

ESTABLECIMIENTO DE LA ESCALA NACIONAL DE MASA EN MEXICO DE 1 mg a 10 kg

Amparo L. Luján Solís, Jorge Nava Martínez y Félix Pezet Sandoval
Centro Nacional de Metrología / Laboratorio Patrones de Referencia
km 4,5 carretera a los Cués, El Marques, 76241, Querétaro.
Teléfono (+ 55 442) 2110500, fax (+ 55 442) 2153904
alujan@cenam.mx, jnava@cenam.mx, fpezet@cenam.mx

Resumen: La diseminación del kilogramo, unidad base del SI es uno de los objetivos principales de la División de Masa y Densidad del CENAM, consiste en obtener valores de múltiplos y submúltiplos del kilogramo, utilizando como patrón de referencia un kilogramo de acero inoxidable con trazabilidad al Patrón Internacional a través del Kilogramo Prototipo No. 21, propiedad de los Estados Unidos Mexicanos.

La diseminación se realiza generalmente en los laboratorios nacionales, donde existen equipos sofisticados y la experiencia necesaria. En el Laboratorio de Patrones de Referencia del CENAM se genera la escala nacional de masa de 1 mg a 10 kg.

INTRODUCCIÓN

Con la transferencia de la exactitud del kilogramo prototipo No. 21 a patrones de acero inoxidable y con la diseminación de la unidad de masa, se establece el primer eslabón de la cadena de trazabilidad en masa en México, satisfaciendo así las necesidades de la Industria, la Metrología Legal y la Investigación Científica.

Partiendo de un patrón de referencia de un kilogramo podemos generar múltiplos y submúltiplos de esta unidad asegurando su trazabilidad hacia el patrón internacional. Para esto utilizamos un juego de pesas patrón de valor nominal $k \times 10^n$ kg donde n puede ser un número entero positivo, negativo o cero y k puede tomar el valor de 1, 2 ó 5. Por ejemplo en la forma más común 1, 2, 5 para los cuales su valor de masa se determina entre ellos de acuerdo con un número finito de ecuaciones de pesada y utilizando la técnica del análisis de mínimos cuadrados y calibrados a través del patrón nacional de masa Prototipo No. 21. La escala nacional de masa del CENAM de 1 mg a 10 kg fue establecida en 1998.

Los valores de incertidumbre de los patrones de masa utilizados para la generación de múltiplos y submúltiplos del kilogramo de 1 mg a 10 kg cumplen con los requerimientos de la Recomendación internacional R 111 (1994) [1]

DESCRIPCIÓN DEL LABORATORIO

El Laboratorio de Patrones de Referencia, lugar donde se realiza la diseminación para patrones de masa de 1mg a 10 kg, se encuentra ubicado en un sótano, aproximadamente 4 metros bajo el nivel del piso que permite controlar mejor las condiciones ambientales.

Los instrumentos para pesar se encuentran sobre mesas de mármol sólido de una masa aproximadamente de 600 kg y con cimentación especial con la finalidad de reducir al máximo las vibraciones.

Por las características de este laboratorio se tiene la siguiente capacidad técnica y que se describe en la tabla 1, comparándola con la capacidad técnica del laboratorio del patrón Nacional.

Laboratorio	Capacidad técnica	
Patrón nacional de masa	Transferencia de Pt-Ir No.21 a patrones de referencia de acero inoxidable	$u_{mx} = 15 \mu\text{g}$
Patrones de referencia	Patrón de referencia a el establecimiento de la escala nacional de Masa en valores de 1 mg a 10 kg (clase E ₁)	$u_{mx} = 20 \mu\text{g}$

Tabla 1. Capacidades técnicas en los laboratorios del patrón Nacional de Masa y el Laboratorio de Patrones de Referencia de la división de Metrología de Masa y Densidad del CENAM.

INSTRUMENTOS PARA PESAR

Los instrumentos para pesar utilizados en la generación de múltiplos y submúltiplos son de la más alta exactitud encontrados en el mercado actual.

Estos instrumentos (comparadores de masa) trabajan bajo el principio de compensación de fuerzas electromagnéticas (electromagnetic force compensation) completa y parcial (pesas internas) y de galgas extensiométricas (strain-gauge weighing systems). Los instrumentos utilizados en el laboratorio de patrones de referencia para efectuar la diseminación se muestran en la tabla 2.

Instrumento	Décadas	Desviación estándar máxima
UMT 5 Mettler Toledo $d = 0,000 \text{ 1 mg}$	1 mg a 10 mg 10 mg a 100 mg 100 mg a 1 g	$S_{m\acute{a}x} = 0,0006 \text{ mg}$
AT 106 Mettler Toledo $d = 0,001 \text{ mg}$	1 g a 10 g 10 g a 100 g	$S_{m\acute{a}x} = 0,003 \text{ mg}$
AT 1005 Mettler Toledo $d = 0,01 \text{ mg}$	100 g a 1 kg	$S_{m\acute{a}x} = 0,05 \text{ mg}$
C 1000 S Sartorius $d = 0,002 \text{ mg}$	100 g a 1 kg	$S_{m\acute{a}x} = 0,004 \text{ mg}$
C 10 000 S Sartorius $d = 0,01 \text{ mg}$	1 kg a 10 kg	$S_{m\acute{a}x} = 0,5 \text{ mg}$
AT 10005 Mettler Toledo $d = 0,01 \text{ mg}$	1 kg a 10 kg	$S_{m\acute{a}x} = 0,01 \text{ mg}$

Tabla 2. Instrumentos para pesar utilizados en la generación de múltiplos y submúltiplos del kilogramo de 1 mg a 10 kg.

En todos los instrumentos para pesar excepto el utilizado para la de 10 kg, se realizan las comparaciones de las pesas P (patrón) y X (pesa a calibrar) de acuerdo con el método de pesada ABBA para compensar la posible deriva en las lecturas del instrumento. El instrumento AT 10 005, cuenta con un programa integrado y utiliza el método ABA.

PATRONES DE MASA

En 1992 CENAM recibe el kilogramo Prototipo No. 21 procedente del BIPM después de su tercera verificación con el siguiente resultado: [2]

$$1 \text{ kg} + 68 \text{ mg} \pm 2,3 \text{ mg} (k=1)$$

En 1996 por primera vez se lleva a cabo la transferencia de la exactitud del kilogramo prototipo No. 21 a patrones de acero inoxidable y con esto se tiene el primer eslabón de la cadena de trazabilidad de masa.

Con la transferencia ahora se tienen ocho kilogramos de acero inoxidable, cuatro de ellos se tienen en el laboratorio responsable de establecer la escala nacional de masa (Laboratorio de Patrones de referencia). Estos patrones de referencia han sido calibrados con una incertidumbre estándar de 20 μg .

Para la generación de los múltiplos y submúltiplos se cuenta con varios juegos de pesas clase de exactitud E₁ OIML. Las pesas de 1 g a 10 kg son de acero inoxidable antimagnético, resistentes a la corrosión y cumplen las características establecidas en [1] y las pesas en el intervalo de 10 mg a 500 mg son de plata-niquel y las pesas de 1 mg a 5 mg son de aluminio. En la tabla 3, serán mostradas otras características de los patrones utilizados en la realización la escala de masa.

Característica	Descripción
Forma	Para pesas fraccionarias (1 mg a 500 mg) pueden ser láminas o alambres y que la forma indique el valor nominal (pentágono, cuadrado y triángulo). Las pesas de 1 g a 10 kg deben ser de cuerpo cilíndrico.
Construcción	De una sola pieza
Material	Acero inoxidable austenítico (304 y 316).

Superficie	Lisa (acabado espejo) y con bordes redondeados.
Rugosidad (acabado superficial)	Rz = 0,5 µm (Rz/µm)
Marcado	Sin marcado
Susceptibilidad Magnética.	0,01
Uso	Aseguran la trazabilidad entre el patrón nacional de masa hacia pesas de su misma naturaleza. Calibración de pesas de clase E ₂ .

Tabla 3. Características de las pesas patrón (clase E₁) utilizadas para la diseminación.

Las pesas utilizadas están siendo observadas en el tratamiento de su superficie y de sus propiedades magnéticas.

Las balanzas C 1000S y AT 10005 cuentan con intercambiador automático de carga por lo que para las décadas de 100 g a 1 kg y 1 kg a 10 kg se utilizan pesas especiales en forma de disco (discoides).

En la NOM-038-SCFI-2000 y en el nuevo draft de la OIML R111 se han incluido nuevas especificaciones que debe satisfacer el acero inoxidable utilizado en la fabricación de patrones de masa, como son susceptibilidad magnética y magnetización permanente. [3] y [4]

INSTRUMENTOS UTILIZADOS PARA LA DETERMINACIÓN DE LA CORRECCIÓN POR EL EMPUJE DEL AIRE

Debido a que las mediciones de masa generalmente son realizadas en aire, es necesario hacer una corrección por empuje del aire.

Son necesarios también una serie de parámetros para su evaluación, tales como: temperatura, presión barométrica, humedad relativa o temperatura de punto de rocío por lo que se cuenta en el laboratorio con los siguientes instrumentos de medición y que se describen en la tabla 4.

Instrumento	Resolución
Termómetro de resistencia de platino	0,001 °C
Medidor de temperatura de punto de rocío	0,1 °C
Barómetro	1 Pa

Tabla 4. Instrumentos utilizados para determinar la densidad del aire.

El valor promedio de densidad del aire en el laboratorio de patrones de referencia es de 0,95 kg/m³. La densidad del aire es determinada mediante el programa ejecutable en ambiente Windows y la formula utilizada para el cálculo de la densidad del aire en el programa es la recomendada por el BIPM, con los valores de sus constantes actualizadas. [5] y [6]

DETERMINACIÓN DEL VOLUMEN DE PESAS PATRÓN UTILIZADAS PARA LA DISEMINACIÓN

El volumen de los patrones utilizados en valores nominales de 1 g a 10 kg es medido por el método de pesada hidrostática y se realiza en el Laboratorio de Densidad de la División de Masa del CENAM. Para pesas de 1 mg a 500 mg donde la contribución por empuje del aire es mínima, pueden considerarse valores despreciables de incertidumbre y en tal caso el volumen es determinado tomando como dato el valor de densidad del material de fabricación de las pesas.

MÉTODO UTILIZADO EN LA REALIZACIÓN DE LA DISEMINACIÓN DE PESAS

Es un procedimiento que ha sido diseñado para obtener el valor de masa de cada una de las pesas por medio de series cerradas y utilizando el método de sustitución doble (ABBA), realizando ajuste de mínimos cuadrados y utilizando la aproximación del Multiplicador de Lagrange.

En la generación de múltiplos y submúltiplos del kilogramo se genera una matriz que corresponde a una serie de comparaciones entre una o mas pesas contra otra o un conjunto de ellas. Lo importante es que en conjunto sumen el valor nominal de la pesa(s) contra la(s) que se están comparando.

La ventaja de este método es que es posible introducir un patrón de valor conocido dentro de cierta incertidumbre. Este patrón se maneja como otro más de los patrones desconocidos pero al final al comparar el valor que resulta de la calibración se puede hacer referencia al valor que se conocía previamente y comprobar la consistencia de la calibración, lo cual genera confianza en los resultados que se obtienen en las demás pesas. [7]

El esquema de pesado se muestra en la tabla 5.

10×10^n kg	5×10^n kg	2×10^n kg	$2^* \times 10^n$ kg	1×10^n kg	$1^* \times 10^n$ kg
+	-	-	-	-	
+	-	-	-		-
	+	-	-	-	
	+	-	-		-
		+	-	+	-
		+	-	-	+
		+	-		
		+		-	-
			+	-	-
				+	-

Tabla 5. Esquema de pesado usado en la disseminación de pesas.

Pueden verse otros esquemas en [7], [8] y [9]

COMPARACIONES INTERNACIONALES

Las participaciones en comparaciones internacionales realizadas en el laboratorio de patrones de referencia, han permitido evaluar la calidad de los patrones, procedimientos de medición y capacidad técnica del personal, confirmando la confiabilidad de las mediciones o en su defecto la identificación de posibles problemáticas e implementar puntos de mejora.

Las comparaciones han permitido también demostrar que las mediciones realizadas en el CENAM en Metrología de Masa son equivalentes a las realizadas en otros centros nacionales de Metrología, permitiendo así el establecimiento de acuerdos de reconocimiento mutuo de las mediciones.

En 1998 el CENAM participó en la primera comparación internacional de múltiplos y submúltiplos del kilogramo, organizada por el Comité Consultivo de Masas (CCM) del Comité Internacional de Pesas y Medidas, participaron 14 países, en valores nominales de 100 mg, 2 g, 20 g, 500 g y 10 kg.

El personal responsable del establecimiento de la escala nacional de masa en México, efectuada en el CENAM ha tenido la oportunidad de contar con la asesoría y capacitación tanto en laboratorios primarios de Metrología de Masa como el BIPM (Francia), el PTB (Alemania) y el IMGC (Italia) como en los mismos laboratorios del CENAM, por expertos de cada uno de los laboratorios primarios [mencionados en estos trabajos de disseminación.

TRABAJOS FUTUROS

Hasta la fecha se han estado realizando Cartas de Control de diferentes patrones que se han utilizado en diferentes calibraciones como patrones de verificación y se tiene diseñado como plan de trabajo, la utilización de un nuevo esquema de calibración en donde se verifiquen mayor número de patrones en cada calibración.

CONCLUSIONES

Hasta el momento, basándonos en los resultados obtenidos en las comparaciones internacionales y a pesar de las condiciones de trabajo con que contaba el laboratorio de patrones de referencia se ha cumplido con el cometido de este laboratorio de patrones de referencia de generar la escala nacional de masa de 1 mg a 10 kg en patrones de alta exactitud, mediante calibraciones de pesas de los valores mencionados con un valor de incertidumbre adecuado para poder satisfacer las necesidades metrológicas del país.

Se ha establecido con esto el primer eslabón de la cadena de trazabilidad en masa en México hacia la Industria y hacia magnitudes derivadas como Densidad, Presión, Fuerza, Flujo, etc.

REFERENCIAS

- [1] OIML R 111 Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₂, M₃., 1994
- [2] Certificat du prototype de masse No. 21, Certificate No. 13, emitido por el BIPM el 14 de mayo de 1993.
- [3] NOM-038-SCFI-2000, Pesas de clases de exactitud E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₂, y M₃, 2000.
- [4] Committee Draft OIML/2nd CD R 111, Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₂, M₃., 2000.
- [5] P. Giacomo (Metrologia 18 33-40 1982) Equation for the Determination of the Density of Moist Air BIPM 1981.
- [6] R. S. Davis, Equation for the determination of the density of moist air (1981/91), Metrologia 29, 67-70 (1992)
- [7] Memorias del curso teórico práctico de Metrología de Masa para la región ANDIMET, agosto del 2000.
- [8] Walter Bich, Angelo Torino, IMGC, Advances in the Subdivision of the kilogram.
- [9] Manfred Kochsiek, M. Gläser., Comprehensive Mass Metrology, 2000.