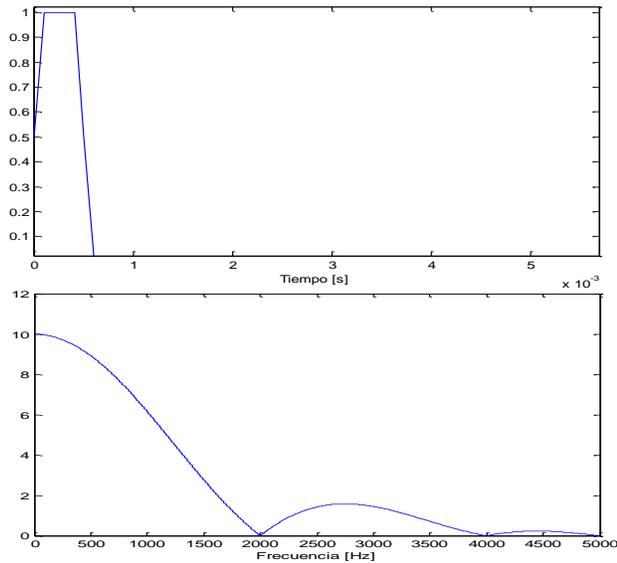


Fig. 3. Señal rectangular en el dominio del tiempo y la frecuencia.

La magnitud de la señal en frecuencia es una señal senoidal cuadrada donde el valor pico de la magnitud decrece mientras incrementa la frecuencia por lo que si se quisiera excitar frecuencias más altas el impacto debería realizarse con otro tipo de punta mas rígida, con mayor fuerza o ambas.

Procesando la señal del martillo y la del acelerómetro se obtienen la siguiente figura 4.

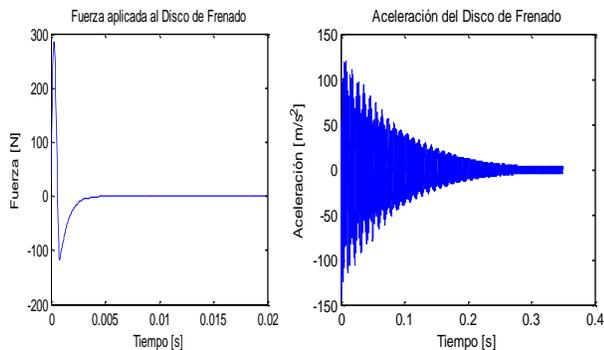


Fig.4. Fuerza aplicada al disco y su aceleración.

Se observa una señal casi cuadrada en la fuerza con esquinas curvas y se atenúa en la parte negativa, en la respuesta de la aceleración se aprecia una función senoidal la cual oscila y se atenúa. La respuesta a la frecuencia de la fuerza aplicada parece a la función $\text{sinc}(f)$, mientras que para la aceleración se tienen muchos picos, se puede apreciar una gran magnitud en la frecuencia de 757 Hz figura 5.

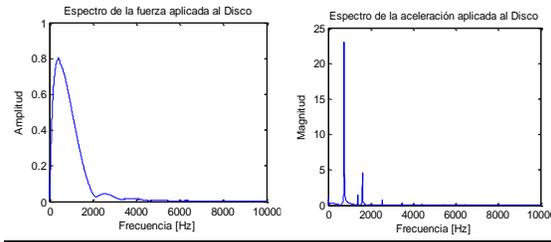


Fig.5. Magnitud de la transformada de Fourier de la fuerza aplicada al disco y la aceleración.

Después se procede a obtener la función (FRF) de la respuesta a la frecuencia utilizando las transformadas de Fourier de la entrada como la salida, y así identificar los parámetros modales tales como frecuencias naturales, la razón de amortiguamiento y las formas modales. La FRF es obtenida a través de una división compleja de la señal FFT del acelerómetro entre la FTT de la señal del martillo y al cual se le denomina acelerancia. Realizando el mismo procedimiento para los 27 puntos se obtuvo lo siguiente.

3. RESULTADOS

Modo	Frecuencia Natural(Hz)	Varianza
1	759.8	0.559895
2	1618.7	2.015621
3	2543.5	8.062484
4	3488.7	14.19893
5	4446.7	6.651562
6	5419.7	11.68892

4. CONCLUSIONES

La metodología presentada ayudó como base a la caracterización de discos de frenos, y se plantea la utilización de elemento finito para comparar resultados de manera simulada.

REFERENCIAS

[1] Ambekar, A. G. Mechanical Vibrations and Noise Engineering. Nueva Delhi; Prentice Hall de India. Cap 1. 2006.

[2] Schroth, R., Hoffmann, N. Swift, R. Mechanism of brake squeal – from theory to experimentally measured mode coupling. Germany, United States; Robert Bosch GmbH, Corporate Research and Development & Robert Bosch Corporation, Chassis Division. 2003.

PROCEDIMIENTO DE MEDICIÓN PARA APLICACIÓN DE UN EQUIPO ÓPTICO DE LUZ BLANCA EN EL SECTOR AUTOMOTRIZ

Julieta Tiscareño^(1,2), Jorge Santolaria⁽²⁾, José A. Albajez⁽²⁾, Agustín Brau⁽¹⁾, Margarita Valenzuela⁽¹⁾

⁽¹⁾Universidad de Sonora, Departamento de Ingeniería Industrial, Rosales y Blvd. Luis Encinas S/N, C.P. 83000, Hermosillo, Sonora, México.

⁽²⁾Escuela de Ingeniería y Arquitectura, Universidad de Zaragoza, Departamento de Ingeniería de Diseño y Fabricación, Calle María de Luna 3, C.P. 50018, Zaragoza, España.

Tel: (662) 189 16 10. Email: julietatiscare@gmail.com

Resumen: En este trabajo se presenta el desarrollo de un procedimiento específico para un equipo de medición óptica de proyección de luz blanca a partir de un procedimiento general de análisis de sistemas de medida utilizado en el sector automotriz, Manual de Referencia de MSA-4, tomando en cuenta la reciente normativa internacional existente para la verificación de este tipo de equipos. Se analizaron tres documentos, de los cuales se realizaron los ensayos definidos en ellos, con el fin de conocer el grado de integración posible entre los ensayos propuestos en ellos.

1. INTRODUCCIÓN

Los retos derivados de la producción a gran escala y con alta calidad, requieren de sistemas cada día más avanzados en medición de errores y los sistemas ópticos de metrología adquieren mayor importancia, especialmente en el sector automotriz.

Debido a que estos equipos de medición son relativamente nuevos y se cuenta con normas muy generales, el principal objetivo consiste en desarrollar un procedimiento específico para un equipo de medición óptica de proyección de luz blanca a partir de un procedimiento general de análisis de sistemas de medida utilizado en el sector de automotriz, Manual de Referencia de MSA-4, tomando en cuenta la reciente normativa internacional existente para la verificación de este tipo de equipos, Recomendación técnica VDI/VDE 2634 y Norma ISO 10360-8:2013. Se analizaron sólo los ensayos aplicables al equipo utilizado para validar el procedimiento propuesto, escáner 3D de luz blanca estructurada *SIDIO Pro* de nub3d.

2. PROCEDIMIENTO PROPUESTO

El conjunto global de procedimientos estadísticos empleados en el Manual de Referencia de MSA-4 se dividen en cuatro grupos, 1) Determinación de la estabilidad: Gráficas de control \bar{X} & R , 2) Determinación del sesgo: Método de muestras independientes, 3) Determinación de la linealidad: Gráfica de linealidad y 4) Determinación de la repetibilidad y reproducibilidad: Método de ANOVA.

En cada uno de ellos se realizó el método sugerido [1] y se analizaron los tres tipos principales de errores

que abordan las normativas internacionales, esferas, planos y longitudes, con los patrones y orientaciones especificados en ellas [2] [3].

2.1. Determinación de la estabilidad

En los tres tipos de error de medida que se analizaron se debe medir como mínimo 3 veces el patrón correspondiente y representar las medidas en gráficas de control \bar{X} & R .

2.2. Determinación del sesgo

En los tres tipos de error de medida que se analizaron se debe medir 10 veces el patrón correspondiente.

2.3. Determinación de la linealidad

Esta determinación sólo es aplicable a la medida del error de longitudes especificado en la norma ISO 10360-8:2013 ya que evalúa la diferencia de sesgos sobre el rango de medición. Para ellos se utilizó el patrón anteriormente especificado y las diez medidas se deberán realizar de acuerdo con las orientaciones especificadas en la norma, más tres arbitrarias.

2.4. Determinación de la repetibilidad y reproducibilidad

Se utilizaron las mediciones realizadas en el apartado 2.2, a su vez otro evaluador las repitió, obteniendo los valores de $n=5$, $k=2$ y $r=2$.

3. RESULTADOS

En la determinación de la estabilidad se obtuvo que el equipo es estable para los tres tipos de error de medida analizados. En la Figura 1 se muestran las gráficas obtenidas en el caso de esferas.

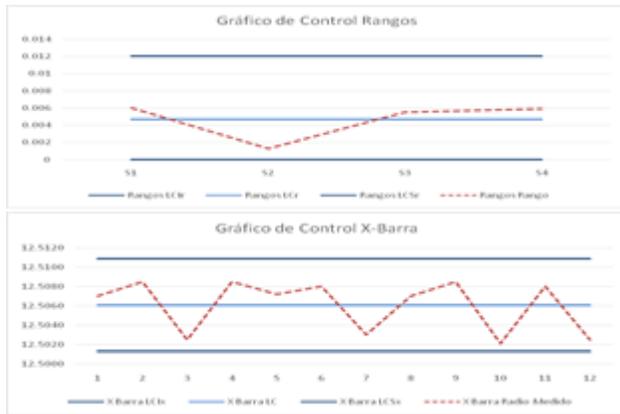


Figura 1. Gráfico de control X-barra (superior) y Gráfico de control Rangos.

En la determinación del sesgo se obtuvieron resultados satisfactorios en el caso de las esferas, que se muestran en la Figura 2.

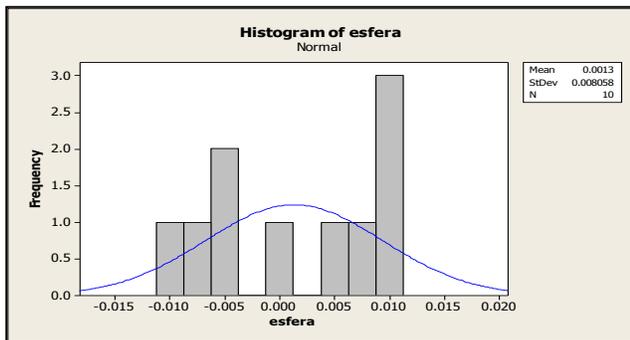


Figura 2. Histograma de esferas.

En la determinación de la linealidad, se obtuvo una recta ajustada similar a la recta de "Sesgo 0", Figura 3, determinando que el equipo cumple con la linealidad en este tipo de medidas.

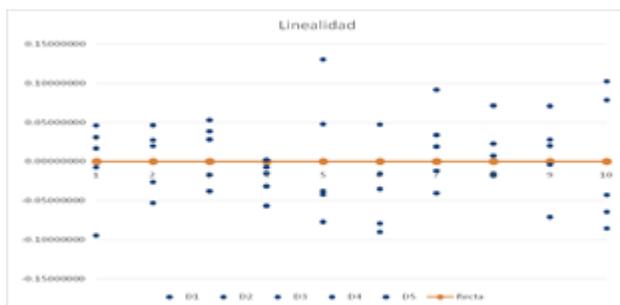


Figura 3. Linealidad.

En la determinación de la repetibilidad y reproducibilidad se concluyó que la interacción no era significativa para ninguno de los tres tipos de error que se analizaron. En la Figura 3 se muestra la gráfica obtenida en el caso de esferas.

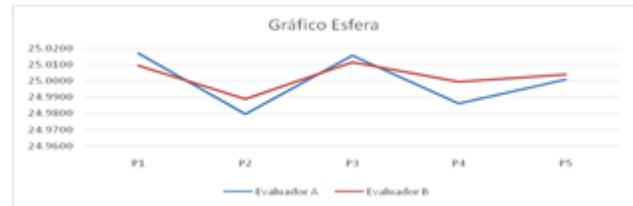


Figura 3. Repetibilidad y reproducibilidad esferas.

4. DISCUSIÓN

La aplicación del procedimiento propuesto brinda al sector automotriz mayor seguridad a los procesos de gestión de calidad mediante un procedimiento específico para este tipo de equipos, a partir de uno general utilizado en el sector (MSA 4).

5. CONCLUSIONES

Al aplicar el procedimiento propuesto se cumple totalmente con la recomendación técnica VDI/VDE 2634-2. De forma inversa es necesario contar con los datos de las mediciones realizadas e incluir medidas adicionales, tres en el caso de longitudes y cinco en el de planos, para realizar únicamente la determinación del sesgo.

En el caso de la norma ISO 10360-8:2013, al realizar tres repeticiones del procedimiento, se tendrían los datos necesarios para realizar los cálculos especificados en la misma y cumplir totalmente con ella. De forma inversa, teniendo el informe de calibración basado en la norma ISO, sólo se tendrían datos suficientes para realizar la determinación de la linealidad.

REFERENCIAS

- [1] Chrysler Group LLC, Ford Motor Company, General Motors Corporation: Manual de Referencia de MSA-4 (Análisis de Sistemas de Medición). 2010
- [2] Verein Deutscher Ingenieure e. V.: Recomendación técnica VDI/VDE 2634. Düsseldorf
- [3] International Organization for Standardization: Intrnacional Standard ISO 10360-8:2013.

LA TRAZABILIDAD AL SI DE LAS MEDICIONES DE LONGITUD PARA LAS NANOTECNOLOGÍAS

Rubén J. Lazos-Martínez
Centro Nacional de Metrología, México
km 4.5 Carretera a Los Cués. Mpio. El Marques, Qro., México
+52 (442) 2110575, rlazos@cenam.mx

Resumen: Este trabajo revisa el estado actual de la trazabilidad metrológica al SI de las medidas de longitud, las cuales se llevan a cabo con resultados dependientes del método de medida, con aplicabilidad limitada e incertidumbres de medida aún no apropiadas para las aplicaciones tecnológicas.

1. INTRODUCCIÓN

Son ampliamente conocidos los beneficios de utilizar una referencia única para expresar los resultados de mediciones. De esta manera los últimos dos siglos han sido testigos de la evolución de lo que ahora se denomina Sistema Internacional de Unidades, el SI. Con la intención de fortalecerlo, el SI se encuentra en proceso de evolución para expresar sus referencias en términos de las llamadas constantes fundamentales como la velocidad de la luz, la carga del electrón, la constante de Planck, el Número de Avogadro, etc.

Las nanotecnologías representan una de las tecnologías emergentes más dinámicas cuyo pleno desarrollo se ha observado esencialmente en las dos últimas décadas. Afincada entre las dimensiones atómicas y moleculares y las del mundo macroscópico, su ámbito queda definido por la nanoescala, el intervalo de dimensiones entre 1 nm y 100 nm aproximadamente [1]. En este intervalo se presentan efectos provocados no por las características individuales de átomos y moléculas sino por el comportamiento colectivo de sus agrupamientos en la nanoescala, entes complejos cuyo entendimiento es todavía parcial y algunos de sus comportamientos no tienen paralelo en los ámbitos microscópico ni macroscópico, los que por tanto propician aplicaciones novedosas.

Las características de los fenómenos que apoyan a las nanotecnologías se miden en términos de las mismas unidades del SI aunque los intervalos de medida sean distintos de los habituales: se requiere medir tamaños del orden de decenas de nanómetros, dos órdenes de magnitud por encima de las dimensiones de los átomos y de muchas moléculas, y un orden de magnitud por debajo de las aplicaciones industriales de mayor precisión; esta situación es similar para otras magnitudes como masa, fuerza, presión, concentración, etc., que por el momento quedan fuera del alcance de este trabajo.

Debe reconocerse que la alta velocidad de desarrollo de las nanotecnologías no ha permitido la extensión apropiada de los intervalos de medida habituales. Este trabajo discute dos de los enfoques para ofrecer trazabilidad metrológica a las mediciones dimensionales en la nanoescala.

2. DESARROLLO

La realización de la unidad de longitud, el metro, en forma de patrones de medida se ha logrado sistemáticamente desde ya más de dos décadas. Con ello se ofrecen servicios de calibración de manera cotidiana esencialmente a la industria metal mecánica en los intervalos que requiere, cuyo valor inferior se encuentra en el orden de décimos de micrómetro, justo en la parte superior de la nanoescala, la que sin embargo coincide con la región inferior de aplicación de la interferometría óptica, técnica ampliamente utilizada en mediciones de longitud de alta exactitud aunque con limitaciones para medir en la nanoescala, ya sea por el ruido estadístico [2] o por limitaciones en los modelos disponibles para interpretar los efectos de difracción cuando las características del cuerpo bajo medición son mucho menores que la longitud de onda de la luz utilizada.

Se distinguen dos maneras principales de abordar la trazabilidad metrológica en la nanoescala: mediante artefactos dimensionados con trazabilidad y por el uso de cristales con parámetros dimensionales bien estudiados.

El primer enfoque, que podría denominarse de arriba-abajo, está basado en un método directo constituido por la realización del metro diseminada mediante un interferómetro óptico acoplado a un microscopio por barrido con sonda, como un microscopio de fuerza atómica [3]. Con este sistema se mide dimensionalmente un artefacto construido conteniendo elementos precisos a la nanoescala, el cual entonces se utiliza como patrón de medida para

la calibración dimensional de instrumentos tales como otros microscopios por barrido tanto con sonda como con electrones, cuyos modelos más avanzados pueden alcanzar resoluciones en la región de los subnanómetros. Este enfoque, aún en las últimas fases de desarrollo, tiene perspectivas amplias de aplicaciones prácticas en valores de incertidumbre del orden de pocos nanómetros, aunque por el momento falta por obtener mediciones independientes del método.

El segundo enfoque, que denominamos abajo-arriba, tiene un potencial más amplio aunque aún presenta detalles de aplicabilidad y sobre su trazabilidad al SI cuya solución requiere mayores esfuerzos; es significativo que la norma ISO 29301 [4] sólo aluda a la utilización de materiales de referencia certificados para calibrar la magnificación “cuando sea posible”. La idea es aprovechar las dimensiones de estructuras cristalinas, en este caso las del silicio [5]. Para ello se utiliza un interferómetro de rayos X y un interferómetro óptico acoplados de modo que los desplazamientos detectados por rayos X son medidos por interferometría óptica. No obstante que las longitudes de onda de estas dos técnicas difieren por alrededor de cinco órdenes de magnitud, el espaciamiento entre franjas de interferometría de rayos X dependen más de las características dimensionales de la red cristalina que de la longitud de onda de los rayos X [2]. Se encuentran resultados de mediciones de distancias interplanares con baja incertidumbre, por ejemplo, el valor de CODATA [6] para el espaciamiento de red d_{220} del silicio es 192 015.5714 fm con una incertidumbre de medida de 0.0032 fm; en contraste con uno de los valores reportados en [7] de 192 015.569 fm con incertidumbre de 0.006 fm. Muy recientemente se ha demostrado [8] la equivalencia de los resultados de ambos enfoques. Sin embargo, estas bajas incertidumbres en determinaciones dimensionales en la región subnanométrica aún dependen de una instrumentación específica para tal propósito, cuya construcción está al alcance de muy pocos laboratorios y que se aplicación requiere de condiciones estrictas de posicionamiento del cristal y ambientales, por lo que su utilización aún es muy limitada.

3. RESULTADO

Se encuentran dos enfoques principales para lograr que las mediciones de longitud en la nanoescala sean trazables al SI, requiriendo ambos algunos problemas por resolver para su cabal aprovechamiento. En el arriba-abajo los valores de incertidumbre son relativamente altos en contraste

con la resolución de los modelos de vanguardia de los instrumentos de medida. El enfoque abajo-arriba aprovecha la baja incertidumbre en las determinaciones de distancias entre planos cristalinos del silicio por difracción de rayos X, quedando sin embargo dificultades por resolver para su aplicación amplia.

4. CONCLUSIONES

La trazabilidad metrológica de las mediciones de longitud en la nanoescala es conceptualmente clara, y se ha desarrollado a lo largo de dos líneas, una como extensión de las mediciones a nivel macro, y la otra que parte de determinaciones en la región subnanométrica. En ambos casos se requiere continuar los esfuerzos para lograr mediciones de longitud trazables al SI y con la incertidumbre requerida para aplicaciones tecnológicas e industriales.

AGRADECIMIENTOS

El autor agradece a uno de los revisores por haber llamado su atención a la referencia [8].

REFERENCIAS

- [1] NMX-R-27687-SCFI-2013. Nanotecnologías – Terminología y definiciones para nano-objetos – Nanopartícula, nanofibra y nanoplaca.
- [2] V. Nascov. How statistical noise limits the accuracy of optical interferometry for Nanotechnology. En G. Wilkening and L. Koenders, eds., *Nanocale calibration standards and methods*. Wiley-VCH, 2005.
- [3] Haycocks J & Jackson K (2005) Traceable calibration of transfer standards for scanning probe microscopy *Prec. Eng.* 29 168-175J.
- [4] ISO 29301:2010 Microbeam analysis – Analytical transmission electron microscopy – Methods for calibrating image magnification by using reference materials having periodic structures.
- [5] Basile G., Bergamin A., Cavagnero G., Mana G., Vittone E., Zosi G., Measurement of Silicon (220) Lattice Spacing, *Phys. Rev. Lett.*, 1994 (72) 3133-3136
- [6] CODATA, <http://physics.nist.gov/cuu/Constants/index.html>, consultado en junio de 2016.
- [7] J. Martin, U. Kuetgens, J. Stümpel and P. Becker, *Metrologia*, 1998, 35, 811-817.
- [8] G. Dai, L. Koenders, J. Fluegge, H. Bosse, *Opt. Eng.* 55(9), 091407 (2016).

MEDICIONES ULTRASÓNICAS PARA CUANTIFICAR ESPESOR DE CAPA ENDURECIDA EN ACEROS TEMPLADOS POR INDUCCIÓN

Alfredo A. Elías¹, Ana L. López¹, Gilberto Loera¹, Antonio Salas¹, José L. Cabrera¹, Raúl Cárdenas²

¹Centro Nacional de Metrología (CENAM), El Marqués, Querétaro, C.P. 76246
+52 (442) 211 05 00 al 04, correo-e: ultrasonido@cenam.mx

²Instituto Tecnológico de Celaya (ITC), Celaya, Guanajuato, C.P. 38010

Resumen: La técnica de medición es no-destructiva y utiliza ultrasonido de alta frecuencia en incidencia angular en un medio acuoso. Las señales ultrasónicas se procesan digitalmente para determinar el tiempo de vuelo entre indicaciones provenientes de la interface agua-acero y la zona de transición del acero templado. En experimentos con barras cilíndricas templadas por inducción, la profundidad de capa endurecida obtenida por metalografía, micro-dureza y ultrasonido muestran que la técnica ultrasónica es capaz de medir profundidad de temple, en el intervalo de 4 mm a 6 mm, con un error de medición cercano a 0.1 mm.

1. INTRODUCCIÓN

Este trabajo aborda la medición no-destructiva de la profundidad de temple en aceros endurecidos por inducción utilizando ultrasonido. Las mediciones se realizaron en un tanque de inmersión, empleando un transductor ultrasónico de 20 MHz con una orientación fija para controlar la propagación angular de las ondas ultrasónicas dentro del acero endurecido bajo estudio. La interacción del ultrasonido en la zona de transición (material endurecido - material suave) genera indicaciones ultrasónicas que permiten medir la profundidad de capa endurecida, [1]. La profundidad de temple, aquí definida como la suma del espesor de la capa endurecida y el espesor de la zona de transición, se obtuvo utilizando un procesamiento digital similar al descrito en [1-2] aunque incorporando funciones wavelet en el filtrado y diferentes criterios de cruce por ceros en la medición del tiempo de vuelo.

2. METODOLOGÍA

La distancia, h , que recorre una onda ultrasónica en incidencia normal, al propagarse en un material con velocidad conocida, c , puede obtenerse a partir del siguiente modelo de medición,

$$c = \frac{h}{t/2} \quad (1)$$

En donde $t/2$ es el tiempo que le toma a la señal ultrasónica recorrer la distancia h . Empleando ultrasonido con incidencia angular (i.e., con ondas ultrasónicas propagándose dentro del material a un ángulo θ) la profundidad de temple h_m se mide con

$$h_m = h \cos \theta = c \frac{t_m}{2} \cos \theta \quad (2)$$

Y por tanto, un patrón de referencia fabricado con el mismo material se asume que cumple la relación,

$$h_p = c \frac{t_p}{2} \cos \theta \quad (3)$$

Dicha profundidad de temple h_p , comúnmente se determina con un método metalográfico destructivo, que consiste en la preparación laboriosa de una probeta extraída al azar de una zona pequeña de la pieza, la cual posteriormente es analizada, ya sea por microscopía o dureza por microindentación. Las ecuaciones 2 y 3 permiten entonces relacionar: a) la medición de profundidad de temple obtenida por un método destructivo y por un método no-destructivo usando ultrasonido; así como, b) los tiempos de vuelo, t_p y t_m , cuantificados a partir de mediciones ultrasónicas asociadas con la profundidad de temple de un material (patrón) de referencia y una pieza desconocida, respectivamente. Con base en el error de medición, e , definido como la diferencia en profundidad de temple entre una pieza desconocida y el material de referencia, se llega a la relación

$$e = h_m - h_p = \frac{c}{2} (t_m - t_p) \cos \theta \quad (4)$$

Con lo cual, la profundidad de temple, h_m , puede determinarse mediante

$$h_m = h_p + \frac{c}{2} (t_m - t_p) \cos \theta \quad (5)$$

Esto es, empleando i) la profundidad de temple del material de referencia h_p ; previamente obtenida a partir de una metalografía o un perfil de micro-dureza, y ii) los tiempos de vuelo t_p y t_m , del material de referencia y de la pieza sujeta a medición, respectivamente; es preciso medir ambos tiempos de vuelo experimentalmente empleando las indicaciones ultrasónicas asociadas con el punto de

incidencia del haz ultrasónico en el material templado y la zona de transición al material base.

2.1. Equipo de medición

La instrumentación utilizada en la técnica de medición con ultrasonido incluye principalmente, i) pulsador-receptor, ii) transductores ultrasónicos de inmersión de 20 MHz, iii) osciloscopio digital, iv) tanque de inmersión, y v) sistema de montaje para el transductor y los especímenes de prueba.

2.2. Procesamiento de datos

La señal ultrasónica capturada en el osciloscopio se procesa digitalmente, empleando secuencialmente operaciones de transformación wavelet, transformación Hilbert, de filtrado Savy-Golevsky y filtrado de promedios móviles, para obtener una señal envolvente que simplifique la medición del tiempo de vuelo entre las indicaciones de interés; básicamente entre la superficie de entrada del haz ultrasónico y el inicio de la zona de transición, ver figura 1.

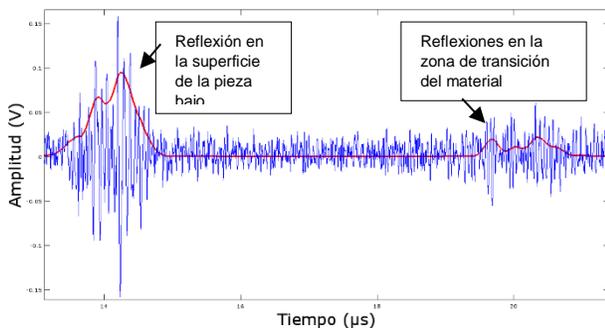


Fig. 1. Señal ultrasónica obtenida en la medición de profundidad de temple en aceros (en azul) y su correspondiente señal procesada (en rojo).

3. RESULTADOS

Se realizaron tanto mediciones no-destructivas por ultrasonido como mediciones destructivas en especímenes cilíndricos del mismo tipo de acero, aunque con diferente profundidad de temple. Las mediciones ultrasónicas se hicieron, a su vez, en tres secciones transversales de cada uno de los especímenes. El promedio de los valores obtenidos usando la ecuación 5, proporcionó la profundidad de capa endurecida de la pieza sujeta a medición.

Uno de los especímenes cilíndricos se caracterizó con mayor detalle y se definió como material de referencia. Se determinó que la velocidad de propagación del patrón era de 3 190 m/s, y dado que los especímenes de prueba fueron del mismo material se observó que, para efectos prácticos, fue válido suponer la misma velocidad de propagación. El sistema de posicionamiento se ajustó para que las

ondas ultrasónicas se refracten en acero con un ángulo $\Theta=39^\circ$; lo cual se mantuvo constante en todas las mediciones de profundidad de temple.

Tabla 1. Profundidad de temple en material de referencia ($MR_{patrón}$) y especímenes de prueba.

Método utilizado		Profundidad de temple (mm)		
		$MR_{patrón}$	B7A	B7B
1	Metalografía	6.03	4.30	4.55
2	Micro-dureza	5.98	4.48	4.43
3	Ultrasonido	6.04	4.42	4.45
Error de medición: ultrasonido-microdureza		0.06	-0.06	0.02

La tabla 1 compara los resultados obtenidos para el material $MR_{patrón}$ y dos especímenes de prueba. En cada caso, la profundidad de temple se midió tanto por métodos destructivos como por ultrasonido en inmersión; el error de medición resultó < 0.1 mm, con una incertidumbre expandida ($k=2$) < 0.3 mm.

4. DISCUSIÓN

Aun cuando el procesamiento digital de la señal permite suavizar los cambios bruscos de las indicaciones de alta frecuencia, es necesario extremar cuidados en el arreglo experimental para obtener una medición robusta de la profundidad de temple. El tiempo de vuelo, medido entre el valor máximo de la reflexión ultrasónica en la interface agua-acero y el cruce por cero de la indicación ultrasónica que genera la zona de transición del acero templado fue un mejor criterio para determinar la profundidad de temple.

5. CONCLUSIONES

El error de medición y la incertidumbre de medida obtenida muestran que la profundidad de temple puede medirse con alta confiabilidad en un área más grande de la pieza y sin tener que destruir los especímenes de prueba; lo que implica una importante reducción de pruebas destructivas.

REFERENCIAS

- [1] M. S. Good, Joseph L. Rose, Measurement of thin case depth in hardened steel by ultrasonic pulse-echo angulation techniques, in Nondestructive Methods for Material Property Determination, Springer, p. 189-203, 1984.
- [2] R. Baqeri, et al; "Case Depth Profile Measurement of Hardened Components Using Ultrasonic Backscattering Method", 18th World Conference on Nondestructive Testing, Durban, South Africa, 2012.

OPTIMIZACIÓN DE PARÁMETROS CINEMÁTICOS DE UN BRAZO ARTICULADO DE MEDIR POR COORDENADAS MEDIANTE PLATAFORMA MULTI-REGISTRO

Agustín Brau¹, Raquel Acero² Jorge Santolaria³, Margarita Valenzuela¹, Ignacio Fonseca¹, Ramón A. Luque¹

(1)Universidad de Sonora, Departamento de Ingeniería Industrial, Rosales y Blvd. Luis Encinas S/N, C.P. 83000, Hermosillo, Sonora, México.

(2) Centro Universitario de la Defensa, A.G.M. Carretera Huesca s/n, 50090 Zaragoza, España.

(3)Escuela de Ingeniería y Arquitectura, Universidad de Zaragoza, Departamento de Ingeniería de Diseño y Fabricación, Calle María de Luna 3, C.P. 50018, Zaragoza, España.

Tel: (662) 1871032. Email: agustin.brau@unison.mx

Resumen: En este trabajo se presenta la optimización de parámetros de un brazo articulado de medir por coordenadas (BAMC) mediante una plataforma multi-registro. Se presenta el modelo matemático que relaciona el brazo de medición y la plataforma multi-registro y se describen las ventajas del uso de la plataforma en este tipo de procedimientos. Finalmente se presentan los resultados obtenidos a partir de la función objetivo que minimizan el error cometido por el brazo articulado de medir por coordenadas.

1. INTRODUCCIÓN

Los BAMC han tenido un gran auge en los últimos años en el sector industrial debido a su portabilidad, capacidad para inspeccionar piezas de diversa complejidad y su costo menor en comparación con las máquinas de medición por coordenadas convencionales. En este ámbito de aplicación es donde los BAMC cobran fuerza, teniendo actualmente una fuerte implantación industrial. Sin embargo, sus procedimientos de verificación y calibración usualmente son demasiado tardados y cansados, lo que genera costos extras que las empresas no siempre están dispuestas a asumir [1]. El presente trabajo presenta un procedimiento de optimización de parámetros de un BAMC basado en el uso de una plataforma multi-registro.

El modelado matemático de la plataforma, donde se monta el BAMC, que nos permite expresar un punto en un sistema de referencia global de la plataforma se muestra en la ecuación 1.

$$\begin{bmatrix} X \\ Y \\ Z \\ 1 \end{bmatrix}_{SR_{Global}} = {}^{SR_{Global}}T_{SR_{PlacaMovil}} \cdot {}^{SR_{Global}}T_{SR_{PlacaMovil}} \begin{bmatrix} X \\ Y \\ Z \\ 1 \end{bmatrix}_{SR_{Brazo}} \quad (1)$$

La notación empleada y el diseño mecánico de la plataforma pueden consultarse en [2].

2. MODELO MATEMÁTICO PARA OPTIMIZACIÓN DE PARÁMETROS DEL BAMC

Para realizar la optimización de parámetros del BAMC se utilizó un patrón unidimensional de esferas de rango de 1400 mm.

2.1. Optimización de parámetros del modelo cinemático

El procedimiento de optimización de parámetros tiene como propósito determinar los valores de los parámetros que hacen mínimo el error final de medida del brazo en todas las posiciones capturadas. El modelo matemático implementado en el brazo de medida se puede describir, para una posición del brazo, mediante la ecuación 2.

$$p = f(a_i, d_i, \theta_i, \alpha_i) \quad i = 1, \dots, 7 \quad (2)$$

donde $p = (x, y, z)$ representa las coordenadas del punto medido con respecto al sistema de referencia global del BAMC. En nuestro caso el brazo utilizado es un brazo marca Faro Platinum de 7 grados de libertad, por lo que son 28 los parámetros del brazo a identificar en este procedimiento que se muestran en la tabla 1.

Articulaciones	θ_i	α_i	a_i	d_i
SR_{Brazo}	Giro de -90° en torno a X0 inicial			
1	0	90	50	75
2	135	90	0	0
3	0	-90	30	590
4	90	-90	30	0
5	180	-90	30	590
6	135	-90	30	0
7	0	0	0	215

Tabla 1. Valores iniciales de los parámetros geométricos del modelo cinemático del BAMC.

En este caso, en la función de optimización no solamente se incluye el modelo del BAMC sino también el modelo matemático de la plataforma. En la figura 1 se muestra un esquema del procedimiento de optimización empleado.

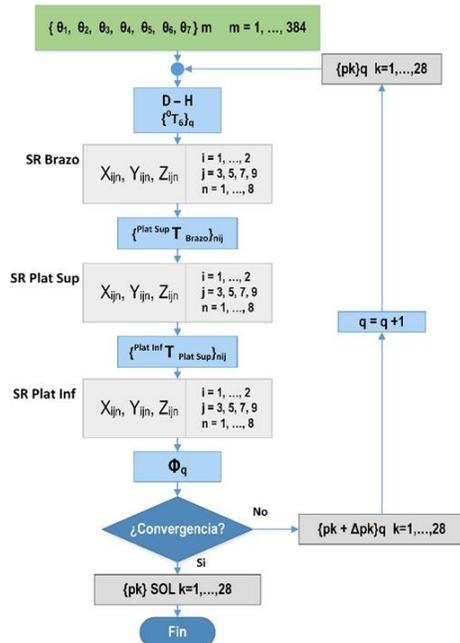


Fig. 1. Esquema del procedimiento optimización.

La función objetivo definida cuantifica el error en distancia del brazo para cada distancia considerada incluyendo los términos de error en distancia para las cuatro esferas capturadas, dos posiciones del patrón Barra_Diag45 y Barra_Diag452 y seis posiciones de la plataforma. La suma cuadrática de los 72 errores en distancia evaluados en el procedimiento de optimización se define como nuestra función objetivo en la ecuación 3.

$$\Phi = \sum_{l=1}^r \sum_{i=1}^p \sum_{k=1}^q \sqrt{(D_{i,j,k,l} - D_{n,j,k,l})^2} \quad (3)$$

con $p = 2$ posiciones del patrón, $q = 4$ esferas medidas por posición del patrón (esferas 3 / 5 / 7 / 9) y $r = 6$ posiciones de la plataforma. Las posiciones de la barra patrón consideradas para la captura de los datos se muestran en mayor detalle en [2].

3. RESULTADOS

Los valores de los parámetros cinemáticos identificados mediante la función objetivo utilizando

la plataforma multi-registro para las posiciones de captura Barra_Diag45 y Barra_Diag452 se muestran en la tabla 2.

Articulaciones	θ_i	α_i	a_i	d_i
SR_{Brazo}	Giro de -90° en torno a X0 inicial			
1	0.199	89.994	43.27	74.985
2	134.70	89.844	0.607	0.361
3	4.223	-90.15	28.392	592.01
4	84.575	-89.55	30.358	1.265
5	180.16	-89.99	28.561	591.40
6	144.53	-90.06	30.373	1.055
7	-8.857	0	0.258	243.837

4. DISCUSIÓN

Al evaluar los parámetros obtenidos mediante el procedimiento de optimización se observa que el procedimiento minimiza el error en distancia cometido por el BAMC de 0.932401 mm a 0.000903 mm. Además el tiempo de realización del procedimiento se redujo de 1 jornada laboral a 3 horas al utilizar la plataforma multi-registro.

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se presentó la optimización de parámetros de un BAMC mediante una plataforma multi-registro. Con la plataforma se obtuvieron errores en distancia aceptables al utilizar los parámetros cinemáticos óptimos comparables a los obtenidos sin la plataforma. Además la plataforma multi-registro optimiza el tiempo y esfuerzo necesarios para llevar a cabo este tipo de procedimientos, lo que presenta una alternativa interesante para las empresas que utilizan este tipo de instrumentos de medición portátiles en sus procesos de producción.

REFERENCIAS

[1] A. Brau, M. Valenzuela, J. Santolaria, and J. J. Aguilar, "Evaluation of Different Probing Systems Used in Articulated Arm Coordinate Measuring Machines," *Metrol. Meas. Syst.*, vol. XXI, no. 2, pp. 233–246, 2014.

[2] A. Avila, J. Mazo, and J. Martín, "Design and Mechanical Evaluation of a Capacitive Sensor-Based Indexed Platform for Verification of Portable Coordinate Measuring Instruments," *Sensors*, vol. 14, no. 1, pp. 606–633, Jan. 2014.

ESTADÍSTICA NO PARAMÉTRICA APLICADA EN LA SELECCIÓN DE PROBETAS PARA ENSAYO MECÁNICO DE TRACCIÓN

Khriissy Medeiros^{1,2}, José Daniel H. Vásquez^{1,3}, Iván Ibañez A^{1,3}
¹Programa de Pós-Graduação em Metrologia, PósMQI/PUC-Rio
²Departamento de Engenharia Química e de Materiais, DEQM/PUC-Rio
³Departamento de Engenharia Mecânica, DEM/PUC-Rio
 (+55) 21 98393 3307, kmedeiros@aluno.puc-rio.br

Resumen: Con el propósito de seleccionar de forma no aleatoria un conjunto de muestras para ensayos mecánicos de tracción, una metodología basada en estadística no paramétrica fue desarrollada, a fin de: (i) comprobar que los objetos de prueba seleccionados para los ensayos son estadísticamente iguales y (ii) atribuir confiabilidad a los resultados que apoyan las propiedades mecánicas del material en estudio.

1. INTRODUCCIÓN

El ensayo mecánico de tracción (EMT), consiste en la aplicación de una carga uni-axial creciente a un cuerpo de prueba (CP) especificado, al mismo tiempo que son medidas las variaciones de la longitud del cuerpo [1]. De hecho, es una forma ampliamente utilizada para recolectar información fundamental sobre el comportamiento mecánico de un dado material. Sabiendo que todo el ensayo es controlado por un software, donde todos los parámetros, tales como dimensión del CP, velocidad del ensayo y de retorno, límites de operación del equipo, la forma de presentar los resultados, entre otros, son configurados antes de la realización del ensayo. Un factor determinante para la obtención de los demás parámetros, correspondientes a las propiedades mecánicas, viene de las dimensiones de la muestra, que, a su vez, depende directa o indirectamente de su espesura (T). En este sentido, para la confección de los CP-modelo corbata (Fig. 1) generalmente se adopta la norma ASTM D-638 [2].

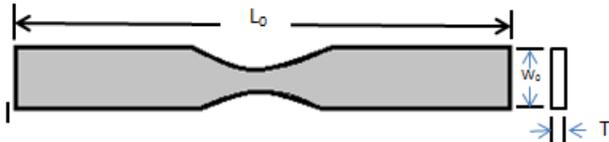


Fig. 3. Dimensiones del cuerpo de prueba para espesura T , siguiendo como base la norma ASTM D-638.

Sin embargo, existen casos en los cuales, las muestras a ser proyectadas pueden presentar diferente espesura. De este modo y a fin de que las dimensiones específicas de cada muestra no interfieran con los resultados posteriores de las propiedades mecánicas investigadas, es necesario algún criterio determinístico que pueda atribuir confiabilidad a la selección de las muestras.

Considerando la problemática anterior, este trabajo tiene como objetivo presentar una metodología basada en estadística no paramétrica aplicada a la selección de CP para EMT.

2. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Utilizando como material de estudio el caso de un polímero termoplástico, el polifluoreto de vinilideno (PVDF). Un número total de trece CP fueron confeccionadas con dimensiones próximas a la estipulada por la norma, no obstante, sólo tres serían utilizadas en el ensayo. Inicialmente, con auxilio de un calibrador pie de rey digital (resolución = 0,01 mm), las dimensiones (espesura y ancho) de todas las muestras fueron medidas diez veces y con eso se calculó las áreas, obteniéndose inmediatamente, valores tales como: media, desviación estándar (DP) y las incertidumbres, patrón (u) y expandida (U), como es ilustrado en la Tabla 1.

Tab. 1. Serie de datos.

Nº de mediciones	Cuerpos de Prueba (mm ²)												
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X	XI	XII	XIII
1	9,43	9,42	9,82	9,09	9,44	8,92	9,03	10,04	9,03	9,61	9,01	9,44	9,84
2	8,80	9,27	10,35	9,36	9,39	9,57	8,82	9,12	8,78	9,13	8,82	8,72	10,04
3	8,75	11,09	9,08	9,83	9,06	9,29	8,64	9,03	8,75	8,83	8,86	8,99	10,33
4	8,98	9,85	8,81	10,21	9,02	8,84	9,14	9,21	9,61	8,93	9,36	9,50	9,17
5	9,46	9,71	8,81	10,02	9,23	8,66	9,54	9,33	12,10	8,95	9,05	8,97	9,10
6	8,95	10,67	10,06	9,06	9,11	9,71	9,35	9,82	12,40	8,95	9,16	9,05	8,93
7	9,47	9,60	10,10	8,97	9,00	9,20	8,98	9,73	10,43	8,82	8,88	8,81	8,89
8	9,72	9,58	9,33	9,27	9,63	9,03	10,34	9,33	8,89	8,76	9,24	9,45	9,79
9	10,34	10,70	9,12	9,51	9,88	8,93	9,30	9,24	8,66	9,12	9,40	8,95	9,05
10	9,10	10,27	8,93	9,73	9,67	10,10	9,57	9,06	9,35	11,14	9,64	9,43	9,48
Media	9,30	10,02	9,44	9,51	9,34	9,23	9,27	9,39	9,80	9,22	9,14	9,13	9,46
DP	0,49	0,62	0,59	0,43	0,31	0,45	0,48	0,35	1,40	0,71	0,27	0,29	0,51
u	0,23	0,42	0,34	0,22	0,15	0,27	0,29	0,22	0,67	0,42	0,14	0,18	0,33
U	0,53	0,95	0,77	0,51	0,34	0,61	0,66	0,49	1,51	0,94	0,32	0,41	0,75

2.1. Análisis estadístico de los datos

2.1.1. Análisis de variancia

Para este análisis [3] fueron utilizadas las medias de los diferentes CP (ec. 1a) y la media total, conforme indica la Ecuación 1b.

$$\bar{x} = \left(\frac{1}{n}\right) \sum_{i=1}^n x_i \quad \bar{x}_t = \left(\frac{1}{n}\right) \sum_{i=1}^n x_i \quad (1)$$

(a) (b)

Adicionalmente, se calculó la variación total (ec. 2a), la variación entre los tratamientos (ec. 2b) y la variación entre los tratamientos residuales (ec. 2c).

$$Q_t = \sum_{i=1}^{n_i} \sum_{j=1}^{n_j} x_{ij}^2 - C$$

(a)

$$Q_e = \sum_{i=1}^{n_i} \left[\left(\frac{1}{n_i}\right) \left(\sum_{j=1}^{n_j} x_{ij}\right)^2 \right] - C$$

(b)

$$Q_r = Q_t - Q_e$$

(c)

3. RESULTADOS

Los valores calculados en las ecuaciones anteriores, fueron 96,83; 54,68 y 42,15, respectivamente. Estos resultados son útiles para introducir la prueba de hipótesis - Test F - (Tabla 2) en que se analiza si existen diferencias entre las medias de los 13 cuerpos de prueba. En ese sentido las hipótesis formuladas fueron: **H₀**: *Existe diferencia entre las medidas de los cuerpos de prueba*; **H₁**: *no existe diferencia entre las medidas de los cuerpos de prueba*.

Tab. 2. Test F.

Fuente de variación	suma de los cuadrado	G. L.	Cuadrados medios	Test F	F tabulado
Entre los tratamientos	Q _e	K - 1	(S _e) ² = Q _e / (K-1)	F _{cal} = (S _e) ² / (S _r) ²	Tabla
Residual	Q _r	n - K	(S _r) ² = Q _r / (n-K)		
Total	Q _t	n - 1			

Fuente de variación	suma de los cuadrado	G. L.	Cuadrados medios	Test F	F tabulado
Entre los tratamientos	54,68	12	4,5570	12,65	0,49
Residual	42,15	117	0,3602		
Total	96,83	129			

(*)LEYENDA
K : Numero de cuerpos de prueba
n : numero de mediciones

Como conclusión del test F, a un nivel de confiabilidad de 95%, con F_{calculado}(12,65) > F_{tabulado}

(2,06) se acepta la hipótesis que existen diferencias entre las medias de los CP.

4. DISCUSIÓN

Confirmando estadísticamente que existen diferencias entre las medias de los CP, una nueva prueba de hipótesis fue empleado - Test Shefé (Δ) - ecuación 3.

$$\Delta = |\bar{x}_A - \bar{x}_B| > \sqrt{S_e^2(K-1) \left(\frac{1}{n_A} + \frac{1}{n_B}\right) F_{\alpha} [(K-1); (n-K)]} \quad (3)$$

Con la estadística del test (Δ = 0,65) concluida, se observó que 3 diferentes grupos de muestras eran estadísticamente iguales (Tabla 3).

Tab. 3. Test Shefé.

N° de mediciones	Cuerpos de Prueba (mm ²)												
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X	XI	XII	XIII
Media	9,30	10,02	9,44	9,51	9,34	9,23	9,27	9,39	9,80	9,22	9,14	9,13	9,46
X1		0,72	0,14	0,21	0,04	0,07	0,03	0,09	0,50	0,08	0,16	0,17	0,16
X2			0,58	0,51	0,68	0,79	0,75	0,63	0,22	0,80	0,88	0,89	0,56
X3				0,07	0,10	0,21	0,17	0,05	0,36	0,22	0,30	0,31	0,02
X4					0,17	0,28	0,24	0,12	0,29	0,29	0,37	0,38	0,05
X5						0,11	0,07	0,05	0,46	0,12	0,20	0,21	0,12
X6							0,04	0,16	0,57	0,01	0,09	0,10	0,23
X7								0,12	0,53	0,05	0,13	0,14	0,19
X8									0,41	0,17	0,25	0,26	0,07
X9										0,58	0,66	0,67	0,34
X10											0,08	0,09	0,24
X11												0,01	0,32
X12													0,33
X13													

5. CONCLUSIONES

Considerando los 3 diferentes grupos de muestras estadísticamente iguales. Grupo 1 (I, V y VII); Grupo 2 (III, VIII y XIII) e Grupo 3 (VI, VII y X), se procedió a calcular la incertidumbre expandida de cada uno de los grupos (U₁=0,91), (U₂ =1,18) y (U₃ = 1,30), se verifica que el grupo 1 presenta los menores valores de incertidumbre. De esta forma queda establecido un criterio no aleatorio de selección de CP para EMT cuando las muestras difieran una de la otra en algún aspecto dimensional.

REFERENCIAS

- [1] H C; T. S; L. E. S. Springer Handbook of Materials Measurement Methods. Springer Berlin Heidelberg, pp. 1208, 2007.
- [2] ASTM D-638, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics.
- [3] FONSECA, J.S.; MARTINS, G.A. Curso de estatística. 6a Edição. São Paulo. Editora Atlas S.A., 2012. p. 213-215.

FACTOR DE EMPUJE Y ACELERACIÓN DE GRAVEDAD: DOS PARÁMETROS CRÍTICOS EN LA CALIBRACIÓN DE BALANZAS

Carlos Rapalino G.¹, Jorge Tapias M.¹, Cristian Pedraza Y.¹, José Daniel H. Vásquez ^{2,3}, Iván Ibañez A.^{2,3}

¹Universidad del Atlántico, Facultad de Ingeniería - Programa de Ingeniería Mecánica

²Programa de Pós-Graduação em Metrologia, PósMQI/PUC-Rio

³Departamento de Engenharia Mecânica, DEM/PUC-Rio

(+57) 313 772 4978, carlos.rapalino@gmail.com

Resumen: La fundamentación de este trabajo se basa en un estudio experimental para mostrar la criticidad del factor de empuje (principio de Arquímedes) y la relación de aceleración de gravedad en el proceso de calibración de una balanza. Los resultados permitieron concluir que la consideración de estos factores, además de permitir obtener menores incertidumbres asociadas a la medición de masa, reducen en 80,28% errores sistemáticos asociados a la calibración.

1. INTRODUCCIÓN

La Organización Internacional de Metrología Legal, en su recomendación R-76-1 (OIML R-76-1, 2006) [1], define las balanzas como instrumentos no automáticos de pesaje que requieren la intervención de un operador durante el proceso de pesaje, por ejemplo, para colocar o retirar de un reservorio una determinada masa de líquido permitiendo obtener el resultado de la medición. Para la calibración de esta tecnología se utilizan masas patrones que son clasificadas por la OIML R-111-1 (2004) [2] según su clase de exactitud, considerando el error máximo de la masa en función del valor nominal, i.e.: E1 (mayor exactitud), E2, F1, F2, M1, M2 e M3 (menor exactitud).

2. FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA

2.1. Relación de aceleración de gravedad (Rg)

Los instrumentos no automáticos de pesajes (balanzas) funcionan por el principio gravimétrico, es decir, el valor de la masa indicada por el instrumento depende, entre otros factores, de la aceleración de la gravedad local, que es definido en función de la latitud y altitud del local donde la medición será realizada. La Ecuación (1) presenta la expresión para el cálculo de Rg:

$$R_g = \left(\frac{g}{g_{ref}} \right) \quad (1)$$

En esta expresión, **g**: denota la aceleración de la gravedad del local de uso de la balanza; **g_{ref}**: el valor de la aceleración de la gravedad de referencia (local de fabricación de la balanza).

2.2. Factor de empuje (FE)

Considerando que la masa de un objeto es determinada por un sistema localizado en un campo gravitacional dentro de una atmósfera envolvente, el resultado de la indicación de la masa es influenciado por el efecto de empuje del aire con relación a ese objeto (Figura 1) [3].

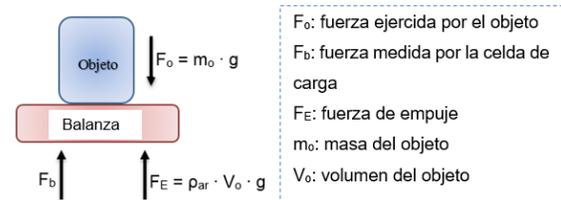


Fig. 1. Equilibrio de fuerza en una celda de carga

El factor de empuje (FE) puede ser calculado por la Ecuación (3):

$$FE = \left(1 - \frac{\rho_{ar}}{\rho_o} \right) \quad (2)$$

2.3. Masa aparente

La masa aparente es definida como el valor que indica la balanza, considerando los factores debidos a la aceleración de la gravedad y del factor de empuje. Este valor es calculado dividiendo la fuerza (F), medida por la celda de carga, por el valor de la aceleración de la gravedad en el local de fabricación (**g_{ref}**). La Ecuación (4) presenta la expresión para el cálculo de la masa aparente (**m_{ap}**).

$$m_{ap} = \frac{F}{g_{ref}} = m_o \cdot \left(1 - \frac{\rho_{ar}}{\rho_o} \right) \cdot \left(\frac{g}{g_{ref}} \right) \quad (4)$$

3. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Para analizar la influencia del FE y la R_g, fue calibrada una balanza digital que es utilizada para investigaciones en la Facultad de Ciencias Básicas de la Universidad del Atlántico (Figura 2) [4].



Fig. 2. Balanza digital (Cap.: 1500 g; Res.: 0,01 g)

En el curso de los experimentos [4] fueron tomados 11 puntos de carga ascendente y descendente (se realizaron 10 repeticiones para cada punto), utilizando masas patrones de clase de exactitud E1

4. RESULTADOS

La Tabla 1 presenta los datos experimentales:

Tabla 1. Datos experimentales de calibración

Puntos	Patrón		Balanza		Errores	
	Masa patrón	Masa aparente	Masa indicada	Masa aparente - Masa Patrón	Masa indicada - Masa Patrón	
	g	g	g	g	g	g
1	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
2	100	99,56	100,56	-0,44	0,56	
3	300	298,95	301,68	-1,05	1,68	
4	500	498,47	502,80	-1,53	2,80	
5	700	698,32	703,92	-1,68	3,92	
6	900	898,38	905,03	-1,62	5,03	
7	1000	998,52	1005,59	-1,48	5,59	
8	1200	1199,17	1206,71	-0,83	6,71	
9	1300	1299,45	1307,27	-0,55	7,27	
10	1400	1399,18	1407,83	-0,82	7,83	
11	1500	1500,18	1508,39	0,18	8,39	
Promedio de errores absolutos (g)				0,89	4,53	
Reducción de errores (%)				80,28%		

La Figura 3 ilustra la curva de calibración de los datos experimentales. La Figura 4 ilustra la curva de errores para las dos situaciones analizadas, i.e.: considerando e ignorando el FE y la R_g.

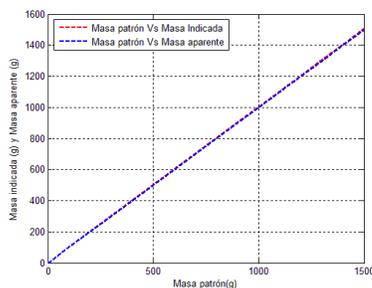


Fig. 3. Curva de calibración

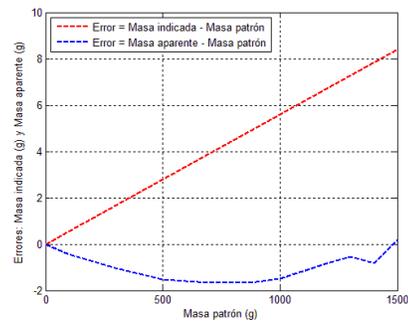


Fig. 4. Curva de errores sistemáticos

Puede ser observado en los gráficos anteriores que la aplicación del FE y la R_g en la calibración de balanza, reducen la formación de indeseables errores sistemáticos.

5. CONCLUSIONES

Este trabajo analizó la influencia del factor de empuje y la relación de gravedad en la calibración de una balanza. Los resultados permitieron confirmar una reducción hasta en 80,28% en los errores sistemáticos inherentes a la calibración, para la situación en que estos parámetros son considerados en el tratamiento estadístico de los datos. En función de lo anterior, afirmase que: (i) para mediciones de alta precisión, estos efectos (FE y R_g) deben ser considerados para evitar la introducción de un indeseable error sistemático en el proceso de medición; (ii) Estos parámetro poseen mayor impacto en los instrumentos y procesos de medición que requieren alta confiabilidad metrológica (i.e.: bajas incertidumbres asociada a la medición de masa).

REFERENCIAS

- [1] OIML R-76-1. Non-automatic weighing instruments, 2006.
- [2] OIML R-111-1. Weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M1–2, M2, M2–3 and M3. Part 1: Metrological and technical requirements, 2004.
- [3] ENGEL, R.; BAADE, H. J. Water density determination in high-accuracy flowmeter calibration - Measurement uncertainties and practical aspects. Flow Measurement and Instrumentation, v. 25, p. 40-53, Jun 2012. ISSN 0955-5986.
- [4] RAPALINO, C.; TAPIAS, J. Evaluación de la confiabilidad metrológica de los instrumentos no automáticos de pesaje en los laboratorios de la Universidad del Atlántico. Trabajo de Grado en fase de conclusión. Universidad del Atlántico, Facultad de Ingeniería - Programa de Ingeniería Mecánica. 2016.

UN VISTAZO A API 14.3 PARTE 2 – MEDICIÓN DE FLUJO POR MEDIO DE PLACA DE ORIFICO, EDICIÓN 2016

Diego Nelson Moncada Benavides ⁽¹⁾, Rocío Alejandra Roblero Aquino ⁽²⁾

⁽¹⁾CIATEQ A.C, Av. Del retablo 150, Col. Constituyentes Fovissste, Querétaro, México

⁽²⁾Instituto Tecnológico de Tuxtla Gutiérrez Carretera Panamericana Km.1080, Terán, 29050 Tuxtla Gutiérrez, Chiapas.

442 21961500 Ext. 4263 – nmoncada@ciateq.mx

Resumen: El gas natural es contabilizado en su mayoría por medidores de flujo tipo placa de orificio las cuales están regidas en parte por la norma API 14.3 Parte 2, cuya más reciente edición del 2016 fue liberada semanas atrás. Las instalaciones existentes en el país fueron diseñadas y construida con ediciones anteriores de la norma, por lo que es de interés por parte del usuario final (industrial), entes reguladores, unidades de verificación, etc., conocer los principales cambios y su efectos en las instalaciones actuales.

1. INTRODUCCIÓN

El gas natural es contabilizado en su mayoría por medidores de flujo tipo placa de orificio las cuales están regidas en parte por la norma API 14.3 Parte 2, cuya más reciente edición del 2016 fue liberada semanas atrás. Las instalaciones existentes en el país fueron diseñadas y construida con ediciones anteriores de la norma, por lo que es de interés por parte del usuario final (industrial), entes reguladores, unidades de verificación, etc., conocer los principales cambios y su efectos en las instalaciones actuales. El presente artículo resume los antecedentes en torno al mercado del gas natural y plantea los principales cambios entre la edición del 2000 y la del 2016, resaltando aquellos de mayor impacto.

2. ASPECTOS DE API 14.3 PARTE 2

La normatividad aplicable para la evaluación de sistemas de medición cuyo medidor opera bajo el principio de presión diferencial y en específico con placa de orificio corresponde a API 14.3. La parte referente a los aspectos dimensionales y mecánicos esta descrita en la parte 2 de la misma.

En términos generales, esta norma establece los límites o intervalos en variables dimensionales que las placas de orificio deben cumplir para que los valores de flujo que se obtengan mediante ellas estén dentro intervalos tolerables y aceptables de incertidumbre de medición.

Históricamente a través de las diferentes versiones de la norma API 14.3, estos aspectos dimensionales (distancias mínimas, desviaciones permitidas a diámetros, espesores, etc.), han sido cada vez más exigentes y estrictos con el objeto de garantizar que

los valores de flujo sean confiables. Las ediciones previas a la edición de la norma del año 2000 (inclusive) muestran exigencias y requerimientos mayores cuyo cumplimiento implican inversiones altas en cuanto a adecuación de instalaciones y equipamiento de características mejoradas. Es por esta razón que una verificación de los requisitos marcados en la edición más reciente de la norma (2016) es de gran ayuda para el industrial al determinar la calidad de sus mediciones y el impacto, ya sea al mantener sus instalaciones con base en la edición anterior de la norma o actualizándola a la versión vigente.

3. RESULTADOS

3.1. Análisis del Contenido

El contenido de las dos versiones (2016 y 2000) de la norma API 14.3 parte 2 es básicamente el mismo y solo algunos términos fueron eliminados o modificados sin alterar el contenido esencial. Se agregaron dos párrafos aclarando el alcance y las generalidades en la parte descriptiva (numeral 4) de las especificaciones de la placa de orificio lo cual clarifica el propósito y aplicabilidad de la norma.

3.2. Análisis de Figuras

La gran mayoría de las figuras mantienen su contexto y designación en la edición 2016 de la norma. La figura referente al método alternativo para medir la desviación de planitud de la placa (figura 2b en la edición del 2016). En ella la barra utilizada para medir la mencionada desviación estaba acotada en la edición del 2000 como "Length of parallel bar, Dm" y ahora está indicada como "Pipe inside diameter, Dm".

En el caso de la figura 5 denominada “Eccentricity Measurements (Sample Method)”, en la versión 2016 de la norma se agregó el texto “Plane of Taps” en el extremo izquierdo del eje de las abscisas.

3.3. Análisis de Ecuaciones

En el caso de la caída permanente de presión que se describe en el numeral 4.6.2 los valores porcentuales de presión varían entre 1% y 2% con respecto a los valores indicados en la versión del año 2000.

Con respecto a la longitud del termopozo, la versión 2016 de la norma establece una longitud de referencia de:

$$L = \left[\frac{F_m \times 4.38 \times OD \times 10}{S \times V} \left(\frac{E}{\rho} (OD^2 + ED^2) \right)^{0.5} \right]^{0.5} \quad (1)$$

Donde L: longitud de termopozo, F_m: Factor de masa virtual, OD: Diámetro externo, ID: Diámetro interno termopozo, S: Numero de Strouhal, V: velocidad del fluido, E: Modulo de elasticidad, ρ: Densidad del material del termopozo

Anexo B, Numeral VIII, Literal P: se incluye el verificar que el lado del bisel de la placa se encuentre aguas abajo.

La nota técnica denominada “Guidelines for Using High Differential Pressures for Measuring Natural Gas with Orifice Meters” se elimina de la version 2016.

La Tabla 2 (antes denominada Tabla 2.2) referente a los coeficientes lineal de expansión térmica fue modificada pues se agregó una columna para los valores equivalentes en unidades métricas (antes solo estaban indicados en unidades inglesas). Adicionalmente, los valores de los mencionados coeficientes fueron agregados dependiendo de los rangos de temperatura de operación para los aceros inoxidable 304/316 y para el monel (que ahora se designa como monel 400). Las temperaturas antes se indicaban en el intervalo -100 oF a 300 oF y ahora se mencionan como de 32oF a 212oF para los materiales anteriormente indicados.

4. DISCUSIÓN

El principal cambio apreciable en la versión 2016 de la norma API 14.3 radica en la determinación de la longitud del termopozo y sus límites superior e

inferior. Aunque el límite inferior sigue estando regido por 1/3 del diámetro interno del tubo de medición y máximo lo determinado por la ecuación (1). Por otro lado, en este aspecto se menciona el cuidado con la determinación de temperatura y muestra un ejemplo del error en que se puede incurrir por una inadecuado proceso: cada oF determinado de forma incorrecta genera un error del 0.1% en la determinación del flujo volumétrico.

5. CONCLUSIONES

Los cambios detectados en la versión 2016 de la norma API 14.3 parte 2 no se consideran significativos. El cumplimiento de los mismos no implica cambios o modificaciones fuertes en las instalaciones actuales. Como el mismo documento lo indica la norma debe ser revisada mínimo cada 5 años y se permite una extensión de un año por una sola vez. Es tal vez por esta razón que el documento fue revisado.

Finalmente, la misma norma establece que la actualización de las instalaciones para el cumplimiento de la misma deber ser de común acuerdo entre las partes involucradas. Es decir, no es mandatorio que se realice, y solo menciona los impactos que se pudieran tener en términos de las incertidumbres de medición aceptadas.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo no hubiera sido posible sin el apoyo de la Dirección de Medición de CIATEQ A.C.

REFERENCIAS

- [1] API Manual of Petroleum Measurement Standards. Chapter 14—Natural Gas Fluids Measurement. Section 3—Concentric, Square-Edged Orifice Meters. Part 2—Specification and Installation Requirements. FOURTH EDITION, APRIL 2000.
- [2] API Manual of Petroleum Measurement Standards Chapter 14.3.2. Orifice Metering of Natural Gas and Other Related Hydrocarbon Fluids — Concentric, Square-edged Orifice Meters. Part 2: Specification and Installation Requirements. FIFTH EDITION, MARCH 2016.

SOBRE EL COMPORTAMIENTO DE SENSORES RTD CON ENVOLTURA DE ALUMINIO: MEDICIONES REALIZADAS EN CHUQUICAMATA, CHILE, A 2870 M.S.N.M

Juan C. Echaurren
Codelco Chile Chuquicamata
(56) 9-93424797, jecha001@codelco.cl

Resumen: La utilización de envoltura de aluminio durante mediciones de temperatura con el uso de *RTD* (detector de temperatura de resistencia) [1] y hornos de pozo seco debidamente caracterizados [2], se hace indispensable cuando el diámetro de los pozos utilizados supera al de las *RTD* respectivas. Este trabajo aborda el comportamiento de sensores tipo *RTD* con envoltura de aluminio a 2870 m.s.n.m (metros sobre el nivel del mar) entre los 150 °C y 300 °C. Todas las mediciones fueron realizadas en la localidad de Chuquicamata, Chile.

1. INTRODUCCIÓN

Dentro de las tareas habituales realizadas durante la calibración de sistemas termométricos digitales, suele ocurrir cuando es usada una *RTD* de platino Pt100 como patrón, que el diámetro de la misma es menor al diámetro del pozo de la fuente calórica utilizada (horno de pozo seco). El objetivo de este trabajo, es describir en detalle lo que ocurre cuando se utiliza una envoltura de aluminio sobre un sensor patrón, para así compensar las diferencias en diámetro con el pozo de la fuente calórica respectiva (huelgo), y cuando las condiciones de medición son las siguientes:

- a. Altura: ~ 2870 m.s.n.m, Chuquicamata, Chile.
- b. Medición entre 150 °C y 300 °C.

Existe además otro detalle asociado a la envoltura de aluminio que tiene relación con su estructura física debido a su fabricación, ya que este posee dos caras de distinta opacidad, es decir, una más brillante que la otra. Esta característica también influye en el resultado de las mediciones como fue demostrado experimentalmente, y sus efectos térmicos serán descritos apropiadamente. A partir de esta información, la importancia de este trabajo radica en los siguientes aspectos:

- a. Exponer en detalle los resultados obtenidos en las mediciones, detonados por el uso de envoltura de aluminio, cuando se trabaja a ~ 2870 m.s.n.m entre los 150 °C y los 300 °C.
- b. Dar una guía a aquellos investigadores, científicos y técnicos, que han

experimentado comportamientos similares en sus calibraciones, al trabajar con envoltura de aluminio bajo las condiciones ya definidas.

- c. Orientar respecto a como aplicar una envoltura de aluminio, y cuando no es recomendable utilizarla.

2. MEDICIÓN CON ENVOLTURA DE ALUMINIO

Descripción técnica de la instrumentación y envoltura de aluminio empleada:

i. Horno de pozo seco F_1

- i.1. Puntos térmicos caracterizados: 150 °C, 575 °C y 1000 °C.
- i.2. Profundidad caracterizada: 5 cm, 8 cm y 10,5 cm para cada punto térmico.
- i.3. Altura de caracterización: Aproximadamente a 2870 m.s.n.m.
- i.4. Estabilidad estimada: 0,058 °C en 150 °C, 0,041 °C en 575 °C y 0,183 °C en 1000 °C (todos estimados a una profundidad de pozo de 10,5 cm).
- i.5. Incertidumbre expandida de caracterización: $\pm 1,01$ °C en 150 °C, $\pm 4,28$ °C en 575 °C y $\pm 6,07$ °C en 1000 °C (todos estimados a una profundidad de pozo de 10,5 cm).
- i.6. Diámetro de pozos utilizados: $\frac{1}{4}$ " (6,35 mm).

i.7. Método de caracterización: Guía técnica perteneciente a CENAM [2].

ii. Sensores

ii.1. RTD patrón, RTDs: Pt100-LL-500 (PRT 100 Ohm). Dimensiones, 500 mm x 4 mm.

iii. Envoltura de aluminio empleada

iii.1. Dimensiones de envoltura total: Largo de 230 mm, ancho de 270 mm. El sensor es envuelto por el ancho de la lámina, desde su extremo inferior hasta una altura de 230 mm, dejando el lado opaco hacia el observador.

iii.2. Dimensiones de envoltura parcial: Largo de 230 mm, ancho de 270 mm. El sensor es envuelto por el ancho de la lámina, a 1,5 mm de su extremo inferior (es decir, queda expuesta una porción del extremo inferior del sensor, de 1,5 mm de longitud) hasta una altura de 230 mm, dejando el lado opaco hacia el observador.

iii.3. Diámetro total de sensor con envoltura: Una vez que el aluminio es ajustado y adherido en su grado máximo al sensor, el diámetro total para ambos tipos de envoltura aumenta de 4 mm a 6 mm, reduciendo el huelgo inicial.

iii.4. Cantidad de envoltura utilizada: La cantidad de aluminio empleada para ambas envolturas es la misma.

2.1. Influencia de envoltura de aluminio sobre Horno de pozo seco

El uso de una fuente calórica, se hace indispensable cuando necesitamos simular ó reproducir uno ó varios puntos térmicos durante una calibración. En el caso de un horno de pozo seco, que posee un inserto con un número específico de pozos de distinto diámetro ó iguales, se observa que al emplear envoltura de aluminio en una *RTD* determinada, se produce entre el horno ya estabilizado y el indicador patrón, una diferencia positiva mucho mayor que cuando se mide sin envoltura, este fenómeno se incrementa cuando nos acercamos a los 300 °C. Las principales causas de este comportamiento se enumeran y definen como sigue:

- a. Se produce aislamiento entre el sensor *RTD* y la pared del pozo del horno, este

aislamiento aumenta con el grosor de la envoltura de aluminio.

- b. El material de fabricación de las paredes del pozo, reacciona ante el calor producido por el horno, en una proporción distinta a la envoltura de aluminio empleada según su grosor.

- c. Estos efectos se amplifican a 2870 m.s.n.m debido a la disminución que experimenta la densidad del aire en la troposfera (este efecto será aclarado en la sección resultados).

3. RESULTADOS

Se analiza esta información a través de gráficos para describir el comportamiento en las mediciones con y sin envoltura de aluminio.

4. DISCUSIÓN

Finalmente, la utilización de envoltura de aluminio entre 157 °C y 300 °C, y a 2870 m.s.n.m, ofrece tanto desventajas que ventajas, según como se aplique dicha envoltura.

5. CONCLUSIONES

- C1. A 2870 m.s.n.m (Chuquicamata) el mejor comportamiento de una *RTD* y su horno de pozo seco entre los 157 °C y 300 °C, se logra al trabajar sin envoltura de aluminio.

REFERENCIAS

- [1] L. G. Gutiérrez, Instrumentación Básica de Medida y Control, AENORediciones, Cap. 4, pag. 81-84, 2010.
- [2] J. C. Echaurren, "Caracterización de estabilidad y gradientes para horno de bloque: según guía técnica perteneciente a CENAM", en Memorias de Simposio de Metrología 2010, c01, 2010.

IMPLEMENTACIÓN DE UNA FUENTE DE RADIOFRECUENCIA COMO REFERENCIA EN LA INTERCOMPARACIÓN DE MEDICIÓN DE EMISIONES NO ESENCIALES PARA LABORATORIOS DE PRUEBAS ACREDITADOS EN LA DT IFT-008-2015

José Zavala Chávez

Advance Wire & Wireless Laboratorios S.C.

Domicilio: Calzada Ermita Iztapalapa no 1441, planta alta, local 8,
Col. El Molino, cp 09830 Delegación Iztapalapa Ciudad de México

Teléfono (55) 12720327 / 1272 0685; correo electrónico jose@advanceww.com.mx

Resumen: Para diversos propósitos, se requiere demostrar capacidad de medición de emisiones relativamente pequeñas del orden de 3 a 75 nW. En este trabajo se propone el empleo de una fuente de radiofrecuencia en la banda de 9.5 GHz, de muy bajo costo, obtenida a base de equipos reciclables, estable, fácil de transportar y que incluso podría usarse como principio de un método de intercomparación entre Laboratorios acreditados o en proceso de serlo a fin de cumplir con uno de los requisitos de la NMX-17025. Así mismo se muestran los resultados obtenidos de repetibilidad y reproducibilidad.

1. INTRODUCCIÓN

En mi experiencia profesional laborando en el extinto Instituto Mexicano de Comunicaciones (1988-1997), se propuso que México adoptara varias normas para mejorar la compatibilidad electromagnética, incluyendo el desempeño mínimo de redes y servicios de radiocomunicación. Entre las normas propuestas estuvieron la adopción de varias recomendaciones internacionales emitidas por la Comisión Electrotécnica Internacional (IEC por sus siglas en inglés) y su Comité Internacional Especial sobre Perturbaciones Radioeléctricas (CISPR por sus siglas en francés), tales como la norma CISPR-22 para reducir las emisiones provenientes de equipo de Tecnologías de la Información (ETI). También se propuso la adopción de la recomendación internacional de la IRPA organismo de la OMS, para proteger a la población contra los posibles efectos adversos de las emisiones electromagnéticas (radioeléctricas) no ionizantes. Ambos proyectos han sido aplazados, atendándose intereses diversos, por encima de la salud de la población y de la conveniencia técnica en la mejora del espectro radioeléctrico.

Otro proyecto fue la adopción de la norma internacional CISPR-13 para limitar las emisiones de los aparatos receptores incluidos los receptores de radio y TV. Ninguno de esos proyectos tuvo éxito. Derivado de lo anterior notamos efectos negativos, por ejemplo, en el año 2009 una compañía de telefonía móvil, tuvo inutilizable el canal 721 en la frecuencia de 1891 MHz, por las emisiones provenientes de los receptores de TV restringida de una conocida compañía que transmitía en 2.5 GHz, en varias ciudades del país, detectando las radio bases niveles de interferencia de hasta -65dBm,

cuando su umbral es de -110dBm. Paradójicamente, en este trabajo se usa una etapa de receptores de TV satelital, como una fuente estable de una emisión de alta frecuencia (9.5 GHz), en particular la etapa conocida como bloque de recepción de bajo ruido LNB (Por sus siglas en inglés para Low Noise Block).

2.0 CARACTERÍSTICAS PROPUESTAS QUE DEBE CUMPLIR UNA FUENTE DE REFERENCIA

Se puede intuir que una fuente de referencia debe contar con al menos las siguientes características técnicas. Debe ser estable en:

- Frecuencia, con variaciones menores a 100 kHz después de 1 minuto de encendida;
 - Nivel, con variaciones menores a 1dB;
- Además debe ser similar a la mayoría de los productos dentro de la DT- 008 siendo:
- Portátil;
 - Autónoma en energía de alimentación;
 - Dimensiones menores a un cubo de 25cm;
 - Ligera, no mayor a 1kg de peso;
 - Resistente a traslados en equipaje de mano;
 - Además como se utilizará para "simular" emisiones no esenciales, debe emitir dichas emisiones en una o varias frecuencias afuera del intervalo de operación (902-928 MHz, 2400-2483.5 MHz y 5725-5850 MHz), idealmente debe disponer de niveles 5 dB debajo de los valores límite a medir;

Por lo anterior, se busca una fuente de emisión por encima de los 6 GHz, pero menor a los 40 GHz, debido a que la DT se modificó para incluir la medición hasta el décimo armónico de alguna frecuencia fundamental de las bandas indicadas en el inciso h) anterior. Teniendo en cuenta que por encima de 14 GHz será más complicado y costoso

implementar una fuente con las características señaladas. Por lo que alguna frecuencia de 9 GHz a 10 GHz es ideal para este propósito. Por lo impráctico, delicado en transportarse y lo extremadamente costo de los generadores de RF o barrido, que se usan en los laboratorios, se descarta a los mismos, difícilmente los laboratorios compartirían dichos equipos para propósitos de intercomparación.

2.1. IMPLEMENTACIÓN DE LA FUENTE

Como ya se indicó se tomó como base la sección del oscilador local de un “Bloque de Bajo Ruido” (LNB por sus siglas en inglés para Low Noise Block), dicho dispositivo se usa en sistemas receptores satelitales domésticos. Existen LNB para la banda Ku (11-14 GHz), siendo este último el más usado en México por los operadores autorizados. Sabiendo que el LNB en la banda Ku, debe usar en su oscilador local, una frecuencia cercana a los 9.5 GHz se eligió a este dispositivo. En las siguientes fotografías se observa el montaje de la fuente implementada.



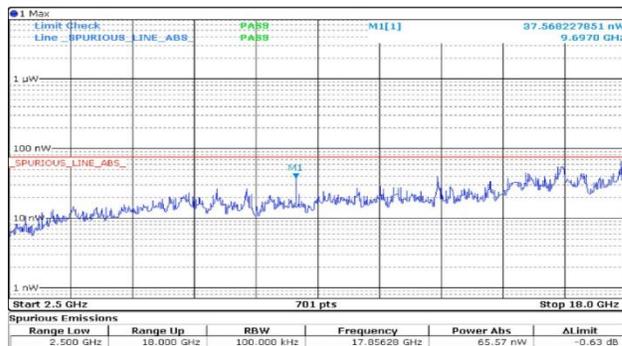
Fotos 1 y 2 LNB, con una batería de 12 Vcd e interruptor.

El cuadro 3 de la DT IFT-008 establece los límites de emisiones no esenciales, para la banda indicada, contenida en la cláusula 4.5.2, se intuye que la fuente simulada, que incumpliría la DT y que se desea implementar debiera disponer de niveles similares a los 75 nW equivalentes a -41.25 dBm y además considerando, que la cláusula 5.1.2 de la DT establece en el cuadro 5 que los laboratorios deberán disponer de un sitio de pruebas para medir los niveles especificados con un nivel de ruido ambiente menor en 6 dB de los valores a medir, por lo que se propone que sería deseable disponer de capacidad de medición equivalente a los -47.25 dBm en esta banda de frecuencia. Los LNB usados en este trabajo fueron alterados en su funcionamiento normal, a fin de obtener las emisiones requeridas.

3. RESULTADOS

A continuación se muestran los resultados obtenidos con la implementación de la fuente de referencia.

Inicialmente se muestra en la gráfica siguiente la determinación de la frecuencia y nivel del oscilador local del LNB.



Gráfica 1. Emisión lograda 9.697 GHz, con 37.56 nW.

Se realizaron mediciones con 3 metrólogos para evaluar la repetibilidad y reproducibilidad de mediciones de la fuente implementada, no se incluye el detalle de mediciones por razones de espacio, sin embargo se puede compartir que el promedio general en frecuencia es de 9.6943 GHz, y en nivel es de 37.52 nW y la dispersión general en frecuencia es de ±0.00379236 GHz y en nivel es de ±5.9268 nW.

4. PROBLEMAS ENCONTRADOS

Además de forzar que los LNB emitan si FI, otro problema detectado durante la aplicación del método de medición de la DT IFT-008 es que el estado de los instrumentos para mediciones radiadas por encima de 1 GHz que establece el RBW de 1 MHz es erróneo ya que de aplicarse no se observarían emisiones no esenciales como la descrita en este trabajo, el RBW correcto debe ser 100 kHz, el ajuste de RBW y VBW igual a 3 MHz empeora esta situación, por lo que se recomienda que el IFT deberá corregir la redacción de la DT en la próxima oportunidad.

5. CONCLUSIONES Y AGRADECIMIENTOS

Se logró implementar una fuente que simula la emisión no esencial de un producto que debe cumplir la DT IFT-008-2015. Esta fuente puede usarse para efectuar la intercomparación de mediciones.

Agradezco a mis compañeros Ingenieros Alberto Leal López, Daniel Alberto Godinez Armendáriz, Joel Contreras Castilla y Gustavo Rodríguez Jerónimo su invaluable colaboración para el desarrollo de este trabajo.

REFERENCIA

[1] DISPOSICIÓN TÉCNICA IFT-008-2015: Publicado en el Diario Oficial de la Federación el 19 de octubre del 2015.

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.

DESARROLLO Y CARACTERIZACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE CERÁMICOS FERROELÉCTRICOS

Martínez Suárez Froylán^{1,2}, Muñoz Saldaña Juan²

Centro Nacional de Metrología¹, Centro de Investigación y Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional – Unidad Querétaro²

km 4.5 carretera a Los Cués, El Marqués¹, Libramiento Norponiente No. 2000, Real de Juriquilla²
(442) 2119900, frmartin@cenam.mx

Resumen: Dentro del campo de aplicación de las memorias ferroeléctricas, las películas delgadas de cerámicos base-bismuto, exhibiendo excelentes propiedades ferroeléctricas, están siendo estudiadas como una alternativa para aquellas de base plomo (el sistema $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$, PZT). En este trabajo se presenta la metodología de erosión iónica asistida por RF para la fabricación de películas delgadas del cerámico de composición molar 0.735BNT-0.240BKT-0.025BT y la caracterización de sus propiedades estructurales. De acuerdo a los resultados de DRX y espectroscopia Raman se identifica la formación de la fase tipo perovskita, $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$.

1. INTRODUCCIÓN

Los cerámicos base-BNT ($\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$), exhibiendo una marcada ferroelectricidad están siendo estudiados como una alternativa para los piezocerámicos base plomo [1]. El crecimiento estructural de este cerámico base-BNT es mejorado empleando mezclas de óxidos conductores con buenas propiedades de conducción electrónica, tal como la cobaltita de lantano-estroncio $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{CoO}_{3-\delta}$ (LSCO), como electrodo inferior en películas delgadas de ferroeléctricos [2, 3 y 4]. Dos de los principales métodos para preparar películas delgadas son: 1) Deposición Física por Láser Pulsado (PLD, por sus siglas en inglés) y 2) Erosión iónica asistida por radio frecuencia (RF Sputtering). En esta contribución se presenta la metodología desarrollada para la fabricación de películas delgadas por medio de una cámara de RF Sputtering del cerámico libre de plomo de composición molar 0.735BNT-0.240BKT-0.025BT (24BKT) y utilizando una película de LSCO como electrodo inferior. Así también, los resultados de la caracterización de sus propiedades estructurales por medio de las técnicas de DRX y espectroscopia Raman son mostrados.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

Para llevar a cabo la fabricación de las películas delgadas, se utilizó una cámara de erosión diseñada y habilitada en nuestro laboratorio. Las condiciones utilizadas para la deposición fueron: presión inicial 2.7×10^{-3} Pa, presión de trabajo 28 Pa, potencia del cañón 50 W, tiempo de deposición 1 hora. Los depósitos se realizaron a temperatura ambiente, en primera instancia el de LSCO y luego la del cerámico

24BKT. Posteriormente se realizó un tratamiento térmico a 973 K en un horno de caja FELISA. La deposición de las películas delgadas se realizó sobre sustratos de silicio/platinizado. Los blancos del cerámico 24BKT y del electrodo inferior LSCO, se procesaron por el método de mecanosíntesis descrito en [5]. Los instrumentos utilizados para la caracterización estructural de las películas delgadas fueron el difractómetro RIGAKU DMax 2100 y el espectrómetro Raman ThermoFisher DXR (láser de 532 nm). Imágenes de la sección transversal se adquirieron en la microsonda JEOL JXA - 8530F.

3. RESULTADOS

El difractograma de las muestras de la película delgada Si/Pt/LSCO/24BKT después del tratamiento térmico a 973 K por 1 hora, se puede ver en la figura 1. En la muestra sin la capa amortiguadora, se identifican las fases $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ (PDF #36-0340), $\text{Bi}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ (PDF #32-0118) y la $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (PDF #47-0398), mientras que en la muestra con electrodo LSCO se identifica sólo la fase tipo perovskita. El espectro Raman característico de dicha muestra se puede visualizar en la figura 2. Bandas características se identifican a 70 cm^{-1} (enlaces Na, Bi, K con O), 150 a 450 cm^{-1} (octaedro del Ti con O) y 450 a 900 cm^{-1} (Ti con O). En la figura 3 se puede observar la sección transversal de las películas depositadas sobre el sustrato Si-Pt.

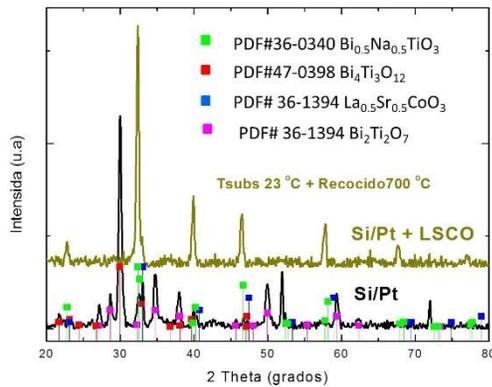


Fig. 1. Análisis por DRX de las películas delgadas depositadas de 24BKT en sustrato de Si-Pt a temperatura ambiente, potencia de 50 W y recocidas a 973 K.

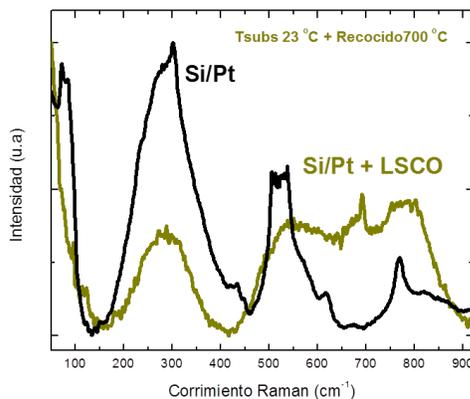


Fig. 2. Análisis Raman de la película 24BKT depositada sobre Si-Pt, con y sin película de cobaltita de lantano-estroncio, depositada a temperatura ambiente y tratada térmicamente a 973 K.

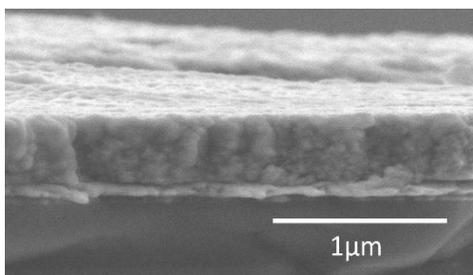


Fig. 3. Fotomicrografía de la película delgada del cerámico 24BKT depositada sobre Si-Pt y con una película amortiguadora de cobaltita de lantano-estroncio, tratada térmicamente a 973 K.

4. DISCUSIÓN

La instalación de los distintos componentes de la cámara de erosión iónica RF se realizó adecuadamente. Los resultados de las pruebas de hermeticidad y calentamiento en el portasustrato resultaron satisfactorios. Esto nos permitió llevar a cabo la deposición de las películas delgadas del electrodo inferior de cobaltita de lantano-estroncio y del cerámico libre de plomo 24BKT sobre sustratos de Si-Pt. De acuerdo a los resultados de DRX y espectroscopia Raman se identifica la formación de la fase tipo perovskita, $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$, cuando se utiliza la capa amortiguadora de cobaltita de lantano-estroncio. El espesor del conjunto de estas dos películas es de 640 nm +/- 20 nm.

5. CONCLUSIONES

Se fabricaron películas delgadas del cerámico 0.775BNT-0.20BKT-0.025BT por el método de erosión iónica asistida por RF. La implementación de la capa de cobaltita de lantano-estroncio como electrodo inferior promueve sustancialmente la formación de la fase tipo perovskita, $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece a Carlos Alberto Ávila Herrera por su apoyo en la instalación de la cámara de RF Sputtering y la fabricación de las películas delgadas y a Adair Jimenez Nieto en la caracterización morfológica por microscopía electrónica.

REFERENCIAS

- [1] Ying-Hsun Lin et al, *Ceramics International* 37 (2011) 3765-3769
- [2] D.O. Klenov, W. Donner, L. Chen, A. J. Jacobson, S Stemmer, *J.Mater.Res.*, Vol. 18, No. 1, Jan 2003
- [3] Jai-Hyun Kim, Kyoung Shin Koh, Woong Kil Choo, *Journal of the Korean Physical Society*, Vol. 42, April 2003, pp. S1313-S1316
- [4] A. Gallegos-Melgar et al, *Ferroelectric properties of manganese doped ($\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2}$)TiO₃ and ($\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2}$)TiO₃-BaTiO₃ epitaxial thin films*, *Applied Surface Science*, Volume 359, 30 December 2015, Pages 923–930
- [5] Martinez-Suarez Froylán. et al, *Preparación y caracterización de cerámicos libres de plomo*, *Memorias del Simposio de Metrología 2014*.

ELECTROSTATIC FORCE BALANCE METHOD FOR MILLIGRAM MASS METROLOGY

Gordon A. Shaw, Julian Stirling, Alexander Moses, Patrick Abbott
 U.S. National Institute of Standards and Technology (NIST)
 100 Bureau Dr. MS8221
 Gaithersburg, MD, 20899 USA
 +1(301)975-6614, gshaw@nist.gov

Abstract: The impending kilogram redefinition provides an opportunity to realize mass using electrical measurements for traceability to the fundamental constants via the International System of Units (SI). In this work, an approach to realizing mass in the milligram to microgram regime with an Electrostatic Force Balance (EFB) is described. Measurement uncertainty is shown to be smaller than that currently achievable with methods based on subdivision of the kilogram; combined standard uncertainty of 7×10^{-6} has been demonstrated with a 1 milligram mass artifact. A cross check shows the mass value determined with the EFB agrees with that determined using kilogram subdivision within experimental uncertainty.

1. INTRODUCTION

As the kilogram is redefined within the SI, an opportunity arises to realize mass at smaller values using electrical metrology. Work over the past decade at the U.S. National Institute of Standards and Technology (NIST) has shown the feasibility of traceable mass metrology using electrostatic force [1, 2]. In this case, the force is generated by a capacitor in an electromechanical balance. The electrostatic force needed to balance the test mass can then be determined from SI electrical and dimensional units as described below.

2. METHODS

The NIST electrostatic force balance (EFB) uses a concentric cylinder capacitor attached to a compliant 4-bar linkage mechanism to perform a differential measurement of the electrostatic force necessary to balance the gravitational force from a test mass. The mass value of the artifact, m , can be calculated using

$$m = dC/dz (V - V_s)^2 / 2g \quad (1)$$

where dC/dz is the gradient of capacitance, C , with position, z , in the direction of motion of the free arm of the 4-bar linkage which was aligned to gravity. V is the externally applied voltage used to maintain a null balance position. V_s is a surface potential arising from patch effect and adsorbed surface layers on the capacitor, and is determined by reversing the polarity of V . The quantity g is local gravitational acceleration.

Voltage is measured with commercial digital multimeters (DMMs), and is traceable to a Josephson junction array. Likewise, capacitance is measured with a commercial capacitance bridge and is traceable to the NIST calculable capacitor (and hence also to a quantum Hall resistance standard within the redefined SI.) Position is traceable to the wavelength of a stabilized Helium-Neon laser used for interferometric position measurements. Local gravitational acceleration has been determined using an absolute gravimeter. Each of these measurements are well defined within the current SI, and the SI redefinition as well. It can be shown that the EFB measurement of mass is fundamentally linked to Planck's constant, the velocity of light in vacuum, and the hyperfine splitting of cesium-133 [1]. Comparison of the EFB measurements to conventional mass metrology therefore further validates the continuity of mass calibration within the redefined SI.

3. RESULTS

A 1 milligram mass artifact was fabricated using aluminum wire then tested on the EFB and using a workdown from the kilogram. Figure 1 shows the results of the most recent comparison between these two methods. More detail on the uncertainty analyses is presented elsewhere [1, 3]. The measurements agree within their combined standard uncertainties, however the EFB uncertainty is substantially lower. Since the EFB measurements were performed in vacuum and the subdivision measurements in air, the effect of adsorbed surface layers may require analysis [4]. It has been shown the change in mass as any surface layers desorb in vacuum is quite small for the comparison shown in Figure 1. This is due to

the surface composition of the aluminum mass artifacts [1]. Note that true mass is reported in Figure 1; a buoyancy correction has been applied in the case of the subdivision results.

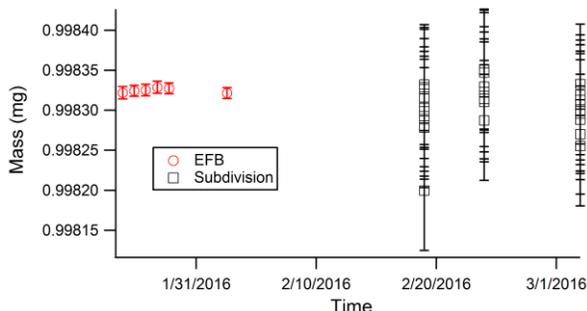


Fig. 1. Results of comparison between EFB and subdivision measurements for 1 mg mass artifact. Error bars show combined standard uncertainty for individual measurements.

4. DISCUSSION

The mass values determined using the EFB and subdivision methods agree within the combined standard uncertainties of the measurements for the 1 mg mass artifact tested. The final value produced by the EFB was 0.9983245(73) at $k=1$. The EFB uncertainties are not dominated by type A (statistical) uncertainty as in past measurements. Rather, systematic effects are now the limiting factor in mass uncertainty, notably the uncertainty in measured voltage, and in the temperature dependence of the capacitance gradient. The automated actuator used to place the mass on the balance inside the EFB vacuum chamber causes a small amount of heating.

Another potential cause for concern is how the mass artifact itself changes over time. The aluminum wire artifact discussed here was monitored over the course of approximately two years in total and showed a decrease of 1 microgram in that time. It will be important to continue to monitor the stability of various kinds of mass artifacts to determine what the optimum conditions are to maintain artifact stability.

5. CONCLUSIONS

The use of SI electrical metrology to perform mass measurement at the milligram level yields mass values identical to those obtained with conventional mass metrology using subdivision from the kilogram

within experimental uncertainty. The electrostatic force balance (EFB) method used in the current work reduces the combined standard uncertainty of the milligram by approximately an order or magnitude. This work indicates the use of SI electrical metrology in mass realization provides potential advantages in the scalability of mass within the SI.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors gratefully acknowledge Richard Steiner and Andrew Koffman of NIST for assistance in voltage and capacitance calibration, respectively. Additional useful discussion and guidance was provided by John A. Kramar, Jon R. Pratt, and Zeina J. Kubarych of NIST.

REFERENCES

- [1] G. A. Shaw, J. Stirling, J. A. Kramar, A. Moses, P. Abbott, R. Steiner, A. Koffman, J. R. Pratt, Z. J. Kubarych, "Milligram mass metrology using an electrostatic force balance," in *Metrologia*, submitted, 2016.
- [2] J. R. Pratt, J. A. Kramar, "SI realization of small forces using an electrostatic force balance," in *Proc. XVIII IMEKO World Congress on Metrology for a Sustainable Development (Rio de Janeiro, Brazil, 17-22 September 2006)* 109, 2006.
- [3] Z. Jabbour, S. Yaniv, "The kilogram measurements of mass and force," *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.*, vol. 106, pp. 25-46, 2001.
- [4] M. Gläser, M. Borys, "Precision mass measurements," *Rep. Prog. Phys.*, vol. 72, pp. 126101, 2009.

MEDICIONES DE ALTA EXACTITUD DEL VALOR ABSOLUTO DE LA ACELERACIÓN DE LA GRAVEDAD (g), EN EL CENAM

Alfredo Esparza Ramírez, Jorge C. Torres Guzmán,
Centro Nacional de Metrología
aesparza@cenam.mx; jtorres@cenam.mx;
Jorge A. Arzate Flores
Centro de Geociencias-UNAM Campus Juriquilla
arzatej@geociencias.unam.mx

Resumen: Los beneficios de las mediciones de gravedad absoluta están siendo aprovechados en diferentes ramas de la ciencia y la tecnología. El CENAM a través del Área de Fuerza y Presión, de la Dirección de Metrología Mecánica (del CENAM) construyó la infraestructura requerida para el establecimiento de un Laboratorio de Gravimetría y adquirió un gravímetro para la medición absoluta de la aceleración de la gravedad mediante el método de caída libre. En este trabajo se presenta un panorama general de las características del Laboratorio de μ -gravimetría, de las capacidades de medición de la aceleración de la gravedad con la más alta exactitud y de la posibilidad de realizar estas mediciones fuera del laboratorio con incertidumbres de 5×10^{-8} m/s².

1. INTRODUCCIÓN

La aceleración de la gravedad es una magnitud que varía de un lugar a otro e igualmente puede variar con el tiempo. Su valor es de interés en campos de las ciencias físicas, en metrología, en aplicaciones cartográficas y en estudios geodinámicos entre otros. Las mediciones de g absoluta son particularmente sensibles a cambios de altura por lo que proporciona una metodología para definir y controlar el *datum* de alturas verticales (Timmen, 2010). La precisión de una red de estaciones gravimétricas es independiente de la extensión geográfica, lo que permite aplicaciones a escalas local, regional y global sin demérito en la calidad.

Una red de estaciones gravimétricas constituye una forma independiente de verificación de desplazamientos verticales medidos geoméricamente con GPS (*Global Positioning System*), VLBI (*Very Long Baseline Interferometry*) o SLR (*Satellite Laser Ranging*) (Timmen, 2010). La combinación de mediciones gravimétricas y geodésicas puede ayudar a discriminar entre movimientos de masa en el subsuelo y movimientos asociados con o sin deformación superficial (*ibid.*)

En metrología, la aceleración de la gravedad tiene influencia en las mediciones de fuerza y en la medición de presión, tanto en masas suspendidas como en la medición mediante columna de líquido. Por esta razón, la medición precisa de g absoluta incide en la determinación de las normas derivadas del kilogramo y juega un papel en el establecimiento de la nueva definición del kilogramo.

2. DEFINICIÓN DE GRAVEDAD Y EL MÉTODO DE MEDICIÓN ABSOLUTO

Las unidades del SI que describen el campo gravitacional para la aceleración, en caída libre, son m/s² y para el gradiente vertical 1/s². Por conveniencia, la unidad de medición de la aceleración de la gravedad medida por instrumentos de precisión, como el instrumento de gravedad absoluta, es el Gal en donde 1 Gal = 1 cm/s².

2.1. Gravímetro de caída libre

Existen dos tipos diferentes de medidores absolutos de la aceleración de la gravedad: a) los de caída libre o tiro parabólico y b) los atómicos.

El gravímetro de gravedad absoluta adquirido por el CENAM es del tipo de caída libre por lo que aquí nos concentramos en éste tipo. Los gravímetros de caída libre son conocidos como balísticos porque involucran un proyectil que sigue una trayectoria lineal o parabólica. En 2004, la Oficina Internacional de Pesas y Medidas (BIPM) determinó al método balístico de “caída libre” como el método primario para medir la aceleración de la gravedad y definió las redes gravimétricas, como “materiales de referencia” y a su vez patrones de transferencia secundarios.

Las componentes de un gravímetro de caída libre, cuyo diagrama de operación se muestra en la Fig. 1, lo conforman los siguientes sistemas y partes:

- Sistema de lanzamiento del objeto
- Cámara al vacío para el lanzamiento del proyectil

- c) Interferómetro láser para la medición del trayecto recorrido por el objeto
- d) Reloj atómico para la medición del tiempo
- e) Sistema de aislamiento sísmico
- f) Sistema de control y adquisición de datos
- g) Modelo para la estimación del valor de g y sus correcciones e incertidumbre.



Fig. 1. Principio de operación del medidor absoluto de caída libre para medición del valor de g .

2.2. Laboratorio de μ -gravimetría: referencia para mediciones absolutas de la aceleración de la gravedad

Para las mediciones absolutas de la aceleración de la gravedad fue necesario diseñar y construir un laboratorio especial, con una mesa de concreto para aislar las vibraciones del medio ambiente (ver Fig. 2) y sobre la cual se realizan las mediciones de g . Esta masa de concreto sin armadura de acero está construida en la parte inferior del laboratorio, pesa aproximadamente 70 toneladas y mide 5 m x 3 m x 2.1 m. Las condiciones de estabilidad mecánica combinadas con condiciones controladas de temperatura $21^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ en el interior del mismo, permiten llevar a cabo mediciones de g de muy alta precisión.



Fig. 2. Masa de concreto para medición absoluta de la aceleración de la gravedad.

Parte del equipamiento del laboratorio de μ - g se tiene un medidor de gravedad absoluta (FG5X-252, marca Micro-g) con incertidumbres de medición de $2 \mu\text{Gal}$, un medidor relativo de g (CG5 marca Scintrex) y un sistema de posicionamiento global (GPS) diferencial y dinámico (RTK) para geo-referenciación (Figura 3).



Fig. 3. Medidor absoluto y relativo de la aceleración de la gravedad.

3. RESULTADOS

Se ha diseñado, construido e implementado el Laboratorio de Gravedad Absoluta en el CENAM. Se llevaron a cabo experimentos del instrumento para verificar su funcionamiento variando parámetros como son: verticalidad de la masa de caída, temperatura y humedad del laboratorio, correcciones debidas a la posición geográfica del lugar (latitud, longitud y altura elipsoidal), modelo de corrección por mareas oceánicas y por el movimiento polar de la Tierra. Se determinaron los parámetros óptimos para la obtención de g con la finalidad de obtener una incertidumbre en la medición que oscila entre $2 \mu\text{Gal}$ y $5 \mu\text{Gal}$.

De igual forma, se realizó una comparación del gravímetro con un instrumento del mismo tipo que ha sido utilizado como referencia internacional y que pertenece a la Universidad Leibniz de Hannover (FG5-X220).

A principios de este año, se llevó a cabo el establecimiento de una red de estaciones de g absoluta medida hace 20 años en el oeste de México, cuyo objetivo fue medir los cambios en el valor de g absoluta en 5 estaciones y con esto la posibilidad de evidenciar el levantamiento tectónico de la zona. (Ferrari, L. et al. 1994; Pardo, M. et al. 1995; Bandy, W. et al. 1995, Corbo F. et al. 2013).

LA MEDICIÓN DEL NÚMERO DE DUREZA Y LA EVALUACIÓN DE PROPIEDADES ELÁSTICAS (MÉTODO MARTENS): NUEVAS CAPACIDADES EN EL LABORATORIO DE METROLOGÍA EN DUREZA DEL CENAM

Alfredo Esparza Ramírez, Fernando Martínez Mera
Centro Nacional de Metrología
aesparza@cenam.mx; fermarti@cenam.mx

Resumen: Se presenta un método novedoso de medición del número de dureza (Método Martens) y las diferencias que se tiene con los métodos tradicionales. Mediante éste método es posible estimar las características elásticas del material bajo prueba y su aplicación no solo abarca la gama de materiales metálicos sino que puede ser aplicado para cualquier material sólido que se tenga y para determinar su comportamiento elástico y no elástico del mismo. El método Martens se ha implementado en el laboratorio de dureza del CENAM y se presentan los primeros resultados en materiales metálicos y no metálicos.

1. INTRODUCCIÓN

Las pruebas de dureza juegan un papel importante en la determinación de las características técnicas e industriales de los materiales metálicos y es frecuente que los resultados obtenidos sirvan como base para la aceptación o rechazo de productos o subproductos.

El término dureza no se ha podido definir en términos de alguna propiedad específica del material; sin embargo, su medición y conocimiento son indispensables y de uso común en la industria.

Es difícil definir el concepto de “dureza”, aunque como una primera aproximación puede decirse que: es la combinación de las diversas características de la deformación local, concentrada en un pequeño volumen de su superficie exterior, o simplemente como la resistencia que opone un material al tratar de ser deformado por otro. Lo anterior, no define claramente la utilidad del conocimiento de la dureza de un material, puesto que no corresponde a ninguna propiedad fundamental de la materia.

La dureza no es una propiedad fundamental, sino que está relacionada con las propiedades elásticas y plásticas de un material, la cual es el resultado del tratamiento térmico o el trabajo efectuado en el material.

2. MÉTODOS CONVENCIONALES PARA LA MEDICIÓN DE DUREZA

Los métodos utilizados en la práctica industrial los métodos por deformación permanente y que son los mayor precisión además que están normalizados. Estos métodos son: Brinell, Rockwell, Vickers y Knoop. (ISO 6506, ISO 6508, ISO 6507)

De los métodos citados anteriormente, el método más popular en la industria, es el método Rockwell y consiste en introducir un penetrador (cono de diamante o bola de acero endurecido), sobre la pieza de trabajo, mediante la aplicación sucesiva de dos cargas según las condiciones específicas de la prueba que se esté realizando y medir la deformación o profundidad de la huella dejada por el penetrador. A partir de esta deformación se calcula el número de dureza Rockwell como:

$$HR = N - \frac{h}{0,002} \quad (1)$$

donde:

h: es la profundidad de la huella
N = 100 para penetrador de diamante

Este método presenta “ventajas” sobre otros métodos (Brinell, Vickers, Knoop), como: la lectura del valor de dureza es directa, por lo que no se requieren mediciones ni cálculos adicionales para obtener el número de dureza; además el volumen de la máquina es considerablemente menor que las utilizadas por otros métodos de dureza para metales. De lo anterior podemos decir que esta prueba es relativamente más rápida y directa para la medición del número de dureza.

3. FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA PARA LA MEDICIÓN DE DUREZA

Aún no existe una relación matemática para la definición de dureza, primero porque no se cuenta con un modelo matemático único que represente el fenómeno de penetración, segundo porque los métodos convencionales de medición de dureza han sido pruebas que se han realizado por convención sin ningún fundamento teórico y tercero porque no existe

un método universal y por ende un sistema de medición para su cuantificación, que relacione la prueba de dureza con algún modelo matemático.

4. MODELOS ELÁSTICO Y ELASTO-PLÁSTICO DE LA PRUEBA DE DUREZA

El Modelo Elástico presenta a los materiales bajo prueba, como lineales elásticos y los penetradores como cuerpos rígidos. Por lo que toda la deformación generada por los penetradores es de forma elástica, por lo que la teoría de la elasticidad aplica.

Otro modelo utilizado es el elasto-plástico (Fig. 1), el cual considera una penetración utilizando esfuerzo plano en un sólido elástico y perfectamente plástico mediante un penetrador rígido.

Un análisis exacto de la prueba de penetración de sólidos elásticos y perfectamente plásticos, aún en dos dimensiones, no ha sido establecido debido a la complejidad de las deformaciones producidas por el proceso de penetración.

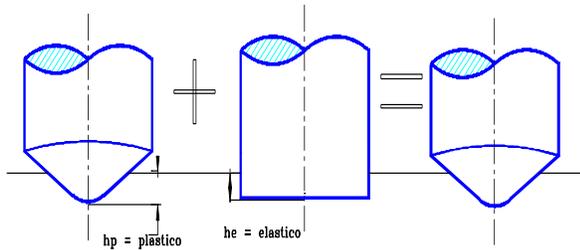


Fig. 1. Modelo elasto-plástico.

5. RESULTADOS

La información resultante en una prueba convencional (por ejemplo: el método Rockwell) es únicamente un número al cual se le relaciona como el resultado de la aplicación de una fuerza a través de un penetrador con geometría determinada durante un ciclo de prueba especificado por una determinada norma. Este valor es utilizado solamente como un valor pasa-no-pasa sin mayor importancia para la parte de diseño o algún proceso subsecuente que no sea el de aceptar o rechazar lo que se está midiendo. Por ejemplo si aplicamos una fuerza de 588.4 N con un penetrador cónico de punta esférica de 120° y 0,200 mm de radio durante un ciclo de prueba el resultado podría ser: **54 HRA**; lo que, únicamente nos relaciona un número con respecto a un método y una escala.

En cambio, el método Martens nos da la posibilidad de registrar la aplicación de la fuerza y la deformación

durante todo el desarrollo de la prueba y se obtiene una gráfica como la mostrada en la figura 2. La importancia de la información que se tiene es que es posible determinar lo siguiente:

- a) Deformación plástica (hr)
- b) Deformación elástica (hr')
- c) Energía necesaria para deformar plástica y elásticamente el material. (Wt)
- d) Esfuerzo bajo carga constante ("creep")

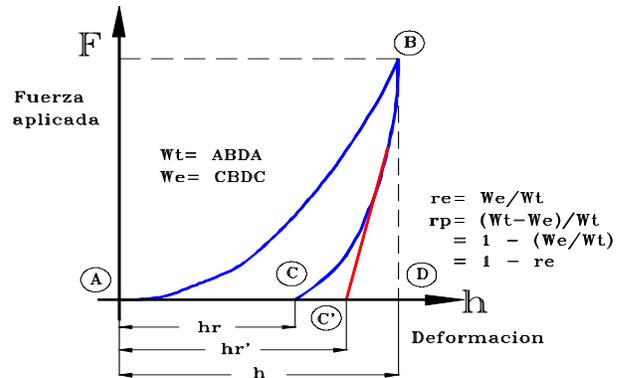


Fig. 2 Principio de medición método Martens.

6. DISCUSIÓN

La información que se tiene por el método Martens no es sólo un número de un método empírico, sino que nos permite obtener información de la plasticidad y elasticidad del material bajo una fuerza aplicada y en el caso de que se mantenga la fuerza aplicada durante un lapso de tiempo de forma constante, se podrá evaluar el efecto de fluencia ("creep"). En la figura 3 se muestra un resultado típico de la prueba de dureza por el método Martens.

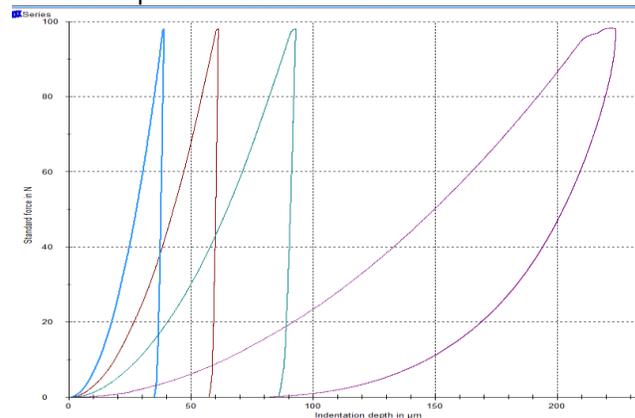


Fig. 3. Resultados de la prueba de dureza método Martens, en acero, bronce, aluminio y Nylamid.

FUENTE DE RADIACION INFRARROJA CON GRADIENTES TÉRMICOS

Víctor Martínez Fuentes¹, Margarita Kaplun Mucharraille², Estela Escoto Serrano³

¹Universidad Politécnica de Querétaro, ²Brikap, S. A. de C. V., ³CIDESI

¹Carretera Estatal 420 s/n. El Marqués, Querétaro

Tel 442 155 5989, victor.martinez@upq.mx

Resumen: La función de una cámara termográfica es visualizar gradientes térmicos. Para evaluar esta característica, el objetivo de este trabajo es desarrollar una placa como fuente de radiación infrarroja con gradientes de temperatura en cuatro etapas. Este gradiente se produce seleccionando las temperaturas en los extremos de la placa y cambiando la presión de contacto aplicada a cada bloque que la conforma. Los resultados obtenidos del análisis permiten predecir el gradiente de temperatura en toda la placa y los escalones de temperatura producidos entre cada etapa. Se tienen resultados experimentales que confirman el funcionamiento de esta fuente de radiación.

1. INTRODUCCIÓN

Las cámaras termográficas se usan para visualizar en imágenes los gradientes de temperatura de un objeto. Como una prueba de desempeño es que diseña y construye una placa con gradientes térmicos ajustables. El sistema completo consiste de una cavidad de cuerpo negro como fuente de radiación térmica a baja temperatura y un arreglo de placa de radiación de forma rectangular que sirve para generar gradientes de temperatura en forma controlada, en un alcance de temperaturas de -20 °C hasta temperaturas de 80°C. La cavidad de cuerpo negro provee la calibración en una temperatura y la placa permite caracterizar los gradientes de temperatura observados por una cámara termográfica comparados con los gradientes térmicos medidos por medio de termómetros de contacto.

Existen calibradores planos para termómetros de radiación, que son placas de temperatura uniforme. En ellos, no existe forma de generar un gradiente térmico que sea conocido para verificar los gradientes térmicos que registra la cámara termográfica.

2. GENERADOR DE GRADIENTES TÉRMICOS

El generador de gradientes térmicos consiste de un arreglo de placa de forma rectangular que sirve como fuente de radiación para generar gradientes de temperatura en forma controlada, en un alcance de temperaturas de -20 °C hasta temperaturas de 80 °C

Esta placa está formada por cuatro bloques idénticos de acero inoxidable de 14 mm x 100mm x 20 mm apilados en forma vertical (Figura 1). Cada bloque está en contacto térmico con los adyacentes a través

de las caras planas laterales. La cara posterior de cada bloque tiene dos pequeños termopozos con diámetro de 1 mm donde se alojan termopares tipo T con el fin de medir el perfil de temperatura que se obtiene. La cara frontal de 20 mm x 100 mm tiene un maquinado de pequeñas pirámides cuadradas y contiguas. Esta cara se recubre con pintura negra de alta emisividad.

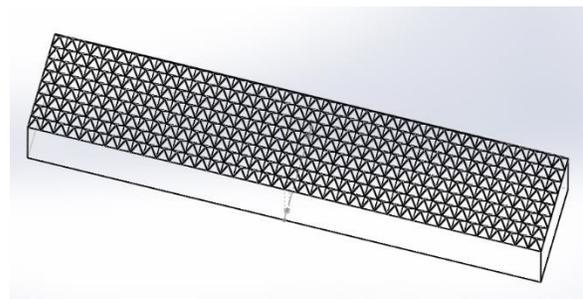


Fig. 1. Bloque básico de acero inoxidable con pirámides maquinadas en una de sus superficies.

El funcionamiento de la placa de gradientes térmicos es como sigue:

Se aprovecha el efecto de la resistencia térmica de contacto entre los bloques metálicos de acero inoxidable para provocar caídas de temperatura debidas al flujo de calor que ocurre desde el bloque calefactor al bloque frío. Es bien sabido que la resistencia térmica de contacto entre superficies conformantes está relacionada con el área real de contacto y ésta a su vez se relaciona con el acabado superficial, la presión ejercida sobre el contacto, la conductividad térmica de los materiales entre otras variables [1-3]. En la ecuación 1 se muestra el modelo de transferencia de calor y las resistencias térmicas involucradas.

$$q = \frac{T_H - T_C}{\frac{L_1}{k_1 A} + \frac{1}{Ah_{c1}} + \frac{L_2}{k_2 A} + \frac{1}{Ah_{c2}} + \frac{L_3}{k_3 A} + \frac{1}{Ah_{c3}} + \frac{L_4}{k_4 A}} \quad (1)$$

La resistencia térmica de contacto con el flujo de calor provoca una caída en la temperatura en la interface que es dependiente de las variables arriba citadas. En este arreglo de bloques, la variable que se controla es la presión ejercida en los contactos mecánicos. La presión se regula a través de un tornillo con manivela colocada en la parte superior y que actúa en un sistema de prensa mecánica. La fuerza ejercida por el tornillo se mide con una celda de carga en el ensamble.

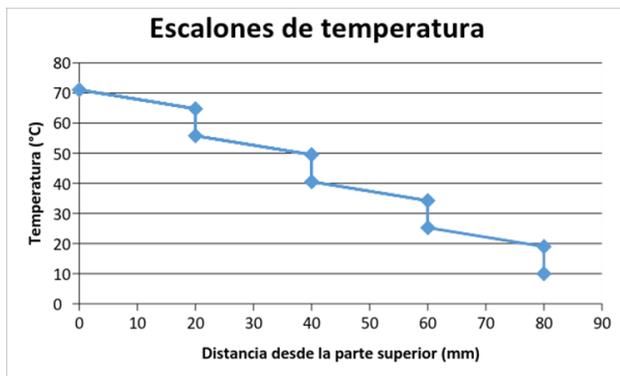


Fig. 2. Gráfica que muestra escalones de temperatura provocados por las resistencias térmicas de contacto en las posiciones de 20 mm, 40 mm, 60 mm y 80 mm que corresponden a las interfaces de contacto entre dos bloques de acero en la placa de gradientes térmicos. La inclinación de los escalones se debe a la resistencia térmica de conducción de los bloques de acero.

3. RESULTADOS

En la figura 3 se muestra el esquema del aparato construido con la placa que integra los cuatro bloques de acero. Se observa también la cavidad de cuerpo negro y el control de temperatura. Cuando la temperatura del bloque calefactor es 50 °C y la del bloque enfriador es 8 °C se obtuvieron las temperaturas en la parte media siguientes:

B1	37.9°C
B2	29.9°C
B3	24.0°C

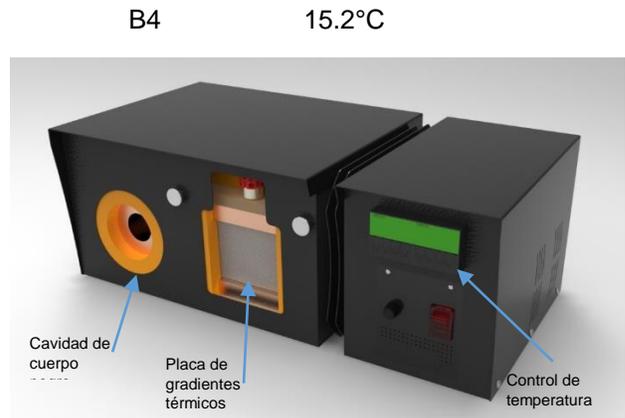


Fig. 3. Esquema de la construcción de la fuente de radiación con gradientes térmicos.

4. DISCUSIÓN

Se ha mostrado que se pueden obtener escalones de temperatura y gradientes térmicos a lo largo de los bloques, ambos medidos con termopares tipo T del mismo lote de alambre, y comparar con los gradientes procesados en la imagen obtenida con la cámara termográfica.

5. CONCLUSIONES

Se tiene una fuente plana de radiación infrarroja con gradientes térmicos que permite la comparación de las imágenes termográficas con los gradientes de temperatura determinados por medio de la termometría de contacto. Esto permite verificar el funcionamiento de las cámaras dentro del alcance del dispositivo.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al CONACYT el apoyo brindado a este desarrollo a través del fondo PEI 2014-213146.

REFERENCIAS

[1] Holman, J. P. "Heat Transfer." 10 ed: McGraw-Hill, pags 27-59. 2010.
 [2] Yovanovich, M.M., and Marotta, E.E. "Thermal Spreading and Contact Resistances." Heat Transfer Handbook Ed. Bejan, Adrian; Kraus, Allan D. John Wiley & Sons, 261-393. 2003.
 [3] Aziz, A. "Conduction Heat Transfer." Heat Transfer Handbook Ed. Bejan, Adrian; Kraus, Allan D. John Wiley & Sons, 161-260. 2003.

PROGRAMA ATÍPICO DE ENSAYOS DE APTITUD PARA LABORATORIOS QUE REALIZAN PRUEBAS DE HERMETICIDAD EN ESTACIONES DE SERVICIO QUE EXPENDEN GASOLINA Y DIESEL

Carlos Antonio Rivera Orozco, María del Rosario Rodríguez Báez
Bufete de Ingenieros Industriales, S.C.
Francisco Pimentel 4104 B, Col. Las Granjas Chihuahua, Chih. México
614- 419 3700 carlos@bii.mx

Resumen: ISO/IEC 17043 [1] establece un modelo típico para los ensayos de aptitud que considera la preparación y distribución de los ítems de ensayo, en este trabajo se exponen las particularidades del diseño de los ítems de ensayo porque en estas pruebas los laboratorios van a los ítems, donde las mediciones del laboratorio y de referencia son simultáneas. Este programa es atípico por las características de los ítems de ensayo de aptitud como su ubicación, los laboratorios tienen que desplazarse al sitio del ensayo; además las rondas de participación se diseñan con extremo cuidado para mantener adecuadas las condiciones de confidencialidad.

1. INTRODUCCIÓN

Los ensayos de aptitud son un mecanismo para evaluar el desempeño de los laboratorios de ensayos, los beneficios potenciales son: (1) confirmar el desempeño en pruebas específicas, (2) identificar problemas de ensayo, (3) mejorar el desempeño, (4) educar al personal, (5) comunicar confianza a los usuarios externos.

ILAC (Cooperación Internacional de Acreditación de Laboratorios, en español) recomienda que los laboratorios acreditados bajo la norma ISO/IEC 17025: 2005 participen en los programas de ensayos de aptitud (EA), las entidades de acreditación miembros de ILAC implementan esta recomendación por medio de políticas de ensayos de aptitud [2].

Para el desarrollo del programa de ensayos de aptitud se cuenta con una estación de ensayos que permite verificar las condiciones de prueba y simular fugas en tanques y tuberías, esto permite evaluar el desempeño de los laboratorios que realizan pruebas de hermeticidad con métodos volumétricos y no volumétricos. Las mediciones se realizan de forma simultánea, un aspecto trascendental es la sensibilidad de estas pruebas a la competencia del personal técnico para manipular los ítems de ensayo, controlar las variables críticas del proceso y seleccionar las condiciones ambientales idóneas.

2. ENSAYO DE APTITUD

Por la naturaleza de las pruebas de hermeticidad los laboratorios participantes se trasladan al sitio donde se encuentran los ítems de ensayo [3] [4]. El ensayo de aptitud se realiza bajo un esquema secuencial con enfoque basado en procesos: los participantes

reciben un turno para probar los ítems de ensayo y dictaminar su hermeticidad mientras que el proveedor del ensayo de aptitud mide las condiciones experimentales y genera una fuga de forma simultánea. Se considera que los resultados son válidos si, y sólo si, se cumplen las condiciones experimentales que pueden ser presurizar o vaciar el sistema en los niveles indicados por el método.

Además se asigna a cada participante un bloque de tiempo suficiente para probar la hermeticidad de tanque y tubería.

2.1. Alcance

El ensayo de aptitud evalúa la capacidad del laboratorio para (1) generar y mantener bajo control las condiciones experimentales requeridas por el método y (2) el acierto en el dictamen de hermeticidad.

2.2. Convocatoria

Los laboratorios participantes realizan pruebas de hermeticidad en tanques y tuberías de estaciones de servicio, con métodos volumétricos o no volumétricos en equipos móviles y que operen bajo la norma ISO/IEC 17025 [5]; el plan del ensayo de aptitud se da bajo las condiciones siguientes:

2.2.1 Fechas definidas para realizar los planes de ensayos de aptitud, con notas que aclaran los criterios de inscripción, código de participante que se asigna para preservar su identidad en el informe del ensayo de aptitud, horarios, cupo, medios, formas y fechas de entrega de resultados.

2.2.2 Las condiciones del equipo de seguridad, herramienta, accesorios e instrumentos de medida se verifican por el personal del proveedor del ensayo de aptitud antes de iniciar la prueba de hermeticidad.

2.3. Preparación de los ítems de ensayos

Se corre una validación de los ítems de ensayos y métodos para generar el valor asignado antes de su implementación. La validación genera los elementos requeridos de los simuladores de fugas y las condiciones relevantes para su operación.

Uno de los retos de este esquema de ensayo de aptitud es que los daños en los ítems sólo se pueden detectar en un horizonte de tiempo muy corto antes de la realización del ensayo; así mismo, la identificación de condiciones no idóneas se deben detectar en el momento en que realiza la prueba para que la coordinación del ensayo de aptitud esté en condiciones de reparar los ítems y solicitar una segunda prueba al participante.

3. RESULTADOS

Los participantes son evaluados bajo dos criterios: condiciones experimentales del método y dictamen de hermeticidad.

3.1 Criterio condiciones experimentales del método: el objetivo es que el participante genere la presión o vacío indicado por el método. Se asigna una tolerancia sobre el valor objetivo, las condiciones experimentales dentro de la tolerancia se califican como resultados satisfactorios, las condiciones experimentales que exceden la tolerancia se califican como resultados no satisfactorios. La evaluación se realiza con el estadístico de capacidad del proceso C_{pk} transformado para metrología [6] [7].

3.2 Criterio dictamen de hermeticidad: la tasa de fuga generada se compara con el límite de detección del método, el resultado se evalúa satisfactorio o no satisfactorio, sólo cuando se obtiene satisfactorio en las condiciones experimentales del método de otra forma el dictamen se evalúa como no satisfactorio sin importar el acierto o falla en el dictamen.

Los valores asignados de presión, vacío y fuga se obtienen por mediciones directas con instrumentos calibrados trazables al Sistema Internacional.

La condición de fuga se asigna de forma aleatoria al iniciar la prueba, el participante no es informado sobre el estado del ítem de ensayo.

4. DISCUSIÓN

Las pruebas de hermeticidad dependen en gran medida de la competencia técnica del personal para: sellar los tanques, evaluar que el método sea realizable con las condiciones ambientales presentes, controlar el nivel de presión o vacío en el ítem de ensayo. Otro aspecto importante, es que la medición de referencia se realiza con instrumentos de medida con exactitud igual o superior a la que usan de forma típica los laboratorios de prueba. Dado que las mediciones de las condiciones experimentales son simultáneas hay una probabilidad muy baja de falsear la prueba.

5. CONCLUSIONES

Los resultados observados en los pilotos de ensayo de aptitud conforme al programa propuesto han demostrado ser robustos para apoyar la mejora en el desempeño del laboratorio y la educación del personal.

AGRADECIMIENTOS

Eleazar, Jovan y Claudia Alvarado, Eliud Domínguez, Guillermina Ochoa de ALVHER CORPORATIVO, S.A. de C.V.

REFERENCIAS

- [1] ISO/IEC 17043: 2010 Conformity assessment — General requirements for proficiency testing, 39 p.
- [2] ILAC-P9:11/2010 ILAC Policy for Participation in Proficiency Testing Activities. Australia: 2010, 8 p.
- [3] US EPA, Standard Test Procedures For Evaluating Leak Detection Methods. Nonvolumetric Tank Tightness Testing Methods EPA/530/UST-90/005, March 1990, 99 p.
- [4] US EPA, Standard Test Procedures For Evaluating Leak Detection Methods. Pipeline Leak Detection Systems EPA/530/UST-90/010, September 1990, 177 p.
- [5] ISO/IEC 17025: 2005 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración, 30 p.
- [6] G. Salvendy, Handbook of Industrial Engineering, Third Ed., Vol. 2. Chapter 69, U.S.A.: 2001, pp. 1869, 1870.
- [7] French College of Metrology, Metrology in Industry, The Key for Quality. U.S.A.: 2006, pp. 27 – 30.

DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UNA CELDA ELECTROQUÍMICA PARA MEDICIÓN DE CONDUCTIVIDAD ELECTROLÍTICA EN INTERVALO MENOR A 1 $\mu\text{S}/\text{cm}$

Álvarez-Monjaraz, O. G.¹, Villarreal-Castellon J.^{1,2}, Mercader-Trejo F.E.¹, López-Granada M.G.¹, Larios-Durán E.R.³, Antaño-López R.⁴, Rodríguez-López A.^{1*}.

¹Universidad Politécnica de Santa Rosa Jáuregui (UPSRJ), km 31+150, carretera federal 57 tramo Qro-SLP, Parque Industrial Querétaro, Santa Rosa Jáuregui, C.P.76220 Querétaro, México.

²Instituto Tecnológico de Tepic, Av Tecnológico # 2595, Col. Lagos del Country, C.P. 63175, Tepic, Nayarit, México.

³Universidad de Guadalajara, Departamento de Ingeniería Química, Blvd. Marcelino García Barragán #1451, C.P. 44430, Guadalajara Jalisco, México.

⁴Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica, S.C. Parque Tecnológico Querétaro s/n, Sanfandila, Pedro Escobedo, Querétaro, México.

ossiel_a@hotmail.com

arodriguez@upsrj.edu.mx

Resumen: La conductividad electrolítica es la capacidad de una solución para transportar corriente eléctrica, las soluciones al igual que los conductores metálicos obedecen a la Ley de Ohm y la conductividad es el inverso de la resistencia, la cual también depende de una constante de celda K que está dado por la distancia entre los electrodos y el área transversal. Se presenta un trabajo de diseño y construcción de una celda electroquímica para medir resistencia en líquidos, cuya conductividad electrolítica es menor a 1 $\mu\text{S}/\text{cm}$. Los resultados son prometedores al medir biodiesel, dado que existe repetibilidad y reproducibilidad en aproximadamente 30 $\text{k}\Omega$, sin embargo, se continúa con el “lack” de trazabilidad metrológica.

1. INTRODUCCIÓN

La conductividad electrolítica (CE) es una expresión numérica de la capacidad de una disolución para transportar corriente eléctrica. Esta capacidad depende de la presencia de iones, de su concentración total, valencia y concentraciones relativas, así como de la temperatura [1, 2]. El valor de CE es un parámetro regulado por límites máximos permisibles en descargas de aguas residuales al alcantarillado o a cuerpos receptores, también es un parámetro de calidad del agua para consumo humano o usos y actividades agrícolas e industriales [3].

Esta propiedad es importante y es una de las mediciones más frecuentes pues da una idea del grado de mineralización del agua natural, cantidad de iones en disoluciones acuosas (por ejemplo baños electrolíticos) y no acuosos (por ejemplo petróleo).

A nivel internacional, la medición de CE es comparable en el intervalo de 50 $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 12 800 $\mu\text{S}/\text{cm}$, sin embargo, existe una gran cantidad de mediciones que se realizan cotidianamente en intervalos superiores o inferiores. Sobre escalas inferiores, se pueden citar por ejemplo, mediciones

de agua de alta pureza o de biocombustibles. Resulta interesante desde el punto de vista científico, y atractivo desde el punto de vista industrial, investigar sobre esta medida en intervalos inferiores a 1 $\mu\text{S}/\text{cm}$. Dado que la CE es una razón de constante de celda y resistencia de la disolución, este trabajo se enfoca a medición de resistencia de la disolución mediante impedancia [1-3].

2. CONDICIONES EXPERIMENTALES

Se diseñó una celda haciendo uso de software Solid Works®. Se simuló la distribución de corriente primaria mediante el software Comsol Multiphysics®. La celda se construyó de vidrio y los electrodos de acero inoxidable AISI 304. Las mediciones de espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS) se realizaron empleando un potencióstato-galvanostato marca Gamry, modelo Reference 3000. Los cálculos para obtener el valor de resistencia de la disolución, se realizaron con el software Z-view, empleando un circuito equivalente R-RC.

3. RESULTADOS

Considerando el intervalo de conductividad electrolítica de las disoluciones de interés, se realizaron cálculos para construir una celda que permita realizar esas mediciones, a saber, de constante de celda nominal de 0.005 cm^{-1} .

En la figura 1 se muestran los resultados de la simulación digital de distribución de corriente primaria.

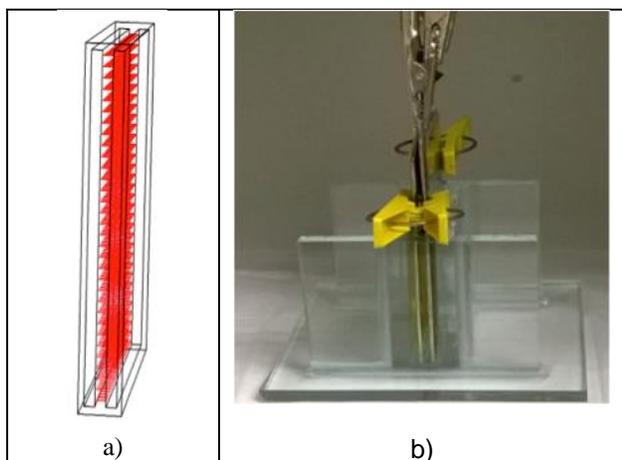


Fig. 1. a) Simulación de la distribución de corriente primaria en la celda diseñada con el software Comsol Multiphysics®. b) foto de la celda construida.

Se ha medido la impedancia electroquímica de biodiesel de higuera, en la figura 2 se muestra un espectro típico.

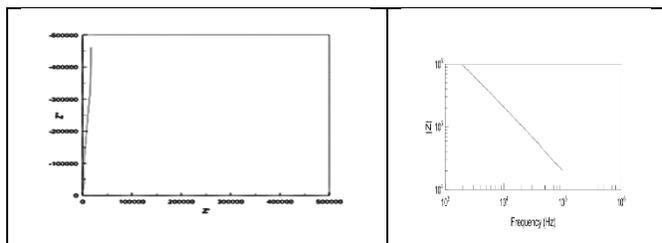


Fig. 2. a) Espectro de impedancia Nyquist b) Bode en módulo, típico en la medición de biodiesel.

4. DISCUSIÓN

Los resultados de medición de impedancia son estables, repetibles y reproducibles, al menos en la medición de biodiesel sintetizado a partir de

higuera, lo cual es un indicio prometedor. Con el circuito equivalente R-RC se obtuvo el valor de resistencia de la disolución de biodiesel de higuera de 28950 Ohms.

Por otro lado, uno de los problemas es que actualmente no existe un MRC con el cual podamos hacer una “calibración” de nuestro sistema de medida.

De acuerdo a los resultados obtenidos podemos utilizar esta celda electroquímica para generar mediciones de conductividad electrolítica más confiables en el intervalo menor a 1 uS/cm .

5. CONCLUSIONES

Se diseñó y construyó una celda electroquímica para medir en un intervalo menor a 1 uS/cm .

Los resultados de impedancia electroquímica, y por ende la estimación de resistencia de la disolución, son estables, repetibles y reproducibles.

AGRADECIMIENTOS

Se agradecen a las instituciones de los autores, así como al CONCYTEQ por su apoyo económico.

REFERENCIAS

- [1] Xiaoping, S., P. Spitzer, and U. Sudmeier, Novel method for bulk resistance evaluation in conductivity measurement for high-purity water. *Accred Qual Assur*, 2007: p. 5.
- [2] Seitz, S., et al., Traceability of electrolytic conductivity measurements to the International System of Units in the sub mS m^{-1} region and review of models of electrolytic conductivity cells. *Electrochimica Acta*, 2010. 55: p. 9.
- [3] Pratt, K.W., et al., Molality-based primary standards of electrolytic conductivity. *Pure Applied Chemistry*, 2001. 73(11): p. 11.

AUTOMATIZACIÓN DEL SISTEMA HIDRÁULICO PARA LAS MÁQUINAS DE TRANSFERENCIA DE FUERZA

Jorge Vilchis Reyes Retana, Alejandro Cárdenas Moctezuma
Tecnológico Nacional de México (Instituto Tecnológico de Querétaro)
Av. Hércules Pte. No 211 Int. 19 Col. Conjunto Habitacional Hércules
(52) 442 447 8965 jvreyesretana@hotmail.com

Resumen: A lo largo de éste se desarrolla el diseño de un sistema hidráulico para efectuar las calibraciones de las celdas de carga que realiza el Centro Nacional de Metrología. La finalidad de éste es un funcionamiento autónomo para reducir la incertidumbre. El elemento principal del sistema hidráulico es una válvula proporcional.

1. INTRODUCCIÓN

El sistema hidráulico de transferencia de fuerza permite calibrar celdas de carga regulando la presión ejercida a éstas al momento de calibrar, éste funciona en conjunto con las máquinas de calibración universal. El control hidráulico se utiliza de forma manual por lo que al automatizarlo permitirá reducir el tiempo de calibración y la dispersión de los valores de fuerza aplicados.

2. DESARROLLO

El sistema desarrollado es el siguiente:

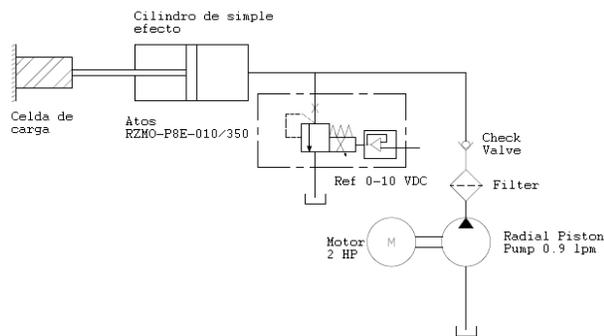


Fig. 1. Diseño conceptual del sistema hidráulico.

Éste consiste en un motor, una bomba hidráulica, un filtro, una válvula antirretorno, una válvula proporcional, tubería correspondiente, un colector y el fluido.

2.1. Selección de componentes

El fluido seleccionado para esta aplicación es un ISO VG 32 debido a que evita el desgaste en sistemas con circulación de aceite además de ser utilizados en el control y transmisión de potencia.

Para transmitir el fluido se utiliza una bomba que es impulsada por un motor. El motor se selecciona en base a la ecuación 1. Se obtuvo un valor de ¼ hp. Con un factor de seguridad se utiliza una potencia de ¾ hp.

$$Q_{gen} = PQ - Tw \quad (1)$$

Al haber seleccionado el motor, se seleccionó la bomba. Ésta debe cumplir con los requerimientos para calibrar las celdas de carga, que son:

- Presión de 5000 psi
- Caudal menor a 1 L/min
- Compatible con el fluido

El filtro utilizado y la válvula antirretorno fueron seleccionados por las siguientes características

- Presión de servicio de 5000 psi
- Compatible con el fluido ISO VG 32

Por último las características de la válvula proporcional fueron las siguientes:

- Presión de trabajo mayor o igual a 5000 psi
- Flujo menor o igual a 1.5 l/min
- Alimentación del solenoide de 24 VDC
- Control de la válvula de 0-10 VDC

2.2. Diseño CAD

Con las hojas de datos de cada uno de los componentes se dibujaron en SolidWorks, también se diseñó una carcasa.

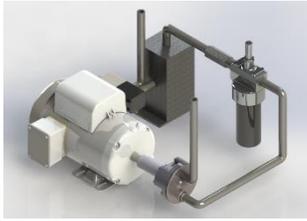


Fig. 2. Diseño CAD.

2.3 Diseño del control hidráulico

El diseño conceptual fue simulado en el software Automation Studio 5.0. Con la adquisición de datos de la válvula se obtuvo la función del sistema en términos de la presión y el voltaje.

$$G(s) = \frac{2.433s^2 + 41.44s + 219.1}{s^4 + 5.02s^3 + 21.92s^2 + 45.87s + 43.76} \quad (2)$$

Después se utilizó Simulink para realizar el control. Los parámetros de control fueron los siguientes:

- Tiempo de asentamiento del 2% en 6 seg.
- Un sobreimpulso máximo del 6%
- Error de estado estacionario de 0

3. RESULTADOS

Al realizar los diseños del control PI, se obtuvieron los siguientes resultados:

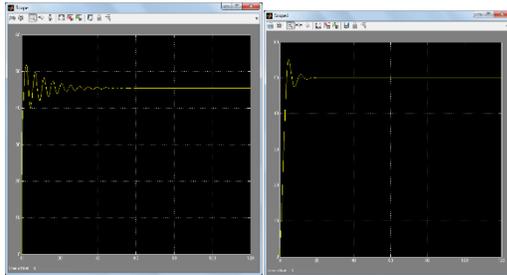


Fig. 3. Sistema sin control y con control

Por lo que los componentes para realizar un control hidráulico presentado son los siguientes:

- Aceite ISO VG 32
- Bomba BOSCH PR4-1X/0,63-700WA01M01
- Motor Baldor L3508T
- Válvula proporcional RZMO-P8E-010/350
- Filtro Bosch 445LEN0063
- Válvula antirretorno Bosch S10 A.10/

4. DISCUSIÓN

Las ventajas que presenta el sistema, es la eliminación del error y un tiempo de calibración menor en un 50%. Además la válvula es adquirida con un pilotaje para proteger el sistema presurizado al ocurrir una pérdida del suministro eléctrico.

Las desventajas que muestra el mismo, es una baja exactitud por la baja resolución del software, una vez implementado se podrán corregir esta desventaja. Por último son el costo, debido a su cotización en dólares y el tiempo de entrega (10 a 12 semanas, una vez pagado).

5. CONCLUSIONES

El sistema hidráulico en las simulaciones pretende el objetivo propuesto en un principio por medio de un controlador PI con un tiempo de asentamiento de 6 seg. y un sobre impulso máximo del 6%. El uso de software permite conocer el comportamiento de la válvula. Con esto se dieron a saber los problemas que se pudieran presentar.

AGRADECIMIENTOS

Agradezco al CENAM, a mi asesor Alejandro Cárdenas así como al personal de Fuerza y Presión que me permitieron desarrollar éste durante mi estadía como becario.

REFERENCIAS

- [1] Alejandro Cárdenas, Daniel Ramírez, Mejoras a los patrones de transferencia de fuerza del CENAM, <http://bit.ly/1TqBHaz>, Febrero de 2015
- [2] Gabriel Macuil, Diseño de un sistema hidráulico para el enfriamiento a las punteadoras eléctricas, [https:// http://bit.ly/1OjNZLI](https://http://bit.ly/1OjNZLI), Mayo de 2015
- [3] Rafael D. Márquez, José F. Salazar, Diseño y simulación de un sistema hidráulico central automático de transporte y limpieza de fluido refrigerante, <http://bit.ly/1VspDEH>, Mayo de 2015
- [4] Hernando Rojas, Elizabeth Londoño, Método de diseño de un sistema hidráulico de potencia para la agitación de un tacho, <http://bit.ly/1Vsq6H7>, Abril de 2015.

SISTEMA ULTRASÓNICO PARA INSPECCIÓN SEMI-AUTOMÁTICA DE CORDONES DE SOLDADURA USANDO ULTRASONIDO

Francisco Arroyo T.¹ Ana L. López Sánchez², Alfredo A. Elías Juárez², Gilberto Loera Medrano²

¹Instituto Tecnológico de Celaya
Calle Antonio García Cubas 600 y Avenida Tecnológico, Alfredo V. Bonfil, 38010 Celaya, Guanajuato.
Correo-e: fco.arroyo.torres@outlook.es

² Dirección de Vibraciones y Acústica, Dirección General de Metrología Física, Centro Nacional de Metrología km 4.5 Carretera a Los Cués, Municipio de El Marqués, Querétaro. C.P. 76246, MEXICO

Resumen: Se presenta un sistema semi-automático de medición por ultrasonido desarrollado para inspeccionar cordones de soldadura en placas de acero a tope; utilizando un brazo robótico de cinco grados de libertad. El sistema permite determinar la posición y orientación del transductor ultrasónico acoplado a la placa de acero, cuando se detectan reflectores en el cordón de soldadura (fallas); en base a esta información se determina la profundidad y longitud de cada reflector y su incertidumbre de medida asociada. Los resultados obtenidos con el sistema son, en general, más repetibles en comparación con la detección de reflectores realizada manualmente.

1. INTRODUCCIÓN

El ultrasonido, es una de las técnicas de inspección no destructiva más utilizada para inspeccionar la sanidad de cordones de soldadura en estructuras. Por lo general, la inspección se realiza de forma manual en donde la confiabilidad y repetibilidad de los resultados obtenidos depende en gran medida de la capacidad del usuario para aplicar correctamente la técnica; incluyendo la operación adecuada del equipo [1-2]. Con el fin de reducir la variabilidad en las mediciones que se presentan inherentemente en una inspección manual [1], se desarrolló un sistema semi-automático de inspección por ultrasonido de cordones de soldadura, utilizando un brazo articulado de 5 grados de libertad. El sistema se diseñó en una primera instancia para inspeccionar cordones de soldadura en estructuras más bien simples como son placas de acero al carbono con soldadura a tope. En las siguientes secciones se describe, de manera general, los componentes del sistema, capacidades de medición y resultados obtenidos en la inspección de un par de placas soldadas, en donde el sistema de inspección ha sido probado con éxito.

2. DESARROLLO DEL SISTEMA DE INSPECCIÓN

El sistema consta de un sistema de posicionamiento para sujetar y desplazar el transductor ultrasónico sobre la superficie de inspección; y de un detector ultrasónico de fallas comercial, marca Panametrics, modelo EPOCH-4; se utiliza en modo pulso-eco para

transmitir y recibir la señal ultrasónica del transductor de incidencia angular.

El sistema de posicionamiento, mostrado en Fig. 1, consta de a) un brazo articulado marca ST Robotics, modelo R12-500; b) un dispositivo de sujeción para sujetar el transductor ultrasónico de incidencia angular en el efector final del brazo; y c) una base que sirve de marco de referencia para posicionar la placa soldada alineándola con respecto al sistema de coordenadas del brazo robótico. Para configurar y controlar el sistema de posicionamiento se desarrolló en LabView una interfaz gráfica para programar y ejecutar las trayectorias de movimiento del transductor ultrasónico sobre la placa.

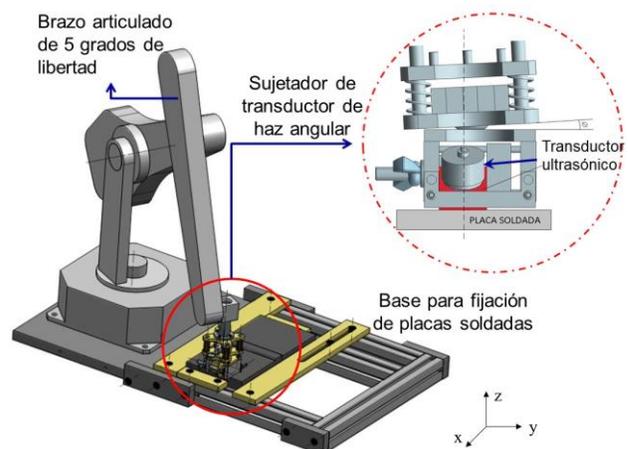


Fig. 1. Diagrama del sistema de posicionamiento.

El sistema de posicionamiento fue caracterizado usando un *laser tracker* en conjunto con un retro-reflector esférico montado en el efector final del

brazo. Como resultado se determinó que el brazo articulado tiene una resolución de 0.1 mm, una precisión en posicionamiento en el plano de la placa (x-y) de 33 µm; y una repetibilidad de 11 µm.

3. RESULTADOS

Se inspeccionó el cordón de soldadura de una placa plana de acero al carbono AISI 1018, de bisel sencillo en V, sin respaldo, con un espesor de 21 mm, y de 2.4 m de largo por 1.2 m de ancho. El cordón de soldadura se inspeccionó de forma manual y también utilizando el sistema de inspección semi-automático desarrollado. En ambos casos, se utilizó un transductor ultrasónico de 2.25 MHz, de 12.7 mm de diámetro, con una zapata con un ángulo de refracción de 45° en acero. La inspección se realizó en segunda y tercera piernas, a fin de cubrir el volumen de la soldadura.

Se detectaron 3 fallas prominentes en la soldadura, y para cada una se determinó su profundidad y longitud. En las Tablas 1 y 2 se muestran los resultados obtenidos entre las mediciones realizadas acoplando manualmente el transductor a la placa y usando el sistema semi-automático desarrollado, así como su respectiva incertidumbre de medida [3]. También se determinó el error normalizado, E_n , con el propósito de evaluar la consistencia de los valores medidos usando el sistema semi-automático, $d_{sistema}$, con respecto a los medidos acoplando el transductor de forma manual, d_{manual} , de acuerdo a la siguiente expresión [4],

$$E_n = \frac{d_{sistema} - d_{manual}}{\sqrt{[U(d_{sistema})]^2 + [U(d_{manual})]^2}} \quad (1)$$

Para $|E_n| \leq 1$ se considera que las mediciones usando cualquiera de las dos formas para acoplar el transductor a la placa son consistentes entre sí. Si $|E_n| > 1$ los resultados no son consistentes. En el caso del sistema semi-automático, los valores presentados son el promedio de 15 mediciones realizadas, mientras que los resultados obtenidos acoplando el transductor de forma manual, corresponden al promedio de 3 mediciones.

4. DISCUSIÓN

Se observa en las Tablas 1 y 2 que las mediciones realizadas con ayuda del brazo robótico, reducen la

incertidumbre de las mediciones de longitud y profundidad de las fallas detectadas; debido principalmente a que la componente por repetibilidad de las mediciones se reduce usando el sistema robótico. Permitiendo mantener acoplado el transductor ultrasónico a la superficie de inspección con la misma presión durante toda la inspección.

Tabla 1. Mediciones de profundidad de las fallas.

Falla	Medición manual		Sistema semi-automático		Consistencia ($ E_n \leq 1$)
	Profundidad	Incertidumbre	Profundidad	Incertidumbre	
	(mm)	k=2, (mm)	(mm)	k=2, (mm)	
1	10.05	0.35	9.63	0.20	1.0
2	10.42	0.35	10.35	0.20	0.2
3	19.34	0.35	19.45	0.20	0.3

Tabla 2. Mediciones de longitud de las fallas.

Falla	Medición manual		Sistema semi-automático		Consistencia ($ E_n \leq 1$)
	Longitud	Incertidumbre	Longitud	Incertidumbre	
	(mm)	k=2, (mm)	(mm)	k=2, (mm)	
1	20.64	1.0	20.27	0.30	0.4
2	20.46	1.0	20.88	0.30	0.4
3	10.00	2.0	10.29	0.30	0.1

5. CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos muestran que el uso de un brazo articulado claramente mejora la repetibilidad en la medición. Sin embargo, también deben considerarse como posibles fuentes de incertidumbre: el ajuste inicial del equipo de inspección ultrasónico, y el desgaste de la zapata de contacto del transductor ultrasónico.

REFERENCIAS

- [1] A. L. López Sánchez, R. Amezola Luna, A. A. Elías Juárez, "Aseguramiento metrológico en los ensayos no-destructivos por ultrasonido", en memorias de 7ª Conferencia de Pruebas No Destructivas, México, 2007.
- [2] López Sánchez A. L., Elías Juárez A. A., Loera Medrano G., "Analizando errores de medición comunes en la detección de fallas por ultrasonido", en Memorias del XXIV Congreso Nacional de Metrología, 2013.
- [3] GUM, Guía para la expresión de la incertidumbre de la medición, BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, OIML.
- [4] NMX-EC-17043-IMNC-2010, Evaluación de la conformidad – requisitos generales para los ensayos de aptitud.

TRAYECTORIA DE LAS MEDICIONES EN INGENIERÍA INVERSA DE PARTES Y COMPONENTES

Eusebio Jiménez López¹, Luis Andrés García Velásquez², Juan José Delfín Vázquez³, Baldomero Lucero Velásquez³, Víctor Manuel Martínez Molina⁴

¹Universidad Tecnológica del Sur de Sonora- ULSA Noroeste- IIMM

Dr. Norman E. Borlaug, Km 14 S/N, Valle de Yaqui, C.P. 85000, Cd. Obregón, Sonora, México

²Universidad La Salle Noroeste

³Instituto Tecnológico Superior de Cajeme

⁴Innovación en Ingeniería de Manufactura y Mantenimiento S. de R.L MI.
6441104312, ejimenezl@msn.com

Resumen: En este artículo se presentan nueve procedimientos relacionados con la trayectoria que sigue la información geométrica y dimensional obtenida bajo el proceso de la Ingeniería Inversa de partes y componentes. Los procedimientos están agrupados en fases: extracción de la información, representación y uso de la información. Para la generación de duplicados representativos, confiables y útiles, es de mucha importancia que los alumnos de ingeniería y las empresas consideren de vital importancia la calidad de la extracción de la información dimensional, su procesamiento, validación, representación y utilización en la fabricación y pruebas en el duplicado.

1. INTRODUCCIÓN

La Ingeniería Inversa se considera una de las tecnologías que proporcionan beneficios empresariales al acortar el ciclo de desarrollo de productos [1]. La Ingeniería Inversa es una estrategia de diseño común en la industria y es un concepto que en la literatura ha llegado a abarcar una gran variedad de actividades de ingeniería y diseño [2]. Por otro lado, la extracción de la información dimensional de la pieza a duplicar no es una tarea simple ni mucho menos es entendible la trayectoria que sigue dicha información durante todo el proceso de la Ingeniería Inversa. Es de mucha importancia que los alumnos de ingeniería y las empresas tengan en claro que la información geométrica y dimensional relacionada con el proceso de la Ingeniería Inversa tiene que ser obtenida (medida), procesada y representada con la mayor calidad posible y bajo métodos y procedimientos sistemáticos derivados de la experiencia y de definiciones formales, en donde las normatividades regulen la confiabilidad de las mediciones y su posterior utilización.

En este artículo se describen algunos procedimientos, derivados de algunas definiciones formales, relacionados con el proceso de la Ingeniería Inversa los cuales permiten sistematizar la extracción de la información de una pieza, el procesamiento de la misma y su utilización para fabricar y probar las equivalencias en el duplicado.

2. LA INFORMACIÓN DIMENSIONAL EN LA INGENIERÍA INVERSA

La Ingeniería Inversa es la aplicación sistemática de un proceso analítico - sintético guiado con el cual se busca determinar las características, propiedades y/o funciones de un sistema, una máquina o un producto o una parte de un componente o un subsistema. Su propósito principal es determinar cuando menos un modelo o una característica de un objeto o producto o sistema de referencia cuya información sea limitada, esté incompleta o no exista [3].

La Ingeniería inversa se desarrolla bajo la planeación y la ejecución de programas y procedimientos. Dichos procedimientos son:

2.1. Extracción y procesamiento de la información.

La extracción y el procesamiento de la información dimensional se realizan mediante cinco procedimientos [4]:

- 1) Del análisis preliminar a la generación de primitivas.
- 2) De la selección de los aparatos de medición al proceso de calibración de los instrumentos.
- 3) Operación de medición.
- 4) Del análisis de los datos a la representación de la información (representación de datos estadísticos).
- 5) Validación de la información.

2.2. Representación de la información.

Para el caso de información de partes y componentes, la representación de la información se guía por medio de la definición siguiente:

Un plano de fabricación es una representación esquemática física o digital del diseño de una parte o un conjunto de partes que pueden estar interrelacionadas entre sí, en términos de manufactura. Dicha representación contiene información geométrica y no geométrica de las partes y componentes, además, debe cumplir con las siguientes consideraciones:

- 1) La información geométrica y no geométrica (de manufactura, costos, etc), debe ser clara y lo más explícita posible.
- 2) La información debe ser objetiva (Esencialidad, grado de importancia de la información, otros).
- 3) La información debe estar completa, finita y bien definida.
- 4) La información debe estar normada.
- 5) La información debe estar libre de vaguedades y ambigüedades.

Esta definición permite sistematizar dos procedimientos:

- 1) De la interpretación de la información validada a la generación de primitivas geométricas.
- 2) De las primitivas geométricas a la normalización de la información en planos de fabricación.

2.3. Utilización de la información.

La información de los planos de fabricación se utiliza para crear y validar los duplicados. Los procedimientos relacionados son:

- 1) De la interpretación de los planos de fabricación a la generación del duplicado.
- 2) De la interpretación del duplicado a las pruebas de equivalencia.

3. RESULTADOS

Para que la información geométrica y dimensional de productos, obtenida por medio de la Ingeniería Inversa, pueda ser útil y funcional en la generación de duplicados, esta debe seguir una trayectoria basada en los nueve procedimientos descritos en la sección anterior. La información debe pasar por todas y cada una de las normatividades y los procesos estadísticos que requieren los procedimientos.

4. DISCUSIÓN

La aplicación de los nueve procedimientos al duplicado de partes es una ventaja operativa, ya que permite a los alumnos de ingeniería obtener información clara, confiable y fidedigna, basada en normatividades y en el procesamiento estadístico, de las piezas a duplicar. Una desventaja es la gran cantidad de pasos que tienen los procedimientos.

5. CONCLUSIONES

Los nueve procedimientos descritos en este trabajo, permiten una guía práctica y confiable para obtener duplicados útiles y representativos. Además, la extracción de la información se vuelve crítica pues se utiliza en toda la trayectoria del proceso de la Ingeniería Inversa. Finalmente, los procedimientos contextualizan y exponen a los alumnos de ingeniería la gran importancia que tienen la utilización de las normatividades y los procesos estadísticos, en aplicaciones de la Metrología.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece a las universidades y empresas que integran a las redes ALFA y de Manufactura y Mantenimiento por el apoyo brindado a este trabajo.

REFERENCIAS

- [1] V. Raja, Introduction to Reverse Engineering. Reverse Engineering an industrial perspective. Springer Series in Advanced Manufacturing. Chapter 1, pp.1-9. 2008.
- [2] S. Curtis, S. Harston., C. Mattson. "The fundamentals of barriers to reverse engineering and their implementation into mechanical components". Res Eng Design. Vol 22., pp. 245-261, 2011.
- [3] E. Jiménez, G. Luna, C. Uzeta, L. García, S. Ontiveros, V. Martínez, B. Lucero, P. Pérez. Forward Design Process and Reverse Engineering Considerations. iNEER Special Volume: Innovations 2013 - World Innovations in Engineering Education and Research. Chapter 16, pp.197-207, 2013.
- [4] E. Jiménez, A. Luna, S. Ontiveros, A. López, L. García, G. Luna, V. Martínez, S. Pérez, E. Carrillo. "Uso de la Ingeniería Inversa en el desarrollo de procedimientos para la medición sistemática de componentes". Memorias del Simposio de Metrología, CENAM, pp. 1-6, 2012.

USO DE ISO 19600 “SISTEMA DE GESTIÓN DEL CUMPLIMIENTO — DIRECTRICES” PARA EL DESARROLLO DE COMPETENCIAS DE LAS PYMES EN MÉXICO

Eduardo C. Mancilla Rodríguez
 Asociación de Normalización y Certificación, A.C.
 Av. Lázaro Cárdenas No. 869, Col. Nueva Industrial Vallejo
 Tel: 5747 4550 Ext. 4736 correo: eduardo.mancilla@ance.org.mx

Resumen: Este trabajo pretende proporcionar orientación en la aplicación del modelo de administración ISO 19600 para lograr el máximo cumplimiento con los requisitos regulatorios a los que está sujeta una organización, en especial las PYMES. Se trata de un recurso que pone a disposición de las organizaciones un nivel de gobernanza suficientemente robusto para participar en cualquier mercado a nivel global.

1. INTRODUCCIÓN

Las micro, pequeñas y medianas empresas (PYMES), constituyen la columna vertebral de la economía nacional por los acuerdos comerciales que ha tenido México en los últimos años y así mismo por su alto impacto en la generación de empleos y en la producción. De acuerdo con datos del Instituto Nacional de Estadística y Geografía, en México existen aproximadamente 4 millones 15 mil unidades empresariales, de las cuales 99.8% son PYMES que generan 52% del Producto Interno Bruto (PIB) y 72% del empleo en el país.

Debido a esto es de suma importancia instrumentar acciones para mejorar el entorno económico y apoyar directamente a las empresas, con el propósito de crear las condiciones que contribuyan a su establecimiento, crecimiento y consolidación.

2. SISTEMAS DE GESTIÓN DE CUMPLIMIENTO PARA MEJORA DEL DESEMPEÑO, UN MODELO INTERNACIONAL

Las grandes empresas (en su mayoría transnacionales) cuentan desde hace años con esquemas confiables de cumplimiento normativo, estos esquemas les permiten competir de forma global con cadenas de suministro efectivas y de bajo costo. En México la falta de modelos y conocimientos técnicos efectivos han mermado la capacidad de las PYMES para comercializar productos y servicios confiables que cumplan con las regulaciones locales, regionales o internacionales. El uso de un método aumenta el potencial de los puntos principales para la implementación de un sistema de gestión del cumplimiento son; identificar las obligaciones de cumplimiento y evaluar sus riesgos asociados, planear para enfrentar los riesgos y lograr los objetivos, evaluar el desempeño a través de

informes, actuar ante los incumplimientos y propiciar la mejora continua del “sistema”. Los puntos medulares del método homologado para la implementación de un sistema de gestión del cumplimiento son; identificar las obligaciones de cumplimiento y evaluar sus riesgos asociados, planear para enfrentar los riesgos y lograr los objetivos, evaluar el desempeño a través de informes, actuar ante los incumplimientos y propiciar la mejora continua del “sistema”.

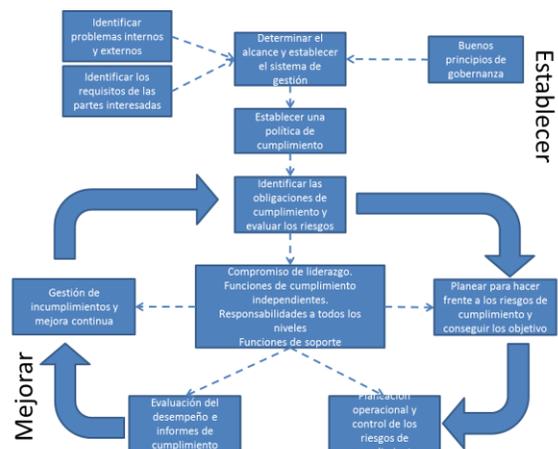


Fig. 1. Diagrama de flujo de un sistema de cumplimiento.

La Figura 1 presenta de manera resumida el modelo. La idea es simple y es acorde a los modelos actuales de Sistemas de Gestión PHVA. Estos simples, pero probados pasos dan como resultado un conjunto de actividades que garantizan el cumplimiento con cualquier tipo de obligación, independientemente de su origen, financieros, gestión de riesgos, del medio ambiente, de seguridad y salud en el trabajo, de mercado, de seguridad de producto, cadena de suministro o comercialización. La Figura 2 ilustra de

forma simplificada los elementos de cumplimiento locales y como cuál es su orden jerárquico.



Fig. 2. Elementos de cumplimiento local y su jerarquía.

Por supuesto deben de priorizarse aquellas obligaciones de cumplimiento de tipo legal (es decir aquellas que son de cumplimiento mandatorio) estas obligaciones son la base sobre la que los demás requisitos “voluntarios” deberán de desarrollarse, es decir, no tendría sentido iniciar la operación si la organización pasa por alto sus obligaciones mandatorias. Es el incumplimiento de estas obligaciones lo que hoy en día permite el funcionamiento ineficiente de organizaciones que no cubren ni siquiera sus obligaciones legales, sin importar si estas omisiones son derivadas de la omisión o del desconocimiento. El modelo de ISO 19600 soporta las actividades de cumplimiento e incentiva a la organización a revisar de manera constante estos requisitos para mantenerlos al día y anticipar cualquier cambio a través de la gestión efectiva del riesgo del cumplimiento. Este modelo debería de considerarse desde la fase de diseño de cualquier producto/servicio, el diseño de la planta e instalaciones, la ingeniería de producto, la entrega, instalación y disposición final del producto/servicio. Una manera rápida y clara de resumirlo es mediante el ciclo de vida del producto/servicio tal como lo describe la siguiente figura.

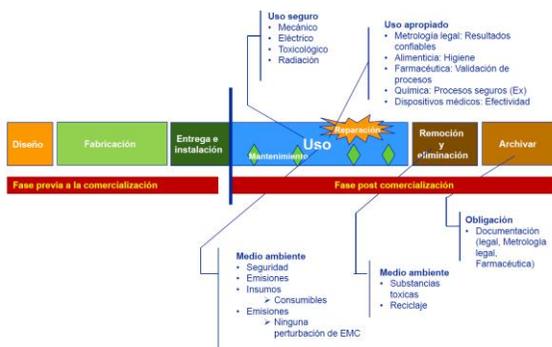


Fig. 3. Relación con el ciclo de vida del producto.

3. RESULTADOS

El resultado de la implementación de este modelo ayuda a las PYMES en el establecimiento de un modelo básico de gobernanza que le permite construir un negocio sustentable. El cumplimiento está directamente relacionado con una amplia gama de oportunidades de negocio en diversos mercados y prepara a la organización para alcanzar nuevos objetivos de cumplimiento más allá del mercado local.

4. DISCUSIÓN

Este modelo tiene las siguientes ventajas;

- Permite una efectiva gestión del cambio
- Previene multas y mantiene el costo de operación sin variaciones inesperadas
- Promueve una buena imagen corporativa
- Ayuda a la organización en el caso de un problema legal
- Contribuye a un comportamiento socialmente responsable
- Fortalece la gobernanza
- Fortalece la relación con los reguladores

5. CONCLUSIONES

En alcance de intención de este trabajo es meramente informativo, pretende dar a conocer este esquema internacionalmente reconocido para la efectiva gestión del cumplimiento, en especial a las PYMES las cuales deben de contar con acceso a estas herramientas a través de la normalización. Pretende también difundir los puntos destacados ante la próxima declaratoria de vigencia de la *NMX-CC-19600-IMNC-2016*.

REFERENCIAS

[1] ISO 19600:2014 “*Compliance management systems — Guidelines*”.

[2] ProMéxico, <http://www.promexico.gob.mx/negocios-internacionales/pymes-eslabon-fundamental-para-el-crecimiento-en-mexico.html>.

CONSIDERACIONES AL IMPLEMENTAR EN MÉXICO LAS RECOMENDACIONES DE LA ORGANIZACIÓN INTERNACIONAL DE METROLOGÍA LEGAL OIML R 46-1/ -2 Y OIML R 46-3 DE MEDIDORES DE ENERGÍA ELÉCTRICA ACTIVA O KILOWATTHORÍMETROS, EN CORRESPONDENCIA A LA NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-044-SCFI-2008

Antonio Méndez Ruiz
Fonkel Mexicana S.A DE C.V.
Hamburgo 70-301, Colonia Juárez, Delegación Cuauhtémoc, Ciudad de México, C.P. 06600
Tel.: 55 5533 6114 ext. 1021 email: antonio.mendez@fonkel.com.mx

Resumen: Al tratar de alinear la NOM-044-SCFI-2008 de waththorímetros , con las Recomendaciones de la Organización Internacional de Metrología Legal OIML R 46-1/ -2 y OIML R 46-3 de Medidores de energía eléctrica activa, se requiere considerar no solo la inclusión de los medidores multifunción (CFE G-000048), los electrónicos (CFE GWH00-78) y los SIIAMEE (CFE GWH00-09); sino también las diferencias en las capacidades, clases y diseños de los medidores, así como las definiciones de los niveles de intensidad de corriente de prueba y los equipos de verificación requeridos comparados con los que históricamente se han utilizado en México de menor capacidad.

1. INTRODUCCIÓN

Producto de la reforma energética se publica en el diario oficial de la federación, el día 18 de abril del 2016, la LISTA de instrumentos de medición cuya verificación inicial, periódica o extraordinaria es obligatoria, así como las normas aplicables para efectuarla. En dicha lista aparecen los kilowattthorímetros que deberán ser verificados conforme a la norma NOM-044-SCFI-2008 o la que la sustituya.

La Norma Oficial Mexicana NOM-044-SCFI-2008 solo se refiere a waththorímetros electromecánicos – Definiciones, características y métodos de prueba. La cual complementa a la especificación de waththorímetros monofásicos y polifásicos electromecánicos de la Comisión Federal de Electricidad CFE GWH00-01. Sin embargo hoy en día se cuenta con medidores multifunción para sistemas eléctricos contenidos en la especificación CFE G-000048, los waththorímetros monofásicos y polifásicos electrónicos clase de exactitud 0.5 contenidos en la especificación CFE GWH00-78 y los sistemas interactivos y de infraestructura avanzada de medición de energía eléctrica (SIIAMEE) contenidos en la especificación CFE GWH00-09.

Por otro lado las unidades de verificación se cuestionan cuál o cuáles son las Normas Oficiales Mexicanas bajo las cuales se verificarán todos los

diferentes tipos de kilowattthorímetros. Ante esta cuestionante se visualizan las recomendaciones de la Organización Internacional de Metrología Legal OIML R 46 -1/ -2 y OIML R 46-3 de medidores de energía eléctrica activa: Parte 1: Requerimientos Metrológicos y técnicos. Parte 2: Controles Metrológicos y Pruebas de desempeño. Parte 3: Formato de reporte de prueba, como una opción para complementar la norma NOM-044-SCFI-2008; sin embargo estas recomendaciones se asemejan mucho en forma; pero discrepan en varios puntos de fondo.

2. CUERPO PRINCIPAL DEL TRABAJO

En esta sección se muestran algunas definiciones de la norma Oficial Mexicana y en seguida otras definiciones de la OIML-R46 que nos servirán de referencia o que no significan lo mismo y es necesario tenerlas presentes para poder mostrar las consideraciones de modificación a la norma Mexicana si se desea asemejar a las recomendaciones de la OIML-R46

2.1. DEFINICIONES DE NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-044-SCFI-2008, WATTHORÍMETROS ELECTROMECAÑICOS - DEFINICIONES, CARACTERÍSTICAS Y MÉTODOS DE PRUEBA

2.2. DEFINICIONES DE LA OIML-R46

Características metroológicas

2.3 VERIFICACIÓN DE WATTHORÍMETROS

3. RESULTADOS

En México consideramos a un medidor clase 100 como un medidor que soporta una corriente máxima de 100 Amperes y una corriente nominal (TA o corriente de prueba) de 15 amperes. Este medidor se verificará a “carga alta” o corriente nominal que en este caso es de 15 amperes y también se probará a “carga baja” que equivale al 10% de la corriente nominal, o sea a 1.5 amperes como corriente mínima.

Este mismo medidor bajo la recomendación de la OIML-R46 se debiera verificar a la corriente máxima que son los 100 Amperes y también a la corriente de transición (Itr) que es el valor de corriente al que y por encima del cual el fabricante especifica que el medidor está dentro del menor error máximo permitido correspondiente a la clase de exactitud del medidor.

4. DISCUSIÓN

El mantenerse dentro de la normatividad actual Mexicana que se asemeja a la norteamericana ANSI, genera una brecha demasiado grande con la forma de desempeño europeo o de los países participantes en las recomendaciones de la OIML, en cuestiones de medición de energía eléctrica.

El nivel de potencial en los hogares Mexicanos oscila entre los 110 y 127 volts, mientras que en Europa o en los países participantes en las recomendaciones de la OIML oscila en el orden de los 220 Volts de corriente alterna. Esto provoca que los medidores o contadores de energía eléctrica utilizados en Europa o en los países participantes en las recomendaciones de la OIML manejen menores intensidades de corriente; sin embargo estos medidores o contadores de energía eléctrica son probados en campo, a sus corrientes máximas: 100%; mientras que en México los probamos o verificamos a solo una parte de su capacidad máxima: 15%

5. CONCLUSIONES

Al aplicar las recomendaciones de la OIML R-46, se requeriría, además de modificar la NOM 044-SCFI-2008, renovar la mayoría de fuentes de energía o cargas fantasma de campo en México, ya que la mayoría de las existentes tienen una capacidad menor o igual a los 50 amperes.

Si al modificar la NOM 044-SCFI- 2008, se redefinen los niveles de las recomendaciones de la OIML R-46 respecto a la Intensidad de corriente de verificación, de forma similar a como se realiza actualmente en México, se podría continuar utilizando el equipo de prueba del que se dispone en el país; pero la brecha con la recomendación de la OIML seguiría siendo muy amplia.

Solo manejando en México 220 volts en lugar de los 127 volts se podrían disminuir las intensidades de corriente de medición e igualar ciertas condiciones para poder cumplir con las recomendaciones de la OIML-R 46.

REFERENCIAS

- [1] NOM 044-SCFI (2008) “Wattthorímetros electromecánicos – Definiciones, características y métodos de prueba”.
- [2] OIML R 46-1/ -2 (2012) “Medidores de energía eléctrica activa”
Parte 1: “Requerimientos Metroológicos y técnicos.”
Parte 2: “Controles Metroológicos y Pruebas de desempeño.”
- [3] OIML R 46-3 (2013) “Medidores de energía eléctrica activa”
Parte 3: “Formato de reporte de prueba”
- [4] Comisión Federal de Electricidad “Especificación de wattthorímetros monofásicos y polifásicos electromecánicos” CFE GWH00-01.
- [5] Comisión Federal de Electricidad “Especificación de Medidores multifunción para sistemas eléctricos” CFE G-000048.
- [6] Comisión Federal de Electricidad “Especificación de Wattthorímetros monofásicos y polifásicos electrónicos clase de exactitud 0.5” CFE GWH00-78.
- [7] Comisión Federal de Electricidad “Especificación de Sistemas interactivos y de infraestructura avanzada de medición de energía eléctrica (SIIAMEE)” CFE GWH00-09.

EXPERIENCIA DEL DESEMPEÑO DE LOS ESTUDIANTES SIDEPRO INCORPORADOS A PROYECTOS DE LA DIRECCIÓN DE MATERIALES DE REFERENCIA Y DE MATERIALES ORGÁNICOS DEL CENAM

Esther Castro¹ y Edith Zapata²

1. Centro Nacional de Metrología, km 4.5 Carretera a Los Cués, Municipio El Marqués Querétaro.tel 4422110500, ecastro@cenam.mx
2. Universidad Politécnica de Santa Rosa Jáuregui. Carretera Federal 57 QRO- SLP km. 31 + 150, Santa Rosa Jáuregui, 76220 Santiago de Querétaro, Qro.

Resumen: El trabajo aquí expuesto contempla los resultados y experiencias de nueve años de trabajo como asesoras internas en el programa SIDEPRO con 17 estudiantes. En este tiempo se han detectado áreas de oportunidad para los estudiantes que ingresan. Para la institución es necesario contar con estudiantes de alta calidad técnico-científica debido al tipo de proyectos que se desarrollan, por lo que esta necesidad nos impulsó a buscar mecanismos que permiten apoyar a los estudiantes a mejorar, a través de la adquisición de habilidades y conocimientos en el área de metrología. Se utilizaron técnicas de aprendizaje en donde se implementó una metodología constructivista dentro de un programa de entrenamiento de un mes, para lograr un incremento en sus capacidades y competencias. Los estudiantes mencionados en este estudio trabajaron en proyectos de las direcciones de Materiales de Referencia y de Materiales Orgánicos bajo la supervisión de las autoras.

1. INTRODUCCIÓN

El Sistema de desarrollo Profesional del CENAM (SIDEPRO) contempla la incorporación, de estudiantes a diferentes laboratorios del centro, para el desarrollo de sus prácticas o residencias profesionales, así como también para la realización de tesis de licenciatura, maestría y doctorado. De los estudiantes que ingresaron al CENAM en el periodo 2005-2013 en total fueron 391 de los cuales 273 fueron de nivel licenciatura, 78 de nivel técnico, 31 de maestría, 6 de doctorado y 3 de alguna especialidad. El número de estudiantes se ha incrementado, y ya en 2012 se duplicó el número respecto al 2005 donde solamente estaban inscritos 29 estudiantes. El número de estudiantes de nivel técnico disminuyó casi un tercio, y a partir del 2009 se observa el incremento de estudiantes de doctorado. En el 2005 el 50% de los alumnos era de Institutos Tecnológicos y 50% de Universidades tecnológicas. Las carreras predominantes fueron Ingeniería Mecánica, Ingeniería Electrónica y las relacionadas con la informática. El panorama cambió y en el año 2007 se tuvo un 79 % de alumnos de nivel licenciatura. En el año 2013, los estudiantes de SIDEPRO provenientes de Universidades Tecnológicas fueron 12.28%, y el resto fueron provenientes de Institutos Tecnológicos y Universidades como la Universidad Autónoma Metropolitana (UAM) o la de la Sierra. Para nivel de maestría se tienen estudiantes del CINVESTAV y del Instituto Tecnológico de Celaya. Las carreras predominantes fueron Ingeniería Química e

Ingeniería Bioquímica con 12 y 11 estudiantes respectivamente provenientes principalmente del Tecnológico de Oaxaca y del Tecnológico de Celaya [1].

De la experiencia de nueve años de trabajo con estudiantes SIDEPRO se detectó que la mayoría no poseía las destrezas básicas necesarias. Se encontró que para algunos estudiantes, era el primer contacto con un laboratorio químico y por lo tanto no sabían cómo trabajar en él, por lo que no era posible trabajar con alumnos sin un entrenamiento elemental de Química Analítica. Adicionalmente se detectó, la necesidad de crear una motivación de aprendizaje de forma interna con una metodología de entrenamiento básico de una duración mínima de un mes.

La metodología de aprendizaje implementada, tuvo una mayor influencia constructivista, en donde el proceso de enseñanza se percibe y se lleva a cabo como un proceso dinámico, donde los motivos para aprender se alojan en la curiosidad, la competencia, el deseo de identificación, la reciprocidad, la necesidad de responder a los otros y a la estimulación de actuar en conjunto. El asesor se concibe como un auxiliar, que programe, conozca a los estudiantes, motive, guíe, acompañe, promoviendo el logro de metas. Así mismo, se basa en reforzar los conocimientos adquiridos en la licenciatura a través de la motivación durante la evaluación de los resultados que se van obteniendo de la experimentación, metodologías de

investigación etc. [2]. Así mismo, se impulsa la perspectiva sociocognitivista, que está dentro de las teorías psicológicas del aprendizaje, y en donde se promueve la enseñanza por pares, es decir, estudiante – estudiante. Esta es particularmente efectiva en aquellos alumnos que poseen una autoeficacia baja o un bajo nivel de autoconfianza, y permite que el estudiante que tiene mayores conocimientos o habilidades, enseñe al estudiante con deficiencias. El estudiante que está recibiendo instrucción se siente en mayor confianza para externar sus dudas y lograr el aprendizaje, y el estudiante que está instruyendo, refuerza sus conocimientos y encuentra un estímulo al demostrarlos a sus compañeros [3].

2. DESARROLLO

A partir del 2010 se formalizó el entrenamiento que esta conformado con un examen diagnóstico, cursos y/o seminarios y prácticas de laboratorio que incluyen cálculos químicos, preparación de disoluciones y manejo de equipo instrumental, así actividades de motivación. La motivación fue una de las partes más complejas ya que requiere de aspectos personales. Para la motivación se seleccionaron tres estrategias básicas, autoevaluación, actividades extras, y retroalimentación con el asesor. La autoevaluación fue a través de cuestionarios elaborados por J. A Guerra y E. P. Maillard [4]. Para que el alumno mismo corrigiera sus errores de aprendizaje y tomara el control, elaborando estrategias de aprendizaje, definición de metas y su ejecución. **Actividades adicionales.** Se propició en los estudiantes el interés por tener como meta el que su trabajo se presentara en un Congreso o Simposio Nacional para que tuvieran una meta que les motive a continuar. Se les permitió tomar algún curso interno que ofrece la institución de acuerdo al desempeño de su trabajo. En otras ocasiones se ha permitido que apoyen en el entrenamiento de sus pares de acuerdo a su desempeño. **Retroalimentación con el asesor.** El asesor y el estudiante resuelven juntos las evaluaciones para que el estudiante pueda ver las fallas. Se puede usar como una técnica de motivación, plantear algún problema extra, en una actitud de colegas. Esto impulsa al estudiante a pensar en soluciones lógicas, más allá de lo que en este momento se ha aprendido, al tratar de brindar alguna solución.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los 17 estudiantes terminaron su estancia profesional y lograron mejorar sus habilidades en el

laboratorio así como la mejora de sus conocimientos. Algunos de ellos lograron independencia y poca supervisión en el laboratorio. A la mayoría se le logró motivar para concluir exitosamente su estancia. El 94.12 % de los estudiantes se tituló y el 5.88 % quedó en proceso de titulación. El 20% después de titularse está inscrito en algún programa de posgrado y el 59 % trabaja en la industria privada, del resto no se tiene información. Así mismo, el 33% presentó trabajos en un Congreso o Simposio Nacional.

4. CONCLUSIONES

Se encontró que después del entrenamiento de un mes la adquisición de conocimiento se reforzaron al igual que sus mecanismos de aprendizaje. La madurez emocional juega un papel importante ya que el desempeño de una parte de los alumnos mejoró significativamente con el entrenamiento teórico-práctico, pero otros no lograron tener la mínima independencia en el laboratorio como para apoyar las actividades asignadas. Es necesario implementar mecanismos de selección más robustos que permitan una mejor elección de estudiantes para el trabajo que se desarrolla en el centro.

REFERENCIAS

- [1] Datos internos de la Dirección de Recursos Humanos del CENAM.
- [2] P. Paulino y A. Lopes Da Silva. Knowing how to learn and how to teach motivation: Contributions from Self-Regulation of Motivation to more a effective learning. *Procedia-Social and Behavioral Sciences* 29 (2011) 656-662.
- [3] Paul R Pintrich. The role of motivation in promoting and sustaining self-regulated learning International. *Journal of Educational Research*. Volume 31, Issue 6, 1999, Pages 459–470.
- [4] J. Amaya Guerra y E. Prado Maillard. Estrategias de aprendizaje para universitarios: un enfoque constructivista. Editorial Trillas 2002.

ELABORACIÓN DE PLAN DE CALIDAD PARA LA GESTION EN EL LABORATORIO DE ENSAYO

Jessica M. López Ibarra

Instituto Nacional de Estadística y Geografía (INEGI). Laboratorio de Análisis de Materiales.
Av. Héroe de Nacozari 2301 Jardines del Parque. Aguascalientes, Aguascalientes, México.
(449)9105300 ext. 5928 jessica.lopez@inegi.org.mx

Resumen: El Plan de Calidad (PC) permite evidenciar la mejora continua de la eficacia de la implementación del sistema de gestión de la calidad (SGC) basado en la NMX-EC-17025-IMNC2006. La misión, visión, política y objetivos de calidad están vinculados con indicadores estratégicos que conforman el cuadro de mando (CM) basado en el método Kaplan que da soporte a los proyectos de mejora continua. El laboratorio de análisis de materiales (LAM) mediante el PC especifica qué procedimientos, recursos y responsables asociados que deben aplicarse para cumplir los requisitos y objetivos de la calidad.

1. INTRODUCCIÓN

El SGC basado en la norma NMX-EC-17025-IMNC2006 "Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración" permite obtener reconocimiento de la competencia técnica a nivel internacional lo que representa una ventaja competitiva en el mercado actual. Para evidenciar la mejora continua se propone un método sistemático para diseñar y monitorear los indicadores vinculados a los objetivos de calidad.

El modelo Kaplan sirvió de base para el diseño del sistema de indicadores asociados a los procesos y subprocesos estratégicos, operativos y de soporte que integran el CM. El CM integra la estrategia de una organización en cuatro perspectivas: finanzas, clientes, procesos internos y empleados, y se debe definir una serie de factores clave que permitirán mejorar la preparación de los empleados y aumentar su motivación, incrementar la calidad de los servicios mejorando los procesos, mejorar la satisfacción de los clientes y conseguir la mejora de los resultados económicos [1].

2. PROCEDIMIENTO

Definir la misión, visión, política de calidad y objetivos de calidad, diseñar los indicadores vinculados a procesos y las líneas estrategias que conforman el CM y presentar gráficamente el monitoreo. Esquematizar los componentes del SGC que tienen indicadores asociados a fin de vincularlos con los criterios a los que da cumplimiento. Establecer el ciclo de la calidad como herramienta para desarrollar el Plan de Mejora (PM).

2.1 Objetivos de la calidad y estrategias

Los objetivos de la calidad surgen de la política de la calidad, misión y visión, los cuales para su cumplimiento requieren de líneas estratégicas que consideren los riesgos y acciones a emprender en caso de detectar desviaciones. Las estrategias son los medios para lograr un objetivo y éste es una meta a donde se quiere llegar. La implementación de un SGC es una estrategia para lograr objetivos como lo es aumentar satisfacción de los clientes [2].

2.2 PM y las acciones de mejora

El PM y las acciones de mejora surgen de la revisión de la dirección al SGC y el resultado de auditoría interna y externa con lo cual se obtiene el grado de implementación del sistema.

2.3 Diseño del CM

El CM agrupa los indicadores según el proceso con el que estén asociados ya sea de gestión o técnicos. Para cada indicador se asignan dos tipos de objetivos, el objetivo deseable (mejora) y el objetivo aceptable (resultado del año anterior).

2.4 Plan de Calidad 2016

El PC 2016 está integrado por los objetivos anuales de la calidad, el PM referente a la eficacia de la implementación del SGC y el CM.

2.5 Implantación del plan anual de la calidad

El seguimiento al SGC mediante el PC se realiza trimestral (indicadores relacionados con la mejora de los procesos), semestral (indicadores relacionados con el control de los resultados) y anual (indicadores

relacionados con la formación del personal, entre otros), el análisis de los indicadores depende de lo crítico del proceso y de la posibilidad que generen ensayos no conformes.

3. RESULTADOS

Se presenta el PC del año 2016, desglosado sus componentes y el seguimiento trimestral de un indicador de aspecto técnico. En la tabla 1 se presenta el resumen de los objetivos de la calidad y los indicadores claves del CM. En la tabla 2 se presenta un ejemplo de acción de mejora que tras participar en el ensayo de aptitud de la determinación de cloruros totales en aguas naturales.

Indicador	Objetivo		Seguimiento
	Deseable	Aceptable	
Aumentar la satisfacción de los clientes	90%	80%	Trimestral
Asegurar la calidad y confiabilidad de los resultados.	100%	90%	Trimestral
Mejorar el desempeño técnico del personal	95%	80%	Trimestral
Eficientar la aplicación de los recursos (consumibles y servicios)	80%	*Indicador nuevo.	Trimestral

Tabla 1. Listado de los objetivos de la calidad del año 2016.

Los objetivos asociados a los indicadores del CM, son obtenidos del histórico de nuestro SGC. Para cada indicador se asignan dos tipos de objetivos, el objetivo deseable una implicación en la mejora continua del proceso y el objetivo aceptable lo alcanzado en el año anterior.

Responsable Comité de Calidad	Actividad	Recurso	Medir trimestre	Evaluar
	Establece variable crítica	Técnico	2	Registro
	Analiza variable	Técnico	2	Registro
	Valida efecto	CM	2	Indicador

Indicador: % sesgo relativo del análisis de cloruros totales en agua. (valor asignado-valor obtenido del analito / valor asignado) *100.

Objetivo: reducir un 20% el sesgo obtenido en el informe del ensayo de aptitud.

Tabla 2. Plan de mejora. Ejemplo de una acción de mejora: Disminuir el sesgo de medición en la determinación de cloruros totales en agua.

Se presenta un ejemplo de mejora para optimizar el análisis de cloruros totales tras la participación en el ensayo de aptitud con 3.6% de sesgo. Esta mejora está vinculada con el objetivo de asegurar la calidad y confiabilidad de los resultados.

4. DISCUSIÓN

El PC permite incorporar al personal a participar en proyectos de mejora, al realizar el seguimiento trimestral se toman acciones oportunas a fin de lograr los objetivos planteados y facilita además la revisión por la dirección mediante monitoreo de indicadores claves del desempeño del laboratorio. Debido a que se es una institución pública los aspectos financieros se omitieron, sin embargo existe la propuesta de eficientar la aplicación de los recursos utilizados con la finalidad de reducir gastos de operación.

5. CONCLUSIONES

El compromiso y la ejecución de los responsables del monitoreo de los indicadores y de los proyecto de mejora es indispensable para el eficacia en la implementación del SGC. Contar con un modelo normalizado CM, permitirá realizar comparaciones con otros servicios analíticos y practicar estrategias de mejora, entre ellas el benchmarking.

REFERENCIAS

[1] Ángel Salas García, "Plan anual de la calidad en un servicio de análisis clínicos". <http://www.elsevier.es/es-revista-revista-del-laboratorio-clinico-282-articulo-plan-anual-calidad-un-servicio-S1888400808000408?redirectNew=true> Fecha de consulta.16/05/2016.

[2] Rafael J. Mateo C, "Definiendo los objetivos de calidad", <http://qualitytrends.squalitas.com/index.php/item/135-definiendo-objetivos-calidad>, Fecha de consulta.2 de julio del 2016.

ELECCIÓN OBJETIVA DE UN PROVEEDOR DE SERVICIOS DE CALIBRACIÓN USANDO EL PROCESO ANALÍTICO JERÁRQUICO

Omar J. Purata
 Universidad de Guanajuato
 Fraccionamiento I, Col. El Establo, C.P. 36250, Guanajuato, Gto.
 473 735 2900 ext 2653, opurata@ugto.mx

Resumen: Se estudia la aplicación de una herramienta de toma de decisiones multicriterio durante la elección de un proveedor de servicios de calibración. El alcance es únicamente para laboratorios con ubicación en territorio nacional que cuenten con acreditación ante la entidad mexicana de acreditación. La herramienta permite combinar hasta nueve criterios tangibles e intangibles para tomar una decisión objetiva sobre la ponderación que debe tener cada uno de ellos y la ponderación que cada opción de proveedor debe tener con respecto a cada uno de los criterios. El resultado es una jerarquía que permite tomar decisiones objetivas sobre la contratación del mejor proveedor de servicios de calibración.

1. INTRODUCCIÓN

En la industria, la decisión de a quien contratar para la calibración de un determinado equipo de medición no siempre es fácil. Aun cuando es común la contratación de proveedores de servicios de calibración por herencia (se contrata a quien ha venido contratando la empresa) o por inercia (un nuevo responsable contrata a quien ha contratado en su empleo anterior), el problema surge, por ejemplo, cuando se tiene la necesidad de calibrar por primera vez un equipo de una nueva magnitud.

En tal caso, deben ponderarse diferentes criterios, entre los que se cuentan: económicos (precios del servicio, políticas de pago), técnicos (magnitudes acreditadas, puntos de calibración), de calidad percibida (prestigio del proveedor, certificaciones además de la acreditación), entre otros.

En este trabajo se presenta una metodología de toma de decisiones multicriterio, llamada Proceso Analítico Jerárquico (PAJ o *AHP*, por las siglas en inglés de *Analytic Hierarchy Process*) [1], aplicada a la elección objetiva del mejor proveedor de un servicio de calibración de un laboratorio acreditado ante la entidad mexicana de acreditación, a.c.

Una revisión de la literatura científica muestra que la selección de proveedores de calibración usando PAJ no ha sido explorada con suficiencia. Uno de los pocos trabajos orientados a la selección de proveedores de calibración es el de Gecer y Ergin [2], quienes determinaron, mediante la aplicación de un cuestionario, los niveles de importancia de algunos criterios para elegir a proveedores de calibración en Turquía específicamente.

2. METODOLOGIA

2.1. El Proceso Analítico Jerárquico

La Figura 1 muestra una estructura de decisión multicriterio (4 criterios, como ejemplo) que se podría plantear durante la elección de un proveedor de calibración de entre 3 candidatos: A, B y C. El PAJ se basa en comparaciones pareadas, esto es, la comparación de la importancia relativa, preferencia o posibilidad de dos elementos (e.g., los criterios) con respecto a otro elemento (e.g., la selección del proveedor) de un nivel superior, para establecer las prioridades de los elementos comparados.

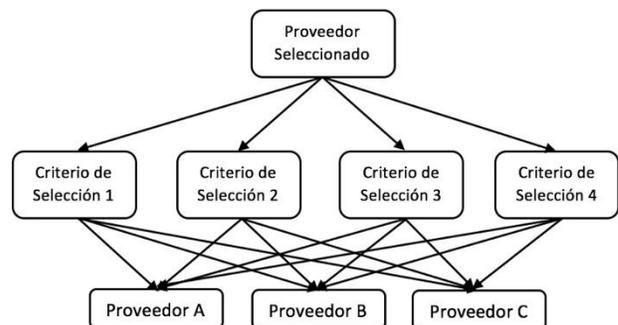


Fig. 1. La estructura del PAJ para la selección de proveedor de calibración.

Para decidir en cada una de estas comparaciones cuál elemento del par prevalece sobre el otro, se utiliza una escala de comparación de nueve niveles, como la mostrada en la Tabla 1. Dichas decisiones se capturan en una matriz de comparaciones, que luego se normaliza por columnas. En la matriz normalizada, se obtienen los promedios por renglón, los cuales representan los pesos relativos de los

elementos que están siendo comparados, en este caso, los proveedores (A, B, C de la Figura 1) con respecto a los criterios de selección (1, 2, 3, 4 de la Figura 1), y a su vez, los criterios de selección con respecto del proveedor seleccionado.

Tabla 1. Escala de importancia relativa.

Valor	Definición
1	Importancia igual
3	Un elemento es ligeramente más importante que el otro
5	Un elemento es más importante que el otro
7	Un elemento es demostradamente más importante que el otro
9	Un elemento es absolutamente más importante que el otro
2, 4, 6, 8	Valores elegibles intermedios entre los anteriores

2.2. Criterios de Selección del Proveedor de Servicios de Calibración

Además de algunos de los criterios categorizados por Gecer y Erginel [2], se tomaron en cuenta los aspectos sugeridos en la web de la entidad mexicana de acreditación, a.c. (ema), cuando se va a seleccionar un servicio de calibración de alguno de los laboratorios acreditados ante la ema [3].

3. RESULTADOS

La Tabla 2 muestra los resultados obtenidos en un Caso Ejemplo en el que se jerarquizó mediante PAJ a 3 posibles proveedores de un servicio de calibración de una balanza con alcance de 320 g y resolución de 1 mg. Los Criterios de Selección usados son: CS1-incertidumbre expandida reportada en la ema, CS2- calidad percibida mediante el servicio de cotización, CS3- precio total del servicio, y CS4- tiempo de entrega del informe de calibración. Los proveedores (PA, PB, PC) son organizaciones reales mexicanas.

Como se observa en la Tabla 2, el Total ponderado más alto lo logra el PC, y es de más del doble del competidor que le sigue. Los Índices de Consistencia (I.C.) miden la consistencia de las comparaciones pareadas y deben ser menores que 0.1. Se tienen ICs adecuados, excepto en el criterio 1 (incertidumbre expandida), esto se debe a que el PA mostró publicidad engañosa al mencionar estar

acreditado ante la ema, pero la acreditación no es en la magnitud del Caso Ejemplo.

Tabla 2. Jerarquía de decisión en el Caso Ejemplo.

	CS1	CS2	CS3	CS4	Total
Pnd.	0.712	0.044	0.155	0.090	
PA	0.034	0.297	0.388	0.196	0.115
PB	0.225	0.540	0.152	0.311	0.235
PC	0.741	0.163	0.461	0.493	0.650
I.C.	0.358	0.009	0.000	0.052	

Pnd. = Ponderación, I.C. = Índice de Consistencia

4. DISCUSIÓN

Una jerarquía de decisiones como la mostrada en la Tabla 2, permite al cliente seleccionar objetivamente al mejor proveedor de un determinado servicio de calibración, abarcando en la decisión tanto criterios numéricos objetivos (incertidumbre expandida, precio, tiempo) como algunos criterios subjetivos (calidad percibida).

5. CONCLUSIONES

Se ha mostrado la manera en la que el PAJ se puede aplicar durante el proceso de selección de un proveedor de servicios de calibración acreditado ante la ema. El método PAJ permite mezclar criterios objetivos con subjetivos y obtener un juicio consensuado que se evalúa mediante el índice de consistencia. Sin embargo, de acuerdo con Saaty [1], debe tenerse cuidado de no incluir más de nueve elementos simultáneamente en un mismo nivel de comparación, esto es, no se deberían incluir más de 9 criterios de selección del proveedor de servicios de calibración acreditados.

REFERENCIAS

- [1] T. L. Saaty, "How to make a decision: The Analytic Hierarchy Process", en *European Journal of Operational Research*, vol. 48, pag. 9-26, 1990.
- [2] A. Gecer y N. Erginel, "Determining the Criteria and their Importance Level of Calibration Supplier Selection", en *Industrial and Manufacturing Engineering*, vol. 6, No. 1, 2012.
- [3] <http://www.ema.org.mx/portal/>, consultado el 2016-02-15.

SITUACIÓN ACTUAL DE LA INTEGRACIÓN DE LA METROLOGÍA EN LA ACADEMIA EN MÉXICO

A. Ramos Jiménez¹, F. G. García Uribe, A. Rodríguez López¹, G. López Granada¹,
R. Herrera-Basurto², F. Mercader-Trejo^{1*},

¹Universidad Politécnica de Santa Rosa Jáuregui, Carr. Federal 57 QRO-SLP km 31-150, Santa Rosa Jáuregui, Querétaro, Qro. México, CP 76220.

²Universidad Aeronáutica en Querétaro, Carr. Querétaro – Tequisquiapan 200 No. 22154, Colón Querétaro. Qro., C.P. 76270

* Autor de correspondencia: Tel: +52 442 1961300 ext. 106, correo electrónico: fmercader@upsrj.edu.mx

Resumen: En este trabajo se presenta una revisión de cómo la ciencia de las mediciones se ha integrado en la currícula de diferentes programas educativos en instituciones de educación superior en México. Como caso de éxito se cita la creación de la Ingeniería en Metrología Industrial en la Universidad Politécnica de Santa Rosa Jáuregui (UPSRJ), dando seguimiento a la forma en que los estudiantes de este programa se han integrado a la cadena productiva a través de estancias y estadías. Se incluyen también los datos más relevantes sobre el seguimiento de egresados de la primer generación de metrologos formados a través de la educación formal en la Universidad.

1. INTRODUCCIÓN

La metrología es una ciencia de impacto transversal en diversos campos de las ciencias desempeñando un papel crucial en la toma de decisiones de áreas tan importantes y diversas como son: salud, alimentos, transporte y comercio, manufactura industrial, comunicaciones y navegación entre otras. Dada la jerarquía de la metrología se esperaría que estuviera integrada de manera natural en las instituciones de educación desde básica hasta superior.

Por otro lado, los perfiles profesionales descritos en las vacantes de las empresas del sector productivo, para cubrir sus necesidades en materia de mediciones, no están correlacionados directamente con la escolaridad solicitada.

Para llenar este vacío, la Universidad Politécnica de Santa Rosa Jáuregui, ubicada en el estado de Querétaro, México; en colaboración con entidades situadas en su área de influencia, desarrolló el contenido curricular de la Ingeniería en Metrología Industrial. Este programa educativo es el primero en su tipo a nivel Latinoamérica iniciando operaciones en el año 2012 con 38 estudiantes inscritos [1]. En enero del 2016 se graduó la primer generación conformada por 24 nuevos profesionistas de la Metrología. Vale la pena resaltar que como parte del modelo educativo de las Universidades Politécnicas, y como resultado de los periodos de estancias y estadías en las empresas, los estudiantes se gradúan con prácticamente 1 año de experiencia laboral, lo que facilita su inserción en el campo de trabajo [2].

Uno de los impactos inmediatos que ha ocasionado la creación de la Ingeniería en Metrología Industrial en la UPSRJ es que este programa ha sido adoptado por la Universidad Politécnica de Ramos Arizpe [3] dada la demanda de profesionistas en este campo en el norte del país. Internacionalmente ha sido observado ya que se tienen 114 registros de lectura del artículo que describe la creación de la carrera en la red social Research Gate del autor principal [4]. Internacionalmente existen alternativas para la continuación de estudios a nivel maestría y doctorado en el campo de la metrología.

En este trabajo se presenta el seguimiento a egresados resaltando la forma en como se han integrado al mercado laboral de manera rápida y pertinente.

2. DETALLES EXPERIMENTALES

La información que se presenta se recopiló considerando 3 objetivos:

- 2.1 Empleos ofertados:** se obtuvo información de los principales empleos que se ofertan, así como la escolaridad solicitada, conocimientos requeridos y sueldos ofrecidos. Esto se realizó a través de consultas en bases de datos de empleos y sitios web de bolsas de trabajo.
- 2.2 Planes de estudio de carreras solicitadas:** de acuerdo con la escolaridad que solicitan las empresas para cubrir puestos de metrología, se buscaron los planes de estudio relacionados con las carreras. Esta actividad se realizó con la finalidad de evaluar la correlación de las

profesiones solicitadas vs. los perfiles de puesto solicitados.

- 2.3 Seguimiento de egresados:** finalmente se aplicó una encuesta a los egresados para conocer los lugares donde actualmente se están desempeñando como profesionistas, el sueldo obtenido, principales áreas de la metrología que están aplicando entre otros datos.

3. RESULTADOS

3.1 Empleos ofertados

Se consultaron bolsas de trabajo como Indeed, OCC Mundial, Computrabajo y Bumeran, en todas se realizó la búsqueda tomando como base el tecleo de la palabra "Metrología". Los empleos encontrados principalmente se clasifican en las siguientes denominaciones: Ingeniero metrólogo, metrólogo, técnico en calibración, técnico metrólogo, coordinador de metrología, supervisor de metrología. La escolaridad solicitada se centra la mayoría en: ingenieros industriales y en menor proporción ingenieros mecánicos, químicos, mecatrónicos, técnicos superiores en distintos campos y en algunos casos solo bachillerato terminado. El intervalo de sueldos va desde \$7 000.00 hasta \$ 25 000.00.

3.2 Planes de estudio de carreras solicitadas:

Se realizó la revisión de los planes de estudio de las principales carreras solicitadas por los empleadores como la escolaridad. La carrera más solicitada fue Ingeniería Industrial, al consultar los planes y programas de estudio en las universidades más importantes del país, se encontró que no incluyen ninguna materia relacionada con metrología o tienen solo una asignatura de un total de aproximadamente 70 materias.

3.3 Seguimiento de egresados:

La UPSRJ a través de la Dirección de Vinculación, Difusión y Extensión Universitaria aplicó las encuestas de seguimiento de egresados. Se detectó que la mayoría de ellos se encuentran trabajando para el sector privado, en laboratorios secundarios acreditados o en los laboratorios de metrología de las empresas. Debido a que la industria del estado de Querétaro es principalmente del sector manufacturero, el área de la metrología donde mayormente se están desempeñando es en dimensional, así como en mediciones de presión y temperatura.

4. DISCUSIÓN

De acuerdo con la información recopilada se detectó una falta de congruencia entre la escolaridad solicitada por los empleadores y la descripción del puesto ofrecido.

Paralelamente se descubrió una demanda creciente por personal con competencias para obtener mediciones de alta calidad, que permitan que los recursos de la parte productiva no sean destinados a una etapa de capacitación de alto costo en esta ciencia, algo que tradicionalmente se ha realizado en las empresas. Además México debe sentirse afortunado en tener por primera vez en el mundo profesionalista con perfiles dedicados a la metrología.

5. CONCLUSIONES

Al tener la carrera de Ingeniería en Metrología Industrial en nivel pre-grado en instituciones de educación superior mexicanas, se posiciona a nuestro país como punta de lanza en la formación de metrólogos con competencias definidas y pertinentes para el sector productivo. Se espera que con información recopilada mediante este trabajo se logre una mejor correspondencia que genere mayor vinculación Academia-Industria.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece las facilidades otorgadas por la UPSRJ para el manejo de la información presentada.

REFERENCIAS

- [1] Mercader-Trejo, F., Narváez Hernández, L. E., López Granada, M. G, Herrera Basurto, R. (2013). Industrial metrology engineering: an educational strategy to fulfill the needs of industry and society, NCSLI. *Measure J. Meas. Sci.*, 8(4), 28-30.
- [2] F. Mercader-Trejo, A. Rodríguez López, G. López Granada, L. E. Narváez Hernández, R. Herrera Basurto, (2016), Technical internships as a means of acquiring professional skills for future metrologists, *Measurement*, 84, 1-6.
- [3] Universidad Politécnica de Ramos Arizpe. Oferta educativa. Obtenido 05, 2016, de <http://upra.mx/oferta-educativa>.
- [4] https://www.researchgate.net/publication/258994041_Industrial_Metrology_Engineering_An_Educational_Strategy_to_Fulfill_the_Needs_of_Industry_and_Society, 30 de julio de 2016.
- [5] <http://www.metrologycareers.com/pdf/International-Metrology-Schools.pdf>, 30 de julio de 2016.

ESTUDIO COMPARATIVO DE MEDICIONES DE ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIA

Martínez-Soto, A.¹, Mercader-Trejo F.E.¹, López-Granada M.G.¹, Álvarez-López, A.²,
Larios-Durán E.R.³, Antaño-López R.⁴, Rodríguez-López A.^{1*}

¹Universidad Politécnica de Santa Rosa Jáuregui Km 31 + 150 Carretera Federal 57 QRO – SLP Santa Rosa Jáuregui, Querétaro 76220, Querétaro

²Universidad Tecnológica de Corregidora. Carretera Santa Bárbara-Coroneo, Km. 11.2 Corregidora, Querétaro, C. P. México

³Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica S.C., Pedro Escobedo, C.P. 76703, Querétaro, México

⁴Universidad de Guadalajara, Departamento de Ingeniería Química, Blvd. Marcelino García Barragán #1451, C.P. 44430, Guadalajara Jalisco, México
armando.mtz.25@hotmail.com , arodriguez@upsrj.edu.mx

Resumen: Se realizaron mediciones de una “dummy cell” de la marca “Gamry” en potenciostatos de diferentes marcas. Los resultados indican que es posible encontrar diferencias en los modelos y marcas e,peados, de hasta 0.4 % en una resistencia, en elementos pasivos, lo cual puede ser importante para algunas aplicaciones, sin embargo permite inferir que los problemas podrían ser mayores en sistemas con elementos no pasivos, lo cual tiene repercusiones en el ámbito científico cuando se llevan a cabo investigación fundamental.

1. INTRODUCCIÓN

El uso de potenciostatos en el ámbito electroquímico es indispensable, la confianza de los usuarios hacia sus instrumentos es alta, sin embargo, existe poca información sobre la comparación de dichos instrumentos.

Las comparaciones entre laboratorios tienen en su espíritu, el demostrar la comparabilidad de resultados.

En este trabajo se presentan resultados de estudios comparativos al medir una “dummy cell” en diferentes lugares con potenciostatos diferentes, bajo las mismas condiciones de medida.

2. CONDICIONES EXPERIMENTALES

El experimento seleccionado fue utilizar una “dummy cell” como *ítem* de ensayo, midiendo su respuesta en espectroscopia de impedancia electroquímica en diferentes potenciostatos, de marcas diferentes.

Se utiliza la norma mexicana NMX-EC-17043 [1] como referencia para hacer el estudio y la ISO 13528 [2] como guía en los modelos estadísticos de análisis de resultados.

Las condiciones de medición fueron 10 mV rms como amplitud de perturbación sinusoidal, en un intervalo

de frecuencias de 30 kHz a 0.03 Hz, 7 puntos por década.

Los espectros obtenidos fueron ajustados haciendo uso del software Z View ®, con un circuito equivalente de Randles R-RC.

3. RESULTADOS

Se realizaron mediciones de espectroscopia de impedancia a la celda, el resultado típico de Nyquist se presenta en la figura 1.

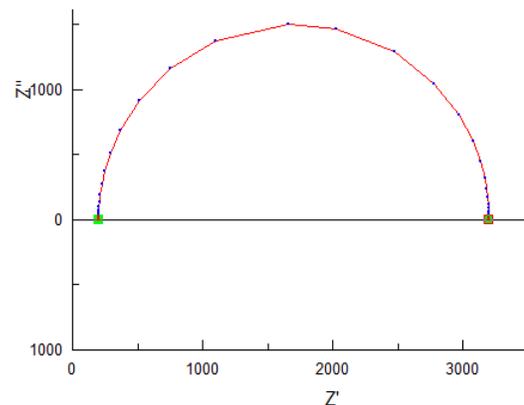


Figura 1. Espectro de Nyquist típico para la “dummy cell”.

Espectros similares fueron obtenidos al medir con diferentes potenciostatos, encontrando diferencias

en los parámetros de la resistencia en paralelo, como en la resistencia en serie y de la capacitancia.

4. DISCUSIÓN

El experimento permite comparar los resultados de un mismo *ítem*, medido en las mismas condiciones pero en diferentes instrumentos.

Los resultados de la resistencia en paralelo varía en aproximadamente 0.4 %, lo cual puede ser amplio para algunas aplicaciones.

Se presentan diferencias en los resultados de resistencias en paralelo y capacitancia, valores que son más influenciados por la frecuencia de medición, y en este caso probablemente por el tipo de generador de frecuencia que tienen las diferentes marcas y modelos.

Estas diferencias encontradas al medir elementos pasivos, dan pie a pensar que las diferencias pueden ser mayores en situaciones de mediciones electroquímicas reales.

5. CONCLUSIONES

Se ha diseñado un protocolo de medición que puede ser utilizado para estudios de comparabilidad en mediciones de espectroscopia de impedancia.

Los resultados indican que existe una diferencia al medir en diferentes instrumentos, la cual puede ser importante para algunas aplicaciones, sobre todo de interés metrológico.

Este protocolo puede migrar a una medición de algún sistema electroquímico real.

AGRADECIMIENTOS

Se agradecen a las instituciones de los autores, así como al CONCYTEQ por su apoyo económico.

REFERENCIAS

- [1] NMX-EC-17043-IMNC-2010- Evaluación de la conformidad – Requisitos generales para los ensayos de aptitud.
- [2] ISO 13528:2005- Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.

APOYO AL SUBSISTEMA NACIONAL DE LA CALIDAD (SNCA) EN COLOMBIA A PARTIR IMPLEMENTACIÓN DEL SISTEMA DE GESTIÓN METROLÓGICA LEGAL (SGML) EN MUNICIPIOS DEL DEPARTAMENTO DE ANTIOQUIA. CASO DE ESTUDIO: ASESORÍA DEL INSTITUTO TECNOLÓGICO METROPOLITANO AL MUNICIPIO DE GIRARDOTA

Luis Fernando Giraldo Jaramillo, Nelson de Jesús Bedoya, Germán Alberto Cano
Instituto Tecnológico Metropolitano - ITM
Sede Robledo Calle 73 No 76A - 354 Vía al Volador
Medellín, Antioquia, Colombia
4405119 – 4405159
luisgiraldo@itm.edu.co

Resumen: A través del Sistema de Gestión Metrológico Legal (SGML), las Alcaldías Municipales en conjunto con los responsables de establecimientos comerciales, pueden integrar las actividades tanto técnicas como administrativas relacionadas con la medición de magnitudes críticas, las cuales influyen en la calidad del producto y con esto en el bienestar de la población consumidora. El presente trabajo expone las actividades de implementación del SGML en el Municipio de Girardota – Antioquia, como apoyo al Subsistema Nacional de la Calidad (SNCA) de Colombia, en búsqueda de mejorar la competitividad del sector comercial del País.

1. INTRODUCCIÓN

Con la conformación del Subsistema Nacional de la Calidad (SNCA), el Gobierno Colombiano tiene como objetivos fundamentales promover en los mercados: la seguridad, la calidad, la confianza, la productividad y la competitividad de los sectores productivo e importador de bienes y servicios, y proteger los intereses de los consumidores, en los asuntos relativos a procesos, productos, y personas. El SNCA coordina las actividades que realizan las instancias públicas y privadas relacionadas con la formulación, ejecución y seguimiento de las políticas sobre normalización técnica, elaboración y expedición de reglamentos técnicos, acreditación, designación, evaluación de la conformidad y metrología. [1]

Por lo anterior y en apoyo al eje de metrología sobre el cual se soporta SNCA en Colombia, el Instituto Tecnológico Metropolitano (ITM) de Medellín como Institución de Educación Superior (IES) pública, a través de la línea de investigación en Calidad y Metrología y su semillero en gestión metrológica, asesora al Municipio de Girardota del Departamento de Antioquia, en la implementación del Sistema de Gestión Metrológica Legal (SGML), buscando que su dinámica comercial se desarrolle conforme exigentes estándares de calidad, satisfaciendo de forma directa las exigencias de Gobierno Nacional en cuanto a la política de proteger el bienestar del consumidor, consignada en el Estatuto del consumidor (Ley 1480 de 2011).

2. CUERPO PRINCIPAL DEL TRABAJO

El presente documento relaciona las actividades desarrolladas durante la implementación del Sistema de Gestión Metrológico Legal (SGML) en el Municipio mencionado, teniendo como referentes los estándares: ISO 9001, ISO 14001, OHSAS 18001 e ISO 10012, [2] los cuales contienen requisitos que impactan en el bienestar de la población de Girardota. Lo anterior permite enfoque sistémico como insumo para la construcción de un sistema integrado de gestión. [3]

2.1. Fase de Planeación

Esta etapa relaciona cada una de las actividades técnicas y administrativas necesarias para implementar un SGML entre establecimientos comerciales y la administración del Municipio.

Como complemento a esta etapa, se diseña y aplica la herramienta diagnóstico tipo encuesta a una muestra significativa de establecimientos comerciales, buscando caracterizar las actividades de aseguramiento metrológico implementadas al interior de dicho sector económico.

2.2. Fase de Desarrollo

La presente etapa especifica las actividades sobre las cuales se fundamenta la misión del SGML. Dichas actividades incluyen: desarrollo de actividades técnico – administrativas, gestión documental,

gestión del talento humano y normalización de procesos.

2.3. Fase de Verificación

La fase de verificación relaciona actividades de carácter evaluativo, tales como auditorías de seguimiento a procesos, aplicación de pruebas RyR, desarrollo de pruebas de aptitud, etc.

2.4. Fase de Ajuste

A la fecha se han implementado acciones correctivas y de mejora conforme se implementa el SGML en el Municipio de Girardota.

3. RESULTADOS

En este ítem se presentan algunos de los resultados significativos para el proceso de implementación del SGML por etapas, así:

3.1. Fase Planeación

Se levantó información útil que permitió generar la matriz DOFA por todo el Municipio, arrojando estrategias de mejora, tales como:

- Estrategias tipo: (Fortalezas – Oportunidades). (Fortalezas – Amenazas). (Debilidades – Oportunidades). (Debilidades – Amenazas).

3.1.1. Caracterización del SGML a partir de

- Identificación de magnitudes críticas a controlar en procesos comerciales.
- Desarrollo de actividades conforme criterios establecidos por Sistemas de Gestión.
- Determinación de capacidad de medición de equipos.
- Determinación de política y objetivos de calidad.

3.2. Fase Desarrollo

Desarrollo del sistema de gestión documental conforme la estructura del mapa de procesos del Sistema de Gestión Metrológica Legal (SGML) en el Municipio de Girardota. Se incluye toda documentación técnica y administrativa que permite la interacción de procesos.

4. DISCUSIÓN

Ventajas del SGML:

- Apoyo al SNCA de Colombia en cuanto a: Metrología Legal, Normalización y reglamentos técnicos y evaluación de la conformidad.

Desventajas:

- Falta de interés por parte de algunos responsables de establecimientos comerciales para implementar acciones correctivas en caso de ser necesarias.

Detalles destacados:

- Interacción entre la academia, el sector productivo y la administración de la alcaldía municipal de Girardota.

5. ALGUNAS CONCLUSIONES

- A la fecha se observa que la población del Municipio de Girardota es más crítica con cada una de las características de calidad del sistema comercial, lo cual es un factor para la mejora.
- Se gestionan recursos por parte de la Administración Municipal para apoyar el proceso de implementación del SGML, lo cual resalta el compromiso de la dirección.

AGRADECIMIENTOS

A los estudiantes del semillero de investigación en gestión metrológica por su apoyo, a la Alcaldía del Municipio de Girardota Antioquia por confiar en la capacidad técnica del ITM – Medellín, como institución asesora para el desarrollo del proyecto y al sector comercial y población en general del Municipio de Girardota por acoger y apoyar a personal del ITM y de la Administración Municipal, en el desarrollo de las actividades.

REFERENCIAS

- [1] Ministerio de Comercio, I. y. (05 de 08 de 2014). Decreto 1471. Reorganización del Subsistema Nacional de la Calidad y se modifica el Decreto 2269 de 1993. Bogotá, Cundinamarca, Colombia.
- [2] ICONTEC, Sistemas de Gestión de la Medición. Requisitos para los Procesos de Medición y los Equipos de Medición, Bogotá: ICONTEC, 2003.
- [3] J. B. Sanz, La gestión de los procesos metrológicos. Análisis e integración de un sistema de gestión de las mediciones (ISO 10012:2003), Madrid: AENOR, 2004.

PRIMER ENSAYO DE APTITUD EN PAR TORSIONAL PARA LABORATORIOS SECUNDARIOS EN CHILE

J Jesús Galván Mancilla, Jorge C. Torres Guzmán

Centro Nacional de Metrología, CENAM

km 4.5 carretera a Los Cués, El Marqués, Querétaro, México

Teléfono (52) 442 211 0572, fax (52) 442 211 0578, dirección de correo electrónico: jgalvan@cenam.mx

Resumen: Derivado de que en Chile no se cuenta con un laboratorio primario en metrología de par torsional y los laboratorios secundarios acreditados en esta magnitud requerían de evaluar su conformidad para conocer su desempeño y sus capacidades de medición y calibración, solicitaron al laboratorio de par torsional de CENAM, les apoyara en la organización y realización de un ensayo de aptitud en esta magnitud tan relevante. El siguiente trabajo presenta los detalles, necesidades, organización, ejecución y resultados del primer ensayo de aptitud en el país, en la magnitud de par torsional.

1. INTRODUCCIÓN

El área de la minería, la aeronáutica y marítima, son industrias donde la medición de par torsional ha cobrado una importancia significativa en Chile, por lo que los laboratorios secundarios y la industria tienen la necesidad de conocer el grado de concordancia o uniformidad, con el que hacen sus servicios de calibración y medición en par torsional.

Debido a esta situación y el no contar con un laboratorio nacional que disemine la trazabilidad en la magnitud, la red de laboratorios secundarios de calibración de Chile, solicitó al laboratorio de Par Torsional del Centro Nacional de Metrología de México, CENAM (a través de la Universidad de Santiago de Chile y convocado por el Laboratorio de calibración ASMAR Talcahuano) organizar un ensayo de aptitud en la magnitud de par torsional (PT) para la calibración de herramientas de medición, "torquímetros". Éste ensayo de aptitud fue coordinado y piloteado por el Laboratorio de Par Torsional del CENAM [1].

2. DESARROLLO

El ensayo de aptitud tuvo como objetivo determinar la proximidad de concordancia de los resultados de la calibración de un torquímetro de PT entre los laboratorios participantes, vía una comparación; los valores de referencia fueron establecidos por el CENAM, laboratorio piloto. El mensurando de la calibración del torquímetro fue el error y la incertidumbre respecto a los valores de referencia.

2.1. Alcance

Este ensayo de aptitud sólo consideró la evaluación de los resultados de calibración de los laboratorios participantes, no se evaluó ninguna otra característica técnica o administrativa de los mismos.

El intervalo de medición fue de 60 N·m a 300 N·m y se utilizó como patrón itinerante, un torquímetro digital marca TOHNICHI, modelo CEM360N3X22D, intervalo de medida de 360 N·m.

2.2. Laboratorios participantes

En este primer ensayo participaron nueve laboratorios secundarios, todos acreditados:

- + Desarrollo de Tecnologías y Sistemas Ltda.
- + Komatsu Reman Center Chile S.A.
- + Cesmec S.A.
- + Empresa Nacional de Aeronáutica de Chile
- + DICTUC S.A.
- + CERTEC Ltda.
- + RESERVE
- + Astilleros y Maestranza de la Armada, ASMAR.
- + Servicio de Metrología Integral SpA., SMI.

2.3. Secuencia de medición

Los puntos de calibración se presentan en la Figura 1. Adicionalmente a la medición del cero, se midieron 5 puntos en forma ascendente y en 4 posiciones de montaje (0° , 90° , 180° y 270°), tomando como referencia el cubo de mando del transductor itinerante. Se realizó en sentidos horario y contra horario. Puntos de calibración: 60 N·m, 120 N·m, 180 N·m, 240 N·m, 300 N·m.

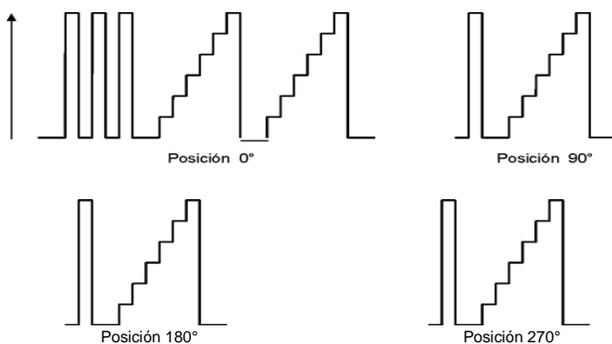


Figura 1. Secuencia de medición.

3. RESULTADOS

El criterio que se usó para la evaluación de los resultados de este ensayo de aptitud fue el error normalizado (E_n), el cual se puede calcular con:

$$E_n = \frac{x_{lab} - x_{ref}}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}} \quad (1)$$

Donde:

x_{lab} es el error obtenido por el laboratorio participante, x_{ref} es el error de referencia obtenido por el laboratorio piloto, U_{lab} es la incertidumbre expandida estimada por el laboratorio y U_{ref} es la incertidumbre expandida obtenida por el laboratorio piloto. De acuerdo al modelo del error normalizado, si $-1 \leq E_n \leq +1$ los resultados entre ambos laboratorios son satisfactorios [1].

En la Tabla 1 se muestran los resultados de los laboratorios en desviación, incertidumbre y error normalizado contra los valores de referencia del laboratorio piloto y en la Figura 2, las gráficas de resultados del error normalizado. A cada laboratorio se le asignó un código conocido solo por él.

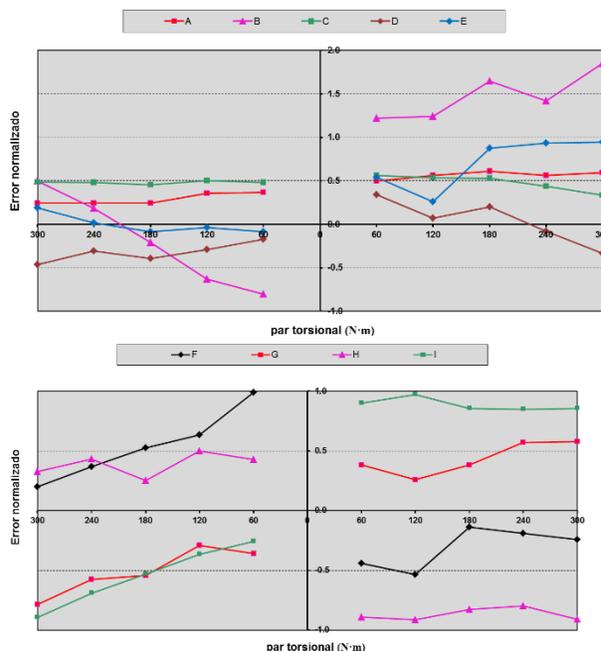


Figura 2. Resultados en Error normalizado E_n .

Resultados contra los valores de referencia								
A			B			C		
Desviación N·m	$U_E (k=2)$ N·m	E_n	Desviación N·m	$U_E (k=2)$ N·m	E_n	Desviación N·m	$U_E (k=2)$ N·m	E_n
3.56	5.86	0.60	4.16	1.90	1.85	1.56	4.54	0.33
2.76	4.80	0.56	3.66	2.30	1.42	1.66	3.64	0.43
2.34	3.69	0.61	3.14	1.60	1.65	1.54	2.72	0.53
1.48	2.49	0.56	2.48	1.80	1.24	1.08	1.83	0.53
1.12	2.20	0.49	3.12	2.50	1.22	0.62	0.96	0.56
0.90	2.20	0.36	-1.30	1.17	-0.80	0.70	0.95	0.48
1.02	2.41	0.35	-1.18	0.97	-0.63	1.22	1.83	0.50
1.00	3.67	0.24	-0.50	1.45	-0.21	1.50	2.72	0.45
1.26	4.81	0.24	0.46	1.70	0.18	1.96	3.62	0.48
1.46	5.82	0.24	1.26	1.83	0.49	2.36	4.52	0.49

D			E			F		
Desviación N·m	$U_E (k=2)$ N·m	E_n	Desviación N·m	$U_E (k=2)$ N·m	E_n	Desviación N·m	$U_E (k=2)$ N·m	E_n
-0.54	1.08	-0.33	1.54	1.10	0.94	-1.34	5.40	-0.24
-0.14	1.21	-0.08	1.56	1.20	0.93	-0.84	4.30	-0.19
0.24	0.63	0.20	1.32	1.10	0.87	-0.46	3.20	-0.14
0.08	0.70	0.07	0.38	1.20	0.26	-1.22	2.10	-0.54
0.22	0.35	0.34	0.66	1.10	0.54	-0.58	1.20	-0.44
-0.20	0.35	-0.17	-0.16	1.44	-0.09	1.70	1.30	0.99
-0.48	0.43	-0.29	-0.08	1.21	-0.04	1.82	2.40	0.63
-0.80	0.75	-0.39	-0.20	1.43	-0.08	2.00	3.30	0.53
-0.64	0.86	-0.31	0.04	1.39	0.02	1.76	4.40	0.37
-0.94	0.95	-0.47	0.44	1.49	0.19	1.16	5.50	0.20

G			H			I		
Desviación N·m	$U_E (k=2)$ N·m	E_n	Desviación N·m	$U_E (k=2)$ N·m	E_n	Desviación N·m	$U_E (k=2)$ N·m	E_n
1.46	2.22	0.58	-1.44	1.02	-0.91	1.56	1.37	0.85
1.36	2.07	0.57	-1.14	0.82	-0.80	1.66	1.57	0.85
0.94	2.22	0.38	-1.06	0.75	-0.83	1.54	1.47	0.86
0.58	2.06	0.26	-0.92	0.51	-0.91	1.28	0.99	0.97
0.82	2.07	0.38	-0.58	0.35	-0.89	0.92	0.86	0.90
-0.84	2.06	-0.36	0.50	0.34	0.43	-0.40	1.08	-0.26
-0.76	2.07	-0.29	0.82	0.41	0.50	-0.80	1.50	-0.37
-1.52	2.08	-0.54	0.50	0.61	0.25	-1.24	1.35	-0.53
-1.64	2.11	-0.58	0.86	0.63	0.43	-1.56	1.22	-0.69
-2.16	2.09	-0.79	0.66	0.94	0.33	-2.12	1.55	-0.90

Tabla 1. Resultados obtenidos por los laboratorios.

4. DISCUSIÓN

Ocho de los laboratorios participantes obtuvieron resultados satisfactorios. Sin embargo, se recomienda como oportunidad de mejora para la mayoría de los laboratorios participantes, un análisis de su sistema de calibración, procedimiento de medición y de las hojas de cálculo utilizadas para la estimación de incertidumbres.

5. CONCLUSIONES

Algunos de estos laboratorios obtienen resultados satisfactorios debido a que estiman incertidumbres demasiado grandes, lo cual no es lo ideal. El laboratorio B tiene desviaciones demasiado grandes en sentido horario, lo que provoca que sus resultados salgan fuera del intervalo de aceptación.

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos la colaboración de la Universidad de Santiago de Chile que fungió como coordinador del evento en Chile y muy en especial al personal del laboratorio de calibración de ASMAR Talcahuano, quien fue impulsor y promotor de este primer ensayo de aptitud de par torsional en Chile.

REFERENCIAS

[1] Galván-Mancilla J. J., Torres-Guzmán J. C., Ramírez D. "Torque proficiency test among accredited laboratories in Mexico". IMEKO 20th TC3, 3rd TC16 and 1st TC22 International Conference. Mérida, México. Noviembre 2007.

ENSAYO DE APTITUD DE CALIBRACIÓN DE MANÓMETRO DIGITAL DE -8 kPa A -80 kPa

Francisco J. Flores M., Jorge C. Torres G.
Centro Nacional de Metrología (CENAM), México.
km 4.5 Carretera a los Cués, Mpio. Del Marqués, Querétaro
Teléfono + [52] (442) 211 0500, fflores@cenam.mx

Resumen: Se presentan los resultados del ensayo de aptitud de calibración de manómetro de presión negativa con un intervalo de indicaciones de -8 kPa a -80 kPa. En el presente ensayo participaron 5 laboratorios secundarios, de los cuales 3 fueron de México y 2 de Colombia.

1. INTRODUCCIÓN

Los ensayos de aptitud entre diferentes laboratorios secundarios son utilizados para demostrar la confiabilidad y el desempeño de los laboratorios en la realización de mediciones y/o servicios de calibración de acuerdo a la mejor capacidad de medición declarada por cada laboratorio.

El Centro Nacional de Metrología (CENAM) para atender las necesidades de ensayos de aptitud de laboratorios acreditados propuso la realización de un ensayo de aptitud en la calibración de manómetros, determinación de error y su incertidumbre, en el intervalo de -8 kPa a -80 kPa.

En este ensayo de aptitud el CENAM fue el laboratorio piloto y estableció los valores de referencia.

El ensayo de aptitud se realizó de abril a julio de 2016, donde participaron 5 laboratorios y se llevaron a cabo 2 rondas de mediciones; una con los 3 laboratorios de México y otra ronda con los 2 laboratorios de Colombia.

2. PROCEDIMIENTO DE MEDICIÓN

Se realizaron las mediciones de acuerdo al documento "Protocolo para el ensayo de aptitud de calibración de manómetro digital de -8 kPa a -80 kPa. CNM-EA-720-03/2016".

Principales puntos considerados en el método de medición:

- Los puntos de medición de presión negativa fueron: (-8, -16, -24, -32, -40, -48, -56, -64, -72, -80) kPa.
- Se realizaron 4 mediciones por cada punto de medición, por medio de 4 series, 2 en

sentido ascendente y 2 en sentido descendente.

- El laboratorio piloto calibró 3 veces, una vez al inicio, una intermedia y una al final del ensayo.

2.1. Laboratorios participantes

No.	Nombre del laboratorio
1	Comercializadora Integral de Servicios de Calibración, S.A. de C.V.
2	Laboratorio de Calibración y Pruebas SIMCA, S. de R. L. de C. V.
3	Metrología del Golfo, S. A. de C. V.
4	Laboratorios M y G S.A.S
5	Calibration Service S.A.S.

Tabla 1. Laboratorios participantes.

2.2. Patrón de transferencia

Transductor de presión, marca Ametek, modelo APM3000PSI, con intervalo de indicaciones de -103 kPa a 0 kPa.

2.3. Criterio de Evaluación de Resultados

El criterio que se utilizó para la evaluación de los resultados de este ensayo de aptitud fue el error normalizado (E_n), el cual se calculó con el siguiente modelo,

$$E_n = \frac{x_{lab} - x_{ref}}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}} \quad (1)$$

Donde:

x_{lab} es el error obtenido por el laboratorio participante,
 x_{ref} es el error de referencia obtenido por el laboratorio

piloto, U_{lab} es la incertidumbre expandida estimada por el laboratorio, ($k = 2$) y U_{ref} es la incertidumbre expandida, más grande, obtenida por el laboratorio piloto, ($k = 2$). De acuerdo al modelo del error normalizado, si $|E_n| \leq 1$ los resultados son aceptables, si $|E_n| > 1$ los resultados no son satisfactorios.

2.4. Comportamiento del patrón de transferencia

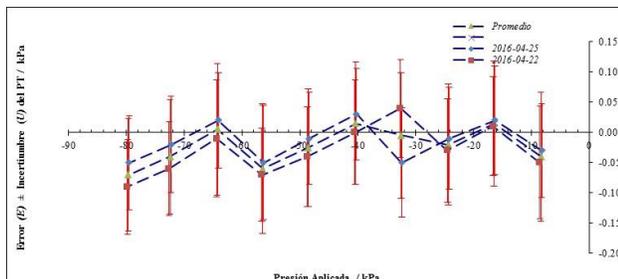


Fig. 1. Comportamiento del patrón de transferencia, con las 3 calibraciones realizadas por CENAM.

3. RESULTADOS

Los valores de referencia considerados para este ensayo son: a) para el error, el promedio de los errores obtenidos en las tres calibraciones realizadas por CENAM; b) para la incertidumbre de la medición, la máxima incertidumbre expandida estimada para cada punto de medición de las tres calibraciones, combinada con la máxima dispersión de valores del Patrón de Transferencia (en todo el periodo del ensayo).

La figura 2 presenta las diferencias de cada laboratorio respecto al valor de referencia, del error asignado al patrón de transferencia.

La figura 3 presenta la incertidumbre expandida asignada al patrón de transferencia por los diferentes laboratorios participantes.

En las tablas de resultados la asignación de claves a los laboratorios no corresponde a ningún orden y no coincide con el orden de la tabla 1. La tabla 2 presenta incertidumbres expandidas ($k = 2$) asignadas por cada laboratorio participante al patrón de transferencia para cada punto de presión.

Los resultados de los laboratorios se muestran en la tabla 3, donde se presenta el error normalizado para

cada punto de medición de cada laboratorio participante.

4. DISCUSIÓN

Durante el desarrollo del ensayo de aptitud, el patrón de transferencia tuvo buena reproducibilidad por lo que se considera que fue adecuado para los fines de este ensayo de aptitud. Adicionalmente, se realizaron las consideraciones de tomar la mayor incertidumbre del CENAM como la de referencia y considerar la máxima diferencia en los errores de cada punto de medición como fuente de incertidumbre por dispersión, asegurando así que la incertidumbre de referencia sea confiable.

5. CONCLUSIONES

Podemos concluir que este ensayo de aptitud tuvo una buena participación, ya que 5 laboratorios se inscribieron en el ensayo.

AGRADECIMIENTOS

Se hace un agradecimiento especial para la empresa de MB Instrumentos por haber facilitado el préstamo del patrón de transferencia.

REFERENCIAS

- [1] Norma NMX-EC-17043-IMNC-2010.
- [2] Torres Guzmán J. C., Guía y Lineamientos Generales para Comparaciones de Patrones de Medición, Memorias del Segundo Congreso Internacional Metrocal. Concepción, Chile. Abril 2001.
- [3] Sabuga W., Bergoglio M., Rabault T., Waller B., Torres Guzman J. C., Olson D. A., Agarwal A., Kobata T., Bandyopadhyay A.K. [PTB, IMG, BNM-LNE, NPL, CENAM, NIST, INMS/NRC, NMIJ/AIST, NPLI], Final Report on Key Comparison CCM.P-K7 in the range 10 MPa to 100 MPa of Hydraulic gauge pressure. Metrologia 2005, 42, Tech. Suppl., 07005.
- [4] Torres-Guzmán J. C., Olvera-Arana P., Olson D., Hydraulic gauge pressure SIM comparison for a range up to 100 MPa. The 4th CCM International Conference on Pressure Metrology from Ultra-High Vacuum to very high pressure. Inglaterra, 2005.

COMPARACIÓN REGIONAL SUPLEMENTARIA EN PRESIÓN NEUMÁTICA RELATIVA DE 700 kPa A 7000 kPa, SIM.M.P-S10

Jesús Aranzolo Suárez¹, Leonardo de la Cruz García², Jorge Torres Guzmán³

¹ jaranzol@cenam.mx, Centro Nacional de Metrología, México

² Idelacruz@indecopi.gob.pe, INCAL, Perú

³ jtorres@cenam.mx, Centro Nacional de Metrología, México.

km 4.5 carretera a Los Cués, El Marqués, Querétaro, México

Teléfono (52) 442 211 0572, fax (52) 442 211 0578, dirección de correo electrónico: jtorres@cenam.mx

Resumen: Se realizó una comparación internacional entre Institutos Nacionales de Metrología (INM) de la región con el objetivo de mostrar los niveles de concordancia en la medición de presión neumática relativa de 700 kPa a 7 000 kPa. Mediante el error normalizado se mostró compatibilidad de los resultados obtenidos por los laboratorios participantes.

1. INTRODUCCIÓN

Se realizó una comparación en el SIM entre 5 países. Los valores de referencia fueron los determinados por el CENAM. El mensurando de la calibración del transductor fue el error e incertidumbre de la presión en el intervalo 700 kPa a 7000 kPa de presión relativa neumática.

Se determinó el mensurando y la incertidumbre estimados por CENAM y el de los laboratorios a partir de las calibraciones realizadas. Mediante el error normalizado se compararon los resultados de los laboratorios con los del CENAM. El error normalizado se determinó de acuerdo a la ecuación 1. Valores absolutos del error normalizado menores o iguales a 1 son considerados satisfactorios. [1, 2].

2. DESCRIPCIÓN DE LA COMPARACION

2.1 Ítem de comparación

Intervalo de Indicación	0 kPa a 7 000 kPa	Marca	FLUKE
Resolución	0.001 kPa	Modelo	RPM4 A7Ms
Medio de trabajo	Neumático	Clase de Exactitud	0.008 % RD

2.2 Principales puntos a considerar en el método de medición

Se midieron 2 ciclos con 10 puntos, en forma ascendente y descendente. Los puntos de medición de presión fueron 700 kPa, 1 400 kPa, 2 100 kPa, 2 800 kPa, 3 500 kPa, 4 200 kPa, 4 900 kPa, 5 600 kPa, 6 300 kPa y 7 000 kPa.

2.3 Análisis de compatibilidad de resultados y valores de referencia utilizados

$$E_n = \frac{x_{lab} - x_{ref}}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}} \quad (1)$$

3. RESULTADOS

La figura 1 muestra los resultados de error e incertidumbre del ítem de comparación encontrados por cada laboratorio. La tabla 1 muestra los resultados de la ecuación 1 para cada laboratorio participante (error normalizado).

4. DISCUSIÓN

El uso de un instrumento que se envía a cada país participante en la comparación y el análisis de compatibilidad con la ecuación 1 nos permite demostrar la compatibilidad en los países participantes en la realización de las calibraciones de acuerdo a un método.

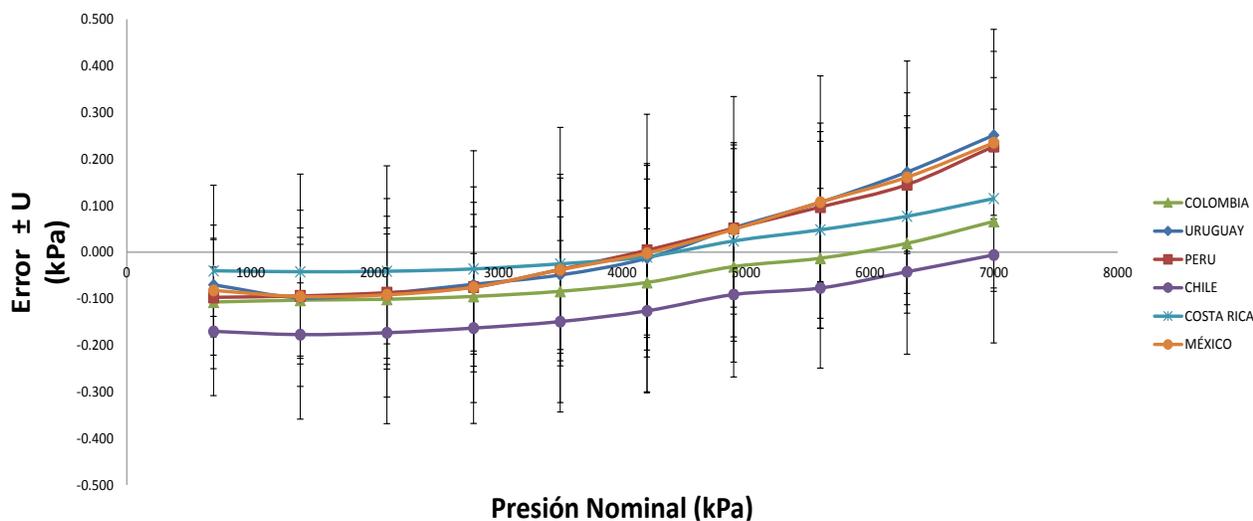


Fig. 1. Resultados informados por los INM (error e incertidumbre expandida).

Tabla 1. Desempeño de los INM respecto a los valores de referencia del CENAM.

PAIS	700 kPa	1400 kPa	2100 kPa	2800 kPa	3500 kPa	4200 kPa	4900 kPa	5600 kPa	6300 kPa	7000 kPa
COLOMBIA	0.1	0.0	0.0	0.1	0.1	0.2	0.2	0.4	0.5	0.6
PERU	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.1	0.0
CHILE	0.4	0.3	0.3	0.7	0.3	0.4	0.8	0.6	0.7	0.8
COSTA RICA	0.2	0.2	0.2	0.3	0.0	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4
URUGUAY	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.1

5. CONCLUSIONES

Los INM obtuvieron en los puntos medidos valores menores a 1 del error normalizado con lo que, de acuerdo al criterio del En, tienen resultados satisfactorios en el intervalo de medición y con las incertidumbres informadas por cada INM.

[2] Sabuga W., Bergoglio M., Rabault T., Waller B., Torres Guzman J. C., Olson D. A., Agarwal A., Kobata T., Bandyopadhyay A. K. [PTB, IMGC, BNM-LNE, NPL, CENAM, NIST, INMS/NRC, NMIJ/AIST, NPLI], Final Report on Key Comparison CCM.P-K7 in the range 10 MPa to 100 MPa of Hydraulic gauge pressure Metrologia 2005, 42, Tech. Suppl., 07005.

REFERENCIAS

[1] Torres Guzmán J. C., Guía y Lineamientos Generales para Comparaciones de Patrones de Medición, Memorias del 2do Congreso Internacional Metrocal. Chile. Abril, 2001.

COMPARACIÓN DE RESPUESTA DE PIRANÓMETROS DE LABORATORIOS DE PRUEBAS DE CALENTAMIENTO SOLAR

Héctor A. Castillo-Matadamas¹, Juan Carlos Molina-Vazquez¹, Amilcar Fuentes-Toledo², Guadalupe Moreno-Quintanar², Naghelli Ortega², José Miguel Rodríguez González³, Juan Antonio Barrón Mancilla⁴, Juan Jose Navarrete Gonzalez⁵

¹Centro Nacional de Metrología CENAM

²Instituto de energías renovables-UNAM,

³Universidad Autónoma del Estado de México (UAEM)

⁴Instituto de Investigación y Desarrollo de Energías Renovables y Eficiencia Energética (IIDEREE)

⁵Laboratorio Mexicano de pruebas solares (MEXOLAB)

Resumen: Se realizó una comparación entre laboratorios nacionales relacionados con el sector industrial de calentadores solares de agua, los resultados que se presentan muestran que en esta primera comparación se obtuvieron buenos resultados para instrumentos con fechas de calibración muy variables y confirma la necesidad de la trazabilidad de las mediciones de los piranómetros para reducir la incertidumbre de medición de las pruebas a calentadores solares de agua.

1. INTRODUCCIÓN

Con el fin de apoyar en la implementación de la infraestructura de la calidad del mercado de equipos y sistemas de calentamiento solar de agua, los laboratorios de ensayo de equipos y sistemas de calentamiento solar de agua mexicanos fueron convocados a participar en un primer ejercicio de comparación de piranómetros en las instalaciones del Centro Nacional de Metrología (CENAM), como parte del programa de colaboración México-Alemania del PTB, denominado México - Fortalecimiento de la Infraestructura de la Calidad para Energías Renovables y Eficiencia Energética.

El ejercicio de comparación de piranómetros se llevó a cabo del 31 de agosto al 2 de septiembre del 2015 en las instalaciones del CENAM a 20° 32.246' latitud norte, 100° 15.320' longitud oeste. El ejercicio fue pensando como una primera comparación entre piranómetros, sin importar el tiempo de la última calibración de los instrumentos y se consideraron periodos cortos de medición para evaluar la concordancia de los valores medidos por los piranómetros que los laboratorios utilizan para la medición de radiación solar en las pruebas de CSA.

La comparación incluyó a tres laboratorios de pruebas, una universidad y el CENAM:

- Laboratorio de Pruebas de Equipos de Calentamiento Solar del IER-UNAM (Instituto de Energías Renovables – Universidad Nacional Autónoma de México), participó con dos piranómetros, identificados como IER1 e IER2.

- Laboratorio del Instituto de Investigación y Desarrollo de Energías Renovables y Eficiencia Energética (IIDEREE), participó con un piranómetro, identificado como IIDEREE.
- Laboratorio Mexicano de Pruebas Solares, (MEXOLAB), participó con un piranómetro, identificado como MEXOLAB.
- Centro Nacional de Metrología, (CENAM), que participó con dos piranómetros, identificados como CENAM1 y CENAM2, calibrados en laboratorio en los meses previos a la comparación [1].
- Facultad de Ingeniería, Universidad Autónoma del Estado de México (UAEMéx), participó con un piranómetro, identificado como UAEM.

2. CONDICIONES Y RESULTADOS DE LAS MEDICIONES

La temperatura del aire durante los periodos de medición de los piranómetros varió entre (22 a 28) °C y la presión barométrica medida cada minuto en los laboratorios de presión del CENAM tuvo variaciones máxima y mínima entre los valores (81396 a 80990) Pa. Durante las mediciones hubo cielo nuboso, despejado por tiempos cortos e incluso lluvia ligera.

La nivelación de los instrumentos con respecto a la horizontal fue ajustada ligeramente por la mañana en algunos de ellos y se realizó limpieza de la condensación de agua de los domos cada día.

El ejercicio de medición consideró sólo comparaciones simultáneas de los instrumentos para tiempos de medición cortos debido a que por ser este un primer ejercicio se deseaba conocer los

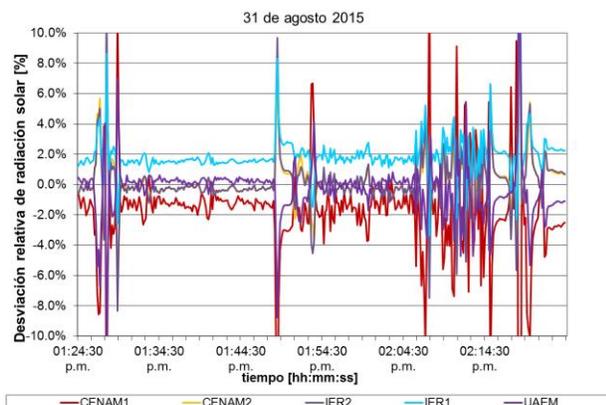
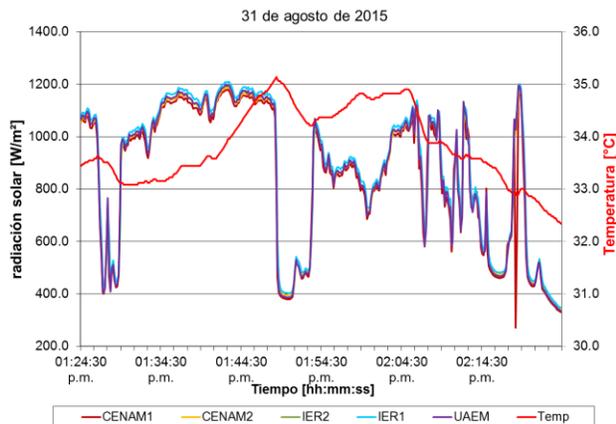
resultados en forma inmediata para realizar un análisis previo de las mediciones, y en su caso encontrar las causas de datos muy dispersos.

3. RESULTADOS

El ejercicio de comparación se realizó a lo largo de tres días de prueba, con cuatro periodos de medición de entre 60 y 90 minutos.

Debido a que el laboratorio MEXOLAB no contaba con cable de conexión para su piranómetro, participó en una sola medición, la correspondiente a la mañana del día 1 de septiembre, utilizando el cable del piranómetro CENAM1. El piranómetro de IDEREE participó en dos mediciones del 1 de septiembre. Y los piranómetros de IER, IER1 e IER2, así como UAEM y CENAM2 participaron en todas las mediciones de la comparación.

Debido al espacio solo se muestran las gráficas de las mediciones realizadas para el primer día de la comparación así como las desviaciones con respecto a la media aritmética.



4. DISCUSIÓN

Los resultados obtenidos para todos los participantes en los periodos de irradiancia media y alta por arriba de 500 W/m² muestran una desviación menor de +/- 2.5 % en todos los casos.

Para irradiancia por debajo de 500 W/m² los resultados en general son más dispersos con alta variabilidad de los piranómetros rápidos CMP11 y CMP21. La dispersión de las mediciones aumenta cuando disminuyen los valores de irradiancia

5. CONCLUSIONES

Se realizó un ejercicio preliminar de comparación de piranómetros entre el 31 de agosto al 2 de septiembre de 2015 en el Centro Nacional de Metrología (CENAM) y se obtuvieron resultados para diferentes valores nominales de irradiancia solar debido a gran variación de intensidad (nubosidad durante la medición).

La desviación de los resultados obtenidos para niveles de irradiancia media y alta por arriba de 500 W/m² es de +/- 2.5 % en cada uno de los instrumentos bajo prueba. La dispersión de los valores se incrementa para mediciones debajo de 500 W/m², esto debido a efectos de no linealidad en el coeficiente de sensibilidad de los piranómetros con respecto a la intensidad de la irradiancia.

AGRADECIMIENTOS

Al proyecto: México - Fortalecimiento de la Infraestructura de la Calidad para Energías Renovables y Eficiencia Energética del PTB y al Dr. Harald Drucek del SWT Stuttgart por su valiosa asesoría para la realización de la comparación.

REFERENCIAS

- [1] Castillo-Matadamas, H A ; Molina-Vazquez, J C ; Quintero-Torres, R , Unexplored Indoors method for pyranometers calibration traceable to SI, 2015 J. Phys.: Conf. Ser. 582 012051.
- [2] El coeficiente de sensibilidad en baja y alta irradiancia cambia como función del modelo de piranómetro, se han registrado mediciones con diferencias de coeficiente de hasta 1.5 % en las calibraciones que realiza el CENAM.
- [3] Especificaciones de piranómetros. KippZonen Brochure Pyranometers, 2015. (<http://www.kippzonen.com/Download-Center/Download-search?s=true&productid=13>).

COMPARACIÓN SIM-CAMET PARA VOLUMEN DE LÍQUIDOS DE 100 mL Y 5 mL

Sonia Trujillo¹, Yanisareth Chow², Orlando Pinzón²

¹CENAM, km 4.5 Carr. a los Cués, el Marqués, Gro; México. Tel: +52 442 211 0500

²CENAMEP AIP Clayton, Ciudad del Saber, Edificio 215; Panamá. Tel: +507 6517 3100

sonia.trujillo@cenam.mx

Resumen: Se presentan los resultados obtenidos por seis Institutos Nacionales de Metrología (INMs) de la región CAMET que participaron en una comparación de volumen de líquidos en donde se utilizan dos matraces volumétricos de 100 mL y dos pipetas volumétricas de 5 mL con una línea de graduación o aforo como patrones de transferencia. Se aplica el método gravimétrico para la determinación del volumen y se estima la incertidumbre de medida de los resultados de cada uno de estos artefactos. Con el fin de determinar el valor de referencia de la comparación, así como los valores discrepantes de volumen reportados y el grado de equivalencia entre laboratorios, se hace uso de la metodología propuesta por M. Cox para la evaluación de los datos de comparación clave.

1. INTRODUCCIÓN

Esta comparación se realiza en el marco del “Programa Regional de Apoyo a la Calidad y a la Aplicación de Medidas Sanitarias y Fitosanitarias en Centroamérica”(PRACAMS), financiado por la Unión Europea, con el fin de comparar los resultados de los laboratorios participantes de la región SIM-CAMET (Sistema Interamericano de Metrología-América Central), utilizando dos matraces de 100 ml y dos pipetas de 5 ml con una línea de aforo. En ésta comparación, el Centro Nacional de Metrología de Panamá (CENAMEP AIP) desempeña el papel de laboratorio piloto realizando mediciones al inicio y al final de la comparación con el fin de verificar la estabilidad de los patrones durante el ejercicio.

El principal objetivo de la comparación es proporcionar evidencia que apoye las capacidades de calibración y medición (CMCs) de los laboratorios participantes.

2. DETALLES EXPERIMENTALES

Para determinar la cantidad de agua que entregan las pipetas o la cantidad de agua que contienen los matraces se utilizó el método gravimétrico, en donde cada laboratorio participante podría utilizar el modo de pesada directa o simple sustitución, ajustando a la temperatura de referencia de 20 °C de acuerdo con la norma ISO 4787 [1], tomando como modelo la ecuación (1).

$$V_{20} = (I_I - I_E) \times \frac{1}{\rho_W - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \times [1 - \gamma(t - 20)] \quad (1)$$

Donde:

V_{20}	volumen a 20 °C, en mL
I_I	resultado de pesar el recipiente lleno de líquido, en g
I_E	resultado de pesar el recipiente vacío, en g
ρ_W	densidad del agua g/mL, a la temperatura t de calibración en °C
ρ_A	densidad del aire en g/mL
ρ_B	densidad de las masas usadas durante la medición (sustitución) o durante la calibración de la balanza, en g/mL
γ	coeficiente de expansión térmico cubico del vidrio borosilicato, en °C ⁻¹
t	temperatura del agua usada en la calibración, en °C

El Valor de Referencia de la Comparación, (CRV, por sus siglas en inglés) se calculó para cada artefacto como la media ponderada utilizando los inversos de los cuadrados de las incertidumbres típicas asociadas, de acuerdo a la metodología propuesta por Cox [2].

El grado de equivalencia d_i , de cada uno de los resultados de los INMs participantes se expresa cuantitativamente como la desviación del valor de referencia de la comparación CRV y la incertidumbre $U(d_i)$ de esta desviación con un nivel de confianza del 95 %.

Los resultados obtenidos por cada laboratorio se compararon con el valor de referencia CRV, utilizando para ello la herramienta estadística del error normalizado E_N :

$$E_N = \left| \frac{d_i}{U(d_i)} \right| \quad (2)$$

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los valores de volumen y la incertidumbre reportada con 95 % de confianza por los INMs participantes, así como el valor de referencia CRV calculado para cada artefacto, se muestran gráficamente en las figuras 1 a 4

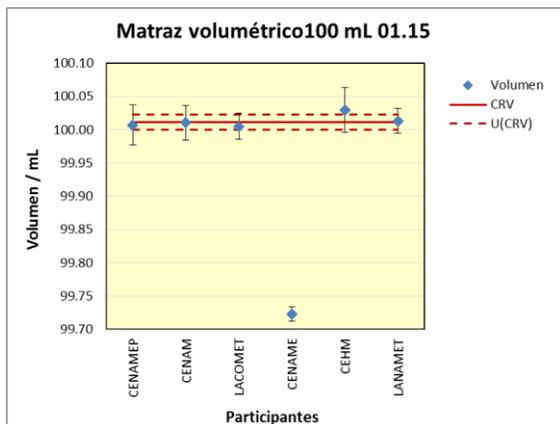


Fig. 1. Resultados de medición reportados para el matraz 01.15.

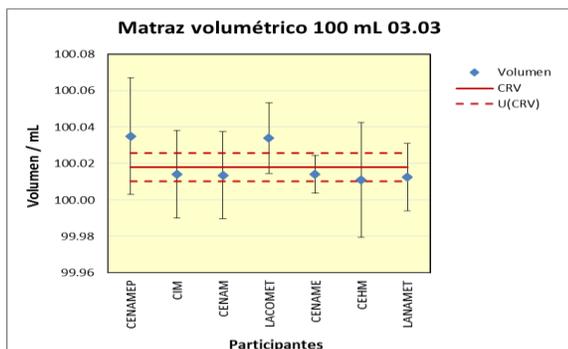


Fig. 2. Resultados de medición reportados para el matraz 03.03.

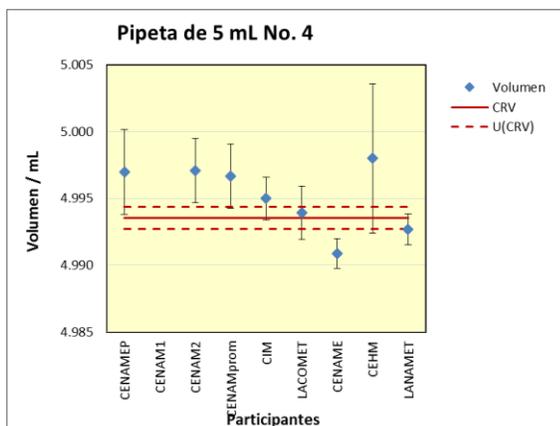


Fig. 3. Resultados de la medición reportados para la pipeta volumétrica No. 4.

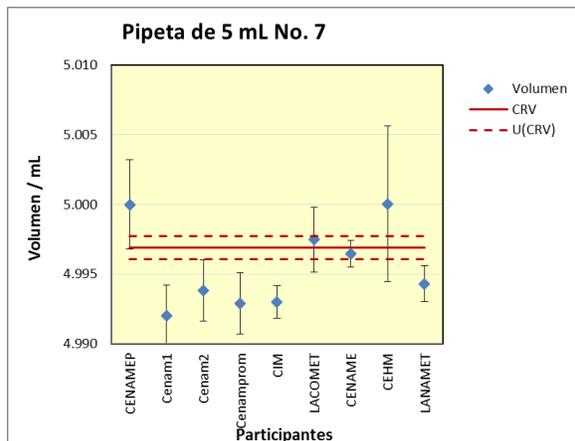


Fig. 4. Resultados de la medición reportados para la pipeta volumétrica No. 7.

4. CONCLUSIONES

Los patrones de transferencia seleccionados mostraron un volumen estable durante todo el período de comparación.

El resultado de la comparación se puede evaluar tomando en cuenta que el objetivo fue demostrar las capacidades de los laboratorios y si los resultados de un laboratorio son consistentes o inconsistentes con los resultados de los otros laboratorios y con el valor de referencia. Consecuentemente, de un total de 24 mediciones realizadas (los cuatro patrones volumétricos fueron medidos por cada uno de los 6 laboratorios), se encontraron 7 valores discrepantes en comparación con el CRV. Según el estadístico de chi-cuadrado aplicado para un nivel de confianza de 95 % el 29.2 % de los valores, por lo tanto, el 70.8 % de los resultados de la comparación mostraron ser consistentes.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ISO 4787:2010; Laboratory glassware – Volumetric glassware – Methods for use and testing of capacity.
- [2] M.G. Cox, The evaluation of key comparison data, Metrologia, 2002, Vol. 39, 589-595.

RESULTADOS DEL ENSAYO DE APTITUD EMA-CENAM EN LA CALIBRACIÓN DE PIPETAS DE PISTÓN DE 100 μL Y 10 μL

Sonia Trujillo Juárez, José Manuel Maldonado Razo
CENAM, km 4.5 Carretera a los Cués, El Marqués, Qro; México
Teléfono +52 442 211 0500, sonia.trujill@cenam.mx

Resumen: Se presentan los resultados del ensayo de aptitud EMA-CENAM-V-01-2013 para la calibración de pipetas de pistón por el método gravimétrico, en donde 20 laboratorios secundarios acreditados o en proceso de acreditación participan para la evaluación de su competencia técnica realizando la calibración de pipetas de pistón de volumen fijo de 100 μL y pipetas de pistón de volumen variable en los volúmenes de 1 μL y 10 μL .

1. INTRODUCCIÓN

Derivado de la necesidad que tienen los laboratorios de calibración de volumen en México para cumplir con los requisitos técnicos de la norma ISO 17025 [1] relativos al aseguramiento de la calidad de las mediciones, se realiza un ensayo de aptitud para evaluar la competencia técnica de los laboratorios acreditados por la entidad mexicana de acreditación ema, o que se encuentran en vías de acreditación en la magnitud de volumen para la calibración de pipetas de pistón.

El Centro Nacional de Metrología CENAM, participa en éste ensayo de aptitud como laboratorio primario para establecer los valores de referencia y coordinar el desarrollo del ensayo.

2. DETALLES EXPERIMENTALES

Este ensayo de aptitud se diseña para cubrir dos intervalos de calibración para pipetas de pistón:

- Laboratorios con capacidad para llevar a cabo calibraciones de pipetas de pistón de 100 μL por el método gravimétrico.
- Laboratorios con capacidad para llevar a cabo calibraciones de pipetas de pistón de 1 μL y/o 10 μL por el método gravimétrico.

Para el desarrollo del ensayo de aptitud se usaron 2 juegos de pipetas de pistón: 3 pipetas de pistón de volumen fijo de 100 μL y 3 pipetas de pistón de volumen variable de 10 μL que se se calibraron en los volúmenes de 1 μL y 10 μL .

Los laboratorios reportaron los resultados de 2 calibraciones efectuadas para cada pipeta de pistón en función de los alcances de sus capacidades de medición.

Todos los laboratorios inscritos en el ensayo de aptitud (20 laboratorios) participaron en la calibración de pipetas de pistón en el volumen de 100 μL . Solamente 9 Laboratorios participaron en la

calibración de pipetas de pistón en el volumen de 10 μL y 1 μL .

De acuerdo al protocolo, CENAM realizó mediciones en tres ocasiones: al inicio del ensayo de aptitud, en medio y al finalizar las mediciones de los laboratorios. El valor de referencia se determinó como el promedio de las mediciones realizadas por el CENAM.

Los resultados de este ensayo de aptitud se evalúan haciendo uso del error normalizado, que se basa en técnicas estadísticas que comparan la diferencia del laboratorio respecto del valor de referencia y de las incertidumbres declaradas por el laboratorio y la incertidumbre del valor de referencia, de acuerdo a la ecuación (1).

$$En = \frac{X_{lab} - X_{ref}}{\sqrt{U_{lab}^2 - U_{ref}^2}} \quad (1)$$

Donde:

En es el error normalizado

X_{lab} valor reportado por el laboratorio

X_{ref} valor de referencia

U_{lab} incertidumbre expandida declarada por el laboratorio con un factor de cobertura $k=2$

U_{ref} incertidumbre expandida del valor de referencia con un factor de cobertura $k=2$

Ambas incertidumbres declaradas a un nivel de confianza de aproximadamente 95 %.

2.1 Criterios de aceptación

En el protocolo se establece que un valor absoluto de $En \leq 1$, se cataloga como confiable. Un valor absoluto de $En > 1$, requiere de una investigación para determinar las causas de las diferencias, la gravedad de la mismas y las acciones correctivas a ejecutar.

Para los laboratorios que reportaran valores de incertidumbre menores a la incertidumbre de referencia U_{ref} , además del En , se evaluaría la probabilidad P de que el valor de referencia se

encontrara contenido dentro del intervalo de probabilidad del resultado del laboratorio, utilizando para ello la siguiente ecuación de acuerdo a [1]:

$$P = \Phi\left(\frac{b - X_{ref}}{u(X_{ref})}\right) - \Phi\left(\frac{a - X_{ref}}{u(X_{ref})}\right) \quad (2)$$

Dónde:

P es el valor de probabilidad

$\Phi(X)$ es la función estándar de distribución acumulada para la distribución de probabilidad normal

Los límites para el intervalo de probabilidad del valor declarado por el laboratorio son:

$$a = X_{lab} + U(X_{lab}) \text{ y } b = X_{lab} - U(X_{lab})$$

El criterio de aceptación para este caso fue un valor de probabilidad $P \geq 95\%$.

3. RESULTADOS

El resultado de las calibraciones realizadas por los laboratorios a la pipeta de pistón G32796C 100 μL y su valor de referencia se muestra gráficamente en la figura 1.

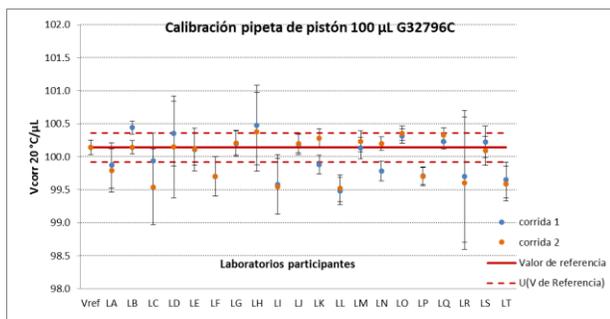


Fig. 1. Resultados de las dos series de mediciones realizadas por los laboratorios a la pipeta de pistón G32796C de 100 μL .

El resultado de las calibraciones realizadas por los laboratorios a la pipeta de pistón G1257473T de 10 μL y su valor de referencia se muestra gráficamente en la figura 2.

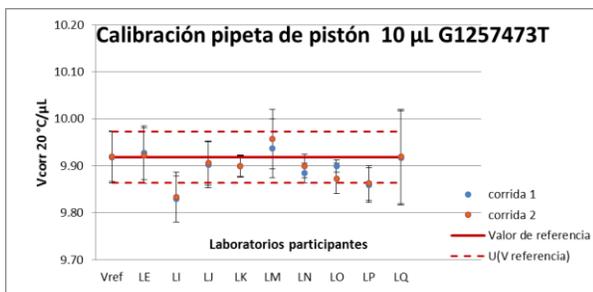


Fig. 2. Resultados de la calibración pipeta de pistón G1257473T para el volumen de 10 μL .

4. DISCUSIÓN

Los valores de volumen que reportaron los laboratorios fueron corregidos para una presión atmosférica de 1013.25 hPa, como quedó establecido en el protocolo técnico, de acuerdo a la Guía DKD-R 8-1[3]. Los resultados corregidos se compararon con el valor de referencia obtenido por CENAM.

Las incertidumbres de los valores de referencia para este ensayo de aptitud se calcularon estadísticamente usando la desviación típica experimental de la media del total de mediciones efectuadas por CENAM para cada pipeta de pistón.

Para mantener la confidencialidad respecto a la identificación de los laboratorios participantes en éste ensayo de aptitud se asignó una clave a cada laboratorio, misma que se dio a conocer particularmente a cada uno de ellos.

5. CONCLUSIONES

En éste ensayo de aptitud participan 15 laboratorios acreditados y 5 laboratorios que se encuentran en proceso de acreditación, realizando las siguientes mediciones:

20 laboratorios realizaron mediciones para la calibración de 3 pipetas de pistón en el volumen de 100 μL . Cada laboratorio realizó 2 eventos de calibración para cada pipeta de pistón, evaluándose en total 120 calibraciones en el volumen de 100 μL . 13 de 20 laboratorios (60 %) mostraron desempeño satisfactorio.

9 laboratorios participaron en la calibración de pipetas de pistón de 10 μL , calibrando los volúmenes de 1 μL y 10 μL . 6 de 9 laboratorios (66.6 %) mostraron desempeño satisfactorio.

REFERENCIAS

- [1] Luis O Becerra, Luis M Peña. Evaluación del desempeño en los ensayos de aptitud de los laboratorios de calibración y el impacto en sus CMCs. CENAM. Simposio Internacional de Metrología 2012.
- [2] ISO 17025/IEC: 2005; General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.
- [3] DKD-R 8-1:2011; Calibration of piston-operated pipettes with air cushion.

EFEECTO DEL AJUSTE A CERO Y CONEXIÓN EN LA CALIBRACIÓN DE UN PUENTE RLC

José Angel Moreno Hernández, Aleph Hain Pacheco Estrada
Centro Nacional de Metrología
Carretera a los Cues km 4.5, El Marqués Querétaro, México.
Tel. +52 442 211 05 00 (3423), jmoreno@cenam.mx

Resumen: La correcta realización del ajuste a cero de un puente RLC es esencial para asegurar la trazabilidad de las mediciones que se realizan con este instrumento. Este artículo presenta el análisis de este ajuste, realizado para dar soporte a un ensayo de aptitud llevado a cabo en el año 2015, con la participación de 13 laboratorios acreditados que realizan servicios de calibración directamente a la industria en México. El análisis aborda dos aspectos relacionados con la colocación de las terminales de conexión al realizar el ajuste a cero y al realizar la calibración de un puente RLC en el punto de 1 nF.

1. INTRODUCCIÓN

Durante el año de 2015, el Laboratorio de Impedancia del CENAM fue el responsable de la realización de un ensayo de aptitud para la Calibración de Multímetros y Puentes RLC en la Magnitud de Capacitancia en el que participaron 13 laboratorios acreditados que proporcionan servicios de calibración de equipos de medición industrial en México. Para ello, se empleó como patrón viajero un puente RLC que fue calibrado en 4 puntos distintos, entre ellos el valor de 1 nF a una frecuencia de 1 kHz, el cual es uno de los puntos críticos del ensayo. El puente dispone de cables de conexión coaxiales con terminación Banana, como los mostrados en la figura 1, los cuales pueden configurarse a 2 terminales, que es la configuración que se requiere para la calibración de Multímetros en los laboratorios acreditados.



Fig. 1. Cables coaxiales con terminación Banana.

La calibración de un puente RLC a 2 terminales para valores menores a 10 nF tiene la dificultad de que el ajuste a cero del puente depende fuertemente de la colocación de los conectores del cable, pues la posición que estos guarden determinará el valor de la “capacitancia cero”. Así mismo, los cambios de colocación al conectar los cables al patrón de

referencia también tienen una fuerte influencia en las mediciones.

2. EFECTO DEL AJUSTE A CERO DEL PUENTE RLC

El ajuste a cero de un puente RLC se realiza colocando las terminales del puente en circuito abierto para medir su capacitancia, y en corto circuito para medir su resistencia e inductancia. Estas mediciones son almacenadas en la memoria interna del puente para compensar las mediciones subsiguientes de manera automática [1].

Al colocar las terminales en circuito abierto, se forma una capacitancia distribuida a todo lo largo de los conectores, que dependerá de la separación existente entre ellos, de manera parecida a la conformación de un capacitor de placas paralelas, cuyo dieléctrico se compone del plástico aislante de los conectores y del aire circundante.

Para evitar errores en la realización del circuito abierto, la distancia de separación de los conectores debe ser idealmente la misma que la que existe entre las terminales del patrón de referencia a ser medido. En este caso, se usó un capacitor cuyas terminales tipo banana están distanciadas nominalmente 19 mm (3/4”) entre sus centros geométricos. Para lograr esta condición, se construyeron dos separadores hechos de plástico acrílico, dispuestos como se muestra en la figura 2, los cuales propician una separación de 9 mm entre los conectores del cable del puente RLC, colocándolos de tal modo que se busque no alterar demasiado la constante dieléctrica que circunda las terminales.



Fig. 2. Circuito abierto con separadores plásticos.

Distintos experimentos demostraron que cuando las terminales son colocadas como se muestra en la figura 3, la capacitancia de las terminales llega a ser hasta 1.7 pF más grande que la capacitancia de las terminales colocadas como en la figura 2, lo cual representa 0.17 % del valor nominal de 1 nF, lo cual rebasa la especificación de 0.1 % del instrumento [1].



Fig. 3. Circuito abierto con terminales juntas.

Para validar el método de calibración del error del puente RLC se realizaron dos calibraciones adicionales empleando cables coaxiales configurados a 3 terminales con terminación BNC y utilizando un adaptador de dos terminales tipo AH-TTA1 [3].

Los resultados obtenidos se muestran en la figura 4, donde se puede apreciar que los tres métodos de conexión logran resultados equivalentes.

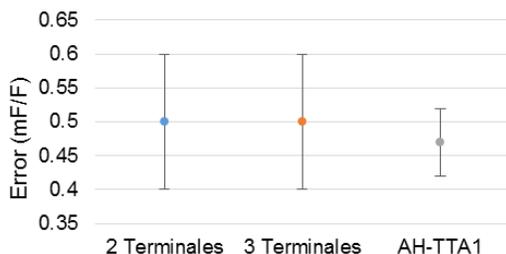


Fig. 4. Resultados de validación.

3. EFECTO DE CONEXIÓN DEL PUENTE RLC

Un efecto adicional radica en el posicionamiento de los conectores del puente RLC, relativo a su eje de conexión. Como se muestra en la figura 5, al girar los conectores aproximadamente 45° cada uno, se produce un incremento de capacitancia derivado de un cambio en la constante dieléctrica del ambiente que circunda las terminales, pues el espacio que originalmente estaba ocupado por aire se ocupa ahora por el aislante de los conectores. Experimentalmente se encontró que la lectura del puente tiene cambios de hasta 0.2 pF, lo cual incide principalmente en los resultados de aquellos laboratorios que realizan calibraciones de puentes RLC.



Fig. 5. Colocación de conectores.

4. CONCLUSIONES

En este artículo se muestra que la correcta realización del ajuste a cero y la colocación de las terminales de un puente RLC inciden directamente en su calibración, provocando errores que pueden superar las especificaciones del instrumento bajo calibración. Solo evitando estos errores es posible asegurar la trazabilidad, y consecuentemente la confiabilidad de las calibraciones que se realizan para la industria.

REFERENCIAS

- [1] M. Honda, "The Impedance Measurement Handbook", Yokogawa-Hewlett-Packard LTD, 1989.
- [2] Phillips, "Programmable Automatic RCL Meter", Germany, 1995.
- [3] Andeen-Hagerling, "Two-terminal to Three-terminal Adapter", USA, <http://www.andeen-hagerling.com/TTA1%20Brochure.pdf>.

USO DE DIAGRAMAS DE YOUTDEN EN RESULTADOS DE COMPARACIONES Y DE PRUEBAS DE APTITUD EN TERMOMETRÍA

Edgar Méndez-Lango, David Licea-Panduro
 Centro Nacional de Metrología
 km 4.5 Carretera a los Cués Municipio El Marqués 76246, Querétaro, México
 +52 442 2110545 emendez@cenam.mx

Resumen: Existen varias técnicas para analizar los resultados de comparaciones y de ensayos de aptitud en termometría, entre ellas están el Error Normalizado (E_n), los grados de equivalencia y los Diagramas de Youden. Estos últimos requieren, para su preparación, al menos tener resultados de dos termómetros. Son varias las ventajas que se obtienen al trabajar con dos resultados, entre ellas, descartar un posible error en la obtención del resultado o en el tratamiento de datos y, la principal, evaluar la capacidad del laboratorio participante para reproducir resultados.

1. INTRODUCCIÓN

Los resultados de comparaciones y ensayos de aptitud permiten a los laboratorios de calibración su capacidad de reproducir resultados y la evaluación de errores sistemáticos.

Una de las herramientas más comunes es el uso del error normalizado E_n que se puede interpretar como la congruencia entre el valor error de un resultado con la estimación de la incertidumbre.

Si en una comparación se evalúan dos resultados de un mismo ejercicio de calibración, se espera congruencia entre ellos. Se describe cómo el uso de un diagrama de Youden ayuda a evaluar tal congruencia.

Se presenta un ejemplo práctico de aplicación en resultados de ensayos de aptitud.

2. COMPARACIONES Y ENSAYOS DE APTITUD

En comparaciones y ensayos de aptitud generalmente el laboratorio participante envía al piloto sus resultados de calibración en forma de una tabla con sus valores medidos con la incertidumbre asociada.

Con esa información se puede calcular el error simple vía

$$error / ^\circ C = dif_L / ^\circ C - dif_R / ^\circ C \quad , \quad (1)$$

donde dif_L y dif_R son los valores obtenidos por el laboratorio participante y el de referencia, respectivamente.

Se utilizan datos de un ensayo de aptitud en calibración de termómetros de lectura directa (TLD), en el intervalo de -30 °C a 200 °C. En la tabla 1 se presenta el resultado que es la diferencia entre los resultados de los laboratorios y su incertidumbre combinada y en la Fig. 1 se muestran la gráfica correspondiente.

Tabla 1. Grado de equivalencia entre el laboratorio participante y el laboratorio de referencia.

$t / ^\circ C$	TLD 1		TLD 2	
	$error / ^\circ C$	$U_E / ^\circ C$	$error / ^\circ C$	$U_E / ^\circ C$
200	0.015	0.030	0.014	0.030
100	-0.002	0.027	0.012	0.026
50	-0.012	0.025	0.009	0.024
0	0.000	0.011	-0.006	0.011
-30	-0.008	0.026	-0.004	0.027

Con los valores de la tabla 1, se calcula el error normalizado [1] (E_n) definido por

$$E_n = \frac{|error|}{U_E} \quad . \quad (2)$$

Los valores se presentan en la tabla 2.

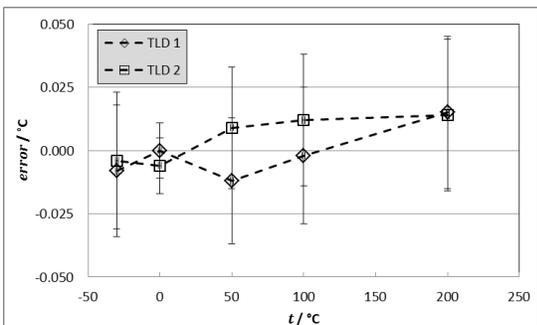


Fig. 1. Grados de equivalencia (tabla 1) entre el laboratorio participante y el de referencia.

Tabla 2. Error normalizado, calculado con los datos de la tabla 1.

$t / ^\circ\text{C}$	$E_n(\text{TLD 1})$	$E_n(\text{TLD 2})$
200	0.50	0.47
100	0.07	0.46
50	0.48	0.38
0	0.00	0.55
-30	0.31	0.15

El criterio de aceptación de los resultados es que el error normalizado sea menor que 1. En la tabla 2 se ve que todos los resultados son aceptables. En la Fig. 2 se grafican estos resultados.

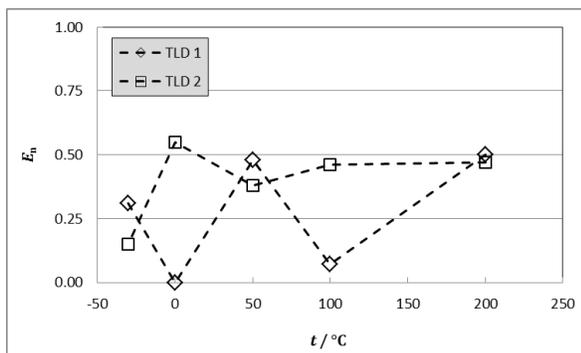


Fig. 2. Gráfica del error normalizado E_n .

Otra forma de trabajar los resultados de la comparación es con un diagrama de Youden [2]. En el diagrama se grafican los valores del error; en el eje de abscisas se tienen los valores del TLD 1 y en el eje de ordenadas las correspondientes al TLD 2. En la Fig. 3 se muestra el diagrama al usar los datos de la tabla 1.

El origen representa la coincidencia en los resultados de calibración. En este caso los puntos de 0 °C y de

-30 °C están muy cerca del origen lo que significa que prácticamente los resultados son indistinguibles si provienen de un laboratorio o de otro.

Cuando los puntos no están cerca del origen y se tiene un error sistemático, entonces los puntos caen sobre la recta identidad, $f(x) = x$. El punto de 200 °C es un buen ejemplo. Este punto, aunque satisface el criterio E_n , provee información de valor para el laboratorio participante quien puede revisar su sistema de medida para reducir tal error.

Los puntos que caen en el primer y tercer cuadrante en general indican que la reproducibilidad de las medidas es aceptable. Cuando los puntos caen en el segundo o cuarto cuadrante indican falta de reproducibilidad en el laboratorio. Los puntos 50 °C y 100 °C están en el segundo cuadrante pero cercanos al origen. E_n estos casos el laboratorio puede revisar su sistema de medida para revisar si es una dispersión “natural” del experimento o existe alguna razón. E_n su caso, es una oportunidad de mejora.

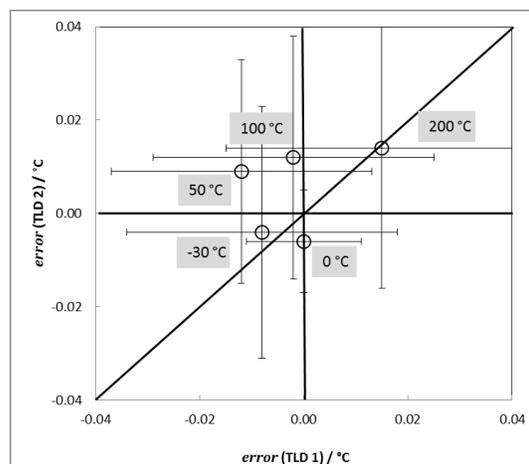


Fig. 3. Diagrama de Youden.

3. CONCLUSIÓN

Se presentó el uso de un diagrama de Youden para el análisis de datos de una comparación o ensayo de aptitud en termometría.

REFERENCIAS

[1] Wöger, W. PTB-Mitteilungen 109, 24-27 (1999).
 [2] Youden, W. J.; Industrial Quality Control, XV; 1959, 24-28.