

EURAMET/CG-18/V.01 o Guía SIME para IPFNA: Una Aplicación Para Determinaciones Gravimétricas de Volumen

Pablo Canalejo,^a Edgar Blancas,^a Jorge Mendoza^b

^a Internacional de Bienes, Servicios e Ingeniería, S. A. de C. V.
Rayas 66B, Valle Gómez, 15210, Distrito Federal, México.
info@ibsei.com

^b Metrología SIMMA S. A. de C. V.
Ignacio Manuel Altamirano Zona B, Casa 75 A, 54090, Tlalnepantla, México.

RESUMEN

En julio del 2007 fue publicada la Guía EURAMET/cg-18/v.01, documento que sustituyó a la Guía EA 10/18 "Guía para la Calibración de instrumentos para pesar de funcionamiento no automático" El documento fue tomado como referencia para elaborar una nueva Guía en idioma español, aplicable para los países miembros del Sistema Interamericano de Metrología (SIM), adoptada como Guía de Trazabilidad e Incertidumbre de la Entidad Mexicana de Acreditación (ema). La ponencia presenta los resultados de la aplicación de las Recomendaciones de la Guía EURAMET/cg-18/v.01 o nueva Guía SIM para la calibración de instrumentos para pesar de funcionamiento no automático, en la elaboración del presupuesto de incertidumbres de la calibración de recipientes volumétricos, aplicando el método gravimétrico. Se comparan los resultados y se analiza el impacto de la aplicación del nuevo documento.

1. INTRODUCCIÓN

La Guía de calibración EURAMET/cg-18/v.01 fue publicada en julio del 2007, sustituyendo textualmente a la EA10/18 "Guía para la Calibración de instrumentos para pesar no automáticos"

El documento fue tomado como referencia para elaborar una Guía en español, aplicable en los países miembros del Sistema Interamericano de Metrología (SIM), trabajo liderado por el Centro Nacional de Metrología de México (CENAM). La Guía SIM fue la base para elaborar recientemente la Guía de Trazabilidad e Incertidumbre de instrumentos para pesar no automáticos de la Entidad Mexicana de Acreditación (ema).

La Guía de la ema es aplicable para todos los laboratorios de calibración acreditados en México en masa, así como los laboratorios acreditados que usan instrumentos para pesar calibrados. Esto puede llevar a los laboratorios a reconsiderar sus presupuestos de incertidumbre.

La ponencia presenta los resultados de la aplicación de la sección 7.4 de la Guía con el objetivo de determinar la componente de incertidumbre asociada al resultado de las pesadas durante la calibración de recipientes volumétricos por el método gravimétrico en Internacional de Bienes, Servicios e Ingeniería, S. A. de C. V. laboratorio de calibración acreditado por la ema.

Se presenta la Fundamentación Teórica del problema, cambiando el orden y la simbología usados en la Guía, con el objetivo de lograr una mejor comprensión del lector. También se describe la interpretación de los autores sobre las fuentes de incertidumbre consideradas en la sección 7.4 de la Guía y se analizan y simplifican teniendo en cuenta su aplicación para la calibración de recipientes volumétricos por el método gravimétrico.

La ponencia presenta los resultados de la aplicación de la Guía a través de un ejemplo concreto y se comparan los resultados de la estimación de la incertidumbre considerando los modelos usados antes y después de la aplicación de la Guía.

2. FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA

2.1. La Ecuación General para Determinar el Resultado de una Pesada

Antes del uso de la nueva Guía el resultado de una pesada obtenido con un instrumento calibrado era la suma de la indicación más la corrección declarada en el Informe de Calibración. La corrección es el error con signo negativo.

Para estimar la incertidumbre del resultado de la pesada se consideraba solo la combinación de las 3 componentes siguientes:

- la incertidumbre asociada a la corrección,

- la incertidumbre asociada a la resolución del instrumento con carga, y
- la incertidumbre asociada a la variabilidad del resultado de la pesada.

La nueva Guía recomienda el uso de otras correcciones aplicables teniendo en cuenta las consideraciones teóricas siguientes:

Cuando se usa un instrumento calibrado, el resultado de pesada (R) se determina por la expresión siguiente:

$$R = R^* + \delta L_{\text{instr}} + \delta L_{\text{proc}}, \quad (1)$$

donde R^* es el resultado de una pesada obtenido en las mismas condiciones en que fue calibrado el instrumento, δL_{instr} la corrección que se aplica para compensar el error debido al cambio en la curva característica del instrumento, y δL_{proc} la corrección para compensar el error debido a la diferencia entre los procedimientos de medición y calibración.

Si el instrumento se usa bajo las mismas condiciones en que fue calibrado el resultado de las pesadas (R^*), se determina por:

$$R^* = \Delta L + \delta L_{\text{digC}} - \delta L_{\text{dig0}} + \delta L_{\text{rep}} - E, \quad (2)$$

donde ΔL es la diferencia entre las lecturas L y L_0 , L es la lectura del instrumento con carga; L_0 es la lectura del instrumento sin carga; δL_{digC} es la corrección para compensar el error de redondeo de la lectura con carga; δL_{dig0} es la corrección para compensar el error de redondeo de la lectura sin carga; δL_{rep} es la corrección para la variabilidad de la diferencia de lecturas; y E es el error de indicación del instrumento declarado en el Informe de Calibración.

La curva característica de un instrumento puede variar con el tiempo de uso desde el momento en que fue calibrado hasta el momento en que se usa. Por eso se deben aplicar correcciones para compensar los posibles errores asociados a la deriva en la conducta metrológica del instrumento determinada en el momento en que fue calibrado.

Los tres factores que influyen en la curva de calibración se pueden agrupar en la corrección δL_{instr} , expresada de la forma siguiente:

$$\delta L_{\text{inst}} = \delta L_{\text{temp}} + \delta L_{\text{empuje}} + \delta L_{\text{aj}}, \quad (3)$$

donde: δL_{temp} es la corrección para compensar el error debido al cambio de la curva característica del instrumento provocado por el cambio de la temperatura ambiente en lugar de medición, δL_{empuje} la corrección para compensar el error debido al cambio de la curva característica provocado por la variación de la densidad del aire en el lugar de medición, y δL_{aj} es la corrección para compensar el error debido al cambio de la curva característica provocado por el envejecimiento o desgaste del instrumento.

Cuando el procedimiento de medición es diferente del procedimiento de calibración hay otras fuentes de errores probables en la medición. Por ejemplo:

- durante la medición puede haber un error en la indicación de una pesada neta, debido al uso del dispositivo de tara, si durante la calibración solo se obtuvo la indicación bruta correspondiente de una carga de prueba, sin evaluar el efecto que sobre esta pudo haber tenido el uso del dispositivo de tara.
- durante la medición puede haber un error en la indicación del instrumento calibrado, si la carga pesada durante la medición permanece sobre el receptor de carga del instrumento un tiempo diferente al que permanecieron las cargas de prueba durante la calibración, debido a los efectos de histéresis o de retorno a cero.
- durante la medición puede haber un error en la indicación del instrumento calibrado debido a la colocación excéntrica de la carga, si durante la calibración no fueron evaluados adecuadamente estos efectos.
- durante la medición puede haber un error en la indicación del instrumento calibrado debido a la variabilidad de las indicaciones, si durante la medición se pesan cargas en movimiento, por ejemplo, animales vivos, y durante la calibración las pruebas de repetibilidad se realizaron con cargas estáticas.

Las correcciones aplicables cuando los procedimientos de medición y calibración son diferentes se agrupan en una corrección δL_{proc} expresada de la forma siguiente:

$$\delta L_{\text{proc}} = \delta L_{\text{Tara}} + \delta L_{\text{Tiempo}} + \delta L_{\text{Exc}} + \delta L_{\text{din}}, \quad (4)$$

donde δL_{Tara} es la corrección para compensar el error provocado por el uso del dispositivo de tara;

δL_t la corrección para compensar los errores por los efectos de deriva e histéresis; δL_{exc} la corrección para compensar el error debido a la colocación excéntrica de las cargas; y δL_{din} la corrección para compensar el error debido al uso del instrumento para pesadas dinámicas.

Sustituyendo las Ecs. (2) a (4) en (1) se obtiene:

$$R = \Delta L + \delta L_{digC} - \delta L_{dig0} + \delta L_{rep} - E + \delta L_{temp} + \delta L_{empuje} + \delta L_{aj} + \delta L_{Tara} + \delta L_t + \delta L_{Exc} + \delta L_{din} \quad (5)$$

que es la ecuación general para determinar el resultado de una pesada.

Asumiendo que todas las magnitudes de entrada son linealmente independientes, la varianza $u^2(R)$ asociada al resultado de una pesada se puede estimar por la expresión general siguiente:

$$u^2(R) = u^2(R^*) + [u_{din}^2 - u^2\delta L_{rep}] + \left[u_r^2(L_{temp}) + u_r^2(L_{empuje}) + u_r^2(L_{aj}) + u_r^2(L_{Tara}) + u_r^2(L_t) + u_r^2(L_{exc}) \right] L^2 \quad (6)$$

donde $u^2(R^*)$ es la varianza asociada al resultado de la pesada obtenido en las mismas condiciones en que se calibró el instrumento, $u_r^2(L_{temp})$ es la varianza relativa asociada a δL_{temp} ; $u_r^2(L_{empuje})$ es la varianza relativa asociada a δL_{empuje} ; $u_r^2(L_{aj})$ es la varianza relativa asociada a δL_{aj} ; $u_r^2(L_{Tara})$ es la varianza relativa asociada a δL_{Tara} ; $u_r^2(L_t)$ es la varianza relativa asociada a δL_t ; y $u_r^2(L_{exc})$ es la varianza relativa asociada a δL_{exc} .

Como se puede apreciar en la Ec. (6), se han considerado algunas varianzas relativas. Esto se debe a que algunas correcciones adquieren valores diferentes para cargas diferentes, o sea, dependen de la carga. Por ejemplo, la corrección debida a la excentricidad (Ver 3.9).

El término $[u_{din}^2 - u^2\delta L_{rep}]$ se aplica sólo si el instrumento se usa en régimen dinámico. u_{din}^2 es la varianza asociada a la variabilidad de una sola lectura, cuando el instrumento se usa en régimen dinámico.

Lo anterior se justifica por el hecho de que:

- la variabilidad de los instrumentos durante la calibración se evalúa en régimen estático y la corrección incertidumbre $u^2\delta L_{rep}$ asociada a la corrección aplicable δL_{rep} (normalmente su valor es cero) está considerada en $u^2(R^*)$, respectivamente, ver Ec. (6).
- cuando un instrumento calibrado se usa para pesar cargas en movimiento (régimen dinámico), la incertidumbre que debe aplicarse es u_{din}^2 (asociada a la corrección δL_{din} que también normalmente es cero), la cual debe determinarse durante la medición realizando pruebas repetidas con la propia carga dinámica que se esta midiendo.
- la contribución $u^2\delta L_{rep}$ obtenida en el momento de la calibración del instrumento esta disponible en su informe de calibración, por eso no es difícil eliminarla cuando el instrumento se usa para pesar cargas dinámicas, añadiendo el término $[u_{din}^2 - u^2\delta L_{rep}]$ en la ecuación 6. Nótese que a desarrollar la Ec. (6), aparecen dos términos $u^2\delta L_{rep}$ con signos contrarios, los cuales se eliminan, ver Ec. (8).

Si el instrumento se usa para pesar cargas estáticas, el segundo termino de la Ec. (6), no debe ser incluido.

La varianza $u^2(R^*)$ se puede estimar por la expresión siguiente:

$$u^2(R^*) = u^2(E) + u^2(\delta L_{dig0}) + u^2(\delta L_{digC}) + u^2(\delta L_{rep}) \quad (7)$$

donde $u^2(E)$ es la varianza asociada a E; $u^2(\delta L_{dig0})$ es la varianza asociada a la corrección δL_{dig0} ; $u^2(\delta L_{digC})$ es la varianza asociada a la corrección

δL_{digC} ; y $u^2(\delta L_{rep})$ es la varianza asociada a la corrección δL_{rep} .

Sustituyendo la Ec. (7) en la Ec. (6) se obtiene:

$$u^2(R) = \left[u^2(E) + u^2(\delta L_{dig0}) + u^2(\delta L_{digC}) + u^2(\delta L_{rep}) \right] + \left[u_{din}^2 - u^2 \delta L_{rep} \right] \quad (8)$$

$$\left[u_r^2(L_{temp}) + u_r^2(L_{empuje}) + u_r^2(L_{aj}) + u_r^2(L_{Tara}) + u_r^2(L_t) + u_r^2(L_{exc}) \right] L^2$$

que es la expresión general para la varianza asociada al resultado de una pesada, en la que se combinan varianzas absolutas y varianzas relativas.

Si el instrumento se usa para pesar cargas estáticas el segundo término de la Ec. (8) es cero.

3. ANÁLISIS Y SIMPLIFICACIÓN

El modelo general descrito por las Ecs. (5) y (8) se analiza y simplifica para el caso particular de la calibración de medidas volumétricas empleando el método gravimétrico en las condiciones de nuestro laboratorio, teniendo en cuenta que:

- el instrumento para pesar que utiliza el laboratorio fue calibrado en su lugar de uso y no cuenta con certificado de aprobación de modelo;
- la calibración se realizó en la fecha y las condiciones especificadas en el Informe de Calibración (Ver anexo 1);
- las condiciones del laboratorio son controladas;
- el procedimiento de calibración es diferente del procedimiento de medición;
- los resultados de medición se obtienen para cargas diferentes a las cargas de prueba;
- los errores de indicación y sus incertidumbres fueron declarados en una tabla de valores discretos (Ver anexo 1);
- la balanza del laboratorio se ajusta diariamente usando las mismas pesas que se emplearon durante la calibración de la balanza., y
- el procedimiento de medición solo contempla cargas estáticas

3.1. Correcciones Debidas al Redondeo de las Lecturas δL_{digC} y δL_{dig0}

El mejor estimado para ambas correcciones es cero.

Asumiendo que las correcciones son linealmente independientes con distribuciones rectangulares e

intervalos simétricos $\pm d_C$ y $\pm d_0$, los mejores estimados de las incertidumbres estándares correspondientes son:

$$u(\delta L_{digL}) = d_C / \sqrt{12} \quad (9)$$

y

$$u(\delta L_{dig0}) = d_0 / \sqrt{12} \quad (10)$$

donde d_C es el valor de la división de la escala del instrumento para la carga C, y d_0 es el valor de la división de la escala del instrumento sin carga. (Ver Tabla 1)

La componente de incertidumbre debida a la resolución de la indicación sin carga es una nueva componente aplicable para el presupuesto de incertidumbre derivado del uso de la nueva Guía.

3.2. Corrección Debida a la Variabilidad de las Lecturas δL_{rep}

El procedimiento de medición contempla la obtención de un resultado promedio a partir de tres mediciones, el mejor estimado de la corrección es cero, mientras que el mejor estimado de la incertidumbre estándar es la desviación estándar de la media:

$$u(\delta L_{rep}) = s(\Delta L) / \sqrt{3} \quad (11)$$

donde $s(\Delta L)$ es la desviación estándar declarada en el Informe de Calibración. (Ver Tabla 1).

Esta componente no provoca ningún cambio en el presupuesto de incertidumbres evaluado antes de la aplicación de la nueva Guía.

3.3. Corrección Debida a los Errores de Indicación del Instrumento (E)

Los errores de indicación del instrumento y sus incertidumbres asociadas fueron determinados para un número finito de cargas discretas y están declarados en el Informe de Calibración en una Tabla de valores discretos. (Ver Anexo 1)

Los resultados de las pesadas no corresponden exactamente a las cargas declaradas en el Informe de Calibración, sin embargo, el criterio usado para corregir las lecturas antes de la aplicación de la Guía era tomar el mayor de los errores declarados en el Informe de Calibración (Ver sección 5).

Aplicando la cláusula 7.2 y el Anexo C (C.2.1) de la Guía y teniendo en cuenta que la calibración fue realizada con cargas equidistantes, los mejores

estimados de E y $u(E)$ se pueden obtener por interpolación lineal usando la expresión:

$$E(R) = E(I_k) + (R - I_k)(E(I_{k+1}) - E(I_k)) / (I_{k+1} - I_k), \quad (12)$$

donde k es un número entero positivo; I_k es la indicación del instrumento correspondiente a la carga patrón que fue aplicada al instrumento en el momento de su calibración y que es la inmediatamente inferior al resultado R de la pesada de la carga aplicada en el momento de la medición; I_{k+1} es la indicación del instrumento correspondiente a la carga patrón que fue aplicada al instrumento en el momento de su calibración y que es la inmediatamente superior al resultado R de la pesada de la carga aplicada en el momento de la medición; R es el resultado de la pesada cuyo valor es mayor y menor que las indicaciones I_k e I_{k+1} para las cargas de prueba declaradas en el Informe de Calibración del instrumento, respectivamente; y $E(R)$ es el error asociado al resultado de la pesada obtenido durante la medición cuyo valor es mayor y menor que los errores E_k e E_{k+1} para las cargas de prueba declaradas en el Informe de Calibración del instrumento.

La incertidumbre asociada al error del resultado corregido se puede determinar por la expresión (Ver Anexo C (C.2.1) de la Guía):

$$U(R) = U(I_k) + (R - I_k)(U(I_{k+1}) - U(I_k)) / (I_{k+1} - I_k), \quad (13)$$

donde $u(R)$ es la incertidumbre asociada al resultado de la pesada de la carga usada en la medición con el instrumento calibrado, cuyo valor debe ser mayor que $U(I_k)$ y menor que $U(I_{k+1})$, siendo estas últimas las incertidumbres declaradas en el Informe de Calibración del instrumento, para las indicaciones I_k e I_{k+1} respectivamente.

Como las incertidumbres declaradas en el Informe de Calibración son expandidas con $k = 2$, el mejor estimado de la incertidumbre estándar se obtiene dividiendo por 2.

La componente de incertidumbre por los errores de indicación es una componente aplicada de manera diferente en el presupuesto de incertidumbre derivado de la aplicación de la nueva Guía.

3.4. Corrección Debida al Cambio de la Curva Característica del Instrumento Cuando Cambia la Temperatura Ambiente (δR_{temp})

Interpretando la Guía, el mejor estimado de la corrección puede calcularse como:

$$\delta L_{temp} = \frac{1}{2}(TC \cdot \Delta T)L, \quad (14)$$

donde TC es el valor límite, expresado normalmente en $10^{-6}/K$, para el factor TK usado por el fabricante para definir la razón de cambio de la indicación del instrumento en Max con respecto al cambio de la temperatura. (Max es la capacidad máxima del instrumento), y ΔT es el intervalo de variación de la temperatura en el lugar de uso del instrumento.

El instrumento usado es un instrumento calibrado que no cuenta con aprobación de modelo, para el cual, de acuerdo con la cláusula 7.4.3 de la Guía, el valor de TC puede ser estimado de la forma siguiente:

$$|TC| \equiv 3 \cdot E(Max) / (Max \cdot \Delta T_{inst}), \quad (15)$$

donde $E(Max)$ es el error para Max , declarado en el Informe de Calibración, y ΔT_{inst} es el intervalo de temperatura para la operación del instrumento especificado por el fabricante (Ver Tabla 1).

El procedimiento para la calibración de las medidas volumétricas por el método gravimétrico establece que la calibración se puede realizar siempre que la temperatura del local se encuentre entre $18^\circ C$ y $22^\circ C$ con una estabilidad durante la calibración no mayor de $\pm 0,5^\circ C$. Ello significa que $\Delta T = 4^\circ C$.

Asumiendo una distribución rectangular, el mejor estimado de la incertidumbre relativa es:

$$u_r(L_{temp}) = TC \cdot \Delta T / \sqrt{12}. \quad (16)$$

Esta contribución depende de la carga y de ΔT . Su valor es menor mientras menor sea ΔT .

Esta es una nueva componente aplicable para el presupuesto de incertidumbre derivado del uso de la nueva Guía.

3.5. Corrección Debida al Cambio de la Curva Característica del Instrumento Provocado por la Variación de la Densidad del Aire (δL_{empuje})

De acuerdo con la cláusula 7.4.3.2 de la Guía la corrección debida al cambio de la curva característica del instrumento provocado por la variación de la densidad del aire normalmente es cero, mientras que la incertidumbre puede estimarse teniendo en cuenta el intervalo de variación de la densidad del aire en el lugar de uso del instrumento.

El instrumento se calibra y se usa en las mismas condiciones controladas, que son las condiciones controladas del laboratorio, donde el intervalo de variación máxima de la densidad del aire $\Delta\rho_a$ es de aproximadamente $0,04 \text{ kg/m}^3$. Lo anterior se deduce del hecho de que las variaciones máximas de los parámetros de las condiciones ambientales en el laboratorio son los siguientes:

- para la temperatura: $4 \text{ }^\circ\text{C}$,
- para la humedad relativa: 20% y
- para la presión atmosférica: 10 mmHg ($1\,333,22 \text{ Pa}$)

También se debe tener en cuenta que el instrumento se calibra y se usa considerando que todas las indicaciones son indicaciones de masa convencional, es decir, son indicaciones que son correctas asumiendo que la densidad de la carga es $8\,000 \text{ kg/m}^3$.

Teniendo en cuenta la cláusula 7.1.2.2 de la Guía, así como el intervalo de variación máxima de la densidad del aire en el laboratorio, la incertidumbre máxima asociada a la corrección se puede estimar mediante la expresión:

$$u_r(L_{\text{empuje}}) = L \left[\frac{\Delta\rho_a}{2\rho_c\sqrt{3}} \right]. \quad (17)$$

Lo que hemos expresado con respecto a esta corrección y su incertidumbre unido a la información que nos proporciona la Tabla E.2.1 del Anexo E de la Guía nos permite concluir que tanto la corrección como la incertidumbre son despreciables.

3.6. Corrección Debida al Cambio de la Curva Característica del Instrumento por Envejecimiento o Desgaste δL_{aj}

El mejor estimado de la corrección se debe obtener del gráfico de control que describa la tendencia de la conducta metrológica del instrumento entre calibraciones. Si el intervalo de calibración es por ejemplo de un año, la corrección al cabo del año debe ser:

$$\delta L_{aj} = |\Delta E(\text{Max})|, \quad (18)$$

donde $|\Delta E(\text{Max})|$ pudiera ser la mayor diferencia entre los errores determinados para Max, o cercanos a Max, en dos calibraciones consecutivas. (Ver Tabla 2). En nuestro caso la diferencia se ha mantenido constante durante tres años consecutivos.

Asumiendo una distribución rectangular, cuyo valor central es el error en Max en la última calibración e intervalo de dispersión simétrico $|\Delta E(\text{Max})|$, el mejor estimado de la incertidumbre estándar relativa es:

$$u_r(L_{aj}) = |\Delta E(\text{Max})| / (\text{Max} \cdot \sqrt{3}). \quad (19)$$

La componente de incertidumbre debida a la deriva de la curva característica por el envejecimiento del instrumento es una nueva componente aplicable para el presupuesto de incertidumbre derivado del uso de la nueva Guía.

3.7. Corrección Debida al Valor Neto del Resultado de la Pesada δL_{Tara} Obtenido en Operaciones de Pesada con el Uso del Dispositivo de Tara

Esta corrección se presenta cuando el procedimiento de calibración no incluye la evaluación de la exactitud del dispositivo de equilibrio de la tara y durante la pesada se utiliza el dispositivo de tara.

En nuestro caso ni el procedimiento de calibración ni el procedimiento de medición contemplan el uso del dispositivo de tara, de modo que ni la corrección ni su incertidumbre deben ser tenidas en cuenta.

3.8. Corrección Debida a los Efectos de Histéresis o Retorno a Cero δL_t

Durante la calibración del instrumento las cargas fueron aplicadas de manera continua en ascenso y luego en descenso, (ver Anexo 1). Cuando se aplica este procedimiento para la calibración las cargas permanecen sobre el receptor de carga un tiempo mayor que lo que permanecería durante el uso normal de cualquier instrumento en el que la carga pesada solo permanece sobre el receptor de carga el tiempo necesario para tomar la lectura.

Cuando la pesada se realiza de la forma que se menciona en el párrafo anterior, el error de indicación puede ser diferente del valor obtenido durante la calibración para la misma carga.

Sin embargo, durante el uso del instrumento para calibrar medidas volumétricas, la medida vacía se coloca sobre el receptor de carga, se toma la lectura y permanece sobre el receptor de carga mientras se llena de agua cuidadosamente hasta el nivel del trazo cero de la escala del cuello. El fenómeno que se produce es muy similar al de la calibración.

En el Informe de Calibración se declaran los errores de indicación del instrumento en ascenso, y también en descenso. En nuestro caso solo interesan los errores determinados en ascenso y se asume que deben ser los mismos obtenidos durante la calibración para la carga considerada.

Teniendo en cuenta que el tiempo de permanencia de la carga sobre el receptor de carga es muy similar durante el proceso de calibración y durante el proceso de pesada, la corrección por histéresis y su incertidumbre no se tienen en cuenta.

3.9. Corrección Debida a los Efectos de Excentricidad δL_{exc}

Durante la calibración se determino el efecto máximo de carga excéntrica $|\Delta l_{exc,i}|_{max}$, (Ver Tabla 1) el cual debe considerarse para estimar la corrección. Considerando que la excentricidad del centro de gravedad efectivo de la carga usada durante la prueba no debe ser mayor que la mitad del valor encontrado en la prueba, el mejor estimado de la corrección es:

$$\delta L_{exc} \leq \left\{ |\Delta l_{exc,i}|_{max} / (2L_{exc}) \right\} L_C, \quad (20)$$

donde L_{exc} es la carga de prueba usada en la calibración para evaluar la excentricidad, (Anexo 1), y L_C es la lectura con carga del instrumento en uso.

Asumiendo una distribución rectangular el mejor estimado de la incertidumbre estándar relativa es:

$$u_r(L_{exc}) = \left\{ |\Delta l_{exc,i}|_{max} / (2L_{exc} \sqrt{3}) \right\}. \quad (21)$$

La componente de incertidumbre debida a la excentricidad es una nueva componente aplicable para el presupuesto de incertidumbre derivado del uso de la nueva Guía.

3.10. Corrección Debida a la Variabilidad por Efectos Dinámicos δL_{din}

La corrección y su incertidumbre no se tienen en cuenta debido a que el instrumento no se usa en régimen dinámico.

4. INCERTIDUMBRE ESTÁNDAR COMBINADA Y EXPANDIDA

4.1. Incertidumbre Estándar Combinada

En esta sección se combinan las varianzas en lugar de las incertidumbres. La incertidumbre es la raíz

cuadrada positiva de la varianza.

Antes de la aplicación de la Guía el modelo usado era:

$$R = \Delta L - E, \quad (22)$$

y la varianza:

$$u^2(R) = u^2(E) + u^2(\delta L_{dig0}) + u^2(\delta L_{rep}). \quad (23)$$

Aplicando la Guía y teniendo en cuenta el análisis y la simplificación a nuestro caso particular el modelo queda de la forma:

$$R = \Delta L - E + \delta L_{temp} + \delta L_{aj} + \delta L_{Exc}, \quad (24)$$

donde la varianza se calcula por:

$$u^2(R) = u^2(E) + u^2(\delta L_{dig0}) + u^2(\delta L_{digC}) + u^2(\delta L_{rep}) + \left[u_r^2(L_{temp}) + u_r^2(L_{aj}) + u_r^2(L_{exc}) \right] L_C^2, \quad (25)$$

y la incertidumbre estándar combinada por:

$$u(R) = \sqrt{u^2(R)}. \quad (26)$$

4.2. Incertidumbre Expandida

La incertidumbre expandida $U(R)$ se determina como:

$$U(R) = k \cdot u(R), \quad (27)$$

Donde $u(R)$ es la incertidumbre estándar combinada determinada y k es el factor de cobertura que se considera igual a 2 incluso cuando la desviación estándar s se obtiene de pocas mediciones (Ver 7.5.1 de la Guía).

5. RESULTADOS

El instrumento para pesar que se usa en el laboratorio para realizar las calibraciones de las medidas volumétricas con capacidad hasta 20 L por el método gravimétrico es una balanza de plataforma con transmisor electrónico incorporado e indicación digital de la marca Bizerba, modelo HW34000.

Las características metroológicas del instrumento se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1. Características metroológicas del instrumento para pesar.

Característica	Unidad de medida	Valor
Max	(g)	34 000
d ₀	(g)	0,1
d _c	(g)	0,1
s(ΔL) (*)	(g)	0,17
E(Max) (*)	(g)	0,36
ΔI _{exc max} (*)	(g)	0,15
ΔT _{inst} (**)	(°C)	20 °C

(*) Tomado del último Informe de Calibración (Ver Anexo 1). La desviación estándar considerada es la mayor

(**) Tomado del manual del instrumento.

Los errores declarados en Max por el proveedor del servicio de calibración del instrumento en las últimas cinco calibraciones consecutivas se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2. Errores históricos en Max.

Fecha de Calibración	Informe de Calibración	Error en Max (g)	ΔE (g)
3/2/2003	ISP-ICI-044-03	0,5	
12/4/2004	ISP-ICI-292-04	0,2	0,3
9/5/2005	ISP-ICI-563-05	0	0,2
5/6/2006	ISP-ICI-760-06	0,2	0,2
15/6/2007	ISP-ICI-943-07	0,4	0,2

Como puede apreciarse en la Tabla 2 ha transcurrido casi un año desde la última calibración del instrumento.

El mejor estimado para la corrección al momento de presentar este trabajo, teniendo en cuenta la ecuación (17) y la conducta histórica mostrada en la Tabla 2 debe ser considerado como:

$$\delta L_{aj} = |\Delta E(\text{Max})| = 0,2 \text{ g.} \quad (28)$$

El valor de la corrección y la incertidumbre asociada se muestran en la Tabla 4 junto a las demás correcciones consideradas al aplicar la nueva Guía.

Como la lectura de la pesada promedio del líquido contenido en una medida volumétrica desajustada, puede ser 19 350,0 kg, las Tablas 3 y 4 muestran los valores de las correcciones aplicadas a ΔL y sus incertidumbres antes del uso de la Guía, Ecs. (22) y (23) y aplicando la nueva Guía, Ecs. (24) y (25) para esa lectura.

Tabla 3. Correcciones e incertidumbres estándares para una lectura de 19 350,0 kg antes de aplicar la Guía.

Símbolo	Corrección (g)	Incertidumbre estándar (g)	Varianza (g)
δL _{digC}	0	0,029	0,000 84
δL _{rep}	0	0,098	0,009 6
E(***)	0,4	0,18	0,032
total	0,4		0,043

(***) Se considera el error y la incertidumbre en Max (Anexo 1).

En la Tabla 4, el error de indicación asociado a la lectura considerada y su incertidumbre se determinan usando los resultados de la calibración (prueba de linealidad en ascenso) y las Ecs. (12) y (13).

Tabla 4. Correcciones e incertidumbres estándares para una lectura de 19 350,0 kg aplicando la Guía.

Símbolo	Corrección (g)	Incertidumbre estándar (g)	Varianza (g)
δL _{dig0}	0	0,029	0,000 84
δL _{digC}	0	0,029	0,000 84
δL _{rep}	0	0,098	0,009 6
δL _{temp}	0,07	0,039	0,001 5
δL _{aj}	0,2	0,11	0,012
δL _{exc}	0,12	0,07	0,004 9
E	0,18	0,17	0,029
total	0,57		0,059

Los resultados de la medición para la carga elegida, aplicando la Guía, Ec. (24), (25), (26) y (27) y sin aplicar la Guía, Ecs. (22), (23), (24) y (25) se muestran en la Tabla 5.

Tabla 5. Comparación de los resultados de la medición aplicando y sin aplicar la Guía.

Aplicación de la Guía	ΔL (g)	Corrección (g)	U (R) (g)
NO	19 350,0	0,4	0,41
SI	19 350,0	0,57	0,48

La diferencia mostrada en la Tabla 5 para los resultados de medición no es significativa.

Al analizar las contribuciones de las componentes individuales que intervienen en el presupuesto de incertidumbres de la calibración de una medida volumétrica de 20 L empleando el método gravimétrico se puede concluir que la diferencia entre los valores de las incertidumbres obtenidas cuando no se aplica o se aplica la Guía, representa un impacto en la incertidumbre de la calibración del orden del 0,2 %. Como la incertidumbre expandida

de la calibración que se obtiene en el laboratorio normalmente es 0,03 % (6 mL para una medida de 20 L), el impacto es despreciable.

De igual forma se puede considerar que el incremento de 0,17 g en la corrección tampoco afecta la mejor capacidad del laboratorio, ya que la desviación es mucho menor que la incertidumbre de la calibración (6 mL).

Sin embargo, no se descarta que para la misma aplicación, variando las condiciones del laboratorio o las características metrológicas del instrumento, o la mejor capacidad de medición declarada por el laboratorio, las diferencias pueden llegar a ser significativas.

En nuestro caso particular los pesos de las contribuciones a la incertidumbre con respecto a la incertidumbre estándar combinada sin aplicar o aplicando la Guía son los que se muestran en la Tabla 6.

Tabla 6. Pesos de las contribuciones.

Contribución	Peso (%)	
	Sin aplicar la Guía	Aplicando la Guía
δL_{dig0}		1,4
δL_{digC}	2	1,4
δL_{rep}	22,4	16,4
δL_{temp}		2,6
δL_{aj}		20,6
δL_{exc}		8,3
E	75,6	49,2

6. CONCLUSIONES

La aplicación de los criterios de la nueva Guía de Trazabilidad e Incertidumbres de la ema para la calibración de instrumentos para pesar no automáticos, dirigida a los laboratorios de calibración y los laboratorios acreditados que usan instrumentos para pesar calibrados, no impacta significativamente en el presupuesto de incertidumbre de nuestro laboratorio para la calibración de medidas volumétricas por el método gravimétrico.

La conclusión es valida para cualquier laboratorio de volumen que tenga las mismas o mejores condiciones, el equipo con las mismas o mejores características metrológicas del instrumento descrito y la misma capacidad de medición o peor.

REFERENCIAS

- [1]EURAMET/CG-18/v.01, "Guía de Calibración de instrumentos para pesar no automáticos" julio/2007.
- [2]Guía técnica sobre Trazabilidad e incertidumbre de instrumentos para pesar no automáticos (ema-CENAM). (en proceso de publicación)
- [3]Guía técnica sobre Trazabilidad e incertidumbre en los servicios de calibración de recipientes volumétricos por el método gravimétrico, CENAM, México, 2004.

Anexo 1. Informe de Calibración del Instrumento

