

SM | SIMPOSIO
2022 | METROLOGÍA
Centro Nacional de Metrología
Evento virtual 26-28 octubre



TRANSFORMACIÓN DIGITAL PARA UNA VIDA MEJOR - CENAM 2022

Compiladores

Carlos Alberto Galván Hernández
Ana Lilia Lopez Sánchez
Luis Manuel Peña Pérez
Héctor Castillo Matadamas

Jorge Koelliker Delgado
Marco Antonio Rodríguez Guerrero
Alfredo Arturo Elías Juárez
Norma González Rojano

DERECHOS RESERVADOS 2024, Centro Nacional de Metrología.
km 4.5 carretera a Los Cues, 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.

“Memorias del Simposio de Metrología – CENAM”. 1ª edición, febrero de 2024.

Compiladores:

Carlos Alberto Galván Hernández
Ana Lilia López Sánchez
Luis Manuel Peña Pérez
Héctor Alfonso Castillo Matadamas
Jorge Koelliker Delgado
Marco Antonio Rodríguez Guerrero
Alfredo Arturo Elías Juárez
Norma Gonzalez Rojano

Ilustración

Oscar Ramos Monzalvo

ISBN 978-607-98045-3-4

Publicación digital, editada por el Centro Nacional de Metrología, (CENAM), México, 2024.
km 4.5 carretera a Los Cues, El Marqués, Querétaro, México.

<https://www.cenam.mx>

Simposio Metrología 2022

Primera edición
Febrero de 2024

© Centro Nacional de Metrología
Km. 4.5 carretera a los Cués, El Marqués, Querétaro
CP 76246
<https://www.cenam.mx>
Email: servtec@cenam.mx
Teléfono: 442 211 0500 al 04
Edición: Comité Técnico del Simposio de Metrología 2022

Esta obra fue creada con los trabajos presentados en el Simposio de Metrología 2022 del CENAM con el propósito de difundir la cultura y avances de investigación y desarrollo en Metrología.

Impreso en México / Printed in Mexico

Índice

A. VÉIRA. VALIDACIÓN DE LA EXPRESIÓN LINEAL PARA MODELAR LA CAPACIDAD DE MEDICIÓN Y CALIBRACIÓN DE UN LABORATORIO ACREDITADO DE ACUERDO A LA POLÍTICA ILAC P14:09/2020	5
C. BOUCHOT. ON THE STATUS OF THE LETTER R AS IN METROLOGY AND UNCERTAINTY	13
L. FONT. SISTEMA DE CERTIFICACIÓN DE INSTRUMENTOS DE MEDIDA DE LA OIML	21
Y. PÉREZ, C. VICARIO Y J. OSORIO. ACREDITACIÓN DE LABORATORIOS DE CALIBRACIÓN DE TANQUES DE GRANDES VOLÚMENES EN CONTEXTO DE PANDEMIA: MODELO DE CONTINUIDAD OPERATIVA DESDE UNA PERSPECTIVA DE RIESGOS	28
R. RODRÍGUEZ Y C. RIVERA. REGLAS DE DECISIÓN EN LA NORMA ISO/IEC 17025:2017	34
E. ITURRIA, L. KEVERTZ Y M. SABIA. CERTIFICADOS DIGITALES PARA ENSAYOS DE ACEITES DIELECTRICOS	42
H. GASCA. IMPLEMENTATION OF LINEAR MODELS REPRESENTATION WITHIN THE DIGITAL CALIBRATION CERTIFICATE AND DIGITAL TWINS	46
C. RIVERA Y R. RODRÍGUEZ. FACTURACIÓN ELECTRÓNICA DE MÉXICO UN MODELO RAZONABLE PARA IMPLEMENTAR LA METROLOGÍA 4.0	51
G. COVELLI E I. SALAZAR. TRANSFORMACIÓN DIGITAL COMO ESTRATEGIA “CERO PAPEL” LABORATORIO DE METROLOGÍA DE GASES DE OCCIDENTE S.A. ESP	55
L. TRIGO, H. DE-SOUZA Y D. SLOMOVITZ. AUTOMATIC SYSTEM FOR CALIBRATING ZENER-BASED VOLTAGE STANDARDS	60
A. PONCE Y A. CRISANTO. AUTOMATIZACIÓN DE LA CONFIRMACIÓN METROLÓGICA, COMO UNA PARTE DE LA SOLUCIÓN PARA EL ASEGURAMIENTO DE LAS MEDICIONES Y EL CUMPLIMIENTO REGULATORIO	67
R. DE, L. MORENO, N. JAIMES, J. PEÑA Y A. GARCÍA. PROPUESTA DE IMPLEMENTACIÓN DE METALENGUAJES PARA LA OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE CALIBRACIÓN	73
C. TAZONA Y A. SALAZAR. ADQUISICIÓN DE DATOS MEDIANTE ANÁLISIS DE IMAGEN PARA LA CALIBRACIÓN DE EQUIPOS TRANSDUCTORES DE FUERZA	79
C. SÁNCHEZ Y I. RUÍZ. AUTOMATIZACIÓN DE LA TOMA DE DATOS PARA LA CALIBRACIÓN DE TACÓMETROS	84
R. MELÉNDEZ. DISEÑO DE SISTEMA AUTOMATIZADO PARA LA CALIBRACIÓN DE DÉCADAS DE RESISTENCIA	91
R. GIL Y C. OCHOA. DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DE UN BANCO AUTOMATIZADO PARA LA VERIFICACIÓN DE MEDIDORES DE GAS TIPO DIAFRAGMA BAJO LA NORMA METROLÓGICA PERUANA NMP016:2012	98
J. CABRERA, E. HERRERA Y H. GASCA. DESARROLLO Y VALIDACIÓN DE MÉTODO SEMIAUTOMÁTICO DE ANÁLISIS DE IMÁGENES PARA CALIBRACION DE LA BARRA DE ESCALA DE MICROSCOPIOS ELECTRONICOS	104
F. LIEBMANN. INVESTIGATION INTO LOW-COST THERMISTORS	111
M. ARCE, A. PABELLO, V. SERRANO, H. GASCA, R. SIERRA Y R. RUIZ. ESTANDARIZACIÓN DE LA CREATININA SÉRICA POR EL LABORATORIO CLÍNICO Y LA TRAZABILIDAD METROLÓGICA DEL CALIBRADOR	117
E. VALLE, M. ARVIZU, I. SANTIAGO Y P. RAMÍREZ. VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE MEDICIÓN DE MERCURIO EN PESCADO, EMPLEANDO DILUCIÓN ISOTÓPICA CON VAPOR FRIO ACOPLADO A ESPECTROMETRIA DE MASAS CON PLASMA ACOPLADO INDUCTIVAMENTE	123
G. GIAJ, I. ARRIETA, A. BELAUS Y G. SPAHN. DESARROLLO DE UN CANDIDATO A MATERIAL DE REFERENCIA (MR) DE ARN SINTÉTICO PARA LA DETERMINACIÓN DE SARS-COV-2 EN ENSAYOS DE RT-QPCR	132
A. GARCÍA, H. CASTILLO Y J. MOLINA. CALIBRADOR INDUSTRIAL PARA SIMULADOR SOLAR BASADO EN CELDA SOLAR DE REFERENCIA	138

<i>R. GUTIÉRREZ, C. ORTIZ Y E. DE CARLOS. MEDICIONES ABSOLUTAS DE LA FRECUENCIA DE UN DIODO LÁSER DE CAVIDAD EXTENDIDA POR MEDIO DE UN PEINE DE FRECUENCIAS</i>	145
<i>H. CASTILLO, A. GARCÍA Y J. MOLINA. COMPARADOR AUTOMÁTICO DE PIRANÓMETROS</i>	150
<i>E. NAVARRETE, J. MOLINA, A. GARCÍA Y H. CASTILLO. DESARROLLO DE UN SISTEMA DE CALIBRACIÓN REMOTA DE PIRANÓMETROS</i>	155
<i>M. FLORES, E. RAYMUNDO, L. PÉREZ Y H. GARCÍA. MODELO DE INCERTIDUMBRE DE UN FOTOGONIÓMETRO DE CELDA MÓVIL TIPO C DE 6 METROS DE DIÁMETRO, DISEÑADO Y CONSTRUIDO EN MÉXICO</i>	161
<i>E. CASTRO, N. VIDAL, G. LUGO Y S. ECHEVERRÍA. DESARROLLO INTEGRAL Y CARACTERIZACIÓN DE UN PROTOTIPO DE DESINFECCIÓN DE FUENTES UV-C MODULAR</i>	167
<i>E. MARTINES, D. CÁRDENAS Y D. CYWIAK. INTERPRETACIÓN Y USO DE LOS RESULTADOS DE UN CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN DE TERMÓMETRO DE RESISTENCIA DE PLATINO</i>	173
<i>D. CYWIAK, E. MARTINES Y D. CÁRDENAS. MODELO DE MEDICIÓN Y ANÁLISIS DE INCERTIDUMBRE EN LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE CONTACTO DE LECTURA DIRECTA</i>	182
<i>J. DAVID, H. FABIO, C. SÁNCHEZ Y A. JHOVANNY. DISEÑO, CONSTRUCCIÓN Y EVALUACIÓN DE UNA CELDA CERRADA DE PUNTO FIJO DE INDIO COMO PATRÓN TERMOMÉTRICO PARA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE CONTACTO</i>	186
<i>D. CYWIAK, E. MARTINES Y D. CÁRDENAS. MODELO DE MEDICIÓN Y ANÁLISIS DE INCERTIDUMBRE EN LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE RESISTENCIA DE PLATINO POR COMPARACIÓN</i>	193
<i>H. RODRÍGUEZ, D. CÁRDENAS, D. CYWIAK Y V. SASTRE. EMISIVIDAD EFECTIVA PROMEDIO Y SU EFECTO EN LA DETERMINACIÓN DE LA TEMPERATURA DE RADIANCIA DE UNA SUPERFICIE OPACA</i>	201
<i>D. CÁRDENAS Y E. MARTINES. EL MODELO DE MEDICIÓN DE EMISIVIDAD ESPECTRAL DEL CENAM</i>	207
<i>D. CÁRDENAS, E. MARTINES Y D. CYWIAK. TERMOMETRÍA DE RADIACIÓN EN EL CENAM: EL PATRÓN NACIONAL DE TEMPERATURA ARRIBA DEL PUNTO DE SOLIDIFICACIÓN DE LA PLATA</i>	212
<i>O. GONZÁLEZ, S. GARCÍA Y L. LIRA. PATRÓN NACIONAL DE CONDUCTIVIDAD TÉRMICA DE SÓLIDOS NO CONDUCTORES CNM-PNE-16</i>	216
<i>E. MARTINES Y D. CÁRDENAS. MODELO DE MEDICIÓN PARA MATERIALES SÓLIDOS CON ALTO CONTENIDO DE HUMEDAD</i>	221
<i>D. SLOMOVITZ, J. JOSKOWICZ, G. SLOMOVITZ. REVIEW OF DIGITAL TECHNIQUES APPLIED TO HIGH-VOLTAGE TRANSFORMER IMPULSE-TEST</i>	226
<i>A. PACHECO Y R. CARRANZA. FENÓMENOS FÍSICOS QUE AFECTAN LAS MEDICIONES DE IMPEDANCIA ELÉCTRICA</i>	233
<i>M. ALATORRE, A. PACHECO Y F. HERNÁNDEZ. CALIBRACIÓN DE PATRONES DE CAPACITANCIA Y AUTOINDUCTANCIA EN CENAM</i>	243
<i>S. CAMPOS, S. JIMÉNEZ, L. LIRA Y R. CARRANZA. MODELADO DE UN PATRÓN DE TRANSFERENCIA TÉRMICA CA-CC EN PELÍCULA DELGADA DE 1 AMPERE CON UN ANCHO DE BANDA DE HASTA 100 KHZ</i>	249
<i>I. GARCÍA, M. BOTELLO Y S. PADILLA. TRAZABILIDAD A PATRONES NACIONALES DE LAS MEDICIONES DE POTENCIA EN RADIOFRECUENCIAS</i>	256
<i>M. ESCOBAR, L. LIRA Y M. ALATORRE. ESTUDIO DE LA HOMOGENEIDAD DEL CAMPO MAGNÉTICO B GENERADO POR UN ELECTROIMÁN</i>	262
<i>M. MUÑOZ Y I. GARCÍA. CALIBRACIÓN DE FORMAS DE ONDA PARA PRUEBAS DE EMC DE INMUNIDAD DE TIPO CONDUCTIDO</i>	271
<i>J. MEDINA Y M. RODRÍGUEZ. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL PATRÓN DE TENSIÓN ELÉCTRICA CONTINÚA BASADO EN EL EFECTO JOSEPHSON PROGRAMABLE</i>	274
<i>E. DE, N. DÍAZ, F. JIMÉNEZ, C. ORTIZ, A. MEDINA Y R. GUTIERREZ. DESEMPEÑO Y PERSPECTIVAS DEL TIEMPO UNIVERSAL COORDINADO DEL CENAM, UTC(CNM)</i>	281
<i>A. MEDINA, A. ORTIZ, N. DÍAZ, F. JIMÉNEZ, R. GUTIÉRREZ Y E. DE CARLOS. PRIMERA EVALUACIÓN DEL PRESUPUESTO DE INCERTIDUMBRE DE LA FUENTE ATÓMICA CENAM-CSF1</i>	286

<i>A. MEDINA, A. ORTIZ, N. DÍAZ, F. JIMÉNEZ, R. GUTIÉRREZ Y E. DE-CARLOS. EL ROL DEL MÁSER DE HIDRÓGENO EN EL ENSAMBLE DE RELOJES ATÓMICOS UTILIZADOS EN LA GENERACIÓN DE LA HORA OFICIAL DE MÉXICO, UTC(CNM)</i>	295
<i>F. JIMÉNEZ Y E. DE CARLOS. SISTEMA DE MONITOREO DEL NIVEL DE SINCRONÍA MEDIANTE EL PROTOCOLO NTP</i>	301
<i>F. FLORES Y J. TORRES. LA IMPORTANCIA DE LA UTILIZACIÓN DE UN BARÓMETRO EN LA CALIBRACIÓN DE MANÓMETROS DE PRESIÓN NEGATIVA UTILIZANDO UNA BALANZA DE PRESIÓN COMO PATRÓN DE REFERENCIA</i>	307
<i>R. SÁNCHEZ Y L. DE LA CRUZ. ASEGURAMIENTO DE LA VALIDEZ DE RESULTADOS EN EL LABORATORIO DE FUERZA, PAR TORSIONAL Y PRESIÓN DE LA DIRECCIÓN DE METROLOGÍA DE INACAL - PERÚ</i>	312
<i>Y. VERDEJO, J. ARANZOLO Y J. TORRES. MANTENIMIENTO CORRECTIVO DE PISTÓN CILINDRO 108 A</i>	318
<i>F. FLORES Y J. TORRES. ENSAYO DE APTITUD DE CALIBRACIÓN DE BALANZA DE PRESIÓN RELATIVA HIDRÁULICA DE 7 MPA A 70 MPA.</i>	323
<i>A. MACHACA. DESARROLLO Y PRINCIPIOS DE VALIDACIÓN DE UN MODELO MATEMÁTICO PARA EL CONTACTO PESA - RECEPTOR DE CARGA DE UNA BALANZA DE COMPENSACIÓN ELECTROMAGNÉTICA</i>	327
<i>I. LARA, E. MIJARES E Y. MENDOZA. DETERMINACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICIÓN DE GRADO ALCOHÓLICO DE MEZCLAS HIDROALCOHÓLICAS CON DENSÍMETRO DE INMERSIÓN</i>	338
<i>C. CUSVA Y J. ESCOBAR. GUÍA PARA LA CALIBRACIÓN DE INSTRUMENTOS DE PESAJE DE FUNCIONAMIENTO AUTOMÁTICO, (SELECCIONADORAS PONDERALES)</i>	347
<i>J. RIVERA, L. BECERRA Y L. PEÑA. MEDICIÓN DE DENSIDAD DE GAS NATURAL CON UN DENSIMETRO DE TIPO OSCILATORIO.</i>	353
<i>T. RAMÍREZ, M. OLVERA, E. SOSA Y R. ZEMPOALTECA. INFLUENCIA DE LA EXCENTRICIDAD EN LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EN LA CALIBRACIÓN DE IPFNA</i>	359
<i>N. RAMÍREZ, T. GÓMEZ, L. BECERRA, M. LÓPEZ Y L. PEÑA. IMPORTANCIA DE LA PROTECCIÓN INTELECTUAL DE LOS DESARROLLOS TECNOLÓGICOS EN METROLOGÍA DE LA DIRECCIÓN DE MASA Y DENSIDAD DEL CENAM</i>	365
<i>S. PRESTE, D. GONZALEZ, G. ALMEIDA, F. GARCIA, J. GARCIA, R. QUILLE, J. BARBAGRIGIA, L. CORI, D. TAIPE, L. BECERRA, S. RAMIREZ, J. ESCOBAR, M. PRENDAS, O. RAMOS Y J. SANCHEZ. ESTUDIO DE LA ESTABILIDAD DEL MÉTODO ALTERNATIVO EN CALIBRACIÓN DE INSTRUMENTOS DE PESAR DE FUNCIONAMIENTO NO AUTOMÁTICO CON RESOLUCIÓN MENOR A 0.010 MG</i>	371
<i>J. MERCADO. GUÍA PARA ESTIMAR EL VOLUMEN A CONDICIONES DE REFERENCIA PARA GAS LICUADO PETROLEO, ASÍ COMO SU INCERTIDUMBRE ASOCIADA A LA MEDICIÓN.</i>	382
<i>A. NÚÑEZ. USO DE SIMULACIONES DE MONTECARLO COMO UNA ALTERNATIVA PARA LA ESTIMACIÓN DE INCERTIDUMBRE DEL VOLUMEN NETO ESTÁNDAR</i>	389
<i>J. GERVACIO, C. OCHOA Y D. RUELAS. TRAZABILIDAD DE LOS RESULTADOS DE CAUDAL VOLUMÉTRICO DE GAS EN EL INTERVALO DE (0.5 A 6 500) M3/H POR EL PATRÓN DE CAUDAL VOLUMÉTRICO DE GAS A BAJA PRESIÓN DEL CENAM</i>	395
<i>U. GIL. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL VOLUMEN NETO ESTÁNDAR DE HIDROCARBUROS LÍQUIDOS CON MEDIDOR CORIOLIS</i>	402
<i>C. ALEMAN Y I. CAICEDO. POTENCIA ESTADÍSTICA EN LA EVALUACIÓN DEL SESGO FRENTE A UN MRC</i> .	409
<i>F. SEGOVIANO, A. LUJÁN, F. MARTÍNEZ, O. HERNÁNDEZ, E. VALLE, I. SANTIAGO Y M. ARVIZU. ESTUDIO COMPARATIVO DE DOS MÉTODOS PARA LA MEDICIÓN DE HUMEDAD EN CONCENTRADO DE COBRE</i>	413
<i>L. ESPINOSA, R. DEQUINO, A. SALINAS, R. SALDAÑA, A. BEDOLLA, A. TORRES Y E. GUTIÉRREZ. MICROSTRUCTURAL EVOLUTION AND MECHANICAL PROPERTIES OF CFB STEELS OBTAINED BY SHORT IBT TREATMENTS</i>	421
<i>A. DOMÍNGUEZ, R. HERRERA, F. MERCADER, N. CAMACHO, E. MARTÍNEZ, M. GUZMÁN, D. ESPINOSA, J. ALVARADO, J. GONZÁLEZ Y G. MONDRAGÓN. DESARROLLO DEL PROCEDIMIENTO DE PREPARACIÓN DE SUPERFICIE PARA UN MATERIAL DE REFERENCIA DE ESPESOR DE RECUBRIMIENTO METÁLICO</i>	428

F. HERNÁNDEZ, A. TORRES, E. GUTIÉRREZ, A. BEDOLLA, R. DEAQUINO, A. SALINAS Y R. SALDAÑA.
EFFECT OF PROCESSING VARIABLES ON THE MICROSTRUCTURE AND MAGNETIC PROPERTIES OF
NON-ORIENTED SI-AL-SB ELECTRICAL STEELS436

C. ZAPATA, T. BENAVIDES, J. OCHOA Y J. GALVIS. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EXPANDIDA DE
LA CALIBRACIÓN USANDO EL FOTÓMETRO DE REFERENCIA ESTÁNDAR SRP 55 DE COLOMBIA EN
CANTIDAD DE SUSTANCIA PARA OZONO.....443

VALIDACIÓN DE LA EXPRESIÓN LINEAL PARA MODELAR LA CAPACIDAD DE MEDICIÓN Y CALIBRACIÓN DE UN LABORATORIO ACREDITADO DE ACUERDO A LA POLÍTICA ILAC P14:09/2020

Ing. Albeiro Vieira Peñuela
Analista de Calidad y Metrología
Gerente técnico Instrulab

Bldv Peña Flor, no.1102, Novatec Busines Park nave B8, Ciudad del Sol, Querétaro, Qro. C.P. 76116
Querétaro, Querétaro, México

e – mail: luisalbeirovieira@ingenieros.com; metrologiafacil@gmail.com; lus.vieira@instrulab.mx

Cel: +52 442 359 55 81

Resumen: Este documento identifica la metodología para validar la expresión de la incertidumbre de medición que represente la capacidad de medición y calibración de un laboratorio acreditado bajo el estándar ISO / IEC 17025:2017 de acuerdo con el inciso b) del numeral 4.2 de la **política para expresión de la incertidumbre de medición en la calibración ILAC P14:09/2020**. Se aborda la validación paramétrica y no paramétrica para expresar la función lineal de los valores de la incertidumbre de medida y cada punto del intervalo de medida $U(x)=mx+b$, así como la validación de una función polinómica de grado “n” que modele los datos y que transformado a partir de la función canónica del modelo cuadrático resulte en una ecuación lineal o polinomio de primer grado que pueda validarse. Por otra parte, la determinación del valor de la incertidumbre de medida en un punto del intervalo $U(x) = x (U_2-U_1) / (x_2-x_1) + (U_1 x_2 - U_2 X_1) / (x_2-x_1)$ no forma parte de este documento.

1. INTRODUCCIÓN.

El numeral 4.2 de la **política para expresión de la incertidumbre de medición en la calibración ILAC P14:09/2020** refiriéndose a la incertidumbre que expresa un laboratorio como **CMC** (capacidad de medición y calibración) dice que puede ser expresada como “**un rango de medición, caso en el cual el laboratorio debe asegurarse que la interpolación lineal sea apropiada para encontrar la incertidumbre en valores intermedios**”¹, y, aunque es común encontrar en alcances de acreditación de laboratorios dicha expresión de **CMC**, - por ejemplo en magnitudes dimensionales, presión, temperatura, entre otras,- lo cierto es que resulta poco común encontrar la validación de la ecuación resultante del modelado y expresión de la función entre los valores de incertidumbre, y cada punto del intervalo de medida, algo fundamental para lograr el requisito mismo implícito en la política objeto de este estudio ya que la ausencia de dicha validación impide “**asegurar la apropiada interpolación lineal para los valores intermedios**”¹.

Nota: Aunque no es objeto a estudiar en este documento, “en las declaraciones de incertidumbre

de CMCs, la notación $Q[a,b]$ representa la raíz de la suma de cuadrados de los términos como serie de Taylor de primer orden $Q[a,b]=[a^2+b^2]^{1/2}$.²

Por esta razón, a continuación analizaremos cada uno de los posibles escenarios que pueden encontrarse en la práctica; estableciendo en una primera etapa la relación directa que existe entre la validación de la expresión matemática y el contexto técnico de las condiciones bajo las cuales el laboratorio presta los servicios enmarcados en el alcance, a saber: el personal, la validación del método, la identificación de las magnitudes de influencia, equipamiento, etc, para luego estudiar la validación paramétrica y no paramétrica de un modelo representado directamente por una pendiente, y finalmente eliminar la exégesis existente respecto a la expresión de **ILAC P14:09/2020**, cuando establece un modelo de interpolación lineal sobre el cual encontrar valores intermedios de incertidumbre pensando que se refiere exclusivamente a una expresión matemática como polinomio de primer grado.

Nota: Use discernimiento el lector sobre su sistema de medición con el fin de apropiar adecuadamente el conocimiento y evitar errores en la aplicación que

¹ ILAC P14:09/2020, 4.2. b) [1]

² <https://www.bipm.org/kcdb/cmc/quick-search?keywords=CENAM+length>

sumen duda a la incertidumbre que representa la capacidad de medición y calibración con su expresión en un alcance de acreditación.

2. DEFINICIONES.

A continuación, se colocan ciertas palabras que identifiquen conceptos contenidos en el trabajo.

Modelado: Conjunto de actividades para la construcción de modelos de sistemas del mundo real, para lo que se requieren dos clases de información: por una parte, un cierto conocimiento acerca de las leyes que regulan las interacciones entre las partes del sistema y, por otra, datos experimentales relativos a su comportamiento.
Sinónimo, **modelización**.³

CMC: Capacidad de calibración y medición. En el contexto del CIPM MRA y el Acuerdo ILAC, y en cumplimiento de la Declaración Común CIPM-ILAC, se acuerda la siguiente definición:

Un CMC es una capacidad de calibración y medición disponible para los clientes en condiciones normales:

- a) Cómo se describe en el alcance de la acreditación del laboratorio otorgada por un signatario del Acuerdo de ILAC; o
- b) Según lo publicado en la base de datos de comparación de claves BIPM (KCDB) del CIPM MRA.⁴

3. RELACIÓN ENTRE LA VALIDACIÓN DE LA EXPRESIÓN MATEMÁTICA Y LAS CONDICIONES DEL LABORATORIO.

Si bien resulta fundamental comentar que una ecuación lineal de la forma $y=mx+b$ que modela la función de los valores de la incertidumbre de medida y cada punto del intervalo, que además, sirva de entrada para encontrar la incertidumbre en valores intermedios de una CMC, como se indicó en la **Nota del numeral 1 de este documento**; esta debe ser validada para su uso previsto, y cabe resaltar que debe existir coherencia entre ésta, y las condiciones propias del laboratorio que la expresa; y... bajo este contexto, nos referimos no solamente al componente numérico de un presupuesto de incertidumbre propagado, sino que nos remitimos también a las circunstancias sobre las cuales se evaluó el desempeño del método en su validación para el uso

previsto, a saber el análisis de factores como: el personal, el equipo de referencia, las condiciones ambientales del laboratorio, etc.

Sea que se trate de la verificación o validación de un método (sea este analítico o de medición), y entendiéndose que la diferencia entre estas actividades consiste en la cantidad de parámetros sobre los cuales se evaluará el desempeño en términos de veracidad y precisión; resulta conveniente enmarcar que los supuestos estadísticos aplicados como planteamiento de hipótesis deberían ser evaluados con un nivel de significancia equivalente al de la expresión de la CMC, caso en el cuál de acuerdo a la indicación de **ILAC P14:09/2020**, esta debe ser expresada con un nivel de confianza de aproximadamente el **95%**.

Consideremos como factores comunes en cualquier esquema analítico o sistema de medición al menos la influencia del personal, el equipamiento y las acciones derivadas de su manipulación segura y las condiciones ambientales, cada uno de estos factores en términos de influencia sobre la expresión numérica resultante a su estudio, lo que otorga suficiente confianza hasta el tanto por ciento sobre el cuál se analizó, por lo que haber validado sobre un 95% de nivel de confianza imposibilita expresar resultados sobre servicios rutinarios de por ejemplo a un 95,45% de nivel de confianza.

En resumen, una expresión de **CMC** como un rango de medición (**4.2 de ILAC P14:09/2020**), que se supone representa los valores del subintervalo sobre los cuales se ha estimado la incertidumbre de medición más pequeña a la que el laboratorio puede llegar bajo condiciones normales de servicio; y que ya está contemplando factores comunes como el método y su uso previsto, debe ser validada y expresada con el mismo nivel de confianza que la incertidumbre de medición que representa.

4. VALIDACIÓN DEL MODELO MATEMÁTICO QUE MODELA LA RELACIÓN ENTRE LA INCERTIDUMBRE Y LOS VALORES DEL INTERVALO.

Después de haber garantizado la exactitud en la aplicación de un método; no tendría sentido dejar de lado la validación de su expresión numérica resultante por lo que centraremos el análisis siguiente en este marco de circunstancias.

³ Definición del diccionario de la real academia de la ingeniería. [2]

⁴ Tomada de ILAC P14:09/2020

4.1. Validación paramétrica de la expresión matemática.

En la mayoría de los casos suele adjudicarse un modelo paramétrico (Pearson), a la ecuación que representa los pares de datos sobre los cuales se pretende declarar una CMC respecto a un rango; quizás porque los softwares más comunes entregan por defecto dicho modelo cuando interpolamos; sin embargo, asumir un modelo paramétrico agrega riesgo a la expresión del estimado y, sin validación frente a la identificación de este mismo riesgo ante la posibilidad de que, en efecto, dicha ecuación no sea paramétrica, terminara también agregando sesgo al estimado, algo que, sin ambages contradice la definición de **CMC**.

Entonces, la validación del modelo matemático que represente los datos (en este caso las estimaciones propias de incertidumbre para cada subintervalo), es fundamental antes de su presentación declarada dentro de un alcance. Abarcaremos a continuación los requisitos que deben cumplirse en primera instancia para otorgar certeza de un modelo lineal paramétrico, a partir de:

- 1) Evaluar la correlación de los datos.
- 2) Encontrar la condición de distribución normal bivalente entre los subintervalos nominales del rango (x) y las incertidumbres estimadas sobre los mismos (y).
- 3) La validación del modelo matemático sobre el cuál se ha linealizado la expresión de los valores intermedios a interpolar.
- 4) Aprobar el supuesto de independencia entre los "y_{ajustados}" y los residuos.
- 5) Encontrar condición de distribución normal sobre los residuos resultantes del modelado.

Nota: en concordancia con el numeral 3 de este documento, se debe garantizar que los supuestos aplicados al cumplimiento de los 5 pasos antes descritos, garantiza al menos el nivel de confianza sobre el cuál se ha estimado la incertidumbre expandida, aproximadamente el 95% para el caso de una CMC tal como lo expresa **ILAC P14:09/2020**.

4.1.1. Correlación.

Si bien el coeficiente de determinación (R^2) es un estadístico que refleja la bondad de ajuste del modelo

a la variable que se pretende explicar, resulta importante garantizar que la correlación de los pares de datos que figuran el exploratorio niegue independencia.

La covarianza, nos permite saber cómo se comporta una variable en función de lo que hace la otra, y aunque mide la relación lineal entre dos variables y es similar a la correlación entre estas; difieren por cuanto los coeficientes de correlación están estandarizados mientras que los valores de covarianza no. Cuando se realiza el ejercicio completo (es decir obtenemos el coeficiente de determinación R^2 , la covarianza y el coeficiente de correlación, en este caso el de Pearson como modelo paramétrico), tenemos una visión general que por apreciación nos permite suponer si los datos se encuentran o no correlacionados, pero dicha práctica quedaría supeditada a la interpretación de quien realiza el análisis y por tanto podría percibirse de manera sutil con falta de objetividad, lo que bajo el esquema **ISO / IEC 17025:2017** se conoce como "imparcialidad".

Se hace necesario, por tanto, recurrir a la estadística para, por ejemplo, mediante un planteamiento de hipótesis con un nivel de significancia dado se establezca si existe o no evidencia objetiva para suponer dicha correlación, llegando a esta conclusión cualquier parte responsable del análisis de datos.

Considerando el estudio de la correlación de datos resultantes de la aplicación de un método validado o verificado, con la calibración del mejor dispositivo existente bajo condiciones habituales de servicio y las incertidumbres observadas para cada subintervalo como la capacidad de medición y calibración **CMC**, siendo los subintervalos nominales el eje independiente "x" y las incertidumbres de los mismos en el rango la representación del eje dependiente "y", tomando en cuenta el mismo nivel de confianza usado durante la validación o verificación del método; (para el ejemplo su supondrá un 95% N.C.), podríamos aplicar a partir del estadístico T el siguiente planteamiento de hipótesis:

H₀: Los grupos de datos son independientes
H_a: Los grupos de datos están correlacionados

NS: 0.05
NC: 95%

Estadístico T

$$T_o = \frac{|r|\sqrt{n-2}}{\sqrt{1-r^2}} \quad (1)$$

$$T_c = 1 - \frac{\alpha}{2}; n - 2 \quad (2)$$

Donde si $T_o > T_c$ Existirá evidencia suficiente para rechazar H_o y suponer que los grupos de datos están correlacionados.

4.1.2. Condición de distribución normal bivalente.

La normal bivariada es una distribución de un vector aleatorio de dos componentes (x e y), que encuentra muchas aplicaciones en distintas áreas de la metrología, para efectos prácticos de este trabajo técnico, nos enfocaremos en el cumplimiento del numeral 4.2 de la **política para expresión de la incertidumbre de medición en la calibración ILAC P14:09/2020**.

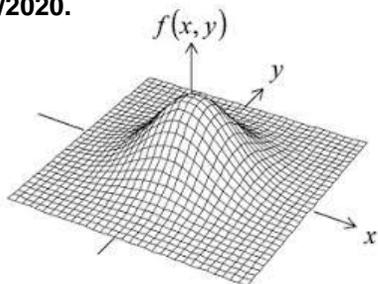


Figura 1. ⁵

Para entender esta distribución es necesario revisar varios conceptos; el primero de ellos es, qué elementos necesitamos para construir una condición de distribución normal bivariada, teniendo claro que se trata de una distribución de probabilidad estadística; luego, hay que describir la transformación que nos lleva a esta condición verificando la condición de densidades conjunta, para posteriormente hacer uso del teorema de la transformación para vectores aleatorios continuos para desarrollar dicha función de densidad conjunta. Al tratarse de un trabajo de aplicación práctica no detallaremos cada uno de estos aspectos, ya que se consideran ampliamente estudiados por la bibliografía convencional estadística y matemática, en cambio trabajaremos sobre su aplicación y planteamiento de hipótesis usando, por ejemplo, un software estadístico comercial como Minitab.

Será necesario entonces aplicar una prueba de normalidad a los datos de ambas variables (x e y), en este caso, considerando que “x” fueran por ejemplo

los valores nominales de un rango sobre los cuales se generan los subintervalos a interpolar y por otra parte considerando que “y”, fueran las incertidumbres de medida expandidas (N.S.= 0.05 y NC= 95%) dadas para el mejor dispositivo existente en servicios rutinarios de acuerdo a la disposición de **P14:09/2020**; y, para dicho efecto se recomienda utilizar por ejemplo la prueba de normalidad de **Anderson Darling**, aclarando que no es la única técnica validada para evaluar normalidad de una serie de datos.

Para cada caso (x e y) se trabajará con el siguiente planteamiento de hipótesis:

H_o: La serie de datos toma una función de densidad de probabilidad estadística normal.

H_a: La serie de datos toma una función de densidad de probabilidad estadística diferente a la normal.

NS: 0.05

NC: 95%

4.1.3. Validación del modelo matemático sobre el cuál se ha linealizado la expresión de los valores intermedios a interpolar. (Validación del método de regresión).

El rumbo que plantea el numeral 4.2 de la **política para expresión de la incertidumbre de medición en la calibración ILAC P14:09/2020**, refiere una expresión matemática que tome la forma **y=mx+b**, y un error común de los laboratorios que la usan para expresar su CMC para un rango sobre el cuál interpolar valores intermedios es no incluir la validación de dicho modelo matemático en su esquema analítico dado para el método; esto cobra sentido cuando reflexionamos sobre cuestiones como el esfuerzo que realizamos por garantizar veracidad y precisión en nuestros resultados de medición (exactitud), pero no validamos que los resultados obtenidos con la aplicación de dicho método y sus incertidumbres asociadas resulten coherentes con el modelo que propone la descripción del comportamiento linealizado del laboratorio bajo condiciones típicas de servicio.

Por esta razón es fundamental que se valide la función sobre la cuál los clientes resolverán la capacidad de medición y calibración del laboratorio cuando observen el alcance publicado; por lo que en lugar de ser nosotros quienes entreguemos dicho concepto basados en lo que observamos gráfica o numéricamente, permitamos que sea nuevamente la

⁵ Tomada de:

<http://matematicas.uam.es/~patricio.cifuentes/biologia/metodos/ME3.pdf>

estadística la que con planteamiento de hipótesis nos permita con el mismo nivel de confianza dado nos diga si es o no apropiado su uso, analicemos cómo:

Utilizando el estadístico de **Fisher** (en honor al científico inglés **Ronald Fisher**) tenemos:

H₀: El modelo matemático no describe el comportamiento de la serie de datos.

H_a: El modelo matemático describe el comportamiento de la serie de datos.

NS: 0.05

NC: 95%

$$F_o = \frac{SCE/1}{SCR/n-2} \quad (3)$$

$$F_c = Inv.F; gl_1; gl_2 \quad (4). \text{ (En Excel)}$$

Siendo **gl₁** = Grados de libertad de la regresión y, **gl₂** = Grados de libertad de los residuos.

Por tanto, si **F_o > F_c**, entonces habrá suficiente evidencia para rechazar H₀ y concluir que el modelo matemático si caracteriza la serie de datos.

Utilizando el **ANOVA** de regresión (que usualmente incluye la aplicación del estadístico de Fisher) tenemos que:

Si P_valor < 0.05 tendremos suficiente evidencia para rechazar H₀ y concluir que el modelo matemático si caracteriza la serie de datos.

4.1.4. Aprobar el supuesto de independencia entre los “y ajustados” y los residuos.

Este supuesto asume que los residuos no están auto correlacionados, es decir cuando el residuo en la predicción de un valor es afectado por el mismo residuo en la predicción del valor más cercano y por tanto un factor sumamente importante como entrada para asegurar que nuestro modelo matemático ya validado (método) no está siendo afectado de esta manera.

La comprobación de dicha independencia se realiza con el mismo estadístico y el mismo planteamiento de hipótesis del punto 4.1.1. de este documento.

4.1.5. Normalidad de residuos.

Al aplicar un test de normalidad (ejemplo Anderson Darling), debe existir suficiente evidencia para suponer que una función de densidad de probabilidad

estadística normal representa la distribución de los datos.

Nota: se seguirá el mismo planteamiento de hipótesis enmarcado en el numeral 4.1.2. de este documento.

4.1.5. Primera conclusión parcial.

La mayoría de veces, los laboratorios que deciden expresar su **CMC** acogiendo el numeral 4.2 de la **política para expresión de la incertidumbre de medición en la calibración ILAC P14:09/2020**, no solo no validan la ecuación resultante, sino que, asumen que esta tendrá una condición paramétrica, algo que, como vimos, solo puede demostrarse cumpliendo los cinco pasos anteriormente descritos. Adjudicar dicho comportamiento normal de los datos sin analizarlos en un error típico a la hora de expresar una ecuación lineal ya que dicha suposición agrega sesgo al resultado.

4.2. Validación no paramétrica de la expresión matemática.

Vamos a llamar una expresión matemática no paramétrica a toda ecuación lineal de la forma **y=mx+b** que no cumpla con uno o mas de uno de los cinco pasos mencionados antes, pero... ¿significa esto que no pueden representarte estos datos de acuerdo a los lineamientos del numeral 4.2 de la **política para expresión de la incertidumbre de medición en la calibración ILAC P14:09/2020**? La respuesta es no, pues lo que nos pide la política es que el laboratorio debe asegurarse de que dicha ecuación resultante es apropiada para interpolar los valores intermedios, pero ¿cómo aseguramos esta condición cuando la ecuación inicial no cumplió los requisitos para ser paramétrica? Lo veremos a continuación.

4.2.1. Correlación.

De nuevo, vamos a requerir que los datos estén correlacionados, esto con el fin de garantizar que “y” conserva dependencia del eje “x”, este último representando los subintervalos nominales respecto al alcance en la expresión de una CMC, para lo cual realizamos un planteamiento de hipótesis con el estadístico no paramétrico de Spearman en función de C (Young 1941), veamos:

$$C_o = 1 - \frac{6R}{n(n^2-1)} \quad (5)$$

Donde:

R = Rango obtenido a partir del cuadrado de las diferencias.

$$R = \sum_{i=1}^n d_i^2 \tag{6}$$

Por otra parte, el cálculo de las diferencias se realizará sobre las ordenadas de los ejes “x e y”.

Por otra parte, el C_c (C crítico), para la prueba de hipótesis lo obtenemos directamente de la tabla de Spearman para el nivel de significancia deseado, 0.05 en este caso para dar continuidad a ese 95% de nivel de confianza objeto de nuestro análisis general.

Por tanto, si $C_o > C_c$ entonces existirá evidencia suficiente para rechazar la hipótesis nula y considerar que hay correlación entre los grupos de datos.

Upper Critical Values of Spearman's Rank Correlation Coefficient R_s

Note: In the table below, the critical values give significance levels as close as possible to but not exceeding the nominal α .

n	Nominal α					
	0.10	0.05	0.025	0.01	0.005	0.001
4	1.000	1.000	-	-	-	-
5	0.800	0.900	1.000	1.000	-	-
6	0.657	0.829	0.886	0.943	1.000	-
7	0.571	0.714	0.786	0.893	0.929	1.000
8	0.524	0.643	0.738	0.833	0.881	0.952
9	0.483	0.600	0.700	0.783	0.833	0.917
10	0.455	0.564	0.648	0.745	0.794	0.879
11	0.427	0.536	0.618	0.709	0.755	0.845
12	0.406	0.503	0.587	0.678	0.727	0.818
13	0.385	0.484	0.560	0.648	0.703	0.791
14	0.367	0.464	0.538	0.626	0.679	0.771
15	0.354	0.446	0.521	0.604	0.654	0.750
16	0.341	0.429	0.503	0.582	0.635	0.729
17	0.328	0.414	0.488	0.566	0.618	0.711
18	0.317	0.401	0.472	0.550	0.600	0.692
19	0.309	0.391	0.460	0.535	0.584	0.675
20	0.299	0.380	0.447	0.522	0.570	0.662
21	0.292	0.370	0.436	0.509	0.556	0.647
22	0.284	0.361	0.425	0.497	0.544	0.633
23	0.278	0.353	0.416	0.486	0.532	0.621
24	0.271	0.344	0.407	0.476	0.521	0.609
25	0.265	0.337	0.398	0.466	0.511	0.597
26	0.259	0.331	0.390	0.457	0.501	0.586
27	0.255	0.324	0.383	0.449	0.492	0.576
28	0.250	0.318	0.375	0.441	0.483	0.567
29	0.245	0.312	0.368	0.433	0.475	0.558

Figura 2. ⁶

H_o : Los grupos de datos son independientes
 H_a : Los grupos de datos están correlacionados
NS: 0.05
NC: 95%

4.2.2. Validación del método de regresión no paramétrico

Aunque a esta instancia podríamos calcular la ecuación que represente los datos mediante un modelo lineal no paramétrico de la forma $y=mx+b$ si

⁶ Tomado de: <https://www.york.ac.uk/depts/math/spearmantables.pdf>

su validación no es conforme, perderíamos el tiempo invertido en dicho cálculo, por lo cual es recomendable que se realice la validación del modelo matemático mismo aún sin conocerlo en función de los datos correlacionados que ya conocemos.

El procedimiento para la validación del método de regresión no paramétrico, lo realizaremos con el estadístico z (William Sealy Gosset).

$$Z_{exp} = \frac{6R-n(n^2-1)}{n(n-1)} \tag{7}$$

$$Z_{1-\alpha/2} = \text{distr. norm. estand. inv}(NC) \tag{8}$$

H_o : El modelo matemático no describe el comportamiento de la serie de datos.
 H_a : El modelo matemático describe el comportamiento de la serie de datos.
NS: 0.05
NC: 95%

Si $Z_{exp} > Z_{teo}$ existirá suficiente evidencia para rechazar H_o y concluir que el modelo matemático no paramétrico que se calcule describe el comportamiento de los datos.

4.2.2. Cálculo del modelo matemático no paramétrico que represente los datos.

Dado que no podríamos apoyarnos en el planteamiento que realiza el esquema paramétrico de Pearson, recurriremos al modelo de Theil⁷ sobre el cuál se puede acudir a su esquema reducido o completo.

4.2.2.1. Modelo de Theil reducido.

Para el modelo de Theil reducido es necesario seguir los siguientes pasos:

a) Calcular las pendientes de los datos por conjunto par así:

$$m = \frac{\Delta y}{\Delta x} \tag{9}$$

Ejemplo, para 8 pares de datos se tendrán 4 pendientes.

b) Calcular la mediana de las pendientes halladas:

⁷ Theil, H. 1950. A rank-Invariant method of linear and polynomial regression analysis. Inederl. Akad. Wetensch. Proc. Ser. A.

$$Me_m = L_{i-1} + \frac{\frac{n}{2} - F_{i-1}}{f_i} \cdot a \quad (10)$$

Donde:

L_{i-1} = límite inferior del intervalo
 a = Amplitud del intervalo
 F_{i-1} = Frecuencia absoluta del intervalo
 n = Total de datos

c) Cálculo de los interceptos:

$$b = y - mx \quad (11)$$

d) Cálculo de la mediana de los interceptos usando Ecuación 10.

4.2.2.2. Modelo de Theil completo.

Para el modelo de Theil completo, es necesario seguir los siguientes pasos:

a) Calcular las pendientes para cada combinación de datos, aplicando la Ecuación 9.

Ejemplo, para 8 pares de datos se tendrán 28 pendientes, a partir de:

$$\#m = C_2^n \rightarrow C_2^8 = \frac{8!}{2!(8-2)!} \quad (12)$$

b) Calcular la mediana de las pendientes halladas aplicando la Ecuación 10.

c) Calcular los interceptos aplicando la Ecuación 11.

d) Calcular la mediana de los interceptos usando la Ecuación 10.

De esta forma se obtienen dos ecuaciones que siguen la forma $y=mx+b$ que cumplen con la condición planteada en el numeral 4.2 de la política para expresión de la incertidumbre de medición en la calibración ILAC P14:09/2020 pero que no siguen el típico modelo paramétrico de Pearson y que deben utilizarse cuando uno o varios de los cinco pasos mencionados en el numeral 4.1. de este documento.

4.2.2.3. Cálculo de R^2 y r para el modelo no paramétrico.

Para poder estimar el coeficiente de determinación en el modelo no paramétrico de Spearman Theil, se sigue la siguiente ecuación:

$$R^2 = 1 - \left[\frac{\text{mediana } |r_i|}{MAD(y_i)} \right] \quad (13)$$

Donde:

$|r_i|$ = valor absoluto de los residuos obtenidos como la diferencia entre los datos de " y_i " con los datos de " y_{aj} " así:

$$r_i = y - (mx + b) \quad (14)$$

MAD (Y_i)= Mediana de los valores absolutos de las diferencias entre cada uno de los valores y_i con la mediana de esos mismos y_i así:

$$MAD(y_i) = \text{mediana}\{|y_i - \text{mediana } y_i|\} \quad (15)$$

Por otra parte, para el coeficiente de correlación estaría dado por la raíz cuadrada del coeficiente de determinación.

$$r = \sqrt{R^2} \quad (16)$$

5. VALIDACIÓN DEL MODELO MATEMÁTICO PARA MODELADO NO LINEAL.

En ocasiones el comportamiento del sistema de medición en sus valores como incertidumbres estimadas para los subintervalos de medición del alcance no son representados por una recta, por lo que utilizar un polinomio de mayor grado pareciera ser una buena opción; sin embargo, se presenta el aparente obstáculo a la hora de utilizar el modelado de datos para interpolar (ver Nota del numeral 1), y acoger la expresión integrada en el numeral 4.2 de la política para expresión de la incertidumbre de medición en la calibración ILAC P14:09/2020 cuando leemos:

... "En este caso, un laboratorio de calibración debe asegurarse de que la interpolación lineal sea apropiada para encontrar la incertidumbre en valores intermedios."⁸

Pero ¿cómo podríamos utilizar un polinomio de mayor grado cuando el documento de referencia habla de un modelo de interpolación lineal? ¿acaso dicha escritura impide una expresión de CMC para un rango cuando este no está representado por una recta? La respuesta es que no, puesto que, si podemos utilizar un modelado diferente al lineal, pero debe estudiarse si este puede linealizarse y validarse antes de poderse utilizar.

⁸ ILAC P14:09/2020, 4.2. b) [1]

4. DISCUSIÓN.

a. Ventajas.

- Se ofrece evidencia objetiva sobre la seguridad de la aplicación del modelado que resulta en la función que relaciona las incertidumbres estimadas y el intervalo de trabajo, función que luego se ocuparía para interpolar los valores de incertidumbre que representan una capacidad de medición y calibración CMC, de acuerdo con lo expresado en el **numeral 4.2 de la política para expresión de la incertidumbre de medición en la calibración ILAC P14:09/2020.**
- Se minimiza el riesgo asociado a la adición de sesgo en la expresión de capacidad de medición y calibración de cada uno de los subintervalos que representan un alcance de acreditación.
- Otorga aseguramiento a la validez de los resultados de medición del laboratorio bajo condiciones rutinarias de servicio frente a los mejores estimados de incertidumbre del laboratorio.

b. Desventajas

- Supone mayor contenido analítico y costos asociados al mismo.

5. CONCLUSIONES

Los requisitos expresados en el estándar internacional **ISO/IEC 17025:2017** tocante a la selección, verificación y / o validación de los métodos, expresión de incertidumbre de medida y aseguramiento de la validez de resultados de medición; deben conservar una simbiosis en términos de análisis, nivel de confianza y dicción, por cuanto los resultados de medición más que su presentación misma conservan el ingrediente más importante de la metrología, a saber, la trazabilidad al Sistema Internacional de Unidades, que es lo que en definitiva estandariza los servicios ofrecidos por un laboratorio enmarcados con la exactitud (precisión + veracidad).

6. AGRADECIMIENTOS

La inspiración, desarrollo, revisión, evaluación y presentación de este trabajo supuso la contribución

de personas a quienes no solo admiro y respeto por su trayectoria profesional, sino que, han contribuido ampliamente a mi crecimiento profesional.

A ustedes dedico este trabajo y los comentarios que del mismo llegue a recibir por parte de colegas del medio.

- Msc. Manuel Enrique Blanco
- Ing. Alberto Enríquez Canseco
- Ing. Jans Wilches
- Fis. Ciro Alberto Sanchez

7. REFERENCIAS

- [1] ILAC P14:09/2020. ILAC Policy for Measurement Uncertainty in Calibration.
- [2] Diccionario de la real academia de la ingeniería. <http://www.raing.es/es>.
- [3] Probabilidad y estadística aplicada a la ingeniería. Douglas C Montgomery, universidad estatal de Arizona.
- [4] Introducción al análisis de regresión lineal. Douglas C Montgomery, universidad estatal de Arizona.
- [5] Regresión lineal. Santiago de la Fuente Fernández, universidad autónoma de Madrid.
- [6] Comparando maneras de estimar la incertidumbre de medición por interpolación, parte 2. Fis. Ciro Alberto Sanchez, https://www.researchgate.net/publication/335727859_COMPARANDO_MANERAS_DE_ESTIMAR_LA_INCERTIDUMBRE_DE_MEDICION_POR_INTERPOLACION PARTE 2 CORRIGENDUM

ON THE STATUS OF THE LETTER *R* AS IN METROLOGY AND UNCERTAINTY

Christian Bouchot, Dr.
Instituto Politécnico Nacional, ESIQIE
SEPI – ESIQIE – IPN. Edif. 8 3er piso, UPALM Zacatenco, C.P. 07738, CDMX
cbouchot@ipn.mx

Abstract: This paper reviews some of the interconnections and main characteristics of the set of publicly available and open source packages in the *R* language, with due regard to some tools available in other languages, that are currently used in metrology in the area of mathematics and statistics. The scope of these packages spans from the evaluation of uncertainties to inter-laboratory comparisons and meta-analysis through data processing, statistical analysis and numerical analysis. Some of the currently available, *R* based, web applications for metrology, namely UM, SEI and NICOB, are placed in the context of their connections with the *R* language. There is a reduced core of *R* packages that currently deals with basic methods for applications in metrology; these packages are identified and linked one another whenever it is possible.

1. INTRODUCTION

R [1] is a computer language and coherent environment with a particular orientation to probability and statistics. Its basis can be traced, among others, to the *S* language through the *MASS* package [2, 3] that stands for *Modern Applied Statistics with S*. The *R* language is currently one of the most used language for desktop and scientific applications in the area of data science (after *Python*, as reported in various Internet based ranking web sites - e.g. [IEEE spectrum](#) among others -) due to its clearly specific orientation to mathematical modeling and statistical data analysis.

This prominent usage is mostly due to the versatility of the language and its rather steep learning curve. This characteristic also makes this language *ad-hoc* for education purposes. For instance, a recent paper from [van der Veen & Cox \(2021\)](#) [4] shows, in a very didactic way, how to get "*started with uncertainty evaluation using the Monte Carlo method in R*", from scratch, i.e. by running some instructions from the immediately available basic *R* functions. However, metrologists may also want to access a large spectrum of functions and procedures that have been designed to address special topics in their areas. To address the latter, some very specialized packages may exist.

The purpose of this work is to first provide an insight into which languages are currently used by the metrology community for building applications for public use and laboratory practice. This topic is addressed in Section 2. Then, in Section 3, a brief summary of the main current developments is

provided with focus on the *R* language. Finally, in Section 4, a map of the currently available main metrology oriented *R* packages will be drawn and the prominent web applications for metrology, namely, the NIST's Uncertainty Machine (*UM*) [5] and Consensus Builder (*NICOB*) [6], and the CENAM's Sistema para Estimación de Incertidumbre (*SEI*) [7], will be contextualized in relation to *R*.

In the remaining part of this text, and for questions of editorial limits, not all the packages and programs that are cited or mentioned can be formally referenced. Instead, and when possible, the web links are provided.

2. COMPUTER LANGUAGES USED FOR APPLICATIONS IN METROLOGY

For open source applications and tools for analysis in metrology, the languages that are currently used are essentially *Matlab/Octave*, *Python* and *R*. In the case of *Matlab/Octave*, for example, the National Physical Laboratory (*NPL*), in the United Kingdom, provides the [MCMC](#) Software for Metrology Applications. This software provides tools as M-files (i.e. *Matlab* code text files) to deal with various aspects of the implementation and use of Bayesian statistics in the context of Markov Chain Monte Carlo simulations. Also from the *NPL* are available [NPLunc 101](#) and [NPLunc 102](#), a software that provides support to the *GUM* Supplement 1 [8] and Supplement 2 [9] respectively. The [ISOts](#) program, available from the *NPL* too, supports "*the ISO*

*Technical Specification (TS)" (ISO/TS 16949:2009 - withdrawn.) "Determination and use of straight-line calibration functions" according to the [website](#). The [LNE-MCM](#), available from the Laboratoire National d'Essais (LNE) in France, was developed in the *Matlab* language, however it is not an open source software. This *freeware* evaluates uncertainties by propagation of distributions according to the GUM Supplement 1 [8].*

The *Python* language is also commonly employed by the metrological community with, for example, [MetroloPy](#) from the National Research Council of Canada (NRC). This *Python3* package allows uncertainty propagation and units conversions tools for physical quantities with references to the GUM [10] and the U.S.A. National Institute of Standards and Technology (NIST) Special Publication 1038 [11], among others. The *Sandia Primary Standards Laboratory* has recently (2019 - 2022) released the [SUNCAL](#), a *Python* coded application and packages, for the propagation of uncertainty in multivariate multi output measurement models. Its main functionality makes it homologous to the NIST's Uncertainty Machine (UM) [5]. The *Measurement Standards Laboratory (MSL)*, in New Zealand, also released recently (2018 - 2022) the [GUM Tree Calculator](#) (GTC). The GTC is "a data processing tool with full support for uncertainty calculations involving real and complex quantities". Apart of some readily executable applications, the sources of the GTC can be used as both *Python3* or *R* modules. In the latter case, it only supports real numbers. Besides the above mentioned software, there is also a large variety of specific purpose academic packages, classes or functions, in the *Python* repositories. This software provides (usually) open source tools for many aspects of the propagation of uncertainties, in many fields of physics, such as: numerical or symbolic derivative evaluations, linear algebra, standard statistical procedures, tests and graphics. Many packages of these would be worth mentioning here and a detailed list will be made available as *supplementary material* on demand.

Focusing on *R*, this language is used for developing and making analysis and statistical methods available for the metrological community. The *R* language can be used for building analysis programs and also to learn methods in a practical way (see [4] for instance), testing and modeling data, or building interactive desktop or web based applications for metrologists. Such applications can

be accessed from NMIs such as the NIST in the USA, the Centro Nacional de Metrología (CENAM) in Mexico, the LNE in France or the *University Medical Center Hamburg-Eppendorf* in Germany, only mentioning some institutes who have published contributions strictly oriented to metrology in the Comprehensive *R* Archive Network ([CRAN](#)).

3. THE R LANGUAGE IN METROLOGY

The *CRAN* is a very large repository of whatever is published, maintained and updated, in relation with the *R* language. It currently offers 18592 (05/27/2022) packages. One of these packages; *pkgsearch* [12] was used to intend to filter those packages that have a direct link with metrology in the *CRAN*. When performing a keyword search through the function: `pkg_search('metrology')` from *pkgsearch*, 9 outcomes match the keyword. From these, *metRology* [13] is neatly the most relevant. The package *metRology* (yes, the "R" in this name stands for the *R* language) "Provides classes, calculation and plotting functions for metrology applications" [13]. This includes the estimation of uncertainty in measurements with due regard to the GUM and tools to perform basic and state of the art tests for inter-laboratory comparisons. It comes from a joint effort between the NIST in the USA and the LGC in the U.K. The package *metRology* was last updated on September 2018.

From the previous search results, the next most relevant package is *ATmet* [14], from the LNE in France. *ATmet* forms part of the outcomes of a joint research project within the European Metrology Research Program (EMRP) called "*Novel Mathematical and Statistical Approaches to Uncertainty Evaluation*" that has been developed between 2012 and 2015. The first versions of this EURAMET funded program were available in 2014 and the last actualization was in May 2020. Its name, *ATmet*, is an acronym for *Advanced Tools in metrology* and it mostly deals with sensibility analysis and statistical sampling methods for large measurement models in metrology and their analysis through Monte Carlo methods. *ATmet* is deeply related to the Bayesian statistics that currently underpin the tools and techniques that are used for propagation of uncertainties and value assignments as well in metrology.

The remaining results deal with very specific techniques, used in Bayesian statistics for instance,

or with specific areas such as mass metrology. By crossing keywords "uncertainty" and "measurement", through the `pkgsearch` command: `advanced_search('uncertainty AND measurement')`, 31 match are obtained in the CRAN. These results point out packages that are particularly designed for scientific areas such as weather, biomass, genetics, ecology, pure statistics, finance, computing or clinical trials among other topics. By filtering out of the CRAN those outcomes that deal most particularly with physical metrology, uncertainty measurements, building consensus values and performing meta-analyses, a query such as: `advanced_search('uncertainty, propagation, metrology, consensus')` provides 258 match including the previous outcomes. Finally, with the aim at preserving sufficient generality, a set of R packages was identified as relevant for the purpose of this paper and is reported in Table 1.

Table 1.: Selected R packages for metrology applications.

Package	Ref., Actualization date at 05/27/22
propagate	[15], 05/2018
uncertainty	[16], 05/2018
metafor	[17], 04/2022
meta	[18,19], 02/2022
gconsensus	[20], 09/2021

The packages *propagate* (University Medical Center Hamburg-Eppendorf, Germany), *uncertainty* and *gconsensus* (private, México), *metafor* (Faculty of Health, Medicine, and Life Sciences, Maastricht University, The Netherlands), *meta* (Institute for Medical Biometry and Statistics, Medical Center – University of Freiburg, Freiburg, Germany) are some of the most prominent efforts with a rather wide range of applications. Adding to these the already mentioned *ATmet* and *metRology*, there is currently a basic core of 7 packages that provide state of the art methods for direct applications in metrology or for building computer tools for metrology.

The package *propagate* [15] is dedicated to the treatment of the propagation of uncertainty. It offers insight into the results of Monte Carlo simulations with reference to the GUM Supplement 1 [8] and can fit and fully characterize the resulting distributions. The analytical GUM [10] method is extended to higher order approximations in the Taylor series of

the model as alternative propagation formulas to that of the first order LPU in the GUM.

The package called *uncertainty* [16] is clearly designed for metrologists and offers interesting functions to build uncertainty budgets for a given measurement model and propagate the uncertainty through it. The propagation of uncertainty is performed with due reference to the GUM and its supplements including first and second order approximations and Monte Carlo evaluation. It particularly focuses on the analysis of the contributions of the variables in the propagation of uncertainty.

The packages *meta* and *metafor* are related one another. As a matter of fact, *metafor* stands for *meta* for *R*. The package *metafor* [17] provides a large collection and up-to-date specialized functions and methods in order to support more general purpose packages such as *meta* [18, 19]. The latter is designed as a general framework that provides the standard methods used in meta analysis [19].

The support that provides package *metafor* to *meta* concerns essentially the estimations of between-study variance (sometimes called *dark uncertainty*), performing meta-regression and estimating generalized linear mixed models. These topic are currently widely discussed and used in relation with the concept of the so called *Decision Tree* [21] and with building consensus values in inter-laboratory comparisons [22].

The package *gconsensus* [20], as *meta* and *metafor*, offers a consistent state-of-the-art set of functions and methods, based on accepted standards, in order to build consensus values in the analysis of inter-laboratory or key comparisons in metrology.

The above mentioned packages are low level packages. They can be invoked within R scripts as libraries (for example `library(metafor)`), allowing the use of their own functions, procedures and graphical primitives. These packages are independent of each other but may provide distinct implementations of the standard methods which can be very interesting for the students of these topics as for professionals.

4. THE CURRENT MAP OF METROLOGY WITH R

In this section, the mentioned *R* packages and currently available applications will be linked in the context of metrology. The methodology consists in generating the general dependency graphs by means of the package [miniCRAN](#). This usually results in very complex network of inter-dependencies but a few cases are really simple. When this is not the case, either dependencies or requirements were simplified by means of "wild cards" such as "R..." or "etc..." meaning respectively: some other packages related with *R* basis or some other packages for general purpose.

As other interpreted object-oriented programming language, *R* is very efficient at building objects from objects. In the wide areas of metrology concerns, many objects, with very specific purposes, can be necessary for practical laboratory analysis, determination of uncertainties in measurements, assignment of values and meta analysis among other activities and practices. These requirements may be bounded to the following classes: *statistical methods*, *numerical methods* and *graphical methods*.

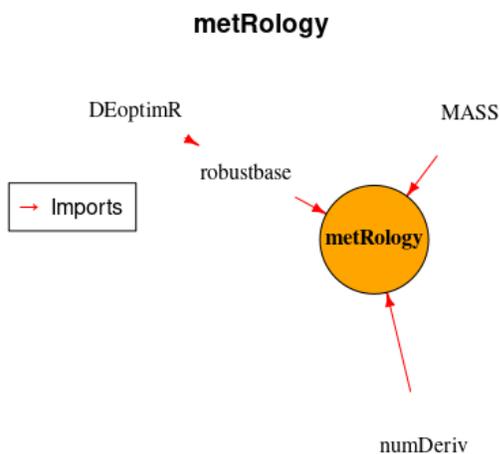


Fig. 1.: The dependency tree for the package *metRology* from *miniCRAN::pkgDep()*.

An example of this is obtained for the, already described, *metRology* package [7]. Its dependency graph, in Figure 1, shows that it is an autonomous package that only requires (imports) and relies on three main packages. The requirements are the already mentioned basic *MASS* package, the *numDeriv* package, that provides updated (as for 2016) numerical derivation methods (e.g. for

gradient and Hessian evaluations), and on the robust statistical methods implemented in *robustbase*. The latter, as *MASS*, also provides standard plotting methods and primitives for a wide range of applications.

Directly imported packages may also require additional resources as it is the case in Figure 1 for *robustbase*. The package *DEoptimR* is imported for use in some of the functions provided by *robustbase*. For instance, the *robustbase* function *nlob()*, that is used for fitting nonlinear regression models by means of robust methods, requires methods for differential evolution optimization that are implemented in *DEoptimR*. This chain of dependencies propagates into *metRology* even when its own functions do not make a direct use of *nlob()*. In the case of *metRology*, *MASS* pertains to both the *statistical methods* and *graphical methods* classes, and *numDeriv* would pertain to the *numerical methods* class.

The analysis in Figure 1 was repeated for the 7 packages that were identified as the basic core for metrology with *R*. Not all the analysis of this kind result in simple graphs as in the case of Figure 1. In some cases the dependencies and importation links must be compacted, as explained above, in "R..." blocks or "etc..." blocks. The results can be observed in Figure 2.a and 2.b.

Figure 2 intends to show how the *R* language is involved in metrology. From left to right the dashed lines indicate dependencies between packages and continuous arrows depicts direct importations of necessary packages. Names in rectangles refer to *R* packages that are linked to the identified metrology related packages. These metrology related packages are those, previously mentioned, which names are located in parallelograms.

R is the full language at the left of the map. Any dependencies will converge to *R*, except some external tools, such as *MINPACK* or *JAGS*, that will require wrappers such as *minpack.lm* or *R2jags* respectively, in order to be usable in some *R* programs. They are standalone packages that offer specific interfaces to some relevant external functions. In the particular case of *propagate*, it uses the standard *MINPACK* libraries for model fitting purposes where an interface to the Levenberg - Marquardt algorithm for non linear least square problems is required.

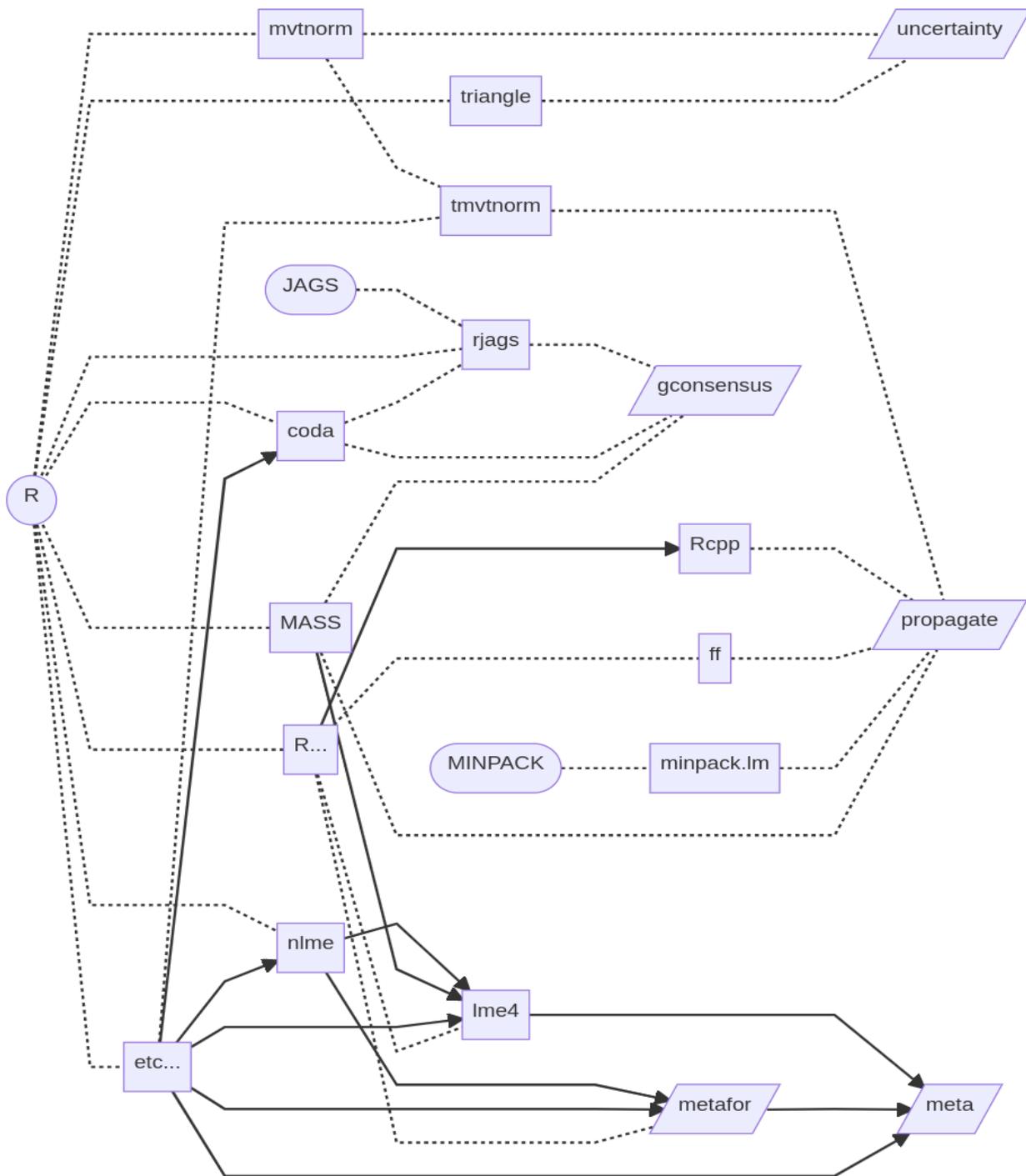


Fig. 2.a: Metrology oriented packages in *R* and their interrelations: *uncertainty*, *propagate*, *meta* and *metafor*, *gconsensus*, - - - - : Dependencies, ---->: Importation.

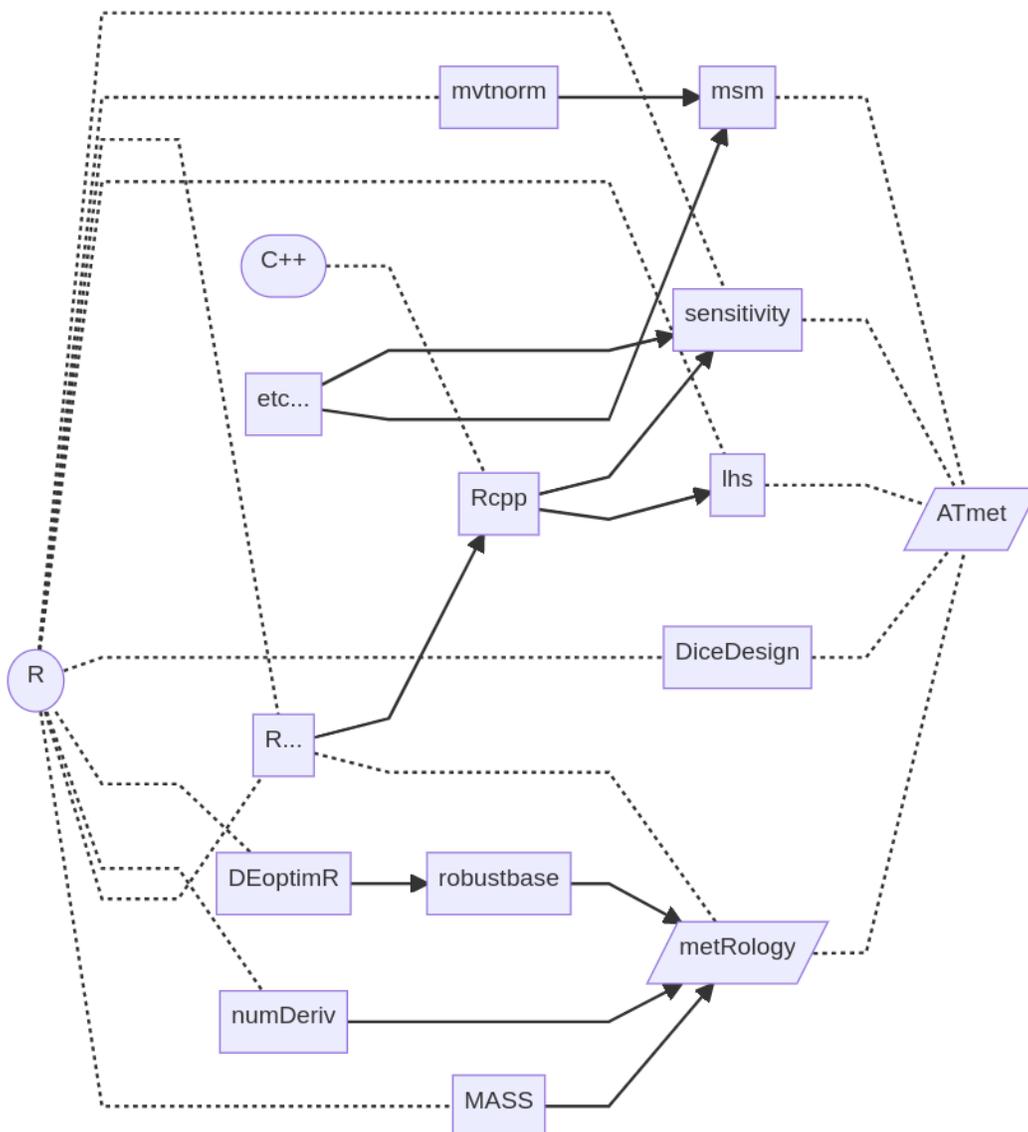


Fig. 2.b: Metrology oriented packages in R and their interrelations: *ATmet* and *metRology*,
 - - - - : Dependencies, - - -> : Importation.

Other external program or language interfaces are required for example in *gconsensus* where JAGS (a Gibbs sampler used for some Bayesian statistics methods) is used through *rjags* or, in *ATmet*, where an interface with C++ is needed by the Latin Hypercube Sampler: *lhs*, it implements.

It is not possible to describe every involved package here, even in this very reduced map. However, a fairly useful command can be used in any R console in order to get access to the manual of any package: `help(package='name_of_the_package')`. It is clear from Figure 2, that *uncertainty*, *propagate*, and

metRology are independent. The first two are only linked through the way they treat Multivariate Normal and Student's t-Distribution, which makes sense in the context of the GUM framework shared by both packages. The package *meta* requires *metafor*, as noted before, and both are independent of *gconsensus*. In both cases the packages rely on different implementations of the methods they employ for common or similar purposes.

Figure 2.b shows that *ATmet* depends on *metRology*. This means that *ATmet* extends the scope of *metRology*. In this case, it extends

methods to perform both sensitivity analysis and Monte Carlo simulations as far as the Bayesian treatments are concerned.

The packages identified in Figure 2 are all low level *R* packages that actually points to specific tasks. This network also allows to build quite sophisticated applications such as the (well) known NIST's [Uncertainty Machine \(UM\)](#) [5], the NIST's [Consensus Builder \(NICOB\)](#) [6] or the CENAM's [Sistema para Estimación de Incertidumbre \(SEI\)](#) [7].

For example, The NIST's *NICOB* is a [shiny](#) application (interactive desktop or web based application framework in *R*) that relies partly on *metafor*. The package *metafor* in *NICOB* provides, for instance, the DerSimonian and Laird method for fitting the random effects model in the context of meta-analysis, in KCRV for example, through its function *rma()*. *NICOB* also makes use of [mixtools](#), in what concerns the analysis of finite mixture models, and [R2jags](#) for all that concerns Monte Carlo and involved Bayesian procedures. The latter is a wrapper for *R* to the JAGS (a(nother) Gibbs sampler) an open source software written in C. Please note that JAGS is also involved in *gconsensus* as shown in Figure 2.a.

The NIST's *UM* is currently a web based *javascript* application designed on top of core routines in *R*. It addresses, such as the *metRology::GUM()* function, *uncertainty* or *propagate*, the propagation of uncertainty in measurements according to the GUM [8, 9, 10]. The internal *R* procedures in *UM* are rather independent of the mentioned packages. However, some common *R* packages are required such as *triangle* (triangular distribution functions also involved in *uncertainty*), *mvtnorm* (multivariate normal or Student's t distribution functions) or *sn* (skewed normal distribution functions). These dependencies allow some particular specifications of probability distribution functions. One more common package is *numDeriv* (also involved as a dependency in *metRology*) used to provide the necessary numerical derivation methods for the implementation of analytical propagation formulas in the GUM context.

The CENAM's *SEI*, although it is currently experimental, is quite similar to *UM* in its objectives but aims at offering more versatility than *UM*. It will propagate uncertainties in multivariate models according to the GUM and its supplements,

including second order approximations in the LPU, and allows fine tuning of certain GUM concepts in relation with the Monte Carlo method. For instance it allows the possibility to select three type of coverage intervals, the type of evaluation of the coverage factor and offers different views or the model sensibility chart. All this seems to be done through embedded *shiny* applications in javascript formats. *SEI* is partially open-sourced, however, the core reference *R* package in *SEI* seems to be the above mentioned *uncertainty* package.

5. CONCLUSIONS

As it can be seen, there is a great richness in the *R* implementation of methods used in metrology for both the propagation of uncertainty (and its many aspects) and the domain of meta - analysis for inter-comparisons or key comparisons. This richness comes from a great diversity of tools but also from various efforts around the world that aim at providing different ways to solve the same type of problems. This enriches the science of measurements because it allows comparisons and cross validations for a better understanding of the, by the way difficult, topics versed here.

The *R* language can not only ease, or help with, rigorous statistical analysis and modeling in general, but also for learning and process mathematical and modeling analysis for metrology. On one hand, very specialized functions can be used for both professional practice and academic studies of the principles and bases. On the other hand, interactive applications can provide a smooth access to difficult topics that can be verified or validated *a posteriori*. It is clear, from Figure 2 and the links pointed out for the available web based applications, that everything refers to the same language but different experiences. The results provided by, say, *UM*, may be reproducible by the direct use of *uncertai.....nty* or *metRology*. This is virtuous.

ACKNOWLEDGMENTS

The author thanks gratefully the Instituto Politécnico Nacional of México for his funding of annual research projects SIP20201865, 20211390, 20221313, all of them experimental studies, that could give rise to this kind of analysis as part of laboratory activities.

REFERENCES

- [1] R Core Team (2014). R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria. URL <http://www.R-project.org/>. (06/20/22)
- [2] B. Ripley, B. Venables, D. M. Bates, K. Hornik, A. Gebhardt, and D. Firth. MASS: Support Functions and Datasets for Venables and Ripley MASS, 2019. R package version 7.3-51.4.
- [3] W. N. Venables and B. D. Ripley. Modern Applied Statistics with S. Springer, New York, fourth edition, 2002. ISBN 0-387-95457-0.
- [4] Veen, A.M.H.v.d., Cox, M.G. Getting started with uncertainty evaluation using the Monte Carlo method in R. *Accred Qual Assur* 26, 129–141 (2021). DOI: <https://doi.org/10.1007/s00769-021-01469-5>
- [5] T. Lafarge and A. Possolo (2015) "The NIST Uncertainty Machine", *NCSLI Measure Journal of Measurement Science*, volume 10, number 3 (September), pages 20-27.
- [6] A. Koepke, T. Lafarge, A. Possolo, B. Toman. [NIST Consensus Builder User's Manual](#). V1.4. NIST U. S. Department of Commerce, 2020.
- [7] Gasca Aragon, Hugo (2018). [Sistema para Estimación de Incertidumbre](#), Centro Nacional de Metrología, Queretaro, Mexico.
- [8] IUPAP BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC and OIML. Evaluation of Measurement Data - Supplement 1 to the "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement" - Propagation of distributions using a Monte Carlo method; Joint Committee for Guides in Metrology, JCGM 101:2008, 2008.
- [9] IUPAP BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC and OIML. Evaluation of measurement data – Supplement 2 to the "Guide to the expression of uncertainty in measurement" – Extension to any number of output quantities; Joint Committee for Guides in Metrology, JCGM 102:2011, 2011.
- [10] IUPAP BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC and OIML. Evaluation of Measurement Data—Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. Geneva: International Organization for Standardization, Joint Committee for Guides in Metrology, JCGM 100:2008, 2008.
- [11] K. Butcher, L. Crown and E. J. Gentry. National Institute of Standards and Technology Special Publications 1038: The International System of Units (SI) - Conversion Factors for General Use. Natl. Inst. Stand. Technol. Spec. Pub. 1038, 24 pages (May 2006)
- [12] G. Csárdi and M. Salmon. [pkgsearch](#): Search and Query CRAN R Packages. 2022. R package version 3.1.0.
- [13] S. L. R. Ellison. [metRology](#): Support for Metrological Applications, 2018. R package version 0.9-28-1.
- [14] Severine Demeyer and Alexandre Allard and with contributions from Bertrand looss. [Atmet](#): Advanced Tools for Metrology, 2020. R package version 1.2.1
- [15] Andrej-Nikolai Spiess. [propagate](#): Propagation of Uncertainty. 2018. R package version 1.0-6.
- [16] Hugo Gasca-Aragon, [uncertainty](#): Uncertainty Estimation and Contribution Analysis, 2018. R package version 0.2.0.
- [17] Viechtbauer, W.: Conducting meta-analyses in R with the [metafor](#) package. *J. Stat. Softw.* 36(3), 1–48 (2010).
- [18] Balduzzi S, Rücker G, Schwarzer G (2019). "How to perform a meta-analysis with R: a practical tutorial." *Evidence-Based Mental Health*, 153–160. DOI: 10.1136/ebmental-2019-300117.
- [19] G. Schwarzer, J. R. Carpenter, G. Rücker. *Meta-Analysis with R. Series Use R!*. Springer (2015) DOI:<https://doi.org/10.1007/978-3-319-21416-0>
- [20] H. Gasca-Aragon. [gconsensus](#): Consensus Value Constructor, 2021. R package version 0.3.1.
- [21] A. Possolo, A. Koepke, D. Newton, and M. R. Winchester. Decision Tree for Key Comparisons. Volume 126, Article No. 126007 (2021) <https://doi.org/10.6028/jres.126.007>
- [22] Possolo, A. Solution to interlaboratory consensus building challenge. *Anal. Bioanal. Chem.* 413, 3–5 (2021). <https://doi.org/10.1007/s00216-020-03053-1>

SISTEMA DE CERTIFICACIÓN DE INSTRUMENTOS DE MEDIDA DE LA OIML

Luis Font Ávila, Evaluador Líder del SC-OIML
fontavila@gmail.com

Resumen: En 1991, la Organización Internacional de Metrología Legal (OIML) introdujo el Sistema de Certificado Básico OIML para instrumentos de medición, posteriormente en el 2005 se implementa el Acuerdo de Aceptación Mutua con el objetivo de aumentar la confianza de los Certificados e Informes OIML de evaluación de modelo. El CIML en el año 2013 promovió una revisión del funcionamiento de estos mecanismos, que se tradujo en la aprobación en el 2016 de las bases del Sistema de Certificación OIML (SC-OIML) vigente desde el 1 de enero del 2018. El objetivo del presente artículo es promover dicho sistema de certificación OIML.

1. INTRODUCCIÓN

La Organización Internacional de Metrología Legal (OIML), fundada en Francia el 12 de octubre de 1955, es considerada un "organismo internacional de normalización" en el sentido del Acuerdo sobre Obstáculos Técnicos al Comercio (OTC) de la Organización Mundial del Comercio. Por lo tanto, las publicaciones de la OIML deben ser aplicadas, cuando proceda, por todos los signatarios del Acuerdo de OTC al elaborar reglamentos técnicos, en aplicación del artículo 2.4 de dicho Acuerdo.

La misión de la OIML es permitir que las economías establezcan infraestructuras de metrología legal eficaces, compatibles entre sí y reconocidas internacionalmente, para todos los ámbitos en los que los gobiernos asumen la responsabilidad, como los que facilitan el comercio, establecen la confianza mutua y armonizan el nivel de protección del consumidor en todo el mundo.

Dentro de los objetivos de esta organización se encuentra el desarrollo y publicación de recomendaciones OIML, las cuales son modelos de reglamentos técnicos y proporcionan los requisitos metrológicos y técnicos, los procedimientos de ensayo y los formatos de informes comunes para diferentes categorías de instrumentos de medición. Así, por ejemplo, la mayoría de los países han implementado la recomendación internacional de la OIML R 76-1 Non-automatic weighing instruments. Part 1: Metrological and technical requirements –

Tests como base para el desarrollo de sus reglamentaciones relativas a los instrumentos de pesar de funcionamiento no automático.

Recordemos que la OIML centra su labor en aquellos instrumentos de medida que se emplean mayoritariamente en metrología legal o están involucrados en este campo de la metrología. Una de las tareas primordiales en relación con estos instrumentos es su aprobación de modelo, con el propósito de asegurar que en su verificación inicial y posterior satisfagan los requisitos de las reglamentaciones nacionales aplicables.

La aprobación de modelo es una decisión de relevancia legal, basada en la revisión del informe de evaluación de modelo, de que el modelo de un instrumento de medición cumple con los requisitos legales relevantes y da como resultado la emisión de un certificado de aprobación de modelo.

Las autoridades nacionales en el campo de la metrología legal, mayoritariamente a través de disposiciones legales, establece los requerimientos particulares para la aprobación de modelo.

2. INTRODUCCIÓN AL SISTEMA DE CERTIFICACIÓN OIML

El Sistema de Certificación OIML, SC-OIML, es un sistema voluntario para la emisión, registro y uso de Certificados OIML y sus correspondientes informes OIML de ensayo y evaluación de modelo para modelos de instrumentos de medición, basados en los

requisitos de las Recomendaciones de la OIML. El sistema comprende dos esquemas, el Esquema A y el Esquema B.

El SC-OIML está clasificado en el Esquema 1a de acuerdo con las definiciones de la norma ISO/IEC 17067 y requiere una evaluación de modelo de una(s) muestra (s) representativa (s) de instrumentos de medición. Sin embargo, debe tenerse en cuenta que la evaluación de modelo realizada dentro del SC-OIML no incluye una evaluación formal para establecer la representatividad de la muestra en comparación con el grupo más grande de instrumentos de medición que se pretende caracterizar.

El objetivo del SC-OIML es facilitar, acelerar y armonizar el trabajo de los organismos nacionales y regionales que son responsables de la evaluación y la aprobación de modelo de instrumentos de medición sujetos a control metrológico legal. De la misma manera, los fabricantes de instrumentos, que deben obtener la aprobación de modelo en algunos países en los que desean vender sus productos, se beneficiarán del SC-OIML, ya que proporcionará evidencia de que su modelo de instrumento cumple con los requisitos de la(s) Recomendación(es) OIML correspondiente(s).

3. ESTRUCTURA DEL SC-OIML

El sistema de certificación de la OIML está conformado por:

a) Comité de Gestión (CG).

El Comité de Gestión es el responsable del funcionamiento del SC-OIML bajo la autoridad del CIML.

b) Comité de Revisión, el cual es un subcomité del CG.

El Comité de Revisión (RC) es un subcomité del Comité de Gestión responsable de brindar recomendaciones al Comité de Gestión sobre la aprobación, el rechazo o la suspensión de las Autoridades Emisoras OIML y los Laboratorios de Ensayos. También es responsable de proporcionar recomendaciones al Comité de Gestión sobre la aceptación o el rechazo de los Expertos en Metrología Legal y de los Expertos en Sistemas de Gestión.

c) EL Fórum de Laboratorios de Ensayos.

El Fórum de Laboratorios de Ensayos está compuesto por representantes de los Laboratorios de Ensayos que participan en el SC-OIML. Además, los expertos en metrología legal también pueden participar en el Fórum de Laboratorios de Ensayos. El objetivo del Fórum de Laboratorios de Ensayos es promover el intercambio de experiencias entre las personas que ejecutan los ensayos de los instrumentos de medición en los Laboratorios de Ensayos de las Autoridades Emisoras OIML participantes, con el objetivo de armonizar la aplicación y mejora continua y actualización de las correspondientes recomendaciones de la OIML.

d) Sala de Apelaciones.

La Sala de Apelaciones es independiente del Comité de Gestión. Una de sus tareas clave es gestionar las apelaciones contra las decisiones del Comité de Gestión relacionadas con la participación en el SC-OIML. Otra tarea clave para la sala es recomendar soluciones a cualquier otra disputa que se le someta con respecto a la aplicación de las reglas del SC-OIML.

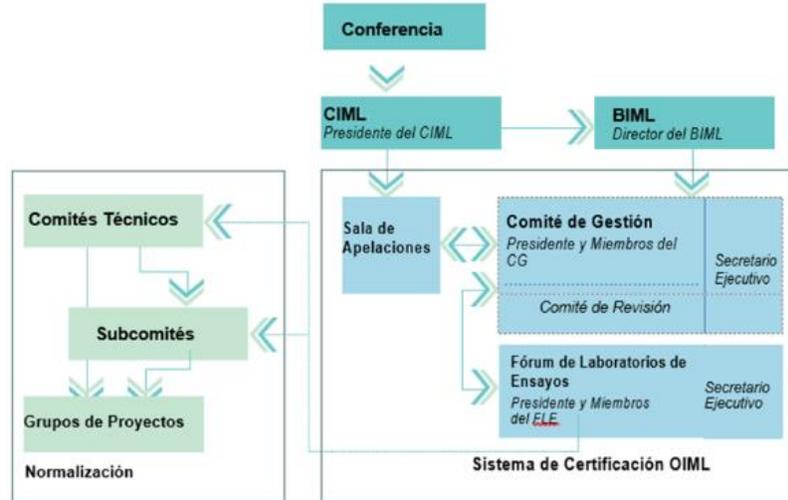


Figura 1. Estructura del Sistema de Certificación de la OIML (OIML B 18)

4. PARTICIPACIÓN EN EL SC-OIML

El SC-OIML es un sistema voluntario. Los estados miembros de la OIML y los miembros corresponsales son libres de participar firmando una Declaración que los compromete a cumplir con las reglas del SC-OIML establecidas en la publicación de la OIML B 18. Los signatarios aceptan y utilizan voluntariamente los informes de ensayo y evaluación de modelo OIML, cuando están asociados con un Certificado OIML emitido por una Autoridad Emisora OIML, para la aprobación o el reconocimiento de modelo dentro de sus sistemas de control de metrología legal nacionales o regionales.

Un fabricante de cualquier país, o su representante autorizado, puede solicitar la evaluación de modelo y un Certificado OIML emitido por una Autoridad Emisora OIML designada en cualquier Estado Miembro de la OIML que participe en el SC-OIML. Asimismo, cualquier Certificado OIML y / o su informe de evaluación de modelo OIML asociado pueden ser aceptados y utilizados por cualquier autoridad emisora u organismo nacional responsable en cualquier país.

5. AUTORIDADES EMISORAS DE CERTIFICADOS OIML

Una Autoridad Emisora OIML es un organismo de certificación de un Estado Miembro de la OIML que emite Certificados

OIML y los correspondientes informes de evaluación de modelo OIML asociados de acuerdo con el Esquema A (Acreditación o evaluación por pares) o el Esquema B (Autodeclaración).

La participación de las Autoridades Emisoras OIML en el SC-OIML está sujeta a la aprobación del CG. Un Estado Miembro de la OIML puede tener más de una Autoridad Emisora OIML en su país.

Cada Autoridad Emisora OIML puede a su vez designar a uno o más Laboratorios de Ensayos asociados los cuales son los responsables de la ejecución de las pruebas conforme a la recomendación aplicable de la OIML.

La participación de un Laboratorio de Ensayos en el SC-OIML está sujeta a la aprobación del CG. Un Laboratorio de Ensayos puede ser:

- a) Un laboratorio de ensayos interno de una Autoridad Emisora OIML,
- b) Un laboratorio de ensayos de tercera parte (por ejemplo, un laboratorio privado o un laboratorio del INM), o
- c) Un laboratorio de ensayos de un fabricante.

Los laboratorios de ensayos no están obligados a firmar la declaración del SC-OIML ya que participan bajo la responsabilidad de la Autoridad Emisora correspondiente. En el

contexto del SC-OIML un laboratorio de calibración que lleva a cabo la totalidad o una parte de las pruebas requeridas para la aprobación de modelo también se denomina laboratorio de ensayo.

6. DOCUMENTOS DEL SC-OIML

El SC-OIML es un sistema documentado de gestión aplicable a la aprobación de modelos de los instrumentos de medida. Dicho sistema debe ser documentado considerando las disposiciones establecidas por la OIML, las cuales se encuentran disponibles en su página web. Entre los documentos del SC-OIML se encuentran los siguientes:

- a) Documentos de Gobierno del SC OIML.
- b) Formatos de Solicitud.
- c) Formatos del SC OIML.
- d) Guías.
- e) Procedimientos de evaluación conjunta (OIML-ILAC, OIML – IAF).
- f) Documentos de aplicación de las normas ISO/IEC 17025 e ISO/IEC 17065 (OIML D 30 y OIML D 32) en el campo de la metrología legal.
- g) Recomendación de la OIML del instrumento de medición incluido en el SC-OIML según corresponda.

Deben considerarse además aquellas disposiciones nacionales que rigen la metrología legal, en especial lo referido a la aprobación de modelos de instrumentos de medida.

7. NORMAS DE EVALUACIÓN DE LA CONFORMIDAD APLICABLES.

Como se estableció anteriormente el SC-OIML es un Sistema de Gestión documentado para emitir certificados OIML basados en las pruebas realizadas a los instrumentos de medida. Para documentar el sistema de gestión de la autoridad emisora o del laboratorio de ensayos respectivamente además de los propios documentos emanados por la OIML, las siguientes dos normas publicadas por el comité de evaluación de la conformidad de la ISO (CASCO) son de uso obligatorio según aplique:

- a) Para las autoridades emisoras. ISO/IEC 17065: 2012 Evaluación de la Conformidad — Requisitos para las organizaciones que certifican productos, procesos y servicios.
- b) Para los laboratorios de ensayo. ISO/IEC 17025: 2017 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración.

En los documentos de la OIML que se enuncian a continuación se suministran orientaciones particulares relativas al campo específico de la metrología legal:

- a) OIML D 30: 2020 Guide for the application of ISO/IEC 17025 to the assessment of Testing Laboratories involved in legal metrology.
- b) OIML D 32: 2018 Guide for the application of ISO/IEC 17065 to assessment of certification bodies in legal metrology.

8. REQUISITOS PARA CONVERTIRSE EN UNA AUTORIDAD EMISORA OIML Y EN UN LABORATORIO DE ENSAYO

Como se señaló en la introducción al SC-OIML en la actualidad el sistema cuenta con dos esquemas de participación A y B.

Los requisitos para la participación de las Autoridades Emisoras OIML y sus Laboratorios de Ensayos asociados en el Esquema A o el Esquema B son los mismos. Las Autoridades Emisoras OIML deben demostrar el cumplimiento de los requisitos aplicables de la norma ISO/IEC 17065 y los Laboratorios de Ensayos deben demostrar el cumplimiento de los requisitos aplicables de la norma ISO/IEC 17025.

El método utilizado para demostrar el cumplimiento bajo ambos esquemas es diferente.

Esquema A. El cumplimiento debe demostrarse mediante la acreditación o evaluación por pares.

Esquema B. El cumplimiento se demuestra sobre la base de una autodeclaración, con evidencias de apoyo adicionales.

La participación de las Autoridades Emisoras OIML y sus Laboratorios de Ensayos en el SC-OIML (en el Esquema A y el Esquema B) se establece mediante un proceso de evaluación por pares realizado por miembros del CG.

En la actualidad solo los instrumentos que corresponden a la recomendación internacional OIML R 150 se encuentran bajo el esquema B, siendo la fecha límite para la transición al esquema A el 1 de enero del 2023.

9. USUARIOS DEL SISTEMA DE CERTIFICACIÓN

Un Usuario es una Autoridad Emisora u organismo nacional responsable de un Estado Miembro de la OIML que utiliza y acepta los Certificados OIML y / o informes de evaluación de modelo OIML emitidos según el Esquema A o el Esquema B como base para emitir una aprobación de modelo nacional o regional. También los miembros corresponsales de la OIML que se hayan adherido al sistema hacen uso pleno de los Certificados OIML.

10. INSTRUMENTOS INCLUIDOS EN EL ALCANCE DEL SC-OIML

A continuación, se listan los instrumentos de medida con su correspondiente recomendación OIML incluidos en el alcance del SC-OIML.

Categoría de Instrumento de Medición
R 21 Taxímetros
R 35 Medidas materializadas de longitud para uso general
R 46 Medidores de energía eléctrica activos
R 49 Contadores de Agua
R 50 Instrumentos de pesaje automáticos de totalización continua (básculas de banda).
R 51 Básculas de Captura Automáticas
R 58 Medidores del Nivel de Sonido
R 59 Medidores de humedad para cereales y semillas oleaginosas
R 60 Celdas de Carga
R 61 Instrumentos automáticos de llenado

Categoría de Instrumento de Medición
gravimétrico
R 75 Medidores de Calor
R 76 Instrumentos de Pesaje de Funcionamiento No Automático
R 81 Líquidos Criogénicos
R 85 Medidores automáticos de nivel para la medición de nivel de líquidos en tanques fijos de almacenamiento.
R 88 Sonómetro integrador-promediador
R 93 Focímetro
R 99 Instrumentos para medir las emisiones de los vehículos
R 102 Calibradores de sonido
R 104 Audiómetros de tono puro
R 106 Puentes de pesaje automáticos para ferrocarriles
R 107 Pesaje automático de totalización discontinua (pesadoras de tolva totalizadoras)
R 110 Balanzas de presión
R 117 Sistemas dinámicos de medición para líquidos diferentes al agua
R 122 Audiometría del habla
R 126 Alcoholímetros probatorios
R 128 Ergómetros para el trabajo con manivela de pie
R 129 Instrumentos de medición multidimensional
R 133 Termómetros de Líquido en Vidrio
R 134 Instrumentos automáticos para el pesaje de vehículos de carretera en movimiento y medir las cargas por eje
R 136 Instrumentos para medir las áreas de las pieles
R 137 Contadores de gas
R 139 Sistemas de medición de combustibles gaseosos comprimidos para vehículos.
R 143 Medición continua de SO2 en emisiones de fuentes estacionarias
R 144 Medición continua de CO, NOx en emisiones de fuentes estacionarias
R 145 Instrumentos oftálmicos: tonómetros de impresión y aplanación
R 146 Instrumentos de medición de proteínas para cereales y semillas

Categoría de Instrumento de Medición
oleaginosas
R 148 Esfigmomanómetros No Invasivos No automáticos
R 149 Esfigmomanómetros No Invasivos automáticos
R 150 Instrumentos de pesaje automáticos de totalización continua del tipo de tolva

11. CONCLUSIONES

El sistema de certificación OIML proporciona a los países donde no se encuentran disponibles capacidades de ensayo o insuficiente desarrollo metrológico, en un campo de una recomendación OIML en particular, una solución viable para poder contar con un mecanismo de aprobación de modelo nacional. También asegura a los fabricantes de instrumentos que deben obtener la aprobación de modelo de estos un mecanismo internacionalmente, evitando así la duplicación de ensayos de aprobación de modelo en diferentes países.

Uno de los retos de la OIML es mantener la actualización continua de las recomendaciones internacionales que contienen los requisitos técnicos para el sistema de certificación. Lo anterior depende de la participación de los miembros plenos y corresponsales de la OIML en el trabajo de los subcomités de la OIML y la apropiada adopción por los países miembros de estos documentos actualizados como normas nacionales en el campo de la metrología legal.

El uso de las recomendaciones internacionales posibilita la retroalimentación entre los diferentes actores, Institutos Nacionales de Metrología, Autoridades Nacionales de Metrología Legal, Laboratorios de Calibración, Fabricantes y la OIML para así poder mantener las recomendaciones actualizadas considerando las necesidades cambiantes en el campo de la metrología legal.

Para más información sobre el sistema de certificación OIML se puede consultar la siguiente dirección:

<https://www.oiml.org/en/oiml-cs/oiml-cs-homepage>



12. REFERENCIAS

- [1] OIML, Convention Establishing an International Organisation of Legal Metrology. 1955.
- [2] ISO/IEC 17065: 2012 Evaluación de la Conformidad — Requisitos para las organizaciones que certifican productos, procesos y servicios.
- [3] ISO/IEC 17025: 2017 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración.
- [4] OIML-ONUDI Documento de orientación sobre el Sistema de Certificación de la OIML (OIML-CS), 2019.
- [5] OIML B 18:2018 Framework for the OIML Certification System (OIML-CS).
- [6] OIML D 30: 2020 Guide for the application of ISO/IEC 17025 to the assessment of Testing Laboratories involved in legal metrology.
- [7] OIML D 32: 2018 Guide for the application of ISO/IEC 17065 to assessment of certification bodies in legal metrology.
- [8] ISO/IEC 17067:2013 Evaluación de la conformidad — Fundamentos de la certificación de producto y directrices para los esquemas de certificación de productos.
- [9] OMC, Acuerdo Sobre Obstáculos Técnicos Al Comercio, Artículo 2, Reglamentos técnicos y normas, paginas 132, 133 y 134.
- [10] OIML R 76-1: 2006 Non-automatic weighing instruments. Part 1: Metrological and technical requirements – Tests.

SIGLAS:

OIML: Organización Internacional de Metrología Legal.

CIML: Comité Internacional de Metrología Legal.

ISO: Organización Internacional para la Normalización.

IEC: Comisión de Electrotecnia Internacional.

CASCO: Comité de Evaluación de la Conformidad de la ISO.

Uso de logo: El uso del logo del Sistema de Certificación de la OIML en el presente artículo cuenta con el permiso del secretario ejecutivo de la OIML para fines de divulgación del Sistema de Certificación de la organización.

ACREDITACIÓN DE LABORATORIOS DE CALIBRACIÓN DE TANQUES DE GRANDES VOLÚMENES EN CONTEXTO DE PANDEMIA: MODELO DE CONTINUIDAD OPERATIVA DESDE UNA PERSPECTIVA DE RIESGOS

Yara Pérez Maldonado, Claudia Marina Vicario Solórzano, Julio Cesar Osorio Maldonado,
OTM Inspecciones y Servicios Industriales S.A. de C. V.
Guarijos no. 92 col. Fovissste Coatzacoalcos.
9212425705, otmgerenciacomercial@hotmail.com

Resumen: Los laboratorios de calibración de tanques de grandes volúmenes juegan un papel muy importante en el gobierno actual; la Política Energética del País promueve el requisito de certificación de tanques (por laboratorios acreditados), entre otros, para otorgar permisos de funcionamientos a los interesados. El proceso de acreditación de un Laboratorio de Calibración de Tanques de Grandes volúmenes se complica ante un contexto de pandemia, por los diversos riesgos adicionales a los propios procesos operativos del mismo. El presente trabajo describe un Modelo de Continuidad Operativa para la acreditación de laboratorios de calibración de Tanques de Grandes Volúmenes ante un contexto de emergencia y crisis desde la perspectiva del análisis de riesgos y la proyección de estos como parte integral de los procedimientos internos del laboratorio. Se presenta el caso de OTM Inspecciones y Servicios Industriales y su proceso de acreditación durante la etapa más crítica de la pandemia hasta el logro de esta ante la Entidad Mexicana de Acreditación obteniendo un resultado de excelencia con 0 no conformidades.

1. INTRODUCCIÓN

El análisis de riesgos es una etapa fundamental en las empresas que buscan alcanzar una acreditación. La ISO 17025 requiere que el laboratorio planifique e implemente acciones para abordar los riesgos y las oportunidades, con el objetivo de establecer una base para incrementar la eficacia del sistema de gestión, lograr mejores resultados y prevenir efectos negativos. El laboratorio es responsable de decidir qué riesgos y oportunidades es necesario abordar [1]. La metodología propuesta apoya al laboratorio en el proceso de selección e identificación de los riesgos más apremiantes para la organización.

La perspectiva de análisis de riesgos le permite a la empresa llevar a cabo una profunda reflexión de su situación interna y su contexto externo, para plasmar en un documento (matriz de riesgos) los posibles percances que se puedan suscitar durante los procesos operativos en cualquiera de sus áreas [2].

La contingencia ambiental detonada por el virus Sars-Cov 2 (Covid19) en el año 2019, trajo consigo retos y oportunidades para la industria, limitando el contacto físico y los espacios de trabajo; así como ampliando horizontes de comunicación y nuevas formas de trabajo [3], [4]. Además de detonar nuevos riesgos sanitarios, operativos y de ciberseguridad en todo el mundo [5].

Lo que lleva a replantear la estrategia de análisis de riesgos como un trabajo integral, profundo que permita generar un plan de acción para la continuidad operativa, desde el análisis de las Fortalezas, Debilidades, Amenazas y Oportunidades; hasta la generación de líneas de Actuación, Metas y Objetivos Estratégicos, Tácticos y Operativos.

Este trabajo plantea la construcción de un modelo de continuidad operativa para el proceso de acreditación de un laboratorio de calibración de tanques de grandes volúmenes ante un contexto de emergencia y crisis desde la perspectiva del análisis de riesgos y la proyección de estos; retomando las medidas de continuidad y contingencia en la empresa establecidas durante la crisis sanitaria por el virus SarsCov 2.

2. MODELO DE CONTINUIDAD OPERATIVA DESDE LA PERSPECTIVA DEL ANÁLISIS DE RIESGOS.

El modelo se construye con base a los requerimientos de la norma ISO 17025 *Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración* [1], a los requerimientos de la norma ISO 9001 *Sistemas de gestión de la calidad Requisitos* [6], retoma aspectos importantes del Estándar del conocer EC-1378 *Diseño del Plan de Continuidad de los Servicios Educativos ante una condición de emergencia y sus etapas de crisis* [7]; y

los principios fundamentales del libro *Modelo de continuidad de servicios educativos ante un contexto de emergencia y sus etapas de crisis* [8].

El modelo está conformado por 4 etapas. La primera plantea un análisis de las Fortalezas, Oportunidades, Debilidades y Amenazas (FODA) de la industria. Teniendo en cuenta que se clasifica las oportunidades y amenazas como componentes del análisis externo y las fortalezas y debilidades como componentes del análisis interno. Se definen como:

Fortaleza: Las capacidades que permiten a una compañía o unidad desempeñarse bien; las capacidades que necesitan ser impulsadas [9].

Oportunidad: Son tendencias, fuerzas, eventos e ideas que una compañía o unidad pueden capitalizar para su beneficio [9].

Debilidad: Son características que prohíben a una compañía o unidad desempeñarse bien y necesitan ser abordadas [9].

Amenaza: Son posibles eventos o fuerzas fuera del control de una compañía o unidad y esta necesita planear o decidir cómo mitigar [9].

La segunda etapa constituye una transformación de las Debilidades y Amenazas a riesgos potenciales. Mediante la caracterización del riesgo, para identificar aquellos riesgos que se encuentren en la zona con índices de mayor probabilidad de consecuencias negativas para la empresa (Ver Fig. 1). Con base en las siguientes definiciones:

Riesgo: Daños o pérdidas probables sobre un agente afectable, resultado de la interacción entre su vulnerabilidad y la presencia de un agente perturbador [10]. El riesgo se clasifica con la Matriz de Riesgos (Ver Fig. 1), la cual contiene una combinación de la probabilidad de que el riesgo se materialice y la consecuencia que se obtendría. Probabilidades. Indican la calificación del nivel de riesgo con base a su probabilidad de ocurrencia:

Frecuente. Existe una certeza de que se produzca el riesgo. Se ha presentado más de una vez en el último año.

Probable. Riesgo probablemente ocurrirá. Se ha presentado una vez en el último año.

Ocasional. Es probable que se produzca el riesgo a veces. Se ha presentado una vez en los últimos 2 años.

Posible. El riesgo puede ocurrir en algún momento. Se ha presentado una vez en los últimos 5 años.

Improbable. El riesgo nunca puede ocurrir o de presentarse es en circunstancias excepcionales. No se ha presentado en los últimos 5 años.

Consecuencias:

Catastrófica. Si el riesgo llegara a presentarse tendría consecuencias críticas, con importantes errores, severos incumplimientos al marco regulatorio que tiene incidencia en las finanzas. O que si el riesgo llegara a presentarse impactaría en el 60% o más del personal imposibilitando sus actividades principales.

Peligroso. Si el riesgo llegara a presentarse tendría consecuencias con errores significativos continuos, con incumplimientos a los puntos de control interno y disposiciones legales. O que si el riesgo llegara a presentarse impactaría entre un 40% y un 59% del personal imposibilitando sus actividades principales.

Moderado. Si el riesgo llegara a presentarse tendría consecuencias con errores significativos ocasionales, con incumplimientos a los puntos de control interno y disposiciones legales. O que si el riesgo llegara a presentarse impactaría entre un 20% y un 39% del personal imposibilitando sus actividades principales.

Menor. Si el riesgo llegara a presentarse tendría consecuencias con errores operativos, con incumplimientos en algunos puntos de control interno, pero no constituyen infracción a la Ley. O que si el riesgo llegara a presentarse impactaría entre un 0% y un 19% del personal imposibilitando sus actividades principales.

Insignificante. Si el riesgo llegara a presentarse tendría consecuencias con errores operativos, existirían incumplimientos en algunos puntos de control interno.

		CONSECUENCIA					
		INSIGNIFICANTE	MENOR	MODERADO	PELIGROSO	CATASTRÓFICO	
		A	B	C	D	E	
PROBABILIDAD	FRECUENTE	5	5A	5B	5C	5D	5E
	PROBABLE	4	4A	4B	4C	4D	4E
	OCASIONAL	3	3A	3B	3C	3D	3E
	POSIBLE	2	2A	2B	2C	2D	2E
	IMPROBABLE	1	1A	1B	1C	1D	1E

Fig. 1 Código de color de la Matriz de riesgos.

La tercera etapa es una proyección y evolución de los riesgos si no son atendidos y sus posibles consecuencias. Se realiza el análisis de los riesgos que se encuentran en la zona crítica de la matriz de riesgos (roja), desde antes que suceda (pre-crisis), durante la contingencia (crisis) y después (pos-crisis). Este análisis requiere un profundo conocimiento de los procesos operativos para poder proyectar a futuro los posibles escenarios. Aunque todos los riesgos se integran en la matriz, se seleccionan solamente los que se encuentran en la

zona crítica para focalizar el estudio y puntualizar las acciones a los puntos más débiles de la organización.

La cuarta etapa integra la evolución de los riesgos con las Fortalezas y Oportunidades de la industria para transformarlas en líneas de actuación puntuales que prevengan el riesgo o mitiguen su impacto. Integrando la creación de Metas y Objetivos para cada línea de actuación con los responsables de cada área.

3. EL CASO DE OTM INSPECCIONES Y SERVICIOS INDUSTRIALES S.A. DE C.V.

OTM es una empresa con 10 años de servicios de calibración y pruebas no destructivas. Desde sus orígenes OTM se ha caracterizado por sus altos estándares de calidad y por ello la mesa directiva decide en el cierre del año 2018, que uno de los objetivos para los años 2019-2021 es cumplir con los requisitos de las Normas ISO 17025 e ISO 9001 y ser parte de los laboratorios acreditados ante la Entidad Mexicana de Acreditación (EMA).

El proceso de OTM para lograr la acreditación, se vio permeado por las medidas de prevención y contingencia sanitaria causadas por el contexto de emergencia mundial del virus Sars-CoV2.

Ante este contexto de emergencia sanitaria en OTM se puso en práctica las etapas del Modelo de Continuidad Operativa, para cumplir con las actividades del laboratorio, incluyendo las pertinentes a la acreditación y mejorar el Sistema de Gestión de Calidad. Poner en práctica el modelo de continuidad operativa le permitió a OTM, obtener resultados exitosos (0 no conformidades) en el proceso de acreditación como Laboratorio de Calibración de Tanques de grandes Volúmenes ante la EMA.

3.1. Aplicación práctica del Modelo de Continuidad Operativa.

Análisis FODA

En esta etapa se realizó una sesión con los miembros necesarios del Laboratorio para integrar el análisis (Gerencia Operativa, Inspector Operativo, Gerencia Comercial, Líder de Calidad, Miembros del grupo de laboratorio, Desarrollo y soporte TI). Este análisis de la organización se centró en el objetivo de la acreditación ante la EMA y el contexto de la pandemia, retomando los riesgos operativos ya planteados en la matriz. Como resultado de dicha sesión se obtuvieron los elementos de la matriz

FODA de las áreas del laboratorio (Ver Tabla 1). A continuación, se presenta un resumen con los principales elementos encontrados.

Tabla 1. Resumen de los principales elementos de la Matriz FODA de la empresa OTM Inspecciones y Servicios Industriales S.A. de C.V.

Fortalezas
La empresa cuenta con procedimientos puntuales operativos para cada área del laboratorio digitales e impresos.
Se cuenta con infraestructura de TI para la comunicación y el trabajo remoto del 50% de la empresa durante la etapa de contingencia sanitaria.
El personal está altamente capacitado para el uso de las TIC's
El personal está altamente comprometido con el proceso de acreditación ante la EMA.
Oportunidades
El contexto de pandemia permite la digitalización de los documentos y el trabajo a distancia del personal que así sea requerido.
Las nuevas herramientas TIC's ofrecen mejores oportunidades de comunicación y almacenamiento de datos.
Debilidades
El personal requiere capacitación para reconocer la importancia del Sistema de Gestión de Calidad
El personal es de edad joven y la vacuna para Covid19 no se le aplicará pronto.
Las oficinas centrales son pequeñas y dada la contingencia sanitaria su operatividad es limitada.
Amenazas
El contexto de pandemia afecta la operatividad presencial del personal del laboratorio.
Riesgo latente de contagio en el personal
Medidas sanitarias tomadas por los clientes que limitan la operatividad del laboratorio
Medidas sanitarias tomadas por la EMA que dificultan el proceso de acreditación.

Caracterización de Riesgos Potenciales.

En esta etapa de la metodología se realiza nuevamente una reunión con los miembros necesarios del laboratorio y se transforman las Debilidades y Amenazas en Riesgos potenciales mediante la caracterización con la matriz de riesgos. Lo que nos da como resultado lo siguiente:

Tabla 2. Resumen de la Caracterización de los Riesgos Potenciales con base en las definiciones de probabilidad y consecuencia de la matriz de riesgos.

Debilidades	
El personal poco capacitado para reconocer la importancia del Sistema de Gestión de Calidad	4E
El personal es de edad joven y vulnerable al contagio porque la vacuna para Covid19 no se le aplicará pronto.	5D
Las oficinas centrales son pequeñas y dada la contingencia sanitaria su operatividad es limitada.	5B
Amenazas	
El contexto de pandemia afecta la operatividad presencial del personal del laboratorio.	5B
Riesgo latente de contagio en el personal	5E
Medidas sanitarias tomadas por los clientes que limitan la operatividad del laboratorio	4D
Medidas sanitarias tomadas por la Ema que dificultan el proceso de acreditación.	5D

Evolución de los riesgos

En esta etapa se realizó en varias sesiones con los expertos de cada proceso operativo en la empresa; lo que permitió integrar en cada uno de los procesos operativos puntos de control para mitigar el riesgo y a su vez una revisión profunda de los requerimientos de las Normas ISO9001 e ISO17025 y dar cumplimiento a los mismos tanto en el Sistema de Gestión de Calidad, como en la Operatividad y la matriz de riesgos de la organización. A continuación, se presenta un ejemplo del resultado en la evolución de un riesgo si no se atiende o se establece una línea de acción.

Tabla 3. Ejemplo de la Evolución de los Riesgos si no se atiende.

Ejemplo 1	
Pre-Crisis	El personal poco capacitado para reconocer la importancia del Sistema de Gestión de Calidad
Crisis	Personal frustrado con la implementación del Sistema de Gestión de Calidad
PosCrisis	Personal renuente a la aplicación del Sistema de Gestión de Calidad
Ejemplo 2	
Pre-Crisis	Medidas sanitarias tomadas por la Ema que dificultan el proceso de acreditación.
Crisis	Falta de adaptabilidad operativa de la empresa ante las medidas externas
PosCrisis	No contar con la acreditación o demorar el proceso.

Líneas de Actuación Metas y Objetivos

Esta etapa se realizó después de la auditoría interna y como parte de la última revisión por dirección antes de enviar la documentación requerida a la EMA para la acreditación. Se plasmaron los objetivos puntuales y las líneas de actuación; así como las metas y los responsables de cada área. La siguiente imagen (Ver Fig. 2) muestra el documento elaborado de la revisión por dirección y a continuación se presenta los principales puntos descritos en dicho documento.



Fig. 2 Ejemplo del formato de la revisión por dirección

Resultados de la edificación de los riesgos.

Se han establecido y actualizado las acciones preventivas relacionadas a cada riesgo con el fin de mitigar las cuestiones negativas, así como el impacto y severidad, así mismo se han planteado acciones en caso de que el riesgo se materialice.

Para el riesgo: El personal poco capacitado para reconocer la importancia del Sistema de Gestión de Calidad.

Acción preventiva: Concientización del personal y trazabilidad del procedimiento en la documentación del sistema de gestión de calidad.

Meta: Haber capacitado al 100% del personal antes de la evaluación presencial ante la EMA

Objetivo: Realizar una capacitación semanal del sistema de gestión de calidad.

Responsable: Líder de calidad

Para el riesgo: Medidas sanitarias tomadas por la Ema que dificultan el proceso de acreditación.

Acción preventiva: Garantizar la continuidad operativa mediante un plan de acción adaptable al contexto externo.

Meta: Ser un laboratorio Certificado ante la Ema.

Objetivo: Contar con procedimientos robustos para garantizar con la continuidad operativa y que cumplan con la norma ISO1725 e ISO9001.

Responsable: Líder de Calidad y Gerencia Operativa

 OTM INSPECCIONES Y SERVICIOS INDUSTRIALES S.A. DE C.V. <small>QUARTIJOS NO. 92 COL. POBISSTE 2ª ETAPA COATZACOALCOS, VER. C.P. 96837 TEL. 921-242-36-31 / 921-242-37-05 SITIO WEB: www.otminspecciones.com.mx</small> 					
NO	IDENTIFICACIÓN DEL RIESGO	CLASIFICACIÓN DEL RIESGO	CAUSAS	CONSECUENCIAS	CONTROLES EXISTENTES
1	Corte de energía eléctrica dentro de las instalaciones del laboratorio.	Estratégico Financiero Tecnológico Cumplimiento	* Mal servicio de la empresa de energía. * Fenómenos naturales.	* Interrupción parcial del servicio. * Pérdida de información. * Daño o deterioro de los equipos de computo. * Retrasos en las metas y compromisos institucionales.	Personal contratado para mantenimiento de la red y de equipos. UPS para salvaguardar la información en el momento que suceda el corte eléctrico

MATRIZ RIESGOS EN EL LABORATORIO

CONTROLES EXISTENTES	REGISTRO Y/O DOCUMENTO QUE EVIDENCIA LA APLICACIÓN DEL CONTROL	EFECTO DEL CONTROL		EFICACIA DE LOS CONTROLES			VALORACIÓN DEL RIESGO CON LOS			
		DISMINUYE LA PROBABILIDAD	DISMINUYE EL IMPACTO	VALOR CUANTITATIVO	VALOR CUALITATIVO	VALOR TOTAL (CUANTITATIVO Y CUALITATIVO) * se tomo el	Probabilidad	Impacto	Nivel	
Personal contratado para mantenimiento de la red y de equipos.	Contrato de prestación de servicios.	NO	SI	4	Moderada	4	MODERADA	5	2	MEDIO (FR=10)
UPS para salvaguardar la información en el momento que suceda el corte eléctrico	N/A	NO	SI	3	Baja					

BORATORIO Código: OTM-SGC-ANX-001
 Versión: 02
 Vigente desde: 2022-03-03

VALORACIÓN DEL RIESGO CON LOS	OPCIÓN DE MANEJO	ACCIONES PREVENTIVAS	RESPONSABLE	SEGUIMIENTO	FECHA DE INICIO	FECHA DE TERMINACIÓN	¿QUÉ SE DEBE HACER SI SE MATERIALIZA EL RIESGO?	Oportunidad
2	ASUMIR	Monitorear el funcionamiento y programar el replazo de los UPS a tiempo.	Coordinador de desarrollo y soporte tecnológico	Anual	2021-01-02	2022-12-31	1. Verificar que los UPS estén funcionando bien.	*Usar nuevas tecnologías
		Capacitar al personal sobre el manejo de situaciones cuando existan cortes de energía eléctrica.	Coordinador de desarrollo y soporte tecnológico	Anual	2021-01-02	2022-12-31	2. Respaldar toda la información que se este generando en el momento.	
		Incluir en el plan de auditorías internas el seguimiento a la matriz de riesgos.	Gerencia Operativa	Anual	2021-01-02	2022-12-31		

Fig. 3 Ejemplo la matriz de riesgos utilizada en OTM

3.2. Resultados obtenidos en la aplicación del Modelo Operativo.

El proceso de acreditación e integración de las evidencias y los documentos pertinentes siguiendo el modelo de continuidad operativa, permite que la empresa OTM Inspecciones y Servicios industriales integre un Sistema de Gestión de Calidad con 35 procedimientos operativos del laboratorio así de las áreas administrativas, de soporte TI; los cuales dan sustento a la continuidad operativa de la empresa y

cumplen con los requerimientos establecidos en las normas ISO17025 e ISO9001.

Además, se integra un esquema de trabajo anual para la revisión de los riesgos, procesos y mejora continua.

3.3. Resultados obtenidos ante el proceso de evaluación para la acreditación como Laboratorio de Calibración de Tanques grandes Volúmenes ante la EMA.

El principal resultado de la aplicación del modelo de continuidad operativa es haber obtenido cero no conformidades dentro del proceso de evaluación para la acreditación como Laboratorio Certificado de Calibración de Tanques de grandes Volúmenes.



Fig. 4 Acreditación OTM

4. DISCUSIÓN

Las ventajas de contar e implementar un modelo de continuidad operativa en la empresa son:

- Acciones preventivas alineadas a los riesgos contextuales de la organización.
- Lograr los objetivos y las metas con acciones puntuales.
- Claridad en la operatividad de la empresa, así como los responsables.

Se considera que dados los resultados una desventaja no es relevante ni visible para los autores.

5. CONCLUSIONES

El Modelo garantiza la continuidad de las operaciones, así como el cumplimiento de los objetivos, ya que permite un análisis profundo de la empresa y combina las fortalezas y oportunidades de esta para mitigar los riesgos potenciales; logrando resultados excelentes.

El modelo tiene la ventaja de la adaptabilidad a otras áreas, a diversas organizaciones con giros distintos; ya que se basa en teorías metodológicas para la continuidad de los diversos sectores industriales, académicos y sociales.

El modelo constituye una filosofía integral de mejora continua desde la perspectiva de un análisis profundo de los riesgos de la empresa; lo que garantiza

resultados favorables en todos los escenarios posibles.

REFERENCIAS

- [1] ISO copyright office, *NORMA INTERNACIONAL Traducción oficial ISO17025*. Suiza, 2018: ISO, 2018. [Online]. Available: www.iso.org
- [2] H. Alemán Novoa and C. Rodríguez Barrera, "Metodologías Para el análisis de riesgos en los sgsi Methodologies for AnALysis of risks in the isMs," *Revista Especializada en Ingeniería*, vol. 9, pp. 73–85, Jun. 2015.
- [3] Banco de Desarrollo de América Latina, "Continuidad del Negocio, Gestión de Crisis y Gobierno Corporativo," 2020. [Online]. Available: www.scioteca.caf.com
- [4] ANUIES-TIC, "Acciones ante la contingencia y la continuidad de las universidades – Plataformas y recursos digitales ante la contingencia de la Covid-19," 2020. <https://recursosdigitales.anui.es.mx/seminario-como-prepararse-ante-contingencias-en-instituciones-educativas/> (accessed Jul. 28, 2020).
- [5] MCTrending, "COVID-19 en México: Diversas instituciones y autoridades suspenden sus actividades | Insights | Holland & Knight," 2020. <https://www.hklaw.com/en/insights/publications/2020/03/covid19-en-mexico-diversas-instituciones-y-autoridades-suspenden> (accessed Jun. 21, 2020).
- [6] ISO copyright office, *NORMA INTERNACIONAL Traducción oficial Official ISO 9001*. Suiza: ISO, 2015. [Online]. Available: www.iso.org
- [7] Vicario-Solórzano CM, Huerta-Cuervo R, Escudero-Nahón A, Espinosa-Díaz Y, Solórzano-Murillo MA, and Trejo-Parada GE, *Diseño del Plan de Continuidad de los Servicios Educativos ante una condición de emergencia y sus etapas de crisis*. México: CONOCER, 2021. Accessed: Sep. 10, 2022. [Online]. Available: https://www.conocer.gob.mx/contenido/publicaciones_dof/2021/EC1378.pdf
- [8] Vicario-Solórzano CM *et al.*, *MODELO DE CONTINUIDAD DE SERVICIOS EDUCATIVOS ANTE UN CONTEXTO DE EMERGENCIA Y SUS ETAPAS DE CRISIS*, Primera., vol. 1. MEXICO, 2021.
- [9] O. Fabricio, M. Rivero, G. Adolfo, and U. Gross, "Análisis FODA: Un enfoque pragmático," *Pueblo Cont*, vol. 27, pp. 309–315, 2016.
- [10] C. de Diputados, D. H. Congreso De, and L. A. Unión, "LEY GENERAL DE PROTECCIÓN CIVIL," 2014.

REGLAS DE DECISIÓN EN LA NORMA ISO/IEC 17025:2017

Rosario Rodríguez Báez (1), Carlos Rivera Orozco (2)
Bufete de Ingenieros Industriales, S.C.
Lomas de Santa Isabel 6416 Col. Lomas Altas II. Chihuahua, Chihuahua. 31207 México
Teléfono 6141713188. (1) rosario@bii.mx; (2) carlos@bii.mx

Resumen: Las **reglas de decisión** son un requisito introducido en **ISO/IEC 17025:2017**. La norma contiene otros requisitos como **incertidumbre y trazabilidad** de las mediciones para los que el **CENAM** ha desarrollado guías técnicas de ciertos ensayos y calibraciones. En la búsqueda de **ejemplos de aplicación** de reglas de decisión, se encontraron referencias generales de la **metrología científica, legal e industrial, laboratorios de calibración** que hacen públicas sus reglas de decisión y laboratorios **clínicos** acreditados en ISO 15189 que sobresalen en el tratamiento de límites críticos de decisión.

1. INTRODUCCIÓN

La norma ISO/IEC 17025:2017 [1] define las reglas de decisión como: *“la regla que describe la forma en que se toma en cuenta la incertidumbre de las mediciones cuando se establece conformidad a un requisito especificado”*; en 7.1.3 la norma indica que *se debe definir claramente la regla de decisión y la especificación o la norma que corresponda y que se informa o se acuerda con el cliente*. Cita como *ejemplos, la declaración: pasa o no pasa, dentro o fuera de tolerancia*.

La norma orienta al laboratorio a consultar la Guía ISO/IEC 98-4 [2] para más información en declaraciones de conformidad. Otra literatura de apoyo es publicada por ILAC [3], BIPM [4] y OIML [5].

Los laboratorios de ensayo y calibración que operan con la norma ISO/IEC 17025 [1] han experimentado complicaciones con el uso de los conceptos de trazabilidad e incertidumbre de las mediciones. Estas complicaciones para entenderlos y usarlos para mejorar se extienden a los auditores internos y evaluadores. Existe el riesgo de que esta situación se repita con las reglas de decisión, requisito introducido en la ISO/IEC 17025:2017 [1].

En México el CENAM y la Entidad Mexicana de Acreditación, EMA publicaron conjuntamente Guías de Trazabilidad e Incertidumbre de las Mediciones [6] para ciertos ensayos y calibraciones que han sido útiles en despejar las dudas de conceptos metrológicos relacionados con el proceso de acreditación de los ensayos o calibraciones de los laboratorios. Además, el CENAM ha compartido otras guías valiosas puntuales para el uso de certificados de calibración [7], de trazabilidad [8] y

de estimación de incertidumbre de las mediciones [9]. La participación del CENAM en marzo de 2020 en las reuniones del grupo de trabajo W4 “incertidumbre de medición y reglas de decisión” del Comité Técnico de ISO TC 213 podría ser una entrada para que el CENAM desarrolle guías de reglas de decisión como las citadas anteriormente.

En este trabajo se presentan ejemplos de reglas de decisión encontrados en la búsqueda de otras guías útiles para los laboratorios en el cumplimiento del requisito; las guías en algunos casos se describen en los propios certificados de calibración que incluyen reglas de decisión o en discusiones acerca del uso de ellas en laboratorios clínicos que trabajan con la norma ISO 15189 [10].

2. REGLAS DE DECISIÓN

El marco conceptual de las reglas de decisión usadas en los laboratorios involucra a diferentes actores de la **evaluación de la conformidad**, hoy conocida como **infraestructura de la calidad**. Estos actores son los propios laboratorios, sus clientes o los organismos que los acreditan y regulan; además de las comunidades de la metrología científica, legal e industrial.

2.1 Infraestructura de la calidad

El Sistema de la Infraestructura de la calidad de acuerdo con **ONUDI** [11] *“cubre los aspectos esenciales tales como la política, instituciones, proveedores de servicios, y el valor agregado del uso de las normas internacionales y procedimientos de evaluación de la conformidad.”* En **México**, la **Ley de Infraestructura de la Calidad** [12] define el acuerdo de equivalencia y, a nivel gobierno, se encuentran **formatos para evaluaciones de la**

conformidad en Buenas prácticas acuíferas y pesqueras [13] que incluyen verificaciones como: *“Análisis de agua y hielo emitidos por laboratorios acreditados cumpliendo NOM-127-SSA Salud ambiental. Agua para uso y consumo humano. Límites permisibles de calidad, referente a la ausencia de bacterias”.*”

2.2 Resultados de los ensayos y calibraciones

Cuando es técnicamente posible, los laboratorios estiman la incertidumbre de los resultados de sus mediciones. En algunos casos, *los resultados de los ensayos y calibraciones se reportan usando la incertidumbre para informar si cumplen las especificaciones, requisitos o normas aplicables.*

2.3 Evaluación de la conformidad

De acuerdo con ISO/IEC 17025:2017 [1] en 7.8.6.1 Información sobre declaraciones de conformidad, *“Cuando se proporciona una declaración de conformidad con una especificación o norma, el laboratorio debe documentar la regla de decisión aplicada. Teniendo en cuenta el nivel de riesgo (tales como una aceptación o rechazos incorrectos y los supuestos estadísticos) asociado con la regla de decisión empleada y aplicar dicha regla.”*

2.4 Documentación de reglas de decisión

La **Guía ISO/IEC 98-4** [2] es propuesta en ISO/IEC 17025 como **orientación** para informar la declaración de conformidad e identificar la regla de decisión aplicada, en su alcance cita *“los procedimientos desarrollados en este documento son para obtener un intervalo de valores medidos aceptables de la propiedad de interés, denominado intervalo de aceptación. Los límites de aceptación pueden elegirse para compensar el riesgo asociado con la aceptación de ítems no conformes (riesgo del consumidor) o el rechazo de ítems conformes (riesgo del fabricante). Se tratan dos tipos de problemas de evaluación de la conformidad. El primero consiste en establecer los límites de aceptación que garanticen que se logre la probabilidad de conformidad deseada en la medición de un único ítem. El segundo consiste en establecer los límites de aceptación para garantizar un nivel medio aceptable de confianza al medir un número de ítems nominalmente idénticos.”*

En los **organismos de acreditación**, A2LA [14] de Estados Unidos de América atiende a la pregunta de un laboratorio sobre el uso de las reglas de

decisión, respondiendo que la norma ISO/IEC 17025:2017 no da ejemplos de uso.

La Entidad Mexicana de Acreditación, EMA, tiene un criterio de aplicación [15], *“7.8.6.1 Cuando el cliente es quien prescribe la regla de decisión, o se prescribe en reglamentos o documentos normativos, no es necesario considerar adicionalmente el nivel de riesgo. Mantener el registro del análisis de riesgo cuando la regla de decisión aplicada no es proporcionada por una norma, lineamiento o el cliente.”*

Mientras tanto, Canadian Association For Laboratory Accreditation Inc., CALA de Canadá, en su documento de criterios de aplicación [16] en 7.8.6.1 dice que *“se considera que el laboratorio hace una declaración de conformidad cuando cualquier resultado es de alguna manera identificado como que cumple o excede una especificación o un límite, incluyendo una concentración máxima permisible y que aplican los requisitos relacionados con la evaluación de la conformidad y reglas de decisión y que el laboratorio debe documentar la regla de decisión usada cuando hace la declaración de la conformidad”*; cita a ILAC G8 [3] y a la Eurachem/Citac 2007 para mayores detalles.

United Kingdom Accreditation Service, UKAS en el Reino Unido por su parte, cita varios ejemplos de aplicación de las reglas de decisión para distintos escenarios y los cálculos correspondientes [18].

ENAC en España en sus Criterios generales para la acreditación [19], el C 7.1.3 indica que *“Cuando se acuerde una regla de decisión con el cliente, éste debe conocer al menos un límite superior del valor de la probabilidad de aceptación falsa o de rechazo falso según ILAC G8 a menos que la regla de decisión sea inherente a la especificación o a la norma solicitada.”* y el C 7.8.6 Información sobre declaraciones de conformidad que *“En los casos en los que sea necesario incorporar información sobre la regla de decisión en los informes de ensayo o calibración según este apartado de la norma, dicha información deberá incluir el límite superior del valor de la probabilidad de aceptación falsa o de rechazo falso para la regla de decisión acordada según el documento ILAC G8 (disponible una versión en español en www.enac.es) Además, si la regla de decisión solicitada por el cliente es la de aceptación simple, el laboratorio deberá informar siempre del valor de la incertidumbre de los resultados del ensayo o de calibración.”*

3. EJEMPLOS DE APLICACIÓN DE REGLAS DE DECISIÓN

Los autores realizaron la búsqueda de aplicaciones del establecimiento de las reglas de decisión que se centró en la información disponible en la Internet y particularmente en organizaciones de la Metrología Científica, Legal e Industrial.

Las Figuras 1 y 2 son propuestas gráficas de los autores del contexto de los ejemplos encontrados.

En la Figura 1, se tiene que en el origen convergen el valor nominal de la especificación (abscisas) y la ausencia de error de medida (ordenadas); la tolerancia positiva proyecta un área de aceptación en el primer cuadrante; cuando el valor de medida está dentro de la tolerancia, el error tipo I es el área de la incertidumbre de medida que queda fuera de la tolerancia; cuando el valor de medida está fuera de la tolerancia, el error tipo II es el área de la incertidumbre de medida que queda dentro de la tolerancia.

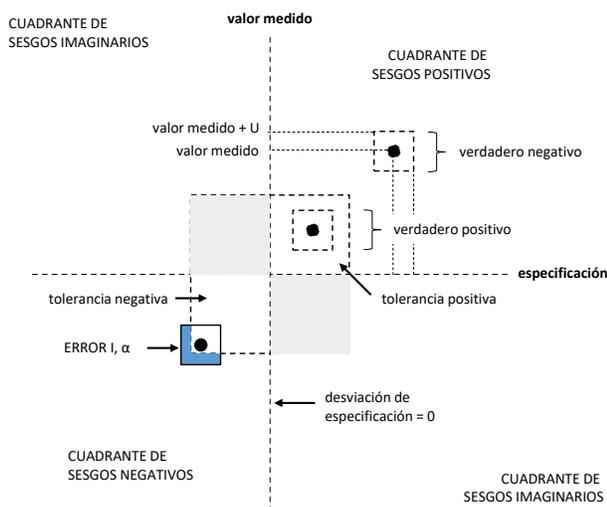


Fig. 1 Gráfico general, errores Tipo I y II.

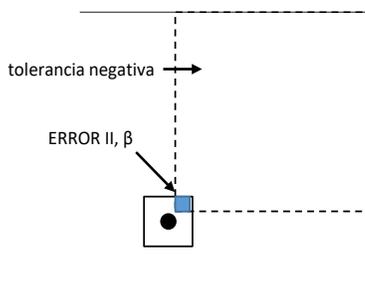


Fig. 2 Detalle del error tipo II, cuadrante sesgos negativos en la Figura 1.

En el gráfico de la Figura 1, el plano cartesiano registra la desviación del objeto medido con respecto a la especificación. Las abscisas presentan los valores de especificación, las ordenadas presentan los valores de medida; el origen corresponde al valor nominal de la especificación y la ausencia de desviación del valor medio del ítem de medida, es decir, el resultado de medida es exactamente igual al valor de la especificación. Las tolerancias se indican en el eje de las abscisas, el mismo valor se proyecta en las ordenadas, creando dos áreas de tolerancias. Las tolerancias pueden ser positivas o negativas, por lo tanto, los cuadros de tolerancia serían los observados en los cuadrantes I y III del plano cartesiano.

La desviación del valor medido con respecto a la especificación se registra en el eje de las ordenadas y se proyecta al eje de las abscisas de tal forma que es posible ubicar un punto en el plano. La incertidumbre del valor medido se expresa con cuadrado cuyo centro es la desviación de especificación.

Los tipos de error en la prueba hipótesis son, el error I, alfa, se rechaza lo que se debe aceptar; el error II, beta, acepta lo que se debe rechazar. Por el efecto de la incertidumbre de medida, las decisiones sobre aceptar o rechazar un producto están asociadas a los errores de prueba de hipótesis. El gráfico propone que el error I es el valor medio dentro del área de especificación, pero una porción del área de incertidumbre queda fuera. El error II es el valor medido fuera del área de tolerancia, pero una porción de incertidumbre queda dentro. En ambos casos las áreas de error son cuantificables y representan el riesgo que aceptan los tomadores de decisiones al negociar las reglas de aceptación o rechazo.

3.1. Ejemplo de aplicación de reglas de decisión en la Metrología Científica

La publicación Cookbook 8 de Eurolab [20], sugiere la consulta de un reporte técnico donde se desarrollan ejemplos de aplicación en el tema basados en pruebas de hipótesis.

El NIST, cita en el procedimiento estandarizado de operación para certificados de calibración [21] que "el laboratorio debe documentar la regla de decisión

aplicada, tomar en cuenta el nivel de riesgo asociado con la regla de decisión empleada como una aceptación falsa o un rechazo falso y las consideraciones estadísticas, y entonces aplicar la regla de decisión. Donde las reglas de decisión respecto a las incertidumbre y tolerancias no sean parte de la norma documentada, las reglas de decisión serán acordadas con el cliente y reportadas en el certificado de calibración.”

Otras publicaciones importantes, como la de la NASA [22], presentada en el Simposio del NCSL en 2010 cita reglas de decisión básicas de las mediciones como: “relación con la incertidumbre de la prueba, relación con la exactitud de la prueba, o tolerancias con un solo lado (dato)”. Además, soporta las propuestas con un enfoque al riesgo concluyendo que, “aunque no se tienen reglas de decisión donde el nivel de confianza sea de un 100%, se puede reducir la probabilidad de no detectar resultados fuera de especificación pudiendo reducirse si se usa apropiadamente el diseño de las reglas de decisión.” Por otro lado, “resalta la base metrológica para tomar las mejores reglas de decisión y, que sin la trazabilidad e incertidumbre de las mediciones el aseguramiento de la conformidad se ve enormemente reducido y la aceptación o el rechazo se convierten en una apuesta.”

Por su parte, el BIPM en su publicación *Evaluación de los datos de medición, el papel de la incertidumbre en la evaluación de la conformidad* [4], introduce el término zonas de seguridad citando reglas de decisión basadas en ellas. También describe, entre otras, una regla de decisión basada en la aceptación simple o de riesgo compartido: “el fabricante y el usuario (consumidor) del resultado de medición acuerdan, implícita o explícitamente, aceptar como conforme (o rechazar, en caso contrario) un elemento cuya propiedad tenga el valor medido en el intervalo de tolerancia. Como la denominación alternativa (riesgo compartido) indica, con una regla de decisión de aceptación simple, que el fabricante y el usuario comparten las consecuencias de las decisiones erróneas.” Esta publicación proporciona, además, el siguiente ejemplo: “En metrología legal, se ha utilizado una regla de decisión basada en la aceptación simple para la verificación de instrumentos de medida. Considérese un instrumento que debe tener un error de indicación en el intervalo $[-E_{max}, E_{max}]$. El instrumento se acepta como conforme con el requisito especificado si cumple los criterios siguientes:

(a) al medir un patrón calibrado, la mejor estimación e del error de indicación E del instrumento satisface $|e| \leq E_{max}$, y

(b) la incertidumbre expandida para un factor de cobertura $k = 2$ asociada a la estimación e satisface

$$U \leq U_{max} = E_{max}/3.$$

En términos del índice de capacidad de medición C_m , el criterio (b) es equivalente al requisito de que $C_m \geq 3$ ”

3.2. Ejemplo de aplicación de reglas de decisión en la Metrología Legal

La OIML en su publicación el Rol de la incertidumbre en las decisiones de evaluación de la conformidad en la metrología legal [5], cita que “una regla de decisión posible que puede asociarse a una prueba de metrología legal es que la probabilidad o riesgo de falsa aceptación, sea menor que algún valor establecido (por ejemplo 5%).” Y dice que “este riesgo favorecería al evaluador o usuario del instrumento/sistema de medición, en detrimento del fabricante o vendedor del instrumento/sistema de medición, ya que el valor medido del error de indicación caería dentro de la región delimitada por el error máximo permitido.” Por otro lado, presenta el caso de regla de decisión posible que es que “el riesgo de un rechazo falso sea menor que el valor establecido por ejemplo 2%. Este riesgo estaría a favor del fabricante o vendedor del instrumento/sistema de medición, en detrimento del evaluador o del usuario ya que el valor medido del error de indicación caería fuera de la región delimitada por el error máximo.” El documento aclara que las guías OIML se orientan hacia reglas de decisión donde el riesgo sea compartido. El documento señala que “se considere que con un riesgo compartido es necesario todavía calcular la incertidumbre de la medición para que se calcule la relación con el error máximo permitido y sea examinado para ver si es lo suficientemente pequeña. Y que se considere también que los errores máximos permitidos deben ajustarse por alguna razón usando el método de zonas de seguridad.”

3.3 Ejemplo de aplicación de reglas de decisión en la Metrología Industrial

En el sector industrial se encuentran publicadas reglas de decisión, por ejemplo, en formatos para acordar con el cliente la regla de decisión con campos para reglas de decisión de carácter comercial o de fábrica o si el cliente proporciona una

regla de decisión alternativa a las anteriores [23]. El documento expone el acuerdo del cliente a una regla de decisión donde se declaran condiciones “dentro de tolerancia” o “fuera de tolerancia” de las calibraciones acreditadas en ISO/IEC 17025:2017 [1] realizadas, y, dice que, las lecturas obtenidas dentro de especificación o iguales a los límites de especificación se reportan como “Pasan” y, las lecturas que están fuera de los límites de especificación se reportan como “Falla” independientemente de la incertidumbre que es incluida para la evaluación del cliente. La otra regla de decisión es que el método para determinar si se está “dentro de tolerancia” o “fuera de tolerancia”, se basa en los resultados de medición y la incertidumbre asociada y, que si en una medición hay una intersección con un límite de especificación, la medición se etiqueta con “*como se lee o indeterminada*” y se provee el valor obtenido, el valor con las incertidumbres para que el cliente haga la evaluación y que si todas las lecturas incluyendo las incertidumbres son iguales o están dentro de los límites de especificación, el elemento bajo prueba se declara y etiqueta como “*dentro de tolerancia*”, y, que si en cualquiera de las lecturas incluidas las incertidumbres exceden la especificación, el elemento bajo prueba se declara y etiqueta como “*fuera de tolerancia*”; aclara además, que es la regla de decisión del fabricante.

Otro ejemplo en la industria es donde un laboratorio acreditado hace pública su política [24] de que, “*si no se pide una declaración de la conformidad entonces no se requiere una regla de decisión, el valor de medición se reporta junto con la incertidumbre de la medición.*” En caso de que sí se requiera, y, la especificación o la norma describa como tomar en cuenta la incertidumbre de medición, entonces dice que “*el resultado se reporta de acuerdo con los requerimientos de la especificación o de la norma.*” Por otro lado, indica que, si se requiere la evaluación de la conformidad, pero no se describe en la especificación o en la norma como tomar en cuenta la incertidumbre de medición, entonces se usa una regla de decisión binaria: “*Se dependerá de donde esté el resultado en relación con los intervalos de aceptación o especificación/tolerancia (los límites de aceptación con una banda de seguridad igual en tamaño a la incertidumbre expandida $k=2$).*”

Otro ejemplo se encuentra en un laboratorio de ensayo [25], donde se ha establecido un procedimiento operacional estandarizado para seleccionar la regla de decisión. Se aclara que “si

no se establece por ley, regulación, *norma, especificación o requerimiento del cliente o haya resultados no numéricos, se reporta la evaluación de la conformidad directamente de acuerdo con el resultado de la prueba y al requisito especificado/especificación.*” Y para resultados numéricos, “*La regla de decisión en los ensayos y calibraciones se basa en la Guía IEC 115:2021 [26] requisito 4.4.3 del procedimiento 2 (método de exactitud).*” La organización resalta que *los ensayos son rutinarios y que las fuentes de incertidumbre se minimizan así que la incertidumbre de la medición no necesita calcularse para determinar el cumplimiento con los límites.*

En México se encuentran publicaciones de las reglas de decisión usadas en un laboratorio del sector automotriz, donde citan el ejemplo de declaración de conformidad usando la incertidumbre expandida [27].

Otro laboratorio acreditado en México [28] expone que como regla de decisión: “*a) resultado conforme: el valor obtenido incluyendo la incertidumbre de medición asociada al mismo, se encuentren dentro de los límites de aceptación establecidos. b) resultado no conforme: el valor obtenido incluyendo la incertidumbre de la medición asociada se encuentren por fuera de los límites de aceptación establecidos. c) No se emitirá ninguna declaración de conformidad, cuando el resultado obtenido se encuentre cerca de los límites establecidos y la incertidumbre asociada ponga en duda la conformidad contra los requisitos establecidos. d) En el caso de especímenes en donde se requiera de varios parámetros para establecer conformidad contra los requisitos establecidos (por ejemplo: concentración química de varios elementos); se establecerá que el espécimen es conforme siempre y cuando todos los parámetros reportados se encuentren en el supuesto descrito en el inciso a). Caso contrario no se hará ninguna declaración de conformidad.*”

Por otro lado, se encuentra una publicación acerca de la Evaluación de conformidad de los laboratorios de ensayo y calibración [29] que presenta: “*Regla de decisión de los laboratorios: Resultado/Sesgo instrumental + Incertidumbre expandida de medida \leq Especificación.*”

Otro ejemplo publicado en México está en un laboratorio de concreto [30], que indica que “*el resultado obtenido más la incertidumbre expandida*

de la medición debe ser mayor o igual al requerimiento específico o especificación.”

En España AENOR publica Orientaciones para la evaluación de riesgos y las reglas de decisión según la Norma UNE-EN ISO/IEC 17025:2017 [31] que contiene ejemplos para el entendimiento del tema de reglas de decisión en los laboratorios de ensayo para un determinado sector.

4. DISCUSIÓN

Publicaciones de diversas comunidades, como IAF ILAC han denunciado el rompimiento de la cadena de confianza presentado en la Infraestructura de la Calidad al encontrar casos frecuentes de fraude en el cumplimiento de las especificaciones de productos y servicios durante la pandemia de COVID-19. Si los consumidores desconocen las especificaciones de los productos y servicios, y, si basan la confianza en que, si el producto o servicio existe, por lo tanto, es seguro. Por lo anterior, se podrían encaminar acciones urgentes en la armonización y divulgación de las reglas de decisión en la infraestructura de la calidad.

Tomemos el caso encontrado en la revisión de literatura de este trabajo, donde, en los laboratorios clínicos, se le da seguimiento al resultado para confirmar que no exceden los límites críticos de decisión. Los laboratorios de calibración y ensayos tienen la oportunidad de entregar resultados con menor riesgo al dialogar con el cliente desde el contrato y a lo largo del proceso respecto a las reglas de decisión tomadas.

Si la comunidad metrológica en su evolución a la llamada Metrología 4.0 blindará datos que plasmarían la trazabilidad de las mediciones, surge la duda si se han identificado e involucrado a los organismos integradores de estos datos para confirmar el uso de las reglas de decisión en las evaluaciones de la conformidad y garantizarle al consumidor el riesgo mínimo. Además, surge la pregunta de si la Infraestructura de la Calidad y todos sus actores tienen la competencia para articular estos temas.

5. CONCLUSIONES

Los avances de los laboratorios clínicos con una definición de límites críticos de decisión como “el resultado que indica un riesgo inmediato al paciente de lesión o muerte” y, laboratorios de hospitales [32] acreditados que publican, por ejemplo, los límites

clínicos de decisión para saber cuándo se deben reportar los resultados telefónicamente.

Los autores consideran que en trabajos posteriores sobre este tema se pueden generar bases de datos de los ejemplos encontrados y desarrollar publicaciones en el CENAM como lo han sido las guías técnicas de: trazabilidad e incertidumbre, elaboración de cartas de trazabilidad o uso de certificados de calibración.

El gráfico de la figura 3, es propuesto por los autores como herramienta didáctica, y en este se tiene un verdadero positivo, donde, se acepta lo que es verdadero y un verdadero negativo, donde, se rechaza lo que es falso. En el error I o alfa, se rechaza lo que se debe aceptar y en el error II o beta, acepta lo que se debe rechazar. Por el efecto de la incertidumbre de medida las decisiones sobre aceptar o rechazar un producto están asociadas a los errores de prueba de hipótesis. El gráfico propone que el error I es el valor medio dentro del intervalo de especificación, pero una porción del área de incertidumbre queda fuera. El error II es el valor medido fuera del intervalo de tolerancia, pero una porción de incertidumbre queda dentro. En ambos casos las porciones de error son cuantificables y representan el riesgo que aceptan los tomadores de decisiones al negociar las reglas de aceptación o rechazo.

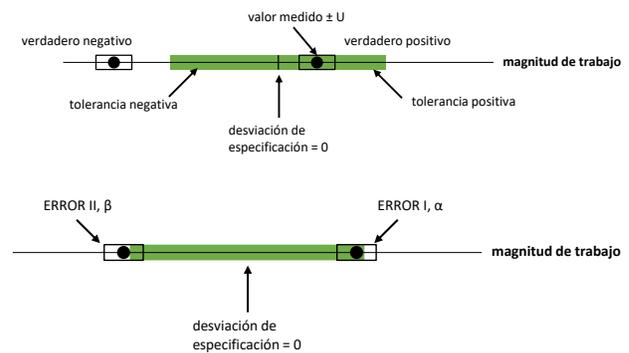


Figura 3. Gráfico lineal, errores tipo I y II

REFERENCIAS

- [1] ISO/IEC 17025:2017, Requisitos generales para la competencia de laboratorios de ensayo y calibración
- [2] ISO/IEC Guide 98-4, Uncertainty of measurement — Part 4: Role of measurement uncertainty in conformity assessment.
- [3] ILAC-G8:09/2019, Guidelines on Decision Rules and Statements of Conformity.

- [4] JCGM 106:2012 Evaluación de datos de medición – El papel de la incertidumbre de medida en la evaluación de la conformidad, Primera edición en español 2015, Centro Español de Metrología, CEM, <https://www.cem.es/sites/default/files/jcgm2015.pdf>, 2022-05-30.
- [5] OIML G 19 Edition 2017, The role of measurement uncertainty in conformity assessment decisions in legal metrology.
- [6] Guía Técnica de Trazabilidad Metrológica e Incertidumbre de Medida en las Mediciones Analíticas que Emplean la Técnica de Medición de Conductividad Electrolítica, 2012.
- [7] Uso de certificados de calibración, Nota, Rubén J. Lazos Martínez, 2002.
- [8] Guía para estimar la Incertidumbre de la medición, Rev 1, CENAM, W. Schmid y R. Lazos, 2004.
- [9] Recomendación GIT 3/2005, Elaboración de cartas de trazabilidad en el CENAM.
- [10] ISO 15189:2012, Medical laboratories — Requirements for quality and competence.
- [11] Organización de las Naciones Unidas para el Desarrollo Industrial (ONU/IDI), Infraestructura de calidad confianza para el comercio https://www.unido.org/sites/default/files/2017-02/QI_Spanish_final_0.pdf, 2022-04-23.
- [12] Diario Oficial de la Federación DECRETO por el que se expide la Ley de Infraestructura de la Calidad y se abroga la Ley Federal sobre Metrología y Normalización. https://dof.gob.mx/nota_detalle.php?codigo=5596009&fecha=01/07/2020 2022-04-24
- [13] Formatos de Informe de evaluación de la conformidad para la aplicación del Buenas Prácticas, <https://www.gob.mx/senasica/documentos/formatos-de-informe-de-evaluacion-de-la-conformidad-para-la-aplicacion-del-buenas-practicas?state=published> 2022-05-30
- [14] A2LA, Frequently Asked Questions <https://a2la.org/faq/#1112>, 2022-05-30.
- [15] EMA, Criterios de aplicación de la norma ISO/IEC 17025 (vigente), Guía, MP-FE005-13.
- [16] P07:2017, CALA Application of Requirements in ISO/IEC 17025:2017, Revision 1.5, September 30, 2020, https://cala.ca/wp-content/uploads/P07-CALA_Application-2017.pdf, 2022-05-30.
- [17] Eurachem/Citac 2007, Use of Uncertainty Information in Compliance Assessment.
- [18] LAB 48, Edition 4, April 2022, Decision Rules and Statements of Conformity, https://www.ukas.com/wp-content/uploads/schedule_uploads/759162/LAB-48-Decision-Rules-and-Statements-of-Conformity.pdf, 2022-05-30.
- [19] ENAC, Criterios generales para la acreditación de laboratorios de ensayo y calibración según norma UNE-EN ISO/IEC 17025:2017 <https://www.enac.es/documents/7020/b7e24234-daba-4a62-9652-76eb7e96db30>, 2022-07-31.
- [20] EUROLAB, Cook Book 8, Determination of Conformance with Specifications or Limit Values, <https://www.eurolab.org/CookBooks/8>, 2022-04-24.
- [21] NIST, SOP 1 Recommended Standard Operating Procedure for Calibration Certificate Preparation, <https://www.nist.gov/system/files/documents/2019/05/13/sop-1-calibration-certificate-preparation-20190506.docx>, 2022-05-30.
- [22] NASA, Mims Scott, M., Conformance Testing: Measurement Decision Rules, NCSL International Workshop and Symposium, 2010, <https://ntrs.nasa.gov/citations/20110001581>, 2022-05-30.
- [23] Tektronix, Customer Agreement on ISO/IEC 17025 Calibration Decision Rule, <https://download.tek.com/document/Customer%20Decision%20Rule%20Agreement.pdf>, 2022-04-24.
- [24] Shirley Technologies Limited, Decision rule policy, <https://www.shirley.co.uk/about-us/decision-rules-policy/>, 2022-05-30.
- [25] Hansconcontrol, Decision Rule for Reporting Statements of Conformity, https://www.hansecontrol.com/fileadmin/user_upload/CRD_HC_Decision_Rule_for_Hardlines_and_EE_products-V1.pdf, 2022-05-30.
- [26] IEC GUIDE 115:2021, Application of uncertainty of measurement to conformity assessment activities in the electrotechnical sector.
- [27] Quality Instruments de México, Regla de decisión, <https://www.qualityinstruments.com.mx/regla-de-decision>, 2022-05-30.
- [28] CIDESI, Lineamientos para declaraciones de conformidad y regla de decisión, <https://www.cidesi.com/site/wp-content/uploads/2020/07/lineamientos-declaracion-conformidad-regla-decision.pdf>, 2022-05-30.
- [29] CIATEC, Anexo, Evaluación de conformidad de los laboratorios de ensayo y calibración, <https://www.ciatec.mx/archivos/ba0898db4c06091dc412fbb0f583c0dd.pdf>, 2022-05-30.

- [30] LADEMAC, Regla de decisión, <https://lademac.com.mx/regla-de-decision/>, 2022-05-30.
- [31] Asociación Española de Abastecimientos de Agua y Saneamiento (AEAS), AENOR ediciones, 2019, <https://tienda.aenor.com/libro-orientaciones-para-la-evaluacion-de-riesgos-y-las-reglas-de-decision-segun-la-norma-une-en-iso-iec-17025-2017-20003>, 2022-05-30.
- [32] University Hospitals Birminham, Clinical Decision Limits, <https://heftpathology.com/Clinical-Advice/clinical-decision-limits.html>, 2022-05-30.
- [33] IAF, Savov Ivan, Counterfeit Certificates in the TIC industry, <https://iaf.news/2022/05/03/counterfeit-certificates-in-the-tic-industry/>, 2022-05-03.

CERTIFICADOS DIGITALES PARA ENSAYOS DE ACEITES DIELECTRICOS

Eduardo Iturria, Leonardo Kevertz, Marcelo Sabia
Usinas Eléctricas y Trasmisiones (UTE-Laboratorio)
Paraguay 2385 – Montevideo - Uruguay
00598-15524400 – labute@ute.com.uy

Resumen: La incorporación de herramientas informáticas en la gestión del laboratorio para almacenamiento y manejo de datos permitió elaborar una alternativa intermedia entre el reporte papel y el digital. Se generan y envían automáticamente los reportes de ensayos por correo electrónico por un lado y por otra vía los datos quedan disponibles en la base de datos del Cliente. De esta manera se logró la disminución de los tiempos en todos los procesos, eliminando errores de transcripción, reduciendo recursos humanos nuestros como del cliente y asegurando la confiabilidad, trazabilidad y disponibilidad de los datos en todo momento.

1. INTRODUCCIÓN

La Administración Nacional de Usinas y Trasmisiones Eléctricas (UTE) fue creada en 1912, siendo una empresa pública del sector Energía que tiene a su cargo la generación, trasmisión, distribución y comercialización de la energía. En 1938 se creó el Laboratorio para el control de los materiales y activos físicos, y desde entonces se fue adaptando a las necesidades de las distintas unidades operativas. En la década de 1980 el sector de Ensayos Químicos se fue especializando en el análisis de aceite dieléctrico, siendo en la actualidad el único Laboratorio en el país que cuenta con la más variada oferta de análisis en aceite dieléctrico mineral. Se ensayan todos los equipos de la empresa, así como de privados, teniendo alcance a nivel nacional.

El análisis de los aceites de los equipos eléctricos como transformadores, inductores, bushings, entre otros, son una herramienta muy utilizada en el mantenimiento preventivo y predictivo de los mismos.

Los ensayos Físicoquímicos proveen información del estado del aceite y si este mantiene las propiedades para las cuales fue fabricado. También se monitorea la concentración de compuestos antioxidantes, la formación de compuestos corrosivos y la contaminación con PCB.

Los ensayos de análisis de gases disueltos y contenido de compuestos furánicos permiten realizar un diagnóstico del estado del equipo,

identificando fallas incipientes o en proceso evitando la salida intempestiva del equipo en servicio.

El presente trabajo tiene como objetivo compartir la experiencia en la transformación digital de los subprocesos de procesamiento y almacenamiento de datos y confección de reportes emitidos, que forman parte del Sistema de Gestión de Solicitudes (SGS). En estos están involucrados el ingreso de solicitudes, almacenamiento y procesamiento de datos, facturación de servicios, envío de reportes y certificados, entre otros. Para ello se integraron las plataformas de gestión de activos de IBM MAXIMO [1], que en UTE tiene una instalación para Trasmisión y otra para Distribución, la plataforma de gestión SGS desarrollada con GeneXus [2], el Sistema de Gestión Empresarial SAP [3], y planillas electrónicas de Microsoft (Excel) de ingreso de datos. Esta integración permitió el flujo de datos entre las diferentes partes, lo que permitió que el Laboratorio reciba de manera digital las solicitudes de ensayos, los datos de los equipos y de las diferentes unidades que están en las plataformas del Cliente. Luego de ingresado el material al Laboratorio, las solicitudes son procesadas. Una vez finalizado los ensayos, el reporte es generado por el SGS y es enviado al cliente por correo electrónico en formato PDF. Por otra parte, a través de un servicio WEB la plataforma de gestión de activos puede obtener los resultados de los ensayos para cargarlos en la base de datos del Cliente.

2. DETALLES DEL TRABAJO.

En esta primera etapa se incluyeron 18 ensayos Físicoquímicos sobre aceites aislantes, donde cada uno es registrado y almacenado en su correspondiente planilla electrónica, las que están almacenadas en la red interna. Una vez finalizados todos los ensayos solicitados en la solicitud se ingresa a otra planilla electrónica que levanta todos los datos de los ensayos y realiza los diagnósticos correspondientes para cada ensayo de acuerdo a la norma IEC 60422 [4]. Una copia de la planilla con los datos es guardada en el SGS, luego este extrae los datos y los copia en una base propia. Esta plataforma genera los reportes con la información de los datos del cliente obtenido por comunicación con el SAP. De los equipos por un servicio WEB a las bases de IBM MAXIMO, y los valores de los ensayos y diagnósticos importados previamente de la planilla EXCEL. Una vez que el reporte es generado por el SGS en formato PDF, es revisado y firmado electrónicamente por medio de un dispositivo físico (denominado token) por el personal Técnico y guardado en una carpeta en la red. Se le comunica a la Unidad Administrativa que la solicitud está para finalizar y esta se encarga de su liquidación y finalización en la plataforma. Al finalizarla en el SGS, automáticamente se manda un correo a los Clientes internos adjuntando el certificado del ensayo y además a través de un servicio web, la plataforma de MAXIMO puede obtener los valores de los ensayos y los diagnósticos para cargarlos en sus bases de datos y asociar esta información a los equipos.

3. RESULTADOS

Las figuras 1 a 5 muestran las cantidades de equipos que posee la empresa, los ensayos por año, el tipo de ensayo y las cantidades de datos manejados antes y después de la introducción del sistema digital.

En la figura 6 se muestra un ejemplo de una solicitud con cuatro ensayos y sus respectivos diagnósticos. Figura 7, la plataforma SGS con los datos incorporados automáticamente de la Planilla. Las figuras 8 y 9 el correspondiente reporte con la información de las diferentes fuentes de datos.

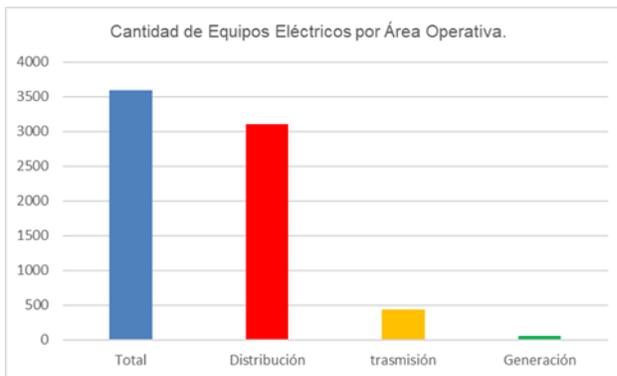


Fig. 1. Cantidad de equipos de la Empresa.

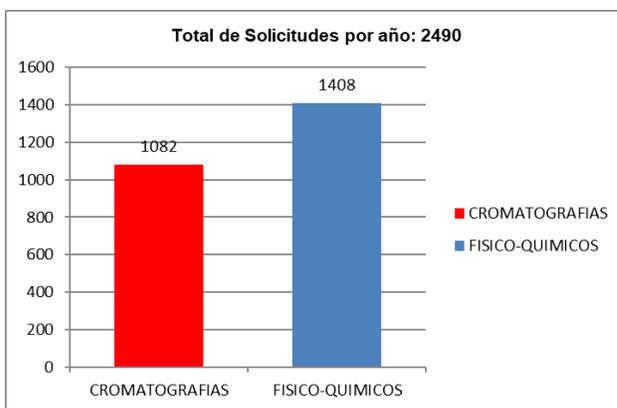


Fig. 2. Número de solicitudes que se ejecutan anualmente.

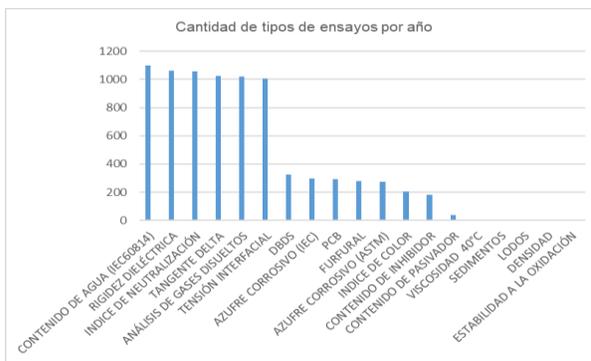


Fig. 3. Número y tipos de ensayos que se realizan anualmente.

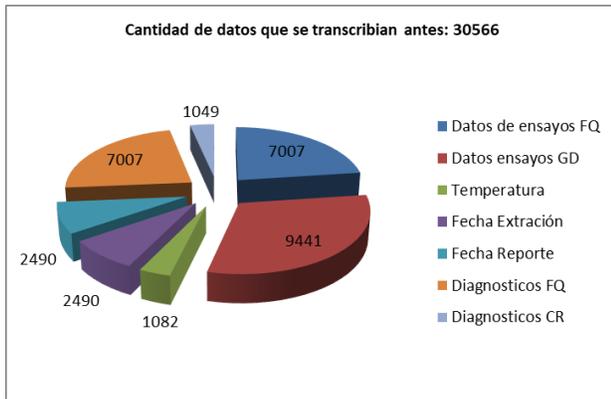


Fig. 4. Cantidad de datos aproximados que se transcribían antes de la mejora: 30566.



Fig. 7. Vista de la base de datos en el SGS con los resultados y diagnósticos de los ensayos importados desde la planilla EXCEL.

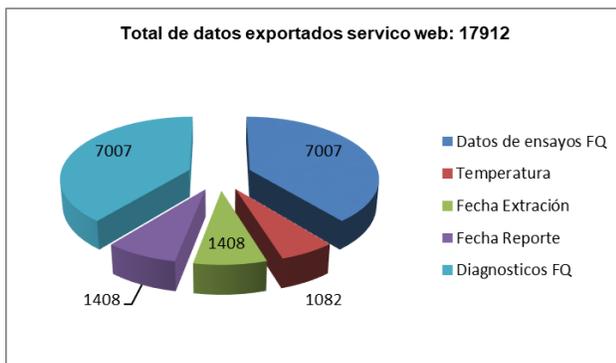


Fig. 5. Cantidad de datos aproximados que son exportados: 17912.

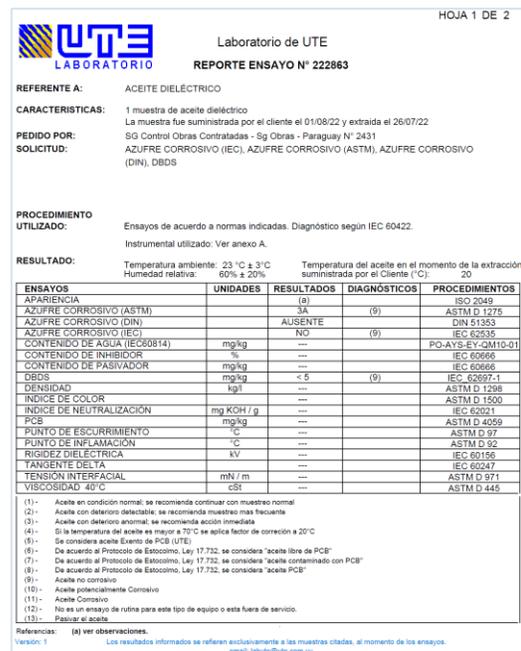


Fig. 8. Reporte de ensayo hoja 1 de 2, con los datos importados de SAP, MAXIMO y EXCEL.

	A	L	O	P	T	U	W	X	A	J	A	A	M	A	N	A	O	A
1	SOLID	AZUFRE(IEC)	INFLA	DBDS	AZUFREAS	AZUFREAS	AZUFREDI	ENSERVI	DIAAZUF									
2	222863	NO		< 5	3	a	Ausente	no	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9

Fig. 6. Planilla de datos con los valores de los ensayo y diagnósticos correspondientes.

HOJA 2 DE 2



Laboratorio de UTE
REPORTE ENSAYO N° 222863

OBSERVACIONES: Muestra extraída de tanque de suministro de aceite para el transformador TBEA 20050037 - Salto.

Anexo A

- 1 Balanzas Q 009
- 2 Cromatógrafo Q 016
- 3 Equipo de Rigidez dieléctrica Q 018
- 4 Equipo de Rigidez dieléctrica Q 019
- 5 Puente Tangente Delta Q 024
- 6 Equipo Tensión Interfacial Q 020
- 7 Termómetro digital Q 026
- 8 Balanza Q 013
- 9 Balanza Q 014
- 10 Termómetro Q 027
- 11 Colorímetro Q 015
- 12 Aerómetro Q 002
- 13 Higrometro digital Q 022
- 14 HPLC Q 028
- 15 Titulador Potenciométrico Q 029
- 16 Balanza Q 011
- 17 Viscosímetro Q 030
- 18 Balanza Q 012
- 19 Equipo Tensión Interfacial Q 021
- 20 Analizador de humedad Q 032
- 21 Termohigrómetro digital Q 033
- 22 Termohigrómetro digital Q 034
- 23 Analizador de humedad Q007

SITIO DE ENSAYO: Laboratorio de Ensayos Químicos, Laboratorio de UTE.
FECHA DE ENSAYO: 05/08/2022
 Este reporte se emite de manera electrónica. La firma digital garantiza la integridad del mismo.

FIRMAS AUTORIZADAS:	Revisado por:	Aprobado por:	Fecha de emisión
	Firmado digitalmente por NATALIA LOURDES HERMIDA del PINO Fecha: 2022.08.08 16:13:13 -03'00'	EDUARDO ANTONIO ITURRIA PELUFFO 2022.08.09 14:21:28 -03'00'	08/08/2022

Versión: 1 Los resultados informados se refieren exclusivamente a las muestras citadas, al momento de los ensayos.
 email: lab@ute.com.uy PARAGUAY 2385 - MONTEVIDEO - URUGUAY - TEL: (+598) 155 24400

Fig. 9. Reporte de ensayo hoja 2 de 2, con datos de los equipos utilizados para los análisis y la firma electrónica.

4. DISCUSIÓN

El proceso descrito tiene varios pasos en el que debe intervenir una o más personas para que el mismo continúe, tales como la centralización de los datos de los ensayos en una planilla electrónica, su exportación al SGS y la firma electrónica. Esto se podría simplificar si los datos de los ensayos son cargados directamente en el SGS en lugar de las Planillas. Se está considerando la posibilidad de que se realice este trabajo en el futuro.

No toda la información de los equipos contenida en las bases del Cliente Interno está disponible a través del servicio web, lo que dificulta sustituir la información almacenada en nuestra planilla al momento de realizar los diagnósticos. Hay información sobre los equipos que es muy variable y no es actualizada en las bases de los Clientes Internos. Por esto, se debe seguir manteniendo las etiquetas de datos que ingresan con la muestra. Se prevé eliminar las tarjetas a futuro, logrando que los clientes ingresen los datos de los transformadores a su base de datos.

La incorporación del SGS permitió que los datos queden respaldados en todo momento, y se tiene

una trazabilidad de quien ingresa y modifica los mismos.

5. CONCLUSIONES

La alternativa de certificado digital adoptada es una forma rápida y de bajo costo que puede ser rápidamente implementada por otros Laboratorios que posean características como las nuestras.

Esta modalidad de trabajo trajo una reducción significativa en el tiempo en todos los procesos, desde la realización de los reportes hasta que le llega al Cliente. Se redujo la transcripción del 50 % de datos, así como reducción de los errores de transcripción, sobre todo por las áreas operativas encargadas de mantener las bases de datos. También se redujo drásticamente el gasto en papel y tóner a eliminar los reportes en papel.

La plataforma GeneXus resulto apropiada para poder interactuar con otras plataformas como SAP, MAXIMO y Planillas electrónicas de Microsoft.

AGRADECIMIENTOS

A todo el personal de Solicitudes Departamentales de TIC y al de la Unidad de Química de la Gerencia del Laboratorio.

REFERENCIAS

- [1] Plataforma de gestión de activos.
<https://www.ibm.com/ar-es/products/maximo/asset-management>.
 Accedido en mayo, 2022.
- [2] Plataforma de desarrollo de software.
<https://www.genexus.com/es/productos/genexus>.
 Accedido en mayo, 2022.
- [3] Desarrollo de programas de sistemas de análisis "Systemanalyse Programmentwicklung".
<https://www.sap.com/latinamerica/about/company/what-is-sap.html>.
 Accedido en mayo, 2022.
- [4] IEC 604224-2013, Mineral insulating oils in electrical equipment – Supervision and maintenance guidance.

IMPLEMENTATION OF LINEAR MODELS REPRESENTATION WITHIN THE DIGITAL CALIBRATION CERTIFICATE AND DIGITAL TWINS

Hugo Gasca-Aragón
CENAM, Querétaro, México
+52 442 2110500 ext 3079, hgasca@cenam.mx

Abstract: The approach for combining information shows an unexplored link between abstract algebras, Bayesian statistics and minimal information representation under normality and independence of the random terms. The direct application includes the representation of continuous functions for response and uncertainty in the digital calibration certificates and digital twins.

1. INTRODUCTION

After the Digital Calibration Certificate (DCC) [1] is deployed the need for handling samples and uncertainty information in a cumulative way will become the next big thing, before the massive arrival of the Metrological Digital Twins (DT) [2, 3, 4]. This paper first describes the problem of handling samples information, then proposes a rigorous mathematical modeling for samples information, followed by the description of linear relationships and its uncertainty [5, 6] as a continuous function and its mathematical modeling. Finally, the paper provides the formal definition of the information addition operation on samples.

The importance of the paper is to establish a solid foundation to support the description, process and reproducibility of the results related to these situations, especially in the context of the DCC [1] and some implementations of DT [2, 3, 4]. In the current analog calibration certificate, there are several implementations to deploy the uncertainty [5, 6] functions and response [5, 6] functions. Some of these include tabulated values, graphical representations and the symbolic equation with the parameters' value and its uncertainty. The theory behind pooling information from two or more datasets is well known [7], however its application has been historically restricted to software packages [8] implementation using the detailed datasets instead of their respective summaries.

The problem of reporting only the linear model coefficients and their covariance structure is that this representation cannot be updated

with new knowledge about the phenomena, i.e., updating the linear model. Also, there is need for algorithms to reliably evaluate if the new observations are consistent with the prior model.

The alternative would require providing all the detailed observations, this approach seems not practical in the long run, since every phenomenon would need to keep all the historical information ever observed, increasingly demanding storage [9].

2. USED METHODS AND PROCEDURES

First, the problem of representing summary information about samples of coupled quantities is presented. Assuming normality and independence of the observations, the tuple (sample size, predictor mean, predictor variance, response mean, response variance, predictor response covariance, within variance) is proposed. These tuples may become elements of a set we would want to work with, avoiding, if possible, the need to have access to the whole set of single observed data. This will require the explicit definition of the addition \oplus operation of two elements of this set.

This problem is closely related to the definition of a measurement result [5] as a semi module, which is a vector space [10] where the scalar field is replaced with a semiring. However, demonstrating this claim and showing the full characterization of this module exceeds by far the scope of this paper.

Definition 1: the bivariate natural measurement result set is

$$\mathcal{S}_2 = \mathbb{N} \times \mathbb{R}^3 \times (\mathbb{R}^{+0})^3$$

Definition 2: given two bivariate measurement results $(s_1, s_2) \in \mathcal{S}_2$ then

$$(s_1 \oplus s_2) \in \mathcal{S}_2$$

If we can show what this addition operation is, then our problem to reuse the sample information in a cumulative manner with no need to recall the whole history of observations is solved. In Annex A the explicit formal definition of this operation can be found. Using this result we can reuse the summary information from a sample to combine and update our knowledge about a bivariate measurand.

Based on this result, the problem of updating a couple of simple linear regression summaries into a single model was analyzed to be applied in the representation of bias and uncertainty for a continuous quantity.

Later this is extended to the multiple linear regression problem including polynomial models. Annex B contains this extension simplified using matrix notation.

The models describing a DT are assumed to be persistent for a period unless some damage is present. Even after maintenance the behavior is expected to be similar to the previous one.

3. RESULTS

The models described allow to accumulate the historical behavior of an object with the smallest amount of data. This contrasts with the current practices of tabulated response values, graphical representations of these tabulated data, and mathematical models with estimated coefficients and its uncertainties. This proposal allows also for efficient data storage while reporting punctual or continuous functional properties in the DCC and DT.

3.1. Results

In this section an example of combining two simple linear regression models expressing

the uncertainty from a single phenomenon will be shown. See table 1.

Consider the bivariate data, observed at two different times:

Predictor value	Response at time 1	Response at time 2
1	1.681e-9	1.156e-9
4	1.764e-9	1.225e-9
25	1.849e-9	1.296e-9
100	1.936e-9	1.369e-9
400	2.209e-9	1.764e-9
900	3.600e-9	3.136e-9
2500	2.601e-9	2.116e-9
4900	5.184e-9	4.761e-9
10000	4.356e-9	3.969e-9
22500	9.216e-9	9.025e-9
40000	1.440e-8	1.210e-8
52900	2.560e-8	2.560e-8

Table 1. The quantities are expressed in arbitrary units.

The underlying model can be expressed as:

$$Y_{t,i} = \beta_{t,0} + \beta_{t,1}X_i + \epsilon_{t,i}, \quad i = 1, \dots, 12$$

From the first data set (t=1) we obtain the estimates as:

$$\begin{aligned} \begin{bmatrix} \hat{\beta}_{1,0} \\ \hat{\beta}_{1,1} \end{bmatrix} &= \begin{bmatrix} 1.82e - 9 \\ 3.92e - 13 \end{bmatrix}, \\ \hat{V} \begin{bmatrix} \hat{\beta}_{1,0} \\ \hat{\beta}_{1,1} \end{bmatrix} &= \begin{bmatrix} 3.21e - 19 & -8.56e - 24 \\ -8.56e - 24 & 7.66e - 28 \end{bmatrix}. \end{aligned}$$

From the second data set (t=2) we obtain:

$$\begin{aligned} \begin{bmatrix} \hat{\beta}_{2,0} \\ \hat{\beta}_{2,1} \end{bmatrix} &= \begin{bmatrix} 1.33e - 9 \\ 3.84e - 13 \end{bmatrix}, \\ \hat{V} \begin{bmatrix} \hat{\beta}_{2,0} \\ \hat{\beta}_{2,1} \end{bmatrix} &= \begin{bmatrix} 5.19e - 19 & -1.38e - 23 \\ -1.38e - 23 & 1.24e - 27 \end{bmatrix}. \end{aligned}$$

To accumulate the information, we are tempted to combine these results as a weighted average. Indeed, both samples have the same predictor values, we obtain:

$$\begin{aligned} \begin{bmatrix} \tilde{\beta}_0 \\ \tilde{\beta}_1 \end{bmatrix} &= \begin{bmatrix} 1.63e - 9 \\ 3.89e - 13 \end{bmatrix}, \\ \hat{V} \begin{bmatrix} \tilde{\beta}_0 \\ \tilde{\beta}_1 \end{bmatrix} &= \begin{bmatrix} 1.98e - 19 & -5.29e - 24 \\ -5.29e - 24 & 4.73e - 28 \end{bmatrix}. \end{aligned}$$

(eq 1)

Using the whole data from both sets:

$$\begin{bmatrix} \hat{\beta}_0 \\ \hat{\beta}_1 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1.57e - 9 \\ 3.88e - 13 \end{bmatrix},$$

$$\hat{v} \begin{bmatrix} \hat{\beta}_0 \\ \hat{\beta}_1 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1.97e - 19 & -5.24e - 24 \\ -5.24e - 24 & 4.69e - 28 \end{bmatrix},$$

(eq 2)

Which differs from equation 1.

Applying the proposed method, we obtain:

$$(n, \bar{x}, s_x^2, \bar{y}, s_y^2, s_{xy}, \sigma^2) = (12, 11185.83, 3.2131e8, 6.1997e - 9, 5.1817e - 17, 1.2593e - 4, 2.706e - 18),$$

$$(m, \bar{u}, s_u^2, \bar{v}, s_v^2, s_{uv}, \tau^2) = (12, 11185.83, 3.2131e8, 5.6264e - 9, 5.1416e - 17, 1.2346e - 4, 4.374e - 18)$$

Hence, the accumulated information is:

$$(p, \bar{w}, s_z^2, \bar{z}, s_z^2, s_{wz}, v^2) = (24, 11185.83, 3.0734e8, 5.9130e - 9, 4.9458e - 17, 1.192755e - 4, 3.31e - 18)$$

and

$$\begin{bmatrix} \hat{\alpha}_0 \\ \hat{\alpha}_1 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1.57e - 9 \\ 3.88e - 13 \end{bmatrix},$$

$$\hat{v} \begin{bmatrix} \hat{\alpha}_0 \\ \hat{\alpha}_1 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1.967e - 19 & -5.242e - 24 \\ -5.242e - 24 & 4.686e - 28 \end{bmatrix}$$

In accordance with equation 2.

The covariance matrix of $\begin{bmatrix} \hat{\alpha}_0 \\ \hat{\alpha}_1 \end{bmatrix}$ was obtained by the known theory of linear regression [11].

4. DISCUSSION

The eight axioms of a vector space, but inverse existence, are fully satisfied where the scalar field is replaced by the semiring of natural numbers. Hence the presented definitions conform a semi module of measurement results. One major implication is that accumulated measurement results are path independent. The restriction of non-

invertibility is due to the nature of non-negative sample sizes. The definition of a subtraction operation only delays the problem, since a new restriction to avoid the outcome of measurement results with negative sample sizes emerges.

The algorithm also reproduces the same result as the Bayesian approach to update the posterior value based on the prior knowledge and the new observed values, assuming homoskedasticity. It also extends the results of Bayesian linear regression as the explicit form of the residual mean square error. This contrasts with Bayesian methods implementation which typically requires massive numeric crunch or simulation for its application. On the other hand, it is always good to count with alternative methods that converge with well-known robust results, providing new tools as bridges to walk the same and new problems.

The common strategy of reporting a linear model and the estimates of the parameters of the model is not enough to rebuild or update the model. This can be understood from observing the straight expressions for computing the entries of the updated result and contrasting them against the definition of the parameters.

The theory of statistics and probability assures the sound results, which indeed are the same as for the combination of single normal random variables and the combination of multivariate normal random variables, respectively.

5. CONCLUSIONS

The proposed models and methods allow the researchers to handle the data in an efficient/optimal manner for punctual and continuous functional responses.

Additional work is required to extend this technique to other kind of models and to search for more complex and useful operations on the semi module of measurement results.

ACKNOWLEDGEMENTS

This research received specific support from the program of National Researchers Network, CONACYT Mexico.

Special thanks to the reviewers for the critical remarks which improved the paper clarity and expanded the scope of results.

REFERENCES

[1] I. Smith, D. Hutzchenreuter, T. Wiedenhöfer, C. Brown, Document describing a universal and flexible structure for digital calibration certificates (DCC), The gateway to Europe’s integrated metrology community, pp. 1–3, 2019. <https://zenodo.org/record/3696567#.YInIxpBKHEY> (accessed 27 April 2021).

[2] L. Seppälä, Digital model, digital shadow, or digital twin – what is at the core of data – driven shipbuilding?, 2020. <https://www.cadmatic.com/en/resources/blog/digital-model,-digital-shadow,-or-digital-twin-%E2%80%93-what-is-at-the-core-of-data-driven-shipbuilding/> (accessed 27 April 2021).

[3] H. Gasca, “Digital Twins in Mass Metrology”. In The Balance Club Conference (Club de la Balanza), Querétaro. 2020. (unpublished)

[4] L. Günther, C. Rothleitner, J. Schleichert, F. Härtig, “The Virtual Weight”. In Proc. 59th ILMENAU SCIENTIFIC COLLOQUIUM, 2017.

[5] International Vocabulary of Metrology - Basic and General Concepts and Associated Terms VIM, 4th edition, Joint Committee on Guides to Metrology (JCGM) 200:2012. <https://www.bipm.org/en/publications/guides> (accessed 27 April 2021)

[6] Evaluation of measurement data – Supplement 1 to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” – propagation of distributions using a Monte Carlo method, 1st edition, Joint Committee on Guides to Metrology (JCGM) 101:2008. <https://www.bipm.org/en/publications/guides> (accessed 27 April 2021)

[7] C. Bingham, “Some identities useful in the analysis of residuals from linear regression”, Technical report 300, University of Minnesota, 1977.

[8] MathWorks, incrementalRegressionLinear, <https://es.mathworks.com/help/stats/incrementalregressionlinear.html>

[9] F. Thiel, M. Esche, F. Grasso Toro, D. Peters, A. Oppermann, J. Wetzlich and M. Dohlus, “A Digital Quality Infrastructure for Europe: The European Metrology Cloud”, Metrology for the Digitalization of the Economy and Society, PTB-Mitteilung, vol. 127, no 4, 97 pp., 2017.

[10] Axler, S. (2000). Linear Algebra Done Right. 2nd edition. USA. Springer.

[11] Neter, J. et al. (1996). Applied Linear Regression Models. 3rd edition. USA. McGraw-Hill.

Annex A

Consider the tuples $\in \mathcal{S}_2$ as defined in section 2. Define the \oplus operation as:

$$(n, \bar{x}, s_x^2, \bar{y}, s_y^2, s_{xy}, \sigma^2) \oplus (m, \bar{u}, s_u^2, \bar{v}, s_v^2, s_{uv}, \tau^2) = (N, \bar{w}, s_w^2, \bar{z}, s_z^2, s_{wz}, \nu^2)$$

Where

$$N = n + m, \quad \alpha_1 = \frac{s_{wz}}{s_z^2}, \alpha_0 = \bar{z} - \alpha_1 \bar{w},$$

$$\bar{w} = \frac{n}{N} \bar{x} + \frac{m}{N} \bar{u}, \quad \bar{z} = \frac{n}{N} \bar{y} + \frac{m}{N} \bar{v},$$

$$s_w^2 = \frac{(n-1)}{N-1} s_x^2 + \frac{(m-1)}{N-1} s_u^2 + \frac{n}{N-1} (\bar{x} - \bar{w})^2 + \frac{m}{N-1} (\bar{u} - \bar{w})^2,$$

$$s_z^2 = \frac{(n-1)}{N-1} s_y^2 + \frac{(m-1)}{N-1} s_v^2 + \frac{n}{N-1} (\bar{y} - \bar{z})^2 + \frac{m}{N-1} (\bar{v} - \bar{z})^2,$$

$$s_{wz} = \frac{1}{N-1} \left((n-1) s_{xy} + n(\bar{x} - \bar{w})(\bar{y} - \bar{z}) + (m-1) s_{uv} + m(\bar{u} - \bar{w})(\bar{v} - \bar{z}) \right),$$

$$v^2 = \frac{1}{N-2} \left((n-2)\sigma^2 + (m-2)\tau^2 + n(\bar{y} - \bar{z} - \alpha_1(\bar{x} - \bar{w}))^2 + (\alpha_1^2 - \beta_{1,1}^2)(n-1)s_x^2 + 2(\beta_{1,1} - \alpha_1)(n-1)s_{xy} + m(\bar{v} - \bar{z} - \alpha_1(\bar{u} - \bar{w}))^2 + (\alpha_1^2 - \beta_{2,1}^2)(m-1)s_u^2 + 2(\beta_{2,1} - \alpha_1)(m-1)s_{uv} \right),$$

$$\beta_{1,1} = \frac{s_{xy}}{s_x^2}, \quad \beta_{2,1} = \frac{s_{uv}}{s_u^2}.$$

Annex B

Definition 3: the n-dimensional natural measurement result set is

$$\mathcal{S}_n = \mathbb{N} \times \mathbb{R}^{\frac{n(n+1)}{2}} \times (\mathbb{R}^{+0})^n$$

Let us name the design matrix in the multivariate linear model X (a full rank matrix), and the response vector \underline{Y} then

$$s = (UT[X^T X], X^T \underline{Y}, \underline{Y}^T \underline{Y}) \in \mathcal{S}_n$$

Since $X^T X$ is a symmetric $n \times n$ matrix, we are only concerned to keep the elements of the upper triangular part of it, this is expressed by the UT operator.

Definition 4: given two n-dimensional measurement results $(s_1, s_2) \in \mathcal{S}_n$ then

$(s_1 \oplus s_2) \in \mathcal{S}_n$. Consider the tuples $\in \mathcal{S}_n$ as stated in definition 3.

Define the \oplus operation as:

$$s_1 \oplus s_2 = (UT[X_1^T X_1], X_1^T \underline{Y}_1, \underline{Y}_1^T \underline{Y}_1) \oplus (UT[X_2^T X_2], X_2^T \underline{Y}_2, \underline{Y}_2^T \underline{Y}_2) = (UT[X_1^T X_1 + X_2^T X_2], X_1^T \underline{Y}_1 + X_2^T \underline{Y}_2, \underline{Y}_1^T \underline{Y}_1 + \underline{Y}_2^T \underline{Y}_2) = s_3 \in \mathcal{S}_n$$

Theorem: The set \mathcal{S}_n in definition 3 together with the addition operation \oplus in definition 4 defines a semi module over the semiring of natural numbers.

Proof: by straight construction.

The estimated coefficients are obtained by

$$\hat{\underline{a}} = (X^T X)^{-1} X^T \underline{Y},$$

the mean square residual error is

$$\widehat{\sigma^2} = \frac{1}{N-p} (\underline{Y}^T \underline{Y} - (X^T \underline{Y})^T (X^T X)^{-1} X^T \underline{Y})$$

And the number of involved parameters is

$$p = \frac{(n+2)(n+1)}{2}, \quad n = \text{rank}(X^T X).$$

FACTURACIÓN ELECTRÓNICA DE MÉXICO UN MODELO RAZONABLE PARA IMPLEMENTAR LA METROLOGÍA 4.0

Carlos Rivera Orozco (1), Rosario Rodríguez Báez (2)
Bufete de Ingenieros Industriales, S.C.
Lomas de Santa Isabel 6416 Col. Lomas Altas II. Chihuahua, Chihuahua. 31207 México
Teléfono 614- 171 3188. (1) carlos@bii.mx; (2) rosario@bii.mx

Resumen: Este trabajo presenta una síntesis del modelo de la facturación electrónica mexicana y por comparación se hace un bosquejo de los retos que ha resuelto o por resolver para la implementación del proyecto metrología 4.0 en el firmado de informes de ensayos o certificados de calibración electrónicos y generación de XML.

1. INTRODUCCIÓN

La facturación electrónica digital tiene 18 años de desarrollo en México [1]. Este sistema produce un archivo XML validado por medio de un sello digital único que se emite bajo la autoridad del SAT, Sistema de Administración Tributaria [2], el documento contiene una estructura de campos portable a diferentes sistemas informáticos; consideramos que esta experiencia es un modelo replicable para implementar un sistema internacional de datos metrologógicos (SID).

En 2011 se publicó el término Industry 4.0, que describe los procesos de manufactura avanzada operando con instrumentos y herramientas interconectados por medios informáticos [3] lo anterior activó la discusión de la comunidad metrologógica para actualizar la infraestructura de la calidad bajo este enfoque. Para comunicar estos trabajos se han utilizado conceptos como modelo de metrología inteligente [4], metrología para la transformación digital [5] o metrología 4.0 [6].

Para los fines de este trabajo la metrología 4.0 es el sistema ciberfísico capaz de obtener valores de medida de ítems de interés, transformar resultados de medida en datos informáticos, organizar los datos bajo protocolos de intercambio normalizados y distribuir la información metrologógica bajo esos protocolos.

En febrero de 2021, el Buró Internacional de Pesos y Medidas, BIPM organizó un taller [7] para tratar “la importancia de las unidades de medida y el impacto de la transformación digital en la infraestructura de la calidad, en las organizaciones de metrología regionales y en la infraestructura industrial en el marco de la digitalización del SI. La idea del taller fue “ayudar a la comunidad metrologógica a asegurar

que sus servicios son adecuados para el futuro digital y, por otro lado, resaltar las oportunidades en la comunidad usuaria para desarrollar y explotar estas nuevas habilidades.”

En el contexto de la acreditación de laboratorios bajo la norma ISO/IEC 17025 [8], se han desarrollado sistemas de gestión de la información con aplicaciones o software comercial conocido como LIMS por sus siglas en inglés “Laboratory Information Management System”.

El negocio de los “LIMS” está relativamente maduro y requiere muchos recursos para desarrollar procesos de plataforma que pudieran servir a diferentes laboratorios.

Dicho lo anterior, un modelo razonable para implementar la Metrología 4.0 se concentra en el firmado de informes de ensayos o certificados de calibración electrónicos y generación de XML. El firmado puede tomar tracción en menor plazo que XML porque actualmente la norma ISO/IEC 17025 permite emisión de resultados electrónicos y algunos laboratorios ya han migrado a esta modalidad. La generación de XML, según se observa, es un futuro muy probable.

El potencial de mercado para este modelo, serían los laboratorios que trabajan bajo la norma ISO/IEC 17025 debiendo cuidar el proceso del proyecto (viabilidad, factibilidad, rentabilidad, potencial). Lo cierto es que actualmente una empresa así no existe en México.

Sobre los usuarios potenciales de esta propuesta, serían laboratorios sin LIMS, que busquen cumplir con el requisito del certificado sin adecuar sus procesos a una Tecnología de la Información, TI; en el otro extremo los desarrolladores de LIMS que

estuvieran dispuestos a adquirir la tecnología de generación de XML y los intermedios.

Sobre el modelo de negocio, no es seguro que los laboratorios compren una aplicación local, un modelo de créditos podría romper la resistencia a utilizar/contratar el servicio: paquetes de 10, 30, 70, 200 créditos XML esquemas similares. Aquí podría servir como ilustración lo que se ha visto en los laboratorios: manejo de datos técnicos en red, archivos de cálculo, reportes en PDF; bases de datos de los propios equipos analíticos.

2. FACTURACIÓN ELECTRÓNICA DE MÉXICO UN MODELO RAZONABLE PARA IMPLEMENTAR LA METROLOGÍA 4.0

La Metrología 4.0 apunta hacia la confianza en los datos procesados y emitidos con el soporte de la internet de las cosas o la digitalización de los procesos de medición [9].

La metrología 4.0 será un input de calidad en los procesos productivos como parte de la Industria 4.0 con el desarrollo de software de diseño digital [10].

En 2004 empezó la facturación electrónica digital en México con el intercambio de datos con el formato XML para manejarlos con diferentes tipos de software y uso transversal de la información: fiscal, contable administrativo, contable de costos, traslados. Con ello vino la trazabilidad de la información, automatización de procesos administrativos, desarrollo de procesos analíticos de varios frentes: administrativos, fiscales, contable. Se pudo promover el trabajo analítico de la información de los negocios y la homologación de datos para agregación de negocios, que es, que los negocios diferentes son comparables.

En estos 18 años de desarrollo, la unidad de intercambio de datos es un archivo XML validado por medio de un sello digital único que se emite bajo la autoridad del SAT, el documento contiene una estructura y campos que facilitan su portabilidad a diferentes sistemas informáticos [11]; consideramos que la experiencia de la facturación electrónica mexicana es un modelo replicable para implementar un sistema internacional de transferencia de datos metrológicos.

3. RESULTADOS

La idea es sistematizar un fenómeno vigente, el programa Medición del CENAM [12] podría tener el perfil para dirigir un movimiento como el modelo propuesto. Su aportación está en la curaduría que aportan y, lo valioso es, que no cierren las posibilidades de aplicación.

Una de las barreras que se tienen son las bases de datos, el lenguaje de programación cierra los procesos y genera una dependencia tecnológica con los programadores, puede ser una oportunidad de mercado para empresas que hagan LIMS lo suficientemente flexibles para que el usuario resuelva problemas prácticos de aplicación, con un modelo como el software o sistemas administrativos de las marcas Microsoft o SAP [13], la plataforma es muy amplia y hay despachos dedicados a la implementación

La Metrología 4.0 converge con lo que se ve en el SAT [14]: normalización del informe de resultados y utiliza el software que se elija para generarlo; y las entidades de acreditación funcionarían como las oficinas de administración del SAT; tienen los auditores que verifican que la información que se genera es verídica, que la empresa existe, que el representante legal tiene identidad verificada.

Algunos certificados de laboratorios son vistosos, con abundancia de información y gráficos, que en algunos casos complica identificar el dato de interés, por ejemplo: ¿Por qué se reporta la incertidumbre del punto, la incertidumbre del patrón? ¿Por qué un área de metrología reporta la incertidumbre por punto y otra área por intervalo?

Algo similar se observa en la facturación electrónica, por ejemplo, hay proveedores que emiten facturas convencionales de 12 columnas que describen el artículo, su nombre, clave de la empresa, clave SAT, peso por unidad, unidad de medida, presentación individual, peso del empaque, piezas por empaque, dimensiones, precio, descuento, monto del descuento.

Al mismo tiempo, el documento XML de la misma factura, se puede consultar en el visualizador XML del software de administración y allí, sin importar la factura del proveedor, se obtiene la información en un formato conocido por el usuario final y se generan los reportes en Excel para trabajar con los datos según la necesidad del proceso administrativo o de transformación.

Con el modelo actual del SAT (uso de XML) no importa el proveedor, ni su diseño de factura; en el visualizador siempre se ve la información en el formato entendible del usuario final y esa es el área de oportunidad que se está trabajando con la Metrología 4.0

Una reflexión es, que hace tiempo nos dimos cuenta que determinada computadora no es necesaria, lo realmente necesario es la información; en metrología, lo que se necesita es la transferibilidad y disponibilidad para el tratamiento de datos. La asignación de equipos por personas optimiza los tiempos de registros eliminando filas de usuarios.

Otro caso que sirve como ejemplo, es la banca electrónica: el Banco de México pone las normas de los campos que deben manejar los bancos comerciales, cada banco hace su software como decida, pero todos deben tener certificados los campos que permiten las operaciones electrónicas

La metrología 4.0 podría seguir esos modelos, los Institutos Nacionales de Metrología serían el Banco de México, Banxico o SAT; las entidades de acreditación y las certificadoras, los bancos.

Se advierte que es necesario no confundir el software con el "data"; lo que se tiene que trabajar es la identificación de los campos de DATA y los protocolos para intercambio. Se tiene que trabajar en la infraestructura que despliegue los protocolos de data y dejar que los laboratorios desarrollen sus propias soluciones de software.

4. DISCUSIÓN

Los retos de la metrología 4.0 son: la transversalidad de los datos metrológicos expresados de forma electrónica, el desarrollo del modelo de servicios que permita a pequeños y medianos laboratorios transformar los datos de medición en valores cibernéticos sin obligarlos a invertir en LIMS, la definición de catálogos de campos; el diseño de la estructura de datos de XML; la habilitación de red de validadores de los sellos digitales; la implementación de proveedores de servicio para soportar el sistema; o la definición de los implementadores generales.

En algún momento la comunidad tendrá que armonizar la transformación de los datos de medida conforme a criterios normalizados bajo la dirección de un Sistema Internacional de Datos Metrológicos identificado como SID de la misma forma que

formalizó el Sistema Internacional de Unidades de Medida, SI; armonizó criterios de aplicación en la Guía para la Expresión de Incertidumbre de Medida, GUM y, unificó conceptos bajo el Vocabulario Internacional de Metrología, VIM.

5. CONCLUSIONES

El modelo de implementación de la facturación electrónica en México es razonablemente maduro para los objetivos que siguen los trabajos de la metrología 4.0

El camino de implementación lo ha mostrado el SAT con la facturación electrónica. La comunidad metrológica mundial tiene que armonizar los criterios para la implementación de la Metrología 4.0.

REFERENCIAS

- [1] D. Ledesma, "CFDI, manéjese con cuidado", <https://www.eleconomista.com.mx/revistaimef/CFDI-manejese-con-cuidado-20220420-0073.html>, 2022-0420.
- [2] Sistema de Administración Tributaria, <https://www.sat.gob.mx/personas/factura-electronica>, 2022-04-26
- [3] V.D. Majstorovic y S. Stojadinovic Cyber Physical Manufacturing Metrology en IOP Conference Series: Material Science and Engineering 968 012001 (2020), pag. 1
- [4] Ibidem, pag. 2
- [5] Metrology for Digital Transformation SIM-MWG-14, <https://www.cenam.mx/m4dt-sim>, 2022-07-24.
- [6] A. Valqui, G. Casaburi, C. Suaznábar, Metrología 4.0 Desafíos de la transformación digital para la metrología de América Latina y el Caribe (Nota Técnica del BID; 1765), Banco Interamericano de Desarrollo, pag. i, 2019.
- [7] BIPM, The International System of Units in FAIR Digital Data Workshop Programme, February 2021, <https://www.bipm.org/documents/20126/45571856/FAIR+digital+data-programme.pdf/9bf05be1-c45c-60ac-696a-9273eef141f2>, 2022-06-20
- [8] ISO/IEC 17025 Requisitos generales para la competencia de laboratorios de ensayo y calibración.
- [9] U. Harmes-Liedtke, Quality Infrastructure 4.0 The Fourth Industrial Revolution, <https://qi4d.org/2020/10/01/quality-infrastructure-4-0/>, 2022-06-20

- [10] V. D. Majstorovic y S. Stojadinovic, op. cit. pag. 4
- [11] Verificación de CFDI, <https://www.cfdi.org.mx/verificacion-cfdi/>, 2022-04-24
- [12] CENAM, Gestión de Proyectos Integrales de Metrología <https://www.cenam.mx/mesura/>, 2022-02-20
- [13] Microsip, Sistema administrativo, <https://www.microsip.com/>, 2022-06-20
- [13] SAP, Sistema administrativo, <https://www.sap.com/latinamerica/about/company/what-is-sap.html>, 2022-06-20
- [14] Diario Oficial de la Federación, “Primera Resolución de Modificaciones a la Resolución Miscelánea Fiscal para 2010”, https://dof.gob.mx/nota_detalle_popup.php?codigo=5159342, 2022-06-20

TRANSFORMACIÓN DIGITAL COMO ESTRATEGIA “CERO PAPEL” LABORATORIO DE METROLOGÍA DE GASES DE OCCIDENTE S.A. ESP

Germán J. Covelli, Iván A. Salazar Mejía
Gases de Occidente S.A. ESP.
Calle 44 # 28F – 79 B/ 12 de octubre - Cali, Valle del Cauca, Colombia
germanjc@gdo.com.co, ivans@gdo.com.co

Resumen: La estrategia de “Cero Papel” aplicada en laboratorios de calibración representa una optimización real del proceso, ya que reduce el consumo de papel, elimina en gran parte el archivo físico y mejora la disponibilidad de la información en medios digitales. El objetivo de este artículo consiste en presentar el proceso de transformación digital realizado como parte de la estrategia de “Cero Papel” en el laboratorio de calibración de Gases de Occidente S.A. ESP.

1. INTRODUCCIÓN

El modelo operativo de un laboratorio de calibración requiere de un manejo documental que permita demostrar el cumplimiento de los requisitos de la ISO/IEC 17025 [1] asociados con el manejo de registros.

Gases de Occidente S.A. ESP. (en adelante GdO) cuenta con una infraestructura que permite llegar a más de 1,2 millones de usuarios, así mismo con un amplio número de equipos/instrumentos destinados a realizar las mediciones para fines de facturación, control operativo y seguridad, equipos que en su mayoría son calibrados en el laboratorio de metrología propiedad de GdO.

El concepto de laboratorio “Cero Papel” relaciona la reducción ordenada del uso del papel mediante la sustitución de los documentos en físico por medios digitales, lo cual comienza a ser masificado gracias al avance en herramientas de digitalización y el avance en disponibilidad de almacenamiento en servidores físicos o nube de datos.

El proceso de transformación digital implementado involucró la reducción del uso de papel en las diferentes etapas del proceso del laboratorio de GdO, principalmente en los datos primarios (toma datos), registros de mantenimiento y certificados de calibración, cumpliendo los lineamientos de la ISO 17025, para lo cual fue necesario la implementación de firmas digitales.

La digitalización nos permitió mejorar la eficiencia del proceso e incorporar la consulta de certificados de calibración mediante código QR.

2. LA ESTRATEGIA DE “CERO PAPEL”

2.1. Identificación de la necesidad

Partiendo de la instrucción dada por la gerencia técnica de GdO sobre lograr los objetivos de sostenibilidad ambiental, se encontró como alternativa el concepto de oficinas Cero Papel u oficina sin papel, con la cual se inició la reducción ordenada del uso del papel mediante la sustitución de los documentos en físico por soportes y medios electrónicos.

El proyecto fue socializado con el equipo del laboratorio y se identificó como principal reto el realizar el proceso de firma digital y organización documental cumpliendo con los requisitos del Organismo Nacional de Acreditación de Colombia – ONAC.

2.2. Metodología

Existen diferentes metodologías para la implementación de estrategias de cero papel, sin embargo, se tomó como guía la presentada por el Ministerio de Tecnologías de la Información y las Comunicaciones [2], para lo cual se ejecutaron los siguientes pasos:

1. Se seleccionó un líder responsable de la implementación del proceso.
2. Se conformó un equipo de trabajo, que incluyó el personal relacionado con el proceso de calibración, emisión de resultados, aprobación de certificados y archivo.
3. Se analizaron los costos y ahorros del proceso, partiendo de las estadísticas de consumo de papel promedio de años anteriores y estableciendo metas de reducción.

4. Se presentó la propuesta a la gerencia técnica y al comité ambiental y se obtuvieron las aprobaciones y recursos para la ejecución.
5. Se realizó la reorganización documental y el uso de la nube para el almacenamiento de la documentación.
6. Se implemento la conversión electrónica de documentos.
7. Se implementó el uso de firmas digitales.
8. Se implemento el código QR y la estrategia de generación de dichos códigos para consulta por

externos manteniendo la seguridad y encriptado requerido por la organización.

A continuación, se presenta el detalle de los aspectos más relevantes para el proceso de digitalización implementado en el laboratorio de metrología GdO.

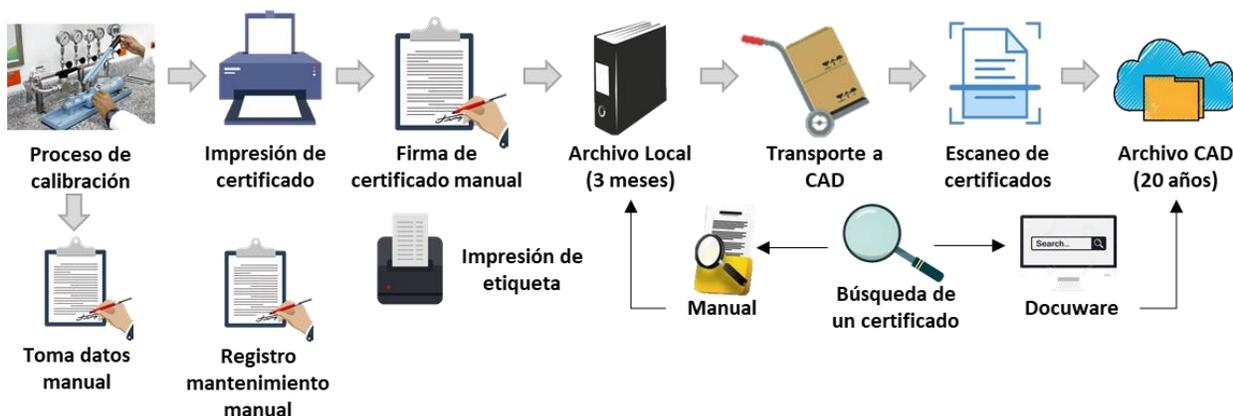


Fig. 1. Flujo documental del proceso de calibración antes de la digitalización.

2.3. Descripción del proceso antes de la digitalización.

El flujo requerido para la emisión de un certificado de calibración antes de la implementación de la digitalización se muestra en la Fig. 1. El proceso contemplaba la impresión del toma datos y su registro manual. Posteriormente, los datos eran ingresados a la herramienta de análisis de datos. A continuación, se realizaba la impresión de dos copias del certificado para firma manual, uno se entregaba al cliente y otro era almacenado en el archivo local. Pasados 3 meses, los certificados eran transportados a la oficina principal, eran escaneados y guardados en el archivo CAD.

2.4. Potencial de reducción

Se analizaron los datos del 2019, año durante el cual se realizó la calibración de 3.621 equipos, lo cual generó un aproximado de 32.453 hojas impresas distribuidas en los registros que se pueden observar en la Fig. 2. Teniendo en cuenta lo anterior, se estimó un potencial de reducción de al menos 30.000 hojas por año.

La implementación de la estrategia se propuso realizar en 3 fases: Primera fase: conversión

electrónica de los registros de mantenimiento y de los certificados de calibración. Segunda fase: digitalizar los toma datos. Tercera fase: digitalizar los registros asociados con el ingreso de equipos, listas de chequeo y otros registros.

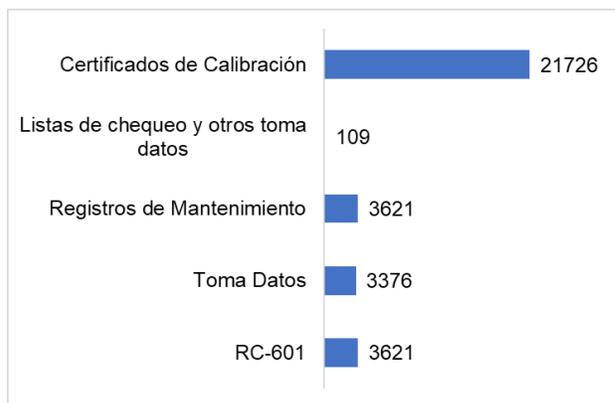


Fig. 2. Cantidad de hojas impresas en el laboratorio de metrología en el año 2019.

2.5 La Firma Digital

En Colombia la Ley 527 de 1999 [3] define y reglamenta el uso de firmas digitales, estableciendo que las entidades de certificación son las encargadas

de otorgar firmas digitales, bajo el control y vigilancia de la Superintendencia de Industria y Comercio - SIC. El decreto 1747 del 2000[4], especifica las entidades de certificación y define que la firma digital debe ser gestionada por una entidad certificada ante la SIC. Así mismo, el decreto 1413 de 2017[5] especifica que en relación con el servicio de autenticación electrónica: el ente debe contar con la acreditación del Organismo Nacional de Acreditación de Colombia (ONAC), en las siguientes actividades:

- Emitir certificados en relación con las firmas electrónicas o digitales de personas naturales o jurídicas.
- Ofrecer o facilitar los servicios de generación de datos de creación de las firmas digitales certificadas u ofrecer o facilitar los servicios de

generación de los datos de creación de las firmas electrónicas.

Se revisó el estado del arte y se validaron los requisitos legales aplicables en cuanto al uso de firmas digitales, encontrando la solución con la compañía CERTICAMARA, entidad de certificación digital abierta de conformidad con la Ley 527 de 1999 y los estándares técnicos internacionales aplicables. Se adquirieron firmas digitales en la modalidad licencia, con renovación cada 18 meses.

La firma digital implementada usa un token que debe conectarse al puerto USB del pc en el cual se realiza la firma. Los certificados de token físico se generan con las siguientes características: Llave privada de 2048 bits, Algoritmo de firma de certificado con hash SHA256, Dispositivo criptográfico de almacenamiento compatible con el puerto USB.



Fig. 3. Flujo documental del proceso de calibración después de la digitalización.

2.6 Organización documental

La organización documental jugo un papel muy importante desde el inicio del proceso. El técnico metrólogo ya no imprime el toma datos, ahora usando una Tablet realiza la toma de datos (patrón – instrumento) de forma digital para las magnitudes en las cuales el proceso debía ser realizado con toma de datos “manual”, luego genera el análisis de resultados y el certificado de calibración. Otros procesos automatizados generan los resultados y certificados de forma automática, ya no son impresos y pasan directamente a revisión electrónica y firma, ver Fig. 3.

La estrategia contemplo el poder realizar la revisión y aprobación de los documentos por parte del coordinador de laboratorio en forma remota (toma datos, certificados y reportes de mantenimiento) a través de firma digital CERTICAMARA, la cual es

aceptada por ONAC. Una vez firmados los certificados, estos se ubican en un servidor que fue organizado de manera cronológica y desde allí el auxiliar de aseguramiento metrológico lo envía a nuestros clientes mediante correo electrónico.

2.7. Consulta usando Código QR



Fig. 4. Etiqueta de calibración con código QR

Contar con información digital nos permitió integrar códigos QR con los cuales el cliente puede realizar la

consulta de su certificado electrónico de forma remota, evitando la solicitud de copias físicas del certificado y garantizando la disponibilidad de los resultados cuando se necesitan y casi de forma inmediata.

Para la implementación del código QR fue necesario el rediseño de la etiqueta original, adecuando el espacio para integrar un QR con dimensiones adecuadas para ser leído, proceso realizado a prueba y error, ya que el tamaño del QR depende de la cantidad de variables, distancia de lectura, entre otros parámetros que hacen curiosamente que la prueba y error sea el método más fiable de cara a validar la dimensión adecuada de un QR.

2.8. indicadores de seguimiento

Parte importante de cualquier proceso, es poder medir su eficacia, es por ello que como parte de la estrategia “cero papel”, se generaron los siguientes indicadores de seguimiento:

$$IRfd = \left(\frac{\text{Cantidad Hojas Digitalizadas}}{\text{Cantidad de Hojas Totales}} \right) * 100$$

$$IDcp = \left(1 - \left(\frac{\text{Consumo de Papel año actual}}{\text{Consumo de Papel Año Anterior}} \right) \right) * 100$$

Donde:

IRfd: indicador de relación Físico – Digital.

IDcp: indicador disminución consumo de papel.

Así mismo, se establecieron las siguientes metas para el seguimiento de los indicadores:

- IRfd > 90%
- IDcp > 10%

A continuación, se muestran los resultados de los indicadores logrados desde la implementación del proceso con corte a diciembre 2021.

Tabla 1 Resultados Indicadores de seguimiento

Indicador	2019	2020	2021
IRfd	0,0%	78,3%	88,5%
IDcp	N/A	75,9%	58,2%

3. RESULTADOS

El laboratorio de Metrología de GdO en 2019 realizó la calibración de 3675 equipos, proceso que genero un gasto de aproximadamente:

- 3675 registros de ingreso al laboratorio.
- 3675 registros de toma datos.

- 3675 registros de mantenimiento.
- 22.050 hojas membreadas para certificados de calibración.

Con un total aproximado de 32.453 hojas utilizadas en el año 2019 (64,9 resmas), lo que se traduce en un gasto aproximado de 149,3 kg de papel, el cual se multiplica por el factor de emisión que, según lo propuesto por el fondo europeo de desarrollo regional [6], establece un valor de 3 Kg CO₂/Kg.

Con dicho factor de emisión, el laboratorio generó un aproximado de 447,8 kg de CO₂ equivalente durante 2019 por uso de papel.

Con la Estrategia de “cero papel” en el Laboratorio de Metrología de Gases de Occidente S.A. ESP. y la emisión de certificados electrónicos nos permitió para los años 2020 y 2021 lograr los siguientes beneficios:

- Reducción de 53.339 hojas (245,4 kg de papel), equivalente a 736 kg de CO₂ dejados de emitir a la atmosfera.
- Ahorro de 53.339 impresiones tamaño carta, lo que represento un ahorro en consumo energético de impresora aproximado de 83,2 kWh [7], lo cual según el IPCC Intergovernmental Panel On Climate Change, 2006, establece un valor de 0,119 Kg CO₂/kWh [8]. Lo anterior se traduce en 9,9 kg de CO₂ adicionales dejados de emitir a la atmosfera.
- Otros ahorros representados en recarga de tóner y mantenimiento de impresora y membrete de 53.339 hojas.

4. DISCUSIÓN

Los procesos de transformación digital han permitido la implementación de mejores prácticas en el manejo de documentos, trazando una hoja de ruta que permite incorporar estrategias de reducción del uso de papel en GdO.

La digitalización de la información en el laboratorio permitió reducir en aproximadamente 187,5 horas/año el proceso de emisión de certificados, tiempo que antes era requerido para impresión, firma manual y archivo (local y externo).

La implementación de firmas digitales permite que este proceso pueda ser ejecutado de forma remota, aspecto importante si evaluamos la continuidad de la operación durante situaciones que representen riesgo social, o aforos limitados, entre otras

situaciones que impidan la presencialidad de los firmantes.

La organización documental digital mejoró la búsqueda de certificados y facilitó el manejo del archivo durante auditorias de seguimiento. Así mismo, una de las ventajas logradas está asociada con el poder integrar la consulta de certificados de calibración mediante códigos QR adheridos al equipo.

5. CONCLUSIONES

Gracias a la implementación del proceso de digitalización en el laboratorio de metrología de GdO se han dejado de emitir a la atmosfera 745,9 kg de CO₂.

Los datos de cierre del año 2021 muestran que el indicador de relación Físico – Digital (IRfd) se encuentra en 88,5%. Para superar la meta, en 2022 se debe implementar la tercera fase asociada con la digitalización del proceso de recepción de equipos, listas de chequeos y otros registros.

La digitalización de la información y el esquema documental implementado mejoraron el acceso, control y seguridad en el manejo de la información.

La implementación del QR eliminó el proceso de solicitud de copias de certificados de calibración, los cuales estaban asociados con la pérdida del certificado original.

Para mejorar la disponibilidad de información, se debe extender el proceso de digitalización a los certificados de calibración de los equipos de GdO que son emitidos por otros laboratorios. De igual manera, implementar el QR para dichos equipos.

REFERENCIAS

- [1] ICONTEC, (Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación., 2017). Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración. NTC ISO/IEC 17025.
- [2] Bonilla, Hector et al. Cómo comenzar una estrategia de cero papel en su entidad. Ministerio de Tecnologías de la Información y las Comunicaciones Programa Agenda de Conectividad – Estrategia Gobierno en línea. https://www.camara.gov.co/sites/default/files/2018-05/48%20GUIA_2_Como_comenzar_cero_papel.pdf
- [3] Ley 527 de 1999. Por medio de la cual se define y reglamenta el acceso y uso de los mensajes de datos, del comercio electrónico y de las firmas digitales, y se establecen las entidades de certificación y se dictan otras disposiciones. 18 de agosto de 1999. DIARIO OFICIAL No. 51965 - 3 de marzo de 2022. http://www.secretariasenado.gov.co/senado/basedo/ley_0527_1999.html
- [4] Decreto 1747 de 2000. Por el cual se reglamenta parcialmente la Ley 527 de 1999, en lo relacionado con las entidades de certificación, los certificados y las firmas digitales. 11 de septiembre de 2000. DIARIO OFICIAL No. 44.160. <https://www.funcionpublica.gov.co/eva/gestornormativo/norma.php?i=4277>
- [5] Decreto 1413 de 2017. Por el cual se adiciona el título 17 a la parte 2 del libro 2 del Decreto Único Reglamentario del sector de Tecnologías de la Información y las Comunicaciones, Decreto 1078 de 2015, para reglamentarse parcialmente el capítulo IV del título III de la Ley 1437 de 2011 y el artículo 45 de la Ley 1753 de 2015, estableciendo lineamientos generales en el uso y operación de los servicios ciudadanos digitales". 25 de agosto de 2017. DIARIO OFICIAL. AÑO CLIII N. 50.336 25. <https://www.suinjuriscol.gov.co/viewDocument.asp?id=30033063>
- [6] Gobierno de Aragón. Estrategia Aragonesa de Cambio Climático. Septiembre de 2019. https://www.aragon.es/documents/20127/674325/EACCEL_energias_limpias.pdf/5d6160f5-664e-a873-79c3-221d23a53e74.
- [7] MAXPRINTER. Especificaciones técnicas Impresora Canon Laser Multifuncional 264FDW. <https://maxprinter.co/producto/impresora-canon-laser-multifuncional-264fdw>
- [8] Penman, Jim et al. Instituto para las Estrategias Ambientales Globales. Directrices del IPCC de 2006 para los inventarios nacionales de gases de efecto invernadero. Francia 2006. <https://www.ipcc-nggip.iges.or.jp/public/2006gl/spanish/index.html>

AUTOMATIC SYSTEM FOR CALIBRATING ZENER-BASED VOLTAGE STANDARDS

Leonardo Trigo¹, Heriguati de Souza¹, Daniel Slomovitz²

¹UTE – LABORATORIO

Paraguay 2358, Montevideo, Uruguay

Tel. +598-21552449, Email: ltrigo@ute.com.uy

²Universidad de la República-Facultad de Ingeniería

Montevideo, Email: dslomo@gmail.com

Abstract: An automatic system was developed to intercompare Zener voltage standards. It comprises a low-emf voltage scanner, a voltmeter, a temperature scanner, an ohmmeter and software. Up to 10 units can be tested at the same time, with a full measurement round of 60 minutes. In this way, the system continuously records around 24 individual measurement values per day for each individual Zener. Typical results are shown.

1. INTRODUCTION

Traditionally, dc voltage standards were maintained by standard cells of 1.018 V. In the past, National Metrology Institutes had banks of many cells with intercomparison routines. In our laboratory, there were three banks of four cells each. To compare each other, with both polarities to avoid stray emfs, a bank of n cells required $n(n-1)$ comparisons. In this case, a complete round required 132 comparisons, which was a very hard work. Other laboratories had more cells, and the comparisons routine was more laborious. In practice, most laboratories divided the bank in several groups reducing the number of comparisons. In [1], a detailed analysis of such comparison was presented, as well as its implementation. Additionally, much care was necessary for this measurement, due to the relative high output impedance and temperature dependence of this kind of device. Most of the work was based on manual operation, so technicians dedicated much of their time to this type of task.

When the first Zener based voltage standard appeared, it seemed that many disadvantages were solved. They have a higher voltage output (10 V) and low impedance (some milliohm), which leads to less stray-emf and isolation-resistance influences. Although they kept the old 1.018-V output for compatibility with the standard cells, nowadays this output is generally not used. The advance of electronic scanners together with the low output impedance of the Zener sources, allowed this test to be fully automated.

In the following sections, a detailed description of the development of an automatic system, developed by ourselves, is shown. The purpose of this system is the continuous monitoring of Zener units, as well as

having the value of each one when it is necessary to transfer it to other voltage measurement instruments.

2. INSTRUMENTATION SYSTEM

Figure 1 shows a schematic diagram of the measurement system. It comprises a main scanner (Voltage) and a voltmeter for differential voltage measurements between sources. Additionally, an auxiliary scanner (Resistance) and an ohmmeter measure the resistances of the Zener internal thermistors to compute their internal temperatures. A computer and software process all the data and display statistical results. Only the 10-V outputs of the sources are compared, as the 1.018-V outputs have worse stability and higher impedance. For calibrating the 1-V level, we developed a high precision step-down divider [2], so that Zener low-voltage output calibration was not necessary.

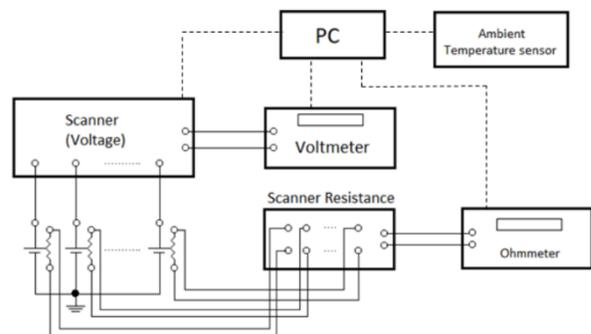


Fig. 1. Schematic diagram of the measuring system.

Figures 2 and 3 show photos of the instrumentation. In figure 2, at the top, is the resistance scanner and our Zener Standard Reference [3], both of our own

development. In the center are the low-voltage emf scanner (Measurement International 4210B), an Agilent-3458A multimeter used as the differential voltmeter, and the Agilent-34401 multimeter used as the ohmmeter. At the bottom there are several Zener



Fig. 2. Rack containing all the measurement instruments and sources under test.

Standards; some Fluke-732B units and other one, self-developed [4-6]. The latter, like the one at the top of the rack, bases its stabilities on the average of 140 individual Zener diodes. Figure 3 shows the resistance scanner for temperature measurement. It selects the unit under test for measuring the resistance of its internal thermistor.

The computer continuously runs a software that controls the scanners, the multimeters, and performs all calculations. The values of each Zener Standard are displayed on the screen as well as statistical calculations.



Fig. 3. Resistance scanner for temperature measurements.

2.1. Scanners

As mentioned, the measuring system has two scanners, the principal one for voltage measurements, and an auxiliary one for temperature measurements. The first one is the main component of the system. It selects the pair of Zener-based sources to be compared. The different parameters that this component must have, have been carefully analyzed. The first one is the number of channels. It must be enough, according to the number of sources. In our case, it has 10 channels. Each channel allows the connection of its inputs to two outputs, A and B, as shown in fig 4.

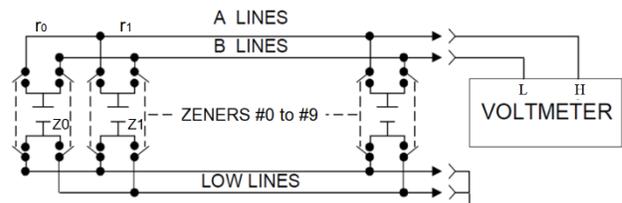


Fig. 4. Schematic diagram of the main scanner connections.

For example, to compare Zener Z0 with Zener Z1 there are two possible configurations, relay r_0 to A with relay r_1 to B, or relay r_0 to B with relay r_1 to A. The average of both measurements eliminates any offset caused by emfs, external to the scanner, and the voltmeter offset.

Other basic requirements for the scanner are to have low thermoelectric emf, high isolation resistance and low series resistance. The emf of the scanner are in the order of 50 nV. This value was obtained from a set of measurements made with a nanovoltmeter, short-circuiting the inputs with copper bars. These emfs mainly come from the self-heating of the relays. This is reduced by using latch relays. They operate by pulses, instead of continues excitation, reducing

the energy necessary to maintain the state. Great care was taken with the external connections and thermal isolation to avoid adding high external emfs. They were limited to 50 nV. Polished copper was used in all terminals reducing in this way the Seebeck coefficients. In some cases, thermal insulated boxes were added to avoid temperature variations during measurements. In our system, the scanner has factory-installed low electrothermal coefficient cables at all its inputs and outputs, instead of binding post connectors. This reduces stray emfs at the scanner connections.

Additional characteristics of this scanner are:

Contact resistance: $<0.05 \Omega$
 Insulation resistance: $>1 T\Omega$
 Number of channels: 10
 Interface: IEEE-488 interface

These values are enough to fulfill our requirements, as will be shown in the Uncertainty Section.

The resistance scanner selects the appropriate internal thermistor and connects it to a DMM, an Agilent-34401A, used as ohmmeter. As the thermistor resistances are higher than 2 k Ω , the internal resistance of this scanner plus the cable resistances (0.45 Ω) are appropriate for this measurement. The relative error, for the lowest thermistor value, is 0.02 %, which is reflected in 6 mK of temperature error.

The system takes 60 minutes for a complete round, which results in 24 measurements per day for each Zener.

2.2. Multimeters

An Agilent 3458 DMM was selected for measuring the voltage difference between each pair of compared sources. The voltage differences between different sources are lower than some hundred microvolts, so the minimum voltage range that the DMM has (DCV 100-mV), was selected. It has the following specifications.

Resolution: 10 nV. It is equivalent to 0.001 ppm of 10 V.
 Accuracy: 9 $\mu\text{V}/\text{V}$ of reading plus 3 $\mu\text{V}/\text{V}$ of range.
 For the 100-mV range, the last one is the principal, equivalent to 0.3 μV .
 Aperture time: 4 s, (NPLC 250, for power frequency of 60 Hz).

Effective number of digits: 8 $\frac{1}{2}$
 Input impedance: $>10 G\Omega$

The evaluation of the incidence of these parameters on the uncertainty is shown in the Uncertainty Section.

For measuring the thermistor resistances of the internal temperature sensor of the units, an Agilent 34401A DMM is used in the resistance ranges. The thermistor resistance of FLUKE-732 model is around 40 k Ω . The other Zener sources, we have constructed [6], have thermistor resistance of 2 k Ω . Then, ranges of 100 k Ω and 10 k Ω are used. The currents that this DMM applies are 10 μA and 100 μA respectively, so the self-heating is very low, as the powers are 4 μW and 20 μW , respectively.

The accuracy is 0.01 % of the reading plus 0.001 % of the range. Thermistors temperature-coefficients are around -4 %/K, then, that is equivalent to 2.5 mK, much less than the stability of the ovens.

3. MEASUREMENT PROCEDURES

3.1 Sequence

The measurement sequence was designed to discount thermoelectric emfs and non-linear effects of the 3458A multimeter. Polarity reversal was implemented with the voltage scanner. Its inputs are labeled from $n=0$ to $n=9$, and its outputs: A and B. These outputs are connected to the High and Low inputs of the 3458A multimeter, respectively. The designed sequence compares each Zener pair (n and $n+1$), reversing the polarity at the DMM, as:

n -to-A with $(n+1)$ -to-B;
 $(n+1)$ -to-A with n -to-B,

with n from $n=0$ to $n=8$. Averaging both values, all offsets are discounted. It waits ten seconds, after each change, for stabilization.

3.2 Data processing

The measurement system measures only voltage differences between units, so to get absolute values it is needed to assign a reference value to one of these standard units. For this project, we use in this role one of the Zener developed by ourselves [6], which has a drift of less than 0.01 $\mu\text{V}/\text{V}$ per year, much lower than commercial Zener Standards. The first step of the system is to initialize the communication with both scanners and multimeters,

and configure them. The 3458A multimeter is configured as explained in section 2.2, and the 34401 multimeter is configured as ohmmeter auto-ranging. Then, the scanners select the two Zener to be compared. To obtain a valid value of the voltage difference, five measurements are made and their average value and standard deviation are calculated. If the standard deviation is less than $1 \mu\text{V}$, this set of measurement is taken as valid, otherwise five new measurements are made again. This eliminates stray interferences. After that, the average value is stored in a 10×10 matrix (according to the number of scanner inputs). It is loaded with the forward and the reverse measurements. To calibrate any of the Zeners under test, the average difference to the reference unit is calculated, and added to the reference voltage value.

After this, the measurement of the temperature of each Zener begins from its thermistor, with the temperature scanner and the 34401A multimeter in the ohmmeter function. The temperature is calculated using the two-parameter resistance-temperature function [7].

4. SOFTWARE

The program was developed in Labwindows® programming environment. The code was written in C programming language. This programming environment was chosen because it has very powerful libraries that make it easy to create user-screens with buttons, controls, graphics, etc. It also has libraries for serial and IEEE 488 (GPIB) communications, to interconnect with scanners and multimeters.

In previous chapters, we have partially commented on the operation of the Zener Standards Monitoring software, now we will complement that information. When the Zener Standard Monitoring Software starts running, it loads the history of each Zener unit, calculates drift, and plots voltage and temperature values against time. At this moment, the user can choose to generate an Excel file with the historical values of all Zeners.

The user must indicate which Zener is connected to each input of both scanners (voltage and resistance). This is very important to have the history of each Zener without mixing measurements from other units. Then, the user can start the automatic measurement system. When starting, the program configures the scanners and multimeters, as mentioned in the previous chapters and starts the measurements.

When a full measurements cycle is completed, the voltage values of each Zener are displayed on the screen, all charts are updated, and all values are saved to a file in the computer's hard drive. This cycle repeats forever, until the user closes the program. One file is created each day with all the measurements of that day. The date is included in the file name. At the end of the day, a copy is made to a flash drive to back up the information.

Figure 5 shows the home screen. In the upper part there are two selection possibilities. One (*Graficos*) is to see the charts with historical values of voltage and temperature of each Zener. The other (*Configuracion*) is for associating the Zener labels to the inputs of the scanners. The last voltage values, the drift of each Zener with respect to the Reference Zener and the days of measurements are displayed. The user has three buttons: to start (*INICIO*), to end (*FIN*) and one (*EXCEL*) that generates the Excel file with the historical voltage and temperature values of all Zener units.

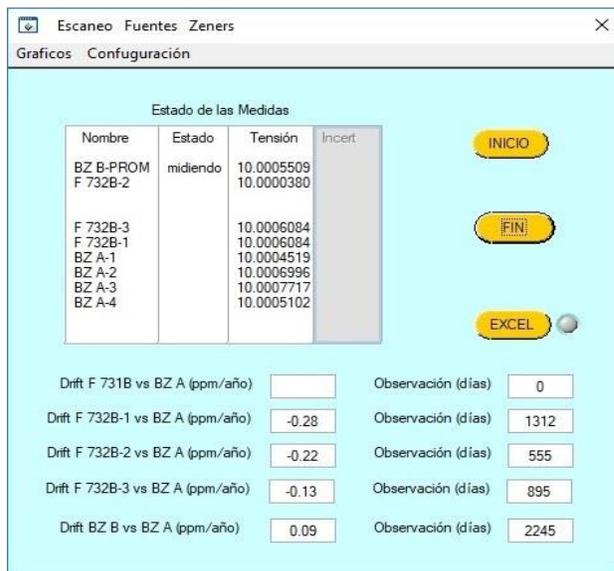


Fig. 5. Home screen of the measurement system.

Figures 6 shows the screen with the voltage values of three Fluke-732B during seven years. Figure 7 shows their temperatures calculated from the thermistor resistances. The lack of information in the chats is because in these periods the unit was disconnected from the measurement system.

5. UNCERTAINTY

The uncertainty estimation of the comparison system of a pair of units is analyzed as follows. A partial validation of this calculation was done by an

international comparison of voltage at 10-V level [8]. Our Reference Zener was intercompared with a Josephson Standard of the National Metrology Laboratory of Brazil (INMETRO).

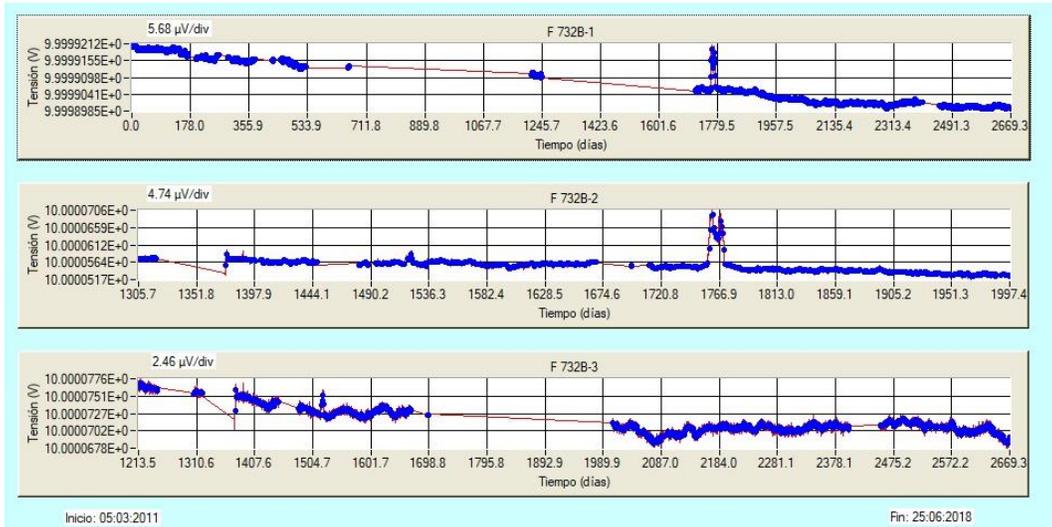


Fig. 6. Voltage values of three Fluke-732B, during 7 years.

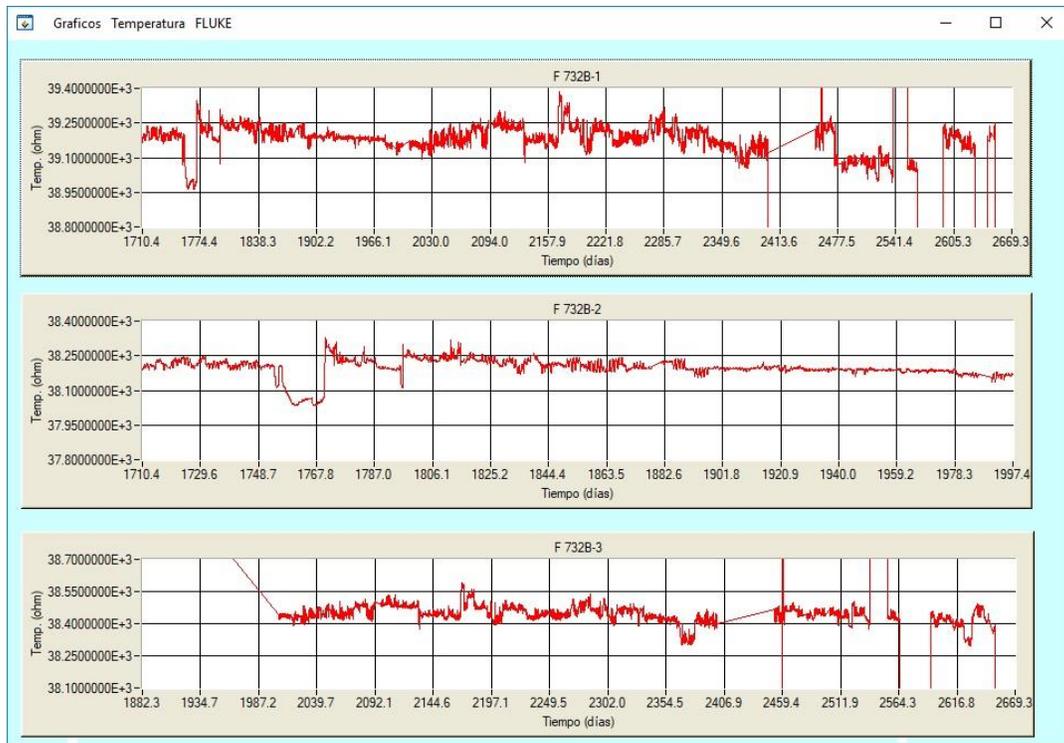


Fig. 7. Thermistor resistance values of three Fluke-732B, during 7 years.

The traveling standards were two FLUKE 732B, that belong to UTE, compared to our Reference Zener using the described system. At INMETRO, the measurements were carried out with the standards operated with their internal batteries. To allow the standards to stabilize, battery operated measurements started at least after one hour of disconnection from the ac line power.

At UTE, they remained permanently connected to the ac power. Anyway, studies of the behavior of these two units under ac or battery powered showed agreement of one order lower than UTE uncertainty.

5.1 Uncertainty sources

Several factors were taken into account for the uncertainty calculation of the comparing system. They are: resistance of scanner and connecting cables, isolation, scanner emf, external thermoelectric emfs, and the voltmeter uncertainty sources: accuracy, resolution and input impedence. The B-type uncertainty contribution of the Reference Zener was not included, because the purpose of this section is only to evaluate the behavior of the automatic comparison system. However, for A-type contributions, it was necessary to determine it from the comparison of two units.

5.2 Uncertainty budget

Table 1 shows the calculation of the expanded uncertainty (k=2), for the comparison system. For type A contribution, a Fluke-732B against the Reference Zener was measured. The expanded uncertainty of the entire system is 0.042 $\mu\text{V/V}$.

Table 1. Uncertainty budget.

Quantity	Value		Standard uncertainty		Sensitivity coefficient		Uncertainty contribution (V)
Scanner emf	0	V	5,00E-08	V	1		5,00E-08
Scanner plus cables resistances	0,5	Ω	0,5	Ω	1,00E-09	V/ Ω	5,00E-10
Scanner isolation	1,00E+12	Ω	1,00E+11	Ω	-5,00E-20	V/ Ω	-5,00E-09
Thermoelectric emf	0	V	5,00E-08	V	1		5,00E-08
DMM accuracy	0	V	1,73E-07	V	1		1,73E-07
DMM resolution	1,00E-08	V	5,77E-09	V	1		5,77E-09
DMM impedence	1,00E+10	Ω	1,00E+09	Ω	-5,00E-20	V/ Ω	-5,00E-11
Type A uncertainty			1,00E-07	V	1		1,00E-07
Combined uncertainty							2,1E-07
Expanded uncertainty							4,2E-07

6. EXAMPLES OF RESULTS

The Reference Standard has 4 sectors. Figure 8 shows the EXCEL result of one sector, observed during several years. The large step variation in 2019 is not due to an intrinsic variation of the Zener, but to the variation in the definition of the Unit of volt. Discounting this variation, the stability is better than 0.1 $\mu\text{V/V}$ in three years. Other registers showed that the average value of the four sectors of this standard had varied less than 0.21 $\mu\text{V/V}$ in the last 15 years [6], with a linear trend of 0.013 $\mu\text{V/V/year}$.



Fig. 8. Example of data registered by the measuring system.

7. CONCLUSIONS

An automatic system for calibrating Zener Voltage Standards was described. This system is part of the National Standard of the Uruguayan Volt Unit. The main components are a scanner managed by a software that controls this device, a voltmeter, an auxiliary scanner for temperature measurement and an ohmmeter. High frequency noise generated by the Zeners and the rest of the system is reduced using statistical calculations. The software calculates the value of the unit under test, comparing it against a Reference Zener. Results are shown as chats and tables.

The expanded uncertainty of the entire system is 0.042 $\mu\text{V/V}$.

REFERENCES

[1] C. A. Pérez, "Nueva instalación del patrón de FEM. Evolución del VOLT-LEM". Revista

- Electrotécnica, vol. 73, no 5, pp. 187-197, Sep-Oct 1987.
- [2] H. de Souza and D. Slomovitz, "Comparison of DC Voltage Standards using a 10:1 divider," IEEE Latin America Transactions, vol. 4, no. 3, pp. 156-159, May 2006.
- [3] D. Slomovitz, L. Trigo, H. de Souza, "Fuente patrón de tensión basada en múltiples Zeners". Encuentro de Potencia, Instrumentación y Medidas, EPIM 05. Montevideo, Uruguay, 2005.
- [4] D. Slomovitz, L Trigo and H de Souza, "Long term behavior of a multiZener 10 V voltage standard," CPEM 2010, pp. 211-212, 2010.
- [5] H. de Souza, L. Trigo, D Slomovitz, "Eleven years of monitoring an ultra-stable 10 V Zener-based voltage standard," Journal of Physics: Conference Series, Volume 733, 2016.
- [6] H. De Souza, L. Trigo and D. Slomovitz, "An Ultra Stable Zener Voltage Standard - Fifteen Years of Surveillance," 2021 IEEE URUCON, Uruguay, 2021, pp. 299-302.
- [7] D. Slomovitz, "The temperature/resistance curve of NTC thermistors," Test and Measurement World, v.7, no.5, 1987.
- [8] D. Slomovitz, R. Landin, H. de Souza, L. Trigo, "Bilateral comparison of dc voltage at 10 V between UTE and INMETRO," METROLOGIA, Brazil, 2021.

AUTOMATIZACIÓN DE LA CONFIRMACIÓN METROLÓGICA, COMO UNA PARTE DE LA SOLUCIÓN PARA EL ASEGURAMIENTO DE LAS MEDICIONES Y EL CUMPLIMIENTO REGULATORIO

Alhelí Ponce R. y Alejandro Crisanto A.
CIATEQ A.C.

Av. Manantiales No. 23-A Parque Industrial Bernardo Quintana. El Marqués, Qro. C.P. 76246
442 211 2679 ext. 4112 alheli.ponce@ciateq.mx y crisanto@ciateq.mx

Resumen: El desarrollo de herramientas tecnológicas alojadas en la nube para la automatización de la confirmación metrológica, representa ahorros en tiempo, recursos humanos y financieros, así como el análisis en tiempo real del estado metrológico de equipos, favoreciendo el cumplimiento de los obligados ante los entes reguladores del Sector Hidrocarburos en México, quienes solicitan la implementación de Sistemas de Gestión de las Mediciones, que utilizan la confirmación metrológica de equipos para asegurar el control y seguimiento de estos, favoreciendo la confiabilidad de las mediciones en las que están involucrados durante la transferencia de producto en toda la cadena de valor.

1. INTRODUCCIÓN

Con la finalidad de tener un mayor control del volumen medido en las entradas y salidas de toda la cadena de valor de los hidrocarburos y petrolíferos, los entes reguladores requieren que se implementen Sistemas de Gestión de las Mediciones (SGM) con base en el estándar NMX-CC-10012-IMNC, a fin de lograr la confirmación metrológica y el control continuo de los equipos de medición utilizados en los procesos, para la cuantificación de los volúmenes y asegurar de esta manera que los resultados obtenidos sean conformes a las especificaciones metrológicas del proceso que controlan [1].

De acuerdo con el estándar NMX-CC-10012-IMNC-2004 la confirmación metrológica se define como el conjunto de operaciones requeridas para asegurarse de que el equipo de medición es conforme con los requisitos correspondientes a su uso previsto [2], que generalmente incluye la calibración y verificación de los resultados del equipo entre otras actividades. Sin embargo, esta serie de operaciones implica una toma de decisiones objetivas con base en un conocimiento operativo, metrológico y normativo, para determinar el estado actual del equipo y sistema de medición, teniendo a su vez la mejor alternativa que permita mejorar el proceso. Llevar el control de sus sistemas de medición resulta un reto para los obligados, técnica, económica y administrativamente, ya que representa la asignación de recursos especiales que

va en relación con el número de equipos y sistemas disponibles.

Para ayudar a los obligados a resolver esta problemática tan recurrente en el sector, CIATEQ A.C. ha desarrollado una herramienta que permite realizar la confirmación metrológica de una manera rápida y confiable, buscando generar un reporte de confirmación metrológica partiendo de la información que brinda el certificado de calibración.

2. CARACTERÍSTICAS DEL DESARROLLO

Durante la etapa de definición del proyecto se establecieron los objetivos, el alcance y los requisitos, tanto funcionales como no funcionales del desarrollo, dentro de los que destacan:

- Acceso remoto sin necesidad de VPN (Virtual Private Network).
- Compatibilidad con dispositivos fijos o móviles sin cambio de experiencia, es decir, utilizar diseño web adaptativo.
- Almacenamiento de información en hosting, que permita el acceso a información actualizada en tiempo real.
- Generación automática del reporte de confirmación metrológica basado en una dictaminación lógica.
- Diseño por módulos dentro de un menú de acceso.
- Manejo de usuarios con diferentes niveles de accesos para garantizar la seguridad de información.

- Interfaz sencilla e intuitiva.
- Notificación de error cuando exista algún problema de hardware o de llenado de información.
- Área de soporte para atender dudas técnicas y funcionales.
- Ambiente personalizable para cada empresa.
- Conversión de unidades automática.

Las etapas de ejecución definidas para el proyecto fueron las siguientes:

1. Diseño: Tipo modular de la herramienta y formularios de captura.
2. Desarrollo: Programación de la herramienta.
3. Evaluación: Validación de seguridad, funcionamiento y soporte.
4. Prueba Piloto: Realización manual de confirmaciones metrológicas y cartas de trazabilidad contra la utilización de la herramienta.

Para validar la funcionalidad de la herramienta se realizaron las siguientes pruebas:

- Unitarias: Para comprobar el correcto funcionamiento de cada módulo de código por separado.
- De integración: Para validar la funcionalidad de módulos integrados.
- De validación: Para conocer la experiencia del usuario.
- De resistencia del propio sistema: Para saber cómo respondería la herramienta a situaciones anormales de recursos, así como pruebas de recuperación y rendimiento.

3. RESULTADOS

Con la finalidad de dar cumplimiento a los requerimientos iniciales, se desarrolló la herramienta bajo las siguientes consideraciones:

- Lenguaje de programación: PHP apoyado con los frameworks Laravel y Vue.js C# - JavaScript.
- Ambiente de desarrollo: Microsoft Visual Studio
- Alojamiento: SQL Server lenguaje de programación

La herramienta cumplió con el diseño web adaptativo y el alojamiento de información en un host, lo que permitió garantizar el acceso a información en tiempo real.

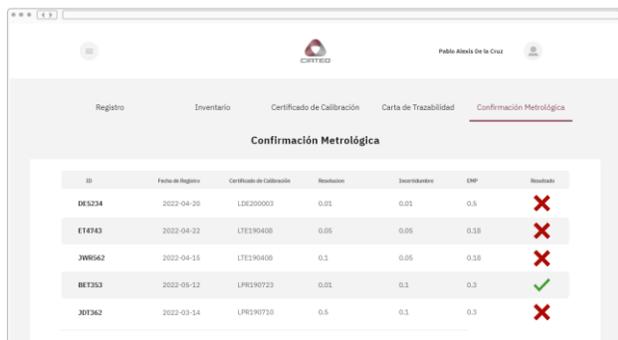
El almacenamiento en la nube implicó diversos factores, como lo son los costos de la propiedad, al ser en la nube, no fue necesario comprar hardware. Con respecto a la gestión de la información, el centralizado de la nube aportó un gran beneficio para los casos de uso y menores tiempos de implementación. La seguridad de los datos en la nube es importante, por lo que se cifraron todos los datos, tanto en reposo como en tránsito.

Cuenta con una sección donde es posible establecer, con base al tipo de equipo, las especificaciones metrológicas a cumplir para ser confirmado metrológicamente, es decir, el valor o los valores límite de una característica del equipo que puede influir en los resultados de medición, por ejemplo, Resolución, Error, Incertidumbre, Linealidad y Repetibilidad máximas permitidas [3]. Las especificaciones metrológicas pueden ser definidas con base en requerimientos normativos, legales, del proceso o del cliente y son la referencia para realizar la verificación al comparar los resultados del informe de calibración y determinar si el equipo tiene una confirmación metrológica conforme. La herramienta estuvo integrada inicialmente de 5 módulos:

1. Censo de equipos, permitió dar de alta el equipo y visualizar la información general de los equipos (tipo de equipo, marca, modelo, serie, alcance, ubicación, intervalo de medición y operación, resolución, código de identificación (ID), ubicación, entre otros) que integran el SGM.
2. Certificado de calibración, módulo donde se capturaron de manera manual los resultados que obtuvo el equipo en la última calibración. Al seleccionar el ID del equipo muestra el intervalo de operación del equipo, el cual se obtiene de la base de datos del censo de equipos, con lo que se facilitó la decisión en la selección de información de captura de los resultados del de calibración a comparar con las especificaciones metrológicas cuando se realizó la verificación y confirmación metrológica por la herramienta en el módulo de confirmación metrológica, minimizando así el riesgo de selección errónea de resultados que puedan generar reportes

incorrectos por ingresar resultados fuera del intervalo de operación. Con el objetivo de asegurar la fidelidad de los datos registrados, el módulo contó con una etapa de aprobación en la que un rol autorizó la captura para atestiguar la veracidad de la información ingresada en la herramienta.

3. Confirmación metrológica, este módulo realizó automáticamente la verificación de los resultados del certificado, ingresados en el módulo de certificado de calibración, con la base de datos de las especificaciones metrológicas de acuerdo con tipo de equipo, para así determinar el estado actual del equipo. Es decir, si el equipo está “Confirmado” o “No confirmado” metrológicamente en las condiciones de proceso. Cuando el equipo resulta No confirmado es posible una posterior confirmación metrológica posterior a una ajuste, reparación o limitación de uso al cambiar el intervalo de operación en otro proceso donde sus características cumplan.
4. Carta de trazabilidad, este módulo generó de manera automática la carta de trazabilidad del equipo, tomando como base la información capturada manualmente en el módulo de certificado de calibración y como resultado mostró de manera gráfica la cadena de trazabilidad resultante de la última calibración, indicando la identificación del certificado de calibración, los resultados obtenidos, el laboratorio que lo calibró, los patrones usados y su incertidumbre, así como la trazabilidad del resultado a patrones nacionales y/o internacionales.
5. Soporte, permitió dar soporte técnico y de funcionalidad de la herramienta mediante mensajes.



ID	Fecha de Registro	Certificado de Calibración	Medición	Identificación	EMP	Resultado
DE5234	2022-04-20	L06200003	0.05	0.05	0.6	✗
E14743	2022-04-22	LTE190408	0.06	0.06	0.38	✗
JW6562	2022-04-15	LTE390408	0.1	0.06	0.38	✗
BET393	2022-05-12	LP6390723	0.05	0.1	0.3	✓
J07362	2022-03-14	LP6390730	0.6	0.1	0.3	✗

Figura 1. Captura de pantalla que muestra los Módulos de la herramienta desarrollada

El diseño de la herramienta consideró las principales unidades de medida empleadas en las tecnologías más comunes de los equipos de medición utilizados en el sector de hidrocarburos, para realizar de manera automática las conversiones de unidades que permitieran la homologación con las especificaciones metrológicas, lo cual facilitó la verificación de criterios.

La información necesaria para realizar la confirmación metrológica y conversión de unidades se aloja en 2 módulos editables y visibles únicamente para el administrador. Estos módulos almacenan las especificaciones metrológicas de cada tipo de medidor, las unidades de medida y sus respectivos factores de conversión en caso de que las unidades reportadas en el certificado de calibración (Sistema General de Unidades de Medida (SGUM)) sean diferentes a las de la especificación metrológica.

Para garantizar la seguridad de información se desarrollaron 3 niveles de usuario con diferentes permisos y accesos que fueron gestionados a través de una contraseña personal:

1. Administrador, con acceso total a la programación de la herramienta
2. Responsable de Medición, permite la captura de información, dar el alta y baja de equipos, generación y visualización de reportes y cartas de trazabilidad.
3. Usuario, solo se le permite visualizar reportes y cartas de trazabilidad.

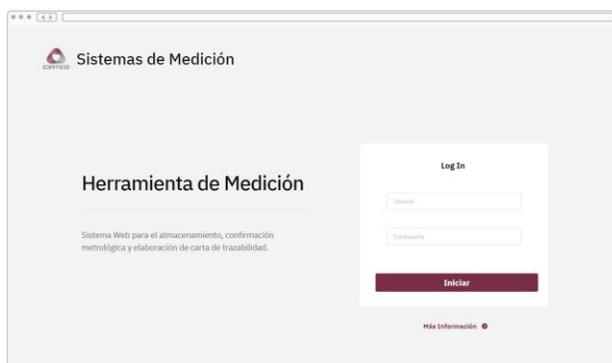


Figura 2. Captura de pantalla de acceso de usuarios y contraseñas de la herramienta desarrollada

3.1. Metodología de validación de aplicación

Para realizar la prueba de pilotaje se consideraron 3 usuarios con un nivel intermedio y avanzado de conocimiento metrológico simulando el escenario común de una organización actual, los cuales realizaron la confirmación metrológica y cartas de trazabilidad de equipos de medición de presión, temperatura, densidad y flujo, partiendo de certificados de calibración. En el primer escenario generaron reportes de confirmación metrológica y cartas de trazabilidad utilizando un formato electrónico únicamente de captura, por lo que tuvieron que hacer la selección de resultados y la conversión de unidades de manera manual. En el segundo escenario utilizaron la herramienta automatizada partiendo desde el alta del equipo hasta la generación del reporte de confirmación metrológica y cartas de trazabilidad. El objetivo fue realizar una comparativa entre ambas metodologías para determinar los beneficios y problemas que ambos escenarios representan a un usuario.

3.2. Resultados de la generación del reporte de confirmación metrológica

Al comparar el tiempo de generación del reporte de confirmación metrológica de manera manual contra la captura de información dentro de la herramienta, se observó una reducción en tiempo del 75% promedio entre los usuarios.

Los principales problemas a los que se enfrentaron los usuarios que realizaron la confirmación metrológica de manera manual fueron:

- Conversión de unidades.
- Selección del intervalo de operación, resultado del equipo y especificación metrológica.
- Criterio de decisión en la generación del reporte para asignar el resultado de confirmación metrológica como aprobado o rechazado.

Para la generación de reporte de confirmación metrológica utilizando la herramienta se observó una optimización del proceso, ya que la herramienta se desarrolló con un algoritmo lógico que permitió:

- Mostrar la información general del equipo, solo seleccionando su código de identificación (ID).
- Homologar y dar coherencia entre las unidades de medida reportadas en el

certificado de calibración con las indicadas en las especificaciones metrológicas, lo que permitió que fueran verificadas para determinar el estado actual del equipo de manera automática.

- Determinación del estado del equipo evaluado como “Confirmado” cuando los resultados del certificado de calibración cumplían la especificación metrológica, o “No confirmado”, cuando los resultados eran superiores a lo establecido, ya que la herramienta se desarrolló con un algoritmo lógico que con base en cada criterio a verificar comprobó el cumplimiento del equipo, con la finalidad de determinar de manera aislada cada criterio y de manera general el estado de equipo. Esto representó una ventaja para señalar el o los criterios que el equipo no cumplió y a su vez en la toma de decisiones oportuna.

Un aspecto adicional detectado es que fue posible generar bases de datos del comportamiento del equipo en el tiempo, lo que permitirá un análisis predictivo del equipo generando tendencias para suponer acciones oportunas como: determinar periodos de calibración fundamentado en análisis estadístico y deriva del equipo, mantenimiento predictivo para asegurar la correcta operación del equipo con base en tendencias o establecimiento de verificaciones intermedias.



Figura 3. Captura de pantalla del Reporte de confirmación metrológica de la herramienta desarrollada

En la Figura 3 se puede observar un ejemplo de reporte de confirmación metrológica generado automáticamente por la herramienta, el cual está integrado por la información general del equipo, verificación del equipo con los resultados parciales y globales, una sección de acciones de corrección para que sea usada en caso de detectar equipo no confirmado metrológicamente.

3.3. Resultados de la generación de carta de trazabilidad

El Vocabulario Internacional de Metrología (VIM), en su 3ª edición, define el concepto de “Trazabilidad Metrológica” como: “propiedad de un resultado de medida que puede relacionarse con una referencia mediante una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones, cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medida”. Con base en esta definición, es posible fundamentar el peso que los entes reguladores dan a este requerimiento a través de los SGM, ya que permite la comparación y aceptación universal de los datos sin importar tiempo y lugar, propiciando la confianza en las transacciones comerciales mediante la correcta diseminación de las diferentes unidades de medida desde los patrones nacionales o internacionales hasta los instrumentos industriales.

Usualmente los obligados demuestran la trazabilidad de sus mediciones mediante una carta de trazabilidad metrológica, la cual es un diagrama que muestra la relación de calibraciones o comparaciones entre el resultado, y las referencias determinadas de los equipos de medición [4], por lo que es una herramienta muy utilizada por las organizaciones para mostrar de una manera gráfica el aseguramiento de que los resultados de las mediciones que se realizan son trazables, partiendo como origen de los patrones nacionales o internacionales de medida, con el propósito de asegurar la confiabilidad y la uniformidad de las mediciones, así como la comparabilidad de estas [5].

Cuando la carta de trazabilidad no forma parte de los entregables del laboratorio de calibración, las organizaciones, usualmente la generan con la información del certificado de calibración como evidencia de la trazabilidad de las mediciones que realizan con el equipo calibrado. Para facilitar la generación de este documento, como se muestra en la Figura 4, este desarrollo permitió su generación automática, considerando la información capturada, manualmente por el usuario, proveniente del

certificado de calibración en el módulo de certificado de calibración a manera de representación gráfica para mostrar, una cadena ininterrumpida de calibraciones con patrones de medición asociando una incertidumbre de medición determinada.

Para la generación de cartas de trazabilidad con el uso de la herramienta ya no fue necesario que los usuarios capturaran nuevamente la información, ya que automáticamente la ubicó en el diagrama, lo que hizo más eficiente el proceso comparado con la manera tradicional en la que se debieron llenar cada uno de los campos manualmente.

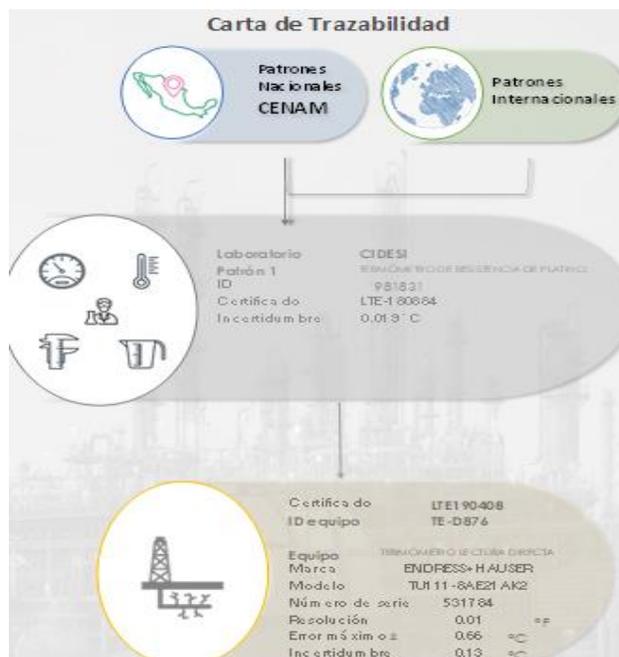


Figura 4. Ejemplo de Carta de trazabilidad generado con la herramienta desarrollada

3.4 Almacenamiento y recuperación de información

Al digitalizar la generación de reportes de confirmación metrológica y cartas de trazabilidad se obtuvieron ventajas como:

- Localización de documentos de forma inmediata y precisa ya que se recuperaron documentos usando su código de identificación (ID) en cada módulo (metadatos).
- Almacenamiento y administración de documentos desde un repositorio central con acceso desde cualquier ubicación.

- Facilitó el acceso a documentos en tiempo real, lo que puede tener un impacto positivo en las actividades diarias y auditorías internas o externas.
- Seguridad de la información, al contar con usuarios con diferentes niveles de acceso y uso de contraseña única.
- Automatizó la aprobación del reporte de confirmación metrológica.
- Restricción de la generación y aprobación de documentos mediante firmas electrónicas con contraseña.
- Tiene un impacto ecológico y económico por eliminar la impresión de documentos

4. DISCUSIÓN

La herramienta se diseñó para poder adaptarse a la imagen del negocio, manteniendo la experiencia del usuario sin importar el dispositivo de uso almacenando la información en la nube para dar acceso seguro en tiempo real a los involucrados.

En esta herramienta al capturar información clave de los certificados de calibración con base en los datos de operación del equipo, se generaron bases de datos que permitieron la migración del manejo de información como un repositorio solamente a una digitalización y automatización para generar los reportes de confirmación metrológica, dando beneficios adicionales en la captura, almacenamiento, búsqueda, recuperación, distribución y acceso de documentos en tiempo real desde cualquier lugar, así como la conversión de unidades automática que se traduce en una ventaja competitiva al usuario y al proceso de medición como tal.

Comparando con la manera tradicional de realizar la confirmación metrológica, otras ventajas que la herramienta brinda al usuario son la toma de decisiones lógicas eliminando las tendencias de interpretación, incremento en la colaboración y comunicación entre los usuarios, reducción en los tiempos de proceso y favorecimiento en los flujos de trabajo y aprobación.

Actualmente las organizaciones utilizan repositorios documentales para controlar los documentos relacionados a las actividades metrológicas, sin embargo, al almacenar la información de manera aislada no se logran tener bases de datos que permitan generar análisis del comportamiento del equipo a través del tiempo, por lo que para investigaciones posteriores se sugiere generar nuevos módulos para aprovechar las bases de

datos generadas y gestionar la información para el análisis predictivo con fundamento estadístico.

5. CONCLUSIONES

Fue posible desarrollar una herramienta que trae grandes beneficios para el control de equipos de medición como medio para garantizar el aseguramiento de las mediciones y cumplimiento regulatorio y normativo.

La herramienta desarrollada permitió la generación automática de reportes de confirmación metrológica y cartas trazabilidad, logrando una disminución de hasta el 75% del tiempo empleado en estas actividades, adicional fue posible asegurar el acceso seguro en tiempo real de la información desde cualquier dispositivo fijo o móvil sin cambios en la experiencia o necesidad de VPN mediante el almacenamiento de información en un host.

En trabajos posteriores se sugiere continuar con el desarrollo de módulos adicionales, como cartas de control estadístico, que permitan aprovechar históricamente las bases de datos generadas por la herramienta para el análisis predictivo del comportamiento de los equipos.

REFERENCIAS

- [1] Diario Oficial de la Federación, "Anexo 30 de la Resolución Miscelánea Fiscal para 2022", 2022.
- [2] Comisión Reguladora de Energía, disposiciones administrativas de carácter general en materia de medición aplicables a la actividad de transporte por ducto de hidrocarburos, petrolíferos y petroquímicos. 2015
- [3] Instituto Mexicano de Normalización y Certificación A.C. "Sistemas de gestión de las mediciones – Requisitos para los procesos de medición y los equipos de medición NMX-CC-10012-IMNC-2004". 2004.
- [4] CENAM, "Elaboración de cartas de trazabilidad", Artículo 5, fracción XII, 2005.
- [5] Diario Oficial de la Federación, "Ley de Infraestructura de la Calidad", Artículo 5, fracción XII, 2020.

PROPUESTA DE IMPLEMENTACIÓN DE METALENGUAJES PARA LA OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE CALIBRACIÓN

Rodrigo De Benavente, Luis C. Moreno Pérez, Noé Jaimes, José F. Peña y Aldo A. García
Escuela Nacional de Estudios Superiores Juriquilla
Boulevard Juriquilla 3001, Querétaro, 76230, México
4422110500 ext. 3681, algarcia@cenam.mx

Resumen: Se propone la implementación de software y herramientas digitales para abordar la digitalización y estandarización de datos usando el “Extensible Markup Language” xml inspirado en un servicio similar en el Centro Nacional de Metrología (CENAM), la solución validada servirá de ejemplo para ser implementado. La conversión de archivos que se presenta corresponde a una hoja de cálculos en formato .xlsx al formato .xml mediante un programa escrito en Python. La estructura de datos conseguida es funcional para la lectura en LabVIEW, y al final se seguirá la estructura propuesta por el Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB).

1. INTRODUCCIÓN

En programación, los metalenguajes son utilizados para hacer declaraciones embebidas en otros lenguajes. Ayudan a describir los conceptos, la gramática y los objetos asociados con un lenguaje de programación en particular [1] (Ver Fig. 1).

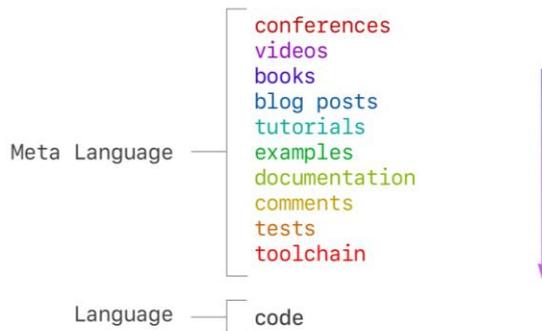


Fig. 1. Distinción entre Lenguaje y Metalenguaje [2].

El uso de metalenguajes se ha extendido en el diseño de lenguajes, analizadores, compiladores, financieros y aplicaciones semejantes.

Las ventajas que ofrece el uso de metalenguajes se presentan en la gestión de los datos. En el diseño de lenguajes, existen muchas reglas y métodos mediante los cuales se pueden describir y manipular los datos [2].

Por tanto, es posible definir las reglas y/o métodos que un ingeniero de software considere óptimas para describir y manipular los datos, en relación al sistema o proceso al cual sea aplicado el lenguaje a diseñar.

Definición de xml

Entrando en materia, el metalenguaje o formato de datos conocido como xml, describe estructuras de árbol basadas en textos de marcado(<X>Y</X>). Con ello se entiende estructuras que son formadas insertando etiquetas abiertas(<elemento>) y finales(</elemento>) entre fragmentos de texto (contenido del elemento), que se encuentran definidas como si se tratara de un paréntesis(<elemento>contenido</elemento>) [3].

El uso del XML y LabVIEW para la propuesta

La industria cada vez más ha considerado la adopción de herramientas, técnicas y conocimientos para la intercomunicación y sincronización de dispositivos para lograr un mayor grado de automatización y, al mismo tiempo, de optimización en los procesos [4]. Dicho paso ha aumentado significativamente la relevancia del uso de xml, puesto que entre algunas de las capacidades que presentan se destaca la implementación de los mismos para la programación de máquinas de producción industriales y otros sistemas [5], [6].

Puesto que es posible que un proceso de calibración disponga de un gran número de instrumentos de medición como también requiera de las técnicas y métodos más precisos y eficaces existentes, LabVIEW es el entorno de programación idóneo para llevarlo a cabo. Con el gran compendio de funciones y enfoque de programación por bloques para adquisición, procesamiento y transmisión de datos, LabVIEW ha sido desde hace dos décadas una de las herramientas digitales más utilizadas en ingeniería de sistemas para aplicaciones de pruebas, medición y control [7], [8].

El certificado de calibración digital (DCC) del PTB.

El DCC dispone de una estructura principal, la cual se distribuye en cuatro diferentes capas, que a su vez son divididas en diversos niveles de jerarquía en los cuales se despliegan los datos (Ver Fig. 2). La estructura de la información almacenada en los distintos niveles debe lograr y conservar autenticidad; integridad de los datos transmitidos; integridad de los datos y protección contra la manipulación, así como la protección de la confidencialidad [9].

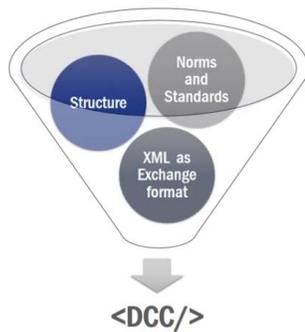


Fig. 2. Estructura principal del DCC [10].

La mejora continua de la autenticidad, trazabilidad, protección y flexibilidad de los datos en el DCC supone un reto en la modificación tanto de los métodos como de las plataformas y tecnologías vigentes.

En la actualidad la presentación de un Certificado de calibración sólo es inteligible para los humanos, es decir, no involucra directamente la lectura y posterior procesamiento de los datos por algún sistema electrónico [11]. Como parte de lo que se ha mencionado en el avance de la industria 4.0, uno de los conceptos clave en la siguiente revolución es la digitalización [12]. Este concepto comprende el registro de datos por parte de cualquier máquina para su uso en un proceso posterior.

Las oportunidades más relevantes que aporta la digitalización son, por un lado, que permiten más grados de libertad y estrategias sofisticadas que se dirigen a cada segmento de clientes con eficiencia, y por el otro lado impulsa la agilidad e innovación con calidad y velocidad [13]. Por ese motivo, siguiendo los planes del Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) o Instituto Nacional de Metrología de Alemania, distintos centros de metrología se han dado a la tarea de digitalizar y

mudar tanto los procesos de calibración como la información que ha sido registrada en sus bases de datos, a programas computacionales, metalenguajes y entornos de programación que exploten el potencial de las tecnologías digitales más avanzadas del momento [14]. En este momento se encuentra sujeta a evaluación una sintaxis uniforme para certificados digitales [11].

Inspiración del DCC del PTB en el proyecto.

La estructura xml señalada por el PTB supone un gran avance en la optimización de los procesos de calibración a través de la digitalización. El ejemplo de la estructura del PTB ha servido para proponer una propia que en conjunto con el esquema definido por LabVIEW es posible integrar en un servicio, con ello se propone mejorar en aspectos como tiempo de calibración y calidad, además de mejorar la trazabilidad, flexibilidad e integrando encriptación se mejora la protección de los datos. Los datos son almacenados en la nube con el fin de aprovechar las ventajas que ofrece ante gestión de recursos, espacio y fallas, en paralelo con la flexibilidad del acceso desde cualquier sitio.

Planteamiento del problema

Optimizar los servicios de calibración de un instituto nacional de metrología, tomando como ejemplo un servicio piloto de calibración para lograr lo siguiente:

- Transferir la trazabilidad (entre máquinas)
- Disminución del error humano
- Reducción del tiempo dentro del macroproceso de un servicio de calibración, escalable a más servicios

Lo anterior dentro de la cadena de valor a los clientes para que esta información sea interpretada por su sistema de gestión de la calidad, proceso y laboratorio de calibraciones para actualizar parámetros de los ítems o sistemas de medición, monitoreo y/o control del cliente a través de las máquinas.

El objetivo de este trabajo es realizar la conversión de los datos ya generados, actualmente registrados en archivos legibles en el programa Excel de la compañía Microsoft, a un formato xml propuesto para lograr primero su lectura en LabVIEW. Se utiliza LabVIEW dado que es un software el cual el laboratorio utiliza y donde todos sus programas de calibración fueron desarrollados, así como el de

calibradores de acelerómetros. En el siguiente paso se realiza la calibración y los resultados serán definidos en un xml propuesto. La emisión del certificado digital con estructura definida por el PTB será desarrollada en una fase posterior y queda fuera del alcance de esta propuesta (Ver figura 3).

Definición del servicio

Para desarrollar la solución al problema se ha identificado un servicio de calibración que fue elegido por ser uno de los más solicitados y por su intermedio nivel de complejidad. El servicio seleccionado es similar al proceso de calibración de calibradores de acelerómetros.

Identificación del problema

Con respecto a los cambios tecnológicos y la necesidad de instrumentos de medición calibrados y validados para la industria, el proceso de calibración presenta un rezago tecnológico importante, de modo que no es posible cubrir satisfactoriamente la demanda actual.

En conjunto con otros grupos metrológicos, se busca la optimización del proceso de calibración con el aprovechamiento de las tecnologías digitales de vanguardia, de modo que se consiga mayor eficiencia, agilidad, calidad y rapidez a través de la comunicación entre máquinas.

Identificación de los pasos del proceso

1. Definición del servicio de calibración:
Calibración similar al proceso de calibradores de acelerómetros.

2. Instrumentación:
Calibrador de acelerómetros (DUT)

- Acelerómetro de referencia.
- Tarjeta de adquisiciones
- Computadora



Fig. 3. Propuesta del diagrama del proceso de calibración.

Proceso propuesto para integración de la solución al servicio de calibración:

- 1) Nuevo-Creación del archivo fuente xml a través de la información disponible en formato Excel.
- 2) Nuevo-Lectura de archivo fuente en el Software de LabVIEW
- 3) Integración-Ejecución del programa de calibración en LabVIEW
- 4) Integración-Despliegue de los resultados en la interfaz

Por desarrollar en fase 2-Entrega de los resultados en el esquema xml correspondiente y la generación del certificado digital de calibración

Solución propuesta

Se propone un esquema xml para la entrega de los resultados de la calibración una vez revisada la propuesta del PTB [15] y otras estructuras de xml con LabVIEW, de modo que el proceso actual se agilice y eficiente. Para ello se requiere convertir la estructura de los datos de hojas de cálculo xlsx a la de xml propuesta. Los pasos a seguir son los siguientes:

1. Generar un archivo fuente con el esquema XML de LabVIEW.
2. Incluir los datos del archivo fuente en el algoritmo de calibración de LabVIEW.
3. Realizar la calibración del calibrador con la ejecución del algoritmo.
4. Generar el certificado de calibración digital propuesto con la estructura de LabVIEW.

Hipótesis de la solución

Esta propuesta del esquema de resultados de calibración representará una reducción del tiempo de calibración, una disminución del error humano, y una mejora en la calidad y agilidad del proceso.

2. CUERPO PRINCIPAL DEL TRABAJO

2.1 RECURSOS

- Archivos de datos obtenidos del proceso de calibración de acelerómetros del laboratorio de Patrones de Transferencia.
- La plataforma Google Colab.
- El entorno de programación LabVIEW.
- Hardware y sensores para el proceso de calibración.
- Python.
 - Pandas-Openpyxl

2.2 MÉTODO

La conversión a xml es una de las etapas más importantes en este rubro, para realizar esta conversión manteniendo un formato estandarizado, se seleccionó el lenguaje de programación Python. Este es un software libre, además de tratarse de un lenguaje de propósito general, estas características hacen que Python sea una opción viable al momento de realizar la estandarización del método, ya que es repetible y no requiere de una licencia para su uso.

Los datos de calibración del acelerómetro se obtienen en hojas con formato xlsx, que es un formato estándar para hojas de cálculo. Pandas es una librería que permite un acceso y manipulación intuitivos de los datos. Por otro lado, Openpyxl, es una librería que permite realizar la conversión de los datos de calibración, a los cuales se accede a través de Pandas, y permite generar una salida con las etiquetas y estructura típicas de un metalenguaje, en particular, el interés se centra alrededor de la conversión a xml.

Es importante considerar que, las hojas de datos de calibración se almacenan en hojas (*sheets*) dentro del archivo, es decir, existen distintas hojas para cada uno de los procesos que se realizan en la adquisición de datos, así como información descriptiva del propio proceso.

El código desarrollado en Python está estructurado para capturar los datos del archivo Excel correspondiente cuyos datos numéricos y categóricos como las sensibilidades del sistema de calibración, por ejemplo, información sobre los patrones de referencia, sean transformados en un código xml.

El código en Python consta de tres partes:

- 1) La lectura de los resultados de los tipos de sensibilidades de patrón en formato xlsx:

Se ingresan los datos correspondientes a la frecuencia de excitación, valores de masas de referencia, así como los valores del cliente, incertidumbres y la aceleración transversal.

- 2) Procesamiento de los títulos y subtítulos de los valores de sensibilidad del patrón:

En este procedimiento se desarrolla una lectura iterativa de datos enfocado en los títulos, subtítulos y nombres de las variables que estuvieran escritos con caracteres especiales, tales como: #, @, (, [, &, %, \,), ;, ., =, /

La razón de identificar estos caracteres en el programa es la de eliminarlos durante la traducción de los títulos en formato xml. En caso contrario, habría un error de traducción y no se podrían transformar los datos adecuadamente.

- 3) Etapa de determinación de una variable "root" y transformación final de datos xlsx a xml:

Al final del código se tiene una sección en la cual se establece como punto de partida un elemento denominado como "raíz" o "semilla", cuya función consiste en realizar un proceso iterativo de lectura y traducción de los datos por renglones, con caracteres especiales eliminados, en lenguaje xml.

Finalmente, a los datos se les procesa para ser colocados en formato xml y se escribe un archivo *.xml* con los resultados.

A continuación, se muestra un diagrama de flujo que explica el funcionamiento general del código de

Python para manipular y convertir los datos de calibración a un formato estandarizado en XML.

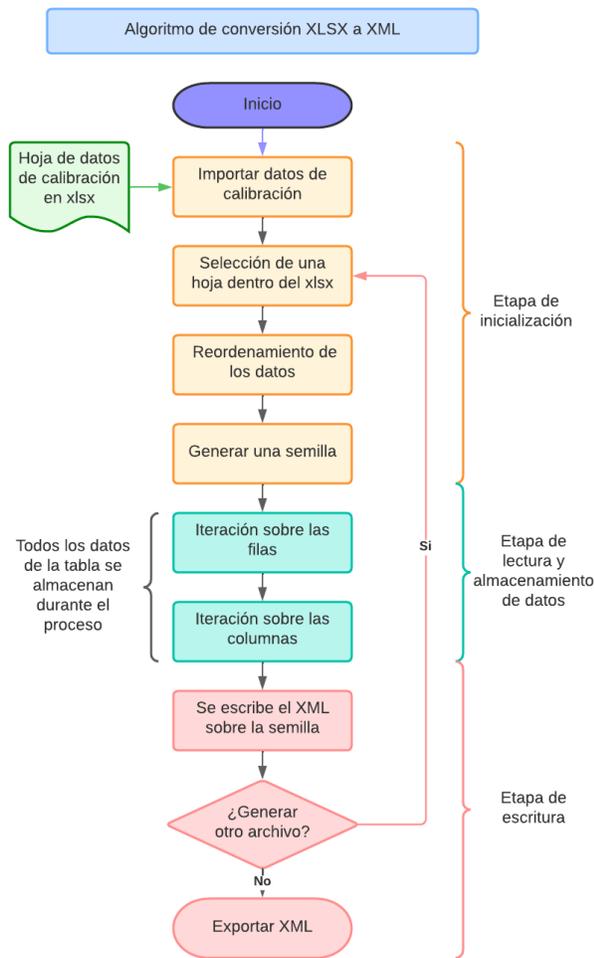


Fig. 4. Diagrama de flujo que explica de manera simplificada el proceso del algoritmo de Python.

Para efectos prácticos, se adecuo una hoja de cálculos con la información con variables de interés dentro de la calibración como:

1. Sensibilidades de referencia.
2. Incertidumbres
3. Datos del cliente.

3. RESULTADOS

Se obtuvo un programa de Python capaz de leer el archivo de calibración en formato .xlsx, ubicado en un repositorio remoto, filtrar el contenido de este y transformarlo a formato .xml. Este programa cuenta con un aceptable nivel de robustez, ya que soporta archivos con caracteres especiales y no considera los valores nulos.

A continuación, en la figura 5 se presenta el formato del archivo .xml que fue generado.

```
<?xml version="1.0" encoding="UTF-8"?>
<xs:schema xmlns:xs="http://www.w3.org/2001/XMLSchema">
<Masa>
  <Medición>
    <canal0>1005.492745</canal0>
    <freccn0>159.177571</freccn0>
    <thdcn0>0.371443</thdcn0>
    <canal1>nan</canal1>
    <freccn1>0</freccn1>
    <thdcn1>0</thdcn1>
  </Medición>
  <Medición>
    <canal0>1005.190949</canal0>
```

Fig. 5. Formato de salida del archivo .xml.

4. DISCUSIÓN

Se observa que, en términos generales, el programa se desenvuelve de manera correcta, desempeñando la función para la cual fue diseñado, pero evidentemente aún hay espacio para un gran número de mejoras, entre ellas incrementar la robustez del programa y optimizar el tiempo de procesamiento, así como implementar nuevas librerías y métodos que pueden facilitar las tareas.

Se presentaron algunas dificultades durante el desarrollo del programa, principalmente debido a que el formato inicial de los datos presenta gran complejidad, ya que es amigable con usuarios, pero no así con máquinas. Además, la presencia de caracteres especiales causa conflictos para la interpretación de los datos, por lo que la estandarización de los datos de entrada debe ser una prioridad para simplificar el problema.

La estructura xml propuesta puede integrar en el código de Python estructuras tales como:

1. LabVIEW
2. Estructura del DCC del PTB

Su implementación dependerá de los requerimientos establecidos por el laboratorio, el desarrollo logrado puede adaptarse a cualquier estructura.

5. CONCLUSIONES

La propuesta presentada es una herramienta en desarrollo para integrarse en el proceso de calibración donde se estandariza la información a una estructura de xml, con el objetivo de lograr la comunicación de los sistemas a través de las

máquinas. Se busca en una siguiente fase la integración de la estructura propuesta por el PTB para seguir la tendencia de la mayoría de Los institutos Nacionales de Metrología en el mundo. El proyecto sirve como ejemplo y práctica para entender lo siguiente:

- Uso de la información disponible en .xlsx para su conversión a xml
- Uso de software open source para planteamiento de la solución
- Identificación de áreas de oportunidad para la integración del xml en procesos de calibración.

Existen diferentes aproximaciones para resolver el problema, así que es esencial identificar el tipo de entrada y la salida que se desea para optimizar el programa al máximo.

La estandarización de los métodos es igualmente relevante para obtener el resultado deseado, ya que por muy robusto que sea el programa, es preferible mayor sencillez en cuanto a la complejidad computacional, y la forma de lograr esto es mediante la estandarización de las entradas, eliminando así posibles errores de ejecución.

REFERENCIAS

- [1] Techopedia, "Metalanguage," Techopedia.com, 31-Jan-2017. [Online]. Available: <https://www.techopedia.com/definition/8316/metalanguage>. [Accessed: 21-Apr-2022].
- [2] A. Kotliarskyi, "Understanding 'taming the meta language,'" Frantic.im. [Online]. Available: <https://frantic.im/meta-language/>. [Accessed: 15-Apr-2022].
- [3] H. Hosoya, Foundations of XML processing: The tree-automata approach. Cambridge, England: Cambridge University Press, 2010.
- [4] J. Fiaidhi, "Extreme automation: A new game-changing technology," IT Prof., vol. 20, no. 2, pp. 88–90, 2018.
- [5] Y. Dong, W. Quan and Z. Shensheng, "Modeling workflow using XML and Petri net," in Journal of Systems Engineering and Electronics, vol. 15, no. 3, pp. 440-446, Sept. 2004.
- [6] M. Khalgui, O. Mosbahi, Z. Li and H. Hanisch, "Reconfiguration of Distributed Embedded-Control Systems," in IEEE/ASME Transactions on Mechatronics, vol. 16, no. 4, pp. 684-694, Aug. 2011, doi: 10.1109/TMECH.2010.2050697.
- [7] H. A. Andrade and S. Kovner, "Software synthesis from dataflow models for G and LabVIEW/sup TM/," Conference Record of Thirty-Second Asilomar Conference on Signals, Systems and Computers (Cat. No.98CH36284), 1998, pp. 1705-1709 vol.2, doi: 10.1109/ACSSC.1998.751616.
- [8] P. Espino Roman, J. Rendon Betancourt, J. Valdez Verdin, Y. Davizon Castillo, J. Nunez Nalda and C. Hinojosa Espinosa, "Design of a LabVIEW Application for the Teaching of Mechanical Vibrations in a Mechatronics Engineering Program," in IEEE Latin America Transactions, vol. 13, no. 7, pp. 2347-2355, July 2015, doi: 10.1109/TLA.2015.7273797.
- [9] T. Wiedenhöfer, D. Hutzschenreuter, I. Smith, and C. Brown, "Document describing a universal and flexible structure for digital calibration certificates (DCC)." Zenodo, 2019.
- [10] "Digital calibration certificates in CENAM," Cenam.mx. [En-línea]. Disponible en: <https://www.cenam.mx/m4dt-sim/Events/m4dt-sim-id-1/Presentations/Topic/TDCC/36>. [Accedido: 15-Apr-2022].
- [11] S. Hackel, "The Digital Calibration Certificate (DCC)," 2021.
- [12] B. Garcia-Ortega, M. Á. López-Navarro and J. Galan-Cubillo, "Top Management Support in the Implementation of Industry 4.0 and Business Digitization: The Case of Companies in the Main European Stock Indices," in IEEE Access, vol. 9, pp. 139994-140007, 2021, doi: 10.1109/ACCESS.2021.3118988.
- [13] S. Mithas, T. Kude and S. Reisman, "Digitization and Disciplined Autonomy / COMPSAC 2017: Highlights," in IT Professional, vol. 19, no. 5, pp. 4-10, 2017, doi: 10.1109/MITP.2017.3680951.
- [14] "Digitalisation in metrology for a QI digital," 2022.[4]
- [15] "Good practice," Digital Calibration Certificate - Wiki. [Online]. Available: https://dccwiki.ptb.de/en/gp_home. [Accessed: 28-Apr-2022].

ADQUISICIÓN DE DATOS MEDIANTE ANÁLISIS DE IMAGEN PARA LA CALIBRACIÓN DE EQUIPOS TRANSDUCTORES DE FUERZA

Pat G. Tarazona G, Andres C. Salazar L.
 Instituto Nacional de Metrología Colombia Laboratorio de Fuerza
 Bogotá D.C - Colombia
 Movil: (+57) 320 557 5944 Email: pgtarazonag@gmail.com

Resumen: Con el fin de aumentar la eficiencia en la adquisición de datos para el proceso de calibración de transductores de fuerza realizado en el laboratorio de fuerza del Instituto Nacional de Metrología de Colombia (INM) se desarrolló un programa para la captura y tratamiento de datos (PATD). El programa permite la adquisición de datos desde los amplificadores digitales de manera automática haciendo uso de análisis de imagen “Optical Character Recognition (OCR)”.

1. INTRODUCCIÓN

El laboratorio de fuerza del Instituto Nacional de Metrología de Colombia cuenta actualmente con 3 patrones nacionales, 2 de peso muerto (MCD) y una hidráulica de referencia (MHR) con un intervalo de medición de 0.1 kN a 1000 kN, capacidades de medición y calibración (CMC) publicadas en el KCDB del BIPM [1]. Estos patrones son usados en la calibración de sistemas de medición de fuerza que constan de un instrumento medidor de fuerza además de un dispositivo amplificador digital, mientras que la lectura de los valores se obtiene de los indicadores digitales a través de una pantalla que muestra el valor medido.

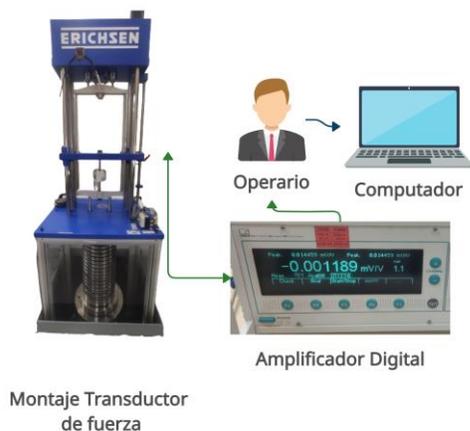


Fig. 1. Diagrama de método adquisición de datos manual.

En el proceso de toma de datos, la no disponibilidad de puertos de comunicación entre el dispositivo amplificador digital y el PC obligaba a que los datos sean registrados de manera manual en una hoja de Excel diseñada para tal fin, como se ilustra en la Fig. 1.

Dicho proceso es fundamental para la efectividad de la calibración, al tener en cuenta que, según los lineamientos dados en la ISO 376:2011 [2], en una sola calibración realizada en el laboratorio se deben realizar más de 80 mediciones, en este sentido, cualquier error de digitación podría generar datos atípicos que comprometan los resultados de la medición. Es por ello por lo que surgió la necesidad del desarrollo de un programa que permitiera la adquisición de los datos de manera automática, mitigando el riesgo asociado a la digitación de la información, haciendo uso del análisis de imagen “Optical Character Recognition (OCR)”

2. DESARROLLO

Como plataforma de desarrollo y con el fin de continuar desarrollos previos realizados en el laboratorio de fuerza se usa el software LABVIEW [3], la adquisición de imágenes en tiempo real se realiza mediante una cámara USB Microsoft Lifecam Cinema HD [4]. Se busca lograr la adquisición de datos con 6 dispositivos amplificadores digitales listados en la Tabla. 1.

Tabla. 1. Listado de amplificadores digitales usados en la caracterización

Marca	Modelo	Pantalla	Fondo	Color Caracteres
HBM	DK 38	LED	Oscuro	Rojos
HBM	MGCplus	LCD	Claro	Negros
HBM	DMP40	LCD	Oscuro	Cian
AEP	MP10 plus	LED	Claro	Azul
HBM	MVD 2555	LED	Oscuro	Rojo
HBM	QUANTUMX	LCD	Claro	Azul

Usando los dispositivos indicadores digitales listados en la Tabla 1, se realiza la caracterización de las imágenes obtenidas de las pantallas digitales que serán usadas. Esta caracterización le permite al programa detectar caracteres específicos presentes en una misma imagen. Cada dispositivo cuenta con una pantalla LED o LCD con diversas características (ver Fig. 2 y Fig. 3), lo cual implicó la necesidad de realizar filtros personalizados para cada pantalla que permitieran obtener el contraste necesario para el reconocimiento de caracteres.



Fig. 2. Ejemplo de pantalla LCD indicador QUANTUM.

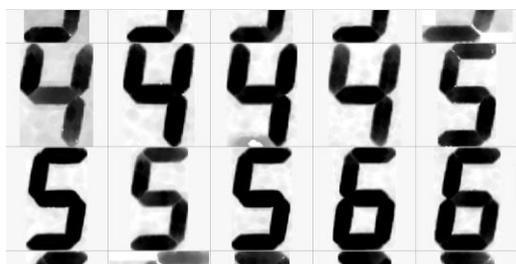


Fig. 3. Ejemplo de pantalla LED indicador DK 38.

Una vez obtenido el contraste necesario en la imagen tomada por la cámara, se crea el algoritmo para programar un clasificador que, en una misma imagen tomada, reconozca caracter por caracter los posibles números presentes, o en caso de ser necesario, se eliminen caracteres presentes en la pantalla, pero los cuales no son necesario su adquisición, como lo son las unidades, el tipo de filtro o el valor de autocalibración. Finalmente, se concatenan los caracteres generando un dato de medición, el cual es mostrado al usuario en un indicador numérico presente en la parte superior de la imagen adquirida por el programa, tal como se muestra en la Fig. 4. Estos datos son almacenados en el programa durante el transcurso de la calibración.

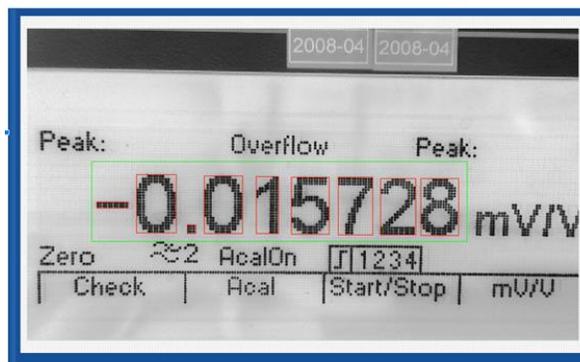


Fig. 4. Detección de diferentes caracteres en una misma imagen para el dispositivo indicador DMP 40.

Durante la calibración y al finalizar la misma los datos almacenados son exportados a la hoja de Excel diseñada para almacenar y tratar los datos de cada calibración como se muestra en el diagrama de la Fig. 5.

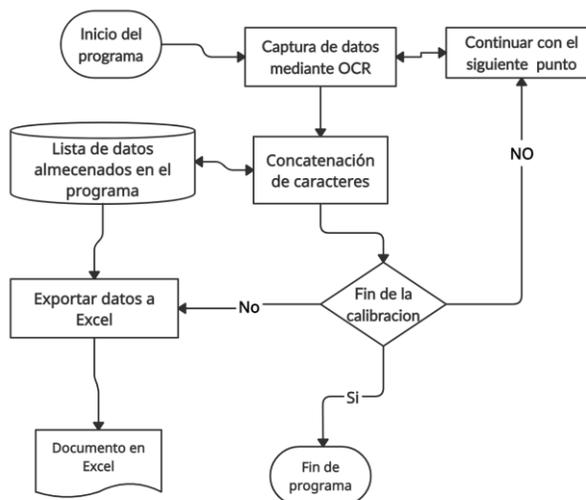


Fig. 5. Diagrama de flujo del almacenamiento y posterior exportación de los datos.

El programa adicionalmente cuenta con la posibilidad de modificar los valores de filtro, el contraste y la saturación, dándole al operario la posibilidad de adaptarse a diferentes condiciones, así como variaciones en las condiciones de luminosidad. Estos parámetros pueden ser modificados en cualquier momento durante el desarrollo de la calibración.

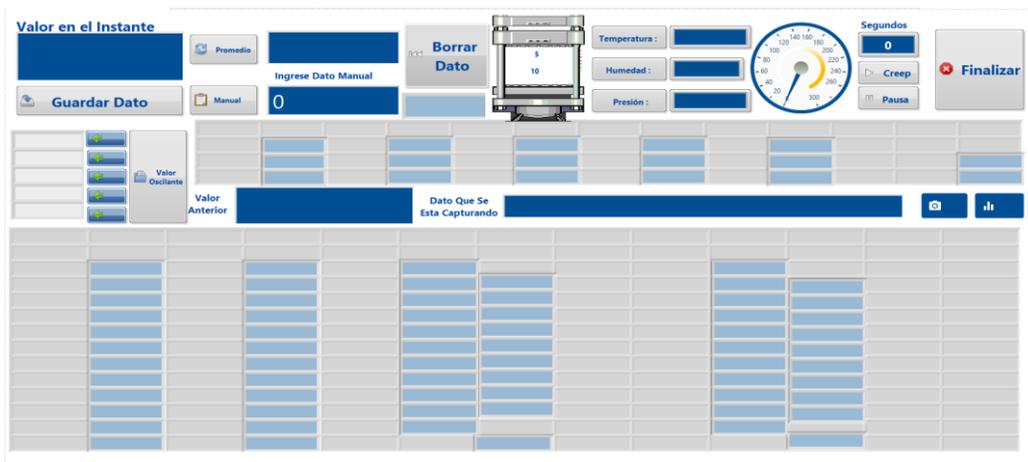


Fig. 6. Interfaz del programa para la captura y tratamiento de datos (PATD).

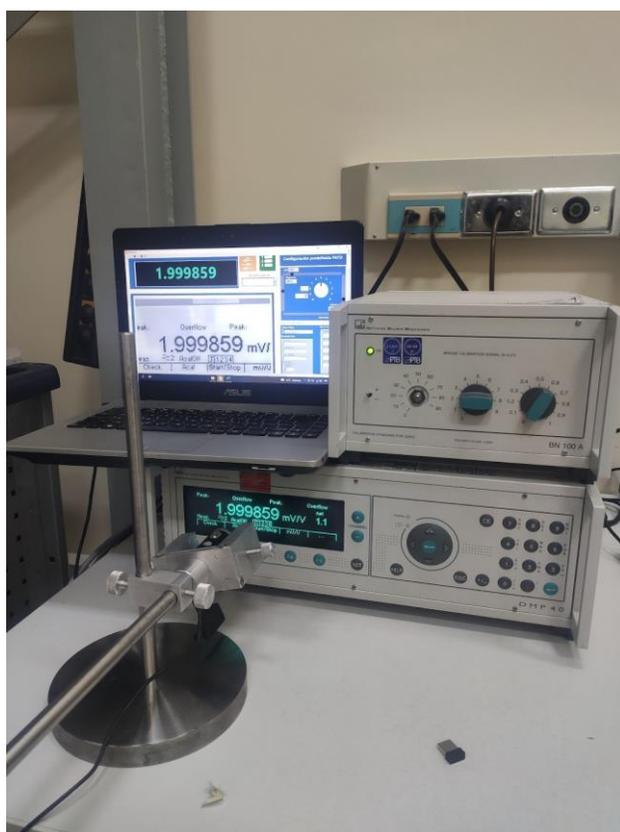


Fig. 7 Comparación de resultados usando un valor nominal de referencia de 2.000 000 mV/V en indicador DMP 40.

3. RESULTADOS

La interfaz del programa mostrada en la **Fig. 6** fue diseñada según los lineamientos dados en la ISO 376:2011 [2] en relación con el número de

mediciones en cada serie. Además de las necesidades mismas del laboratorio, el programa en la parte central derecha cuenta con un botón que permite al usuario dirigirse a otra ventana donde podrá ver la imagen de la cámara en tiempo real.

La interfaz del programa mostrada en la **Fig. 6** fue diseñada según los lineamientos dados en la ISO 376:2011 [2] en relación con el número de mediciones en cada serie además de las necesidades mismas del laboratorio, el programa en la parte central derecha cuenta con un botón que le permite al usuario dirigirse a otra ventana donde podrá ver la imagen de la cámara en tiempo real.

3.1. Comparabilidad entre la adquisición de los datos de manera manual y mediante análisis de imagen.

Durante el desarrollo de la puesta a punto del programa se generan una serie de pruebas que garantizan que el programa puede realizar mediciones reales obteniendo el mismo valor que es mostrado en la pantalla de los dispositivos como indicador digital.

Para ello, se tomarán fotografías comparando ambos sistemas de adquisición de datos (**ver Fig. 7**). En esta imagen se pueden ver, al mismo tiempo, ambos métodos de visualización para realizar la comparación de los valores (se establece como valor nominal de referencia 2.000 000 mV/V usando una unidad de calibración de puente BN100 A). Similar proceso se realiza para diferentes tipos de indicadores digitales a diferentes valores nominales de referencia.

Adicionalmente, en la imagen se puede observar la cámara usada para tal fin, así como el respectivo soporte necesario para su correcto funcionamiento.

3.2. Efecto de las condiciones de luz en los caracteres.

Durante la puesta en marcha del programa se identificó que es esencial que las condiciones de iluminación ambiental sean estables durante toda la calibración para su correcto funcionamiento. Una manera de mitigar este efecto fue entrenando el programa para reconocer un mismo caracter en diferentes condiciones de luminosidad.

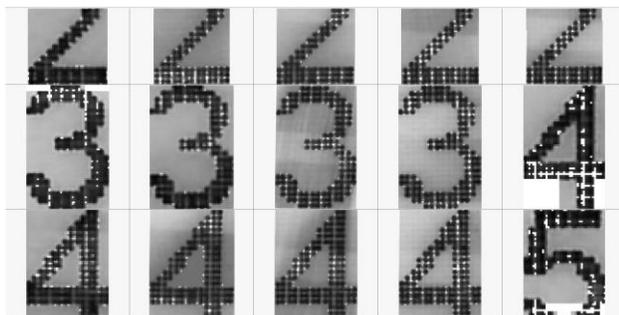


Fig. 8. Ejemplo de la incidencia de las condiciones de luminosidad sobre los caracteres adquiridos usando análisis de imagen.

Este tipo de entrenamiento puede observarse en la Fig. 8. específicamente en los caracteres “4” y “5”, donde se sometió la pantalla a condiciones extremas de luminosidad que dificultan el contraste del carácter con el fondo de la pantalla, posteriormente se establece un algoritmo para que el programa reconozca ambos tipos de caracteres. Este mismo procedimiento se realizó de manera homologa en todas las demás pantallas caracterizadas para el uso del programa.

4. DISCUSIÓN

Debido a que se requiere una caracterización previa de cada uno de los dispositivos de los que se desea adquirir datos, se debe tener en cuenta al momento de realizar la calibración que el dispositivo esté incluido en el listado de amplificadores digitales entrenados.

Otro factor a tener en cuenta son las condiciones de iluminación durante la calibración, debido a que cualquier reflejo sobre la pantalla afectaría la adquisición de datos. Si bien este comportamiento pudo atenuarse mediante filtros de software, existen

pantallas que usan módulos led o LED 7 segmentos o similares, que requieren un mayor control de las condiciones de luminosidad.

La puesta en marcha del programa redujo el tiempo de adquisición de datos lo que le permitió al operario poder prestar atención a otros detalles de la calibración como puede ser el comportamiento estable del equipo o el control de las condiciones ambientales del laboratorio durante el proceso de calibración.

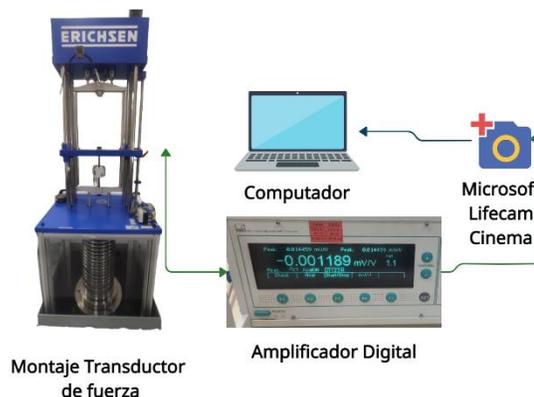


Fig. 9. Adquisición de datos de manera automática usando el programa para la captura y tratamiento de datos (PATD).

La mitigación de errores de digitación también facilita el proceso de revisión de calibración, si bien sigue siendo necesario la presencia de un operario el cual se encarga de determinar el momento exacto en el que se realiza la medición el operario no tendrá que digitar los datos de manera manual ver Fig. 9.

5. CONCLUSIONES

El uso de la adquisición de datos mediante análisis de imagen ofrece resultados prometedores y aplicabilidad en diferentes campos de la metrología, especialmente en ambientes donde existan equipos que no cuenten con posibilidad de tener tarjetas de adquisición de datos o bien, plantea una alternativa económica a la posibilidad de comprar una tarjeta de comunicación.

Con este programa se logró la implementación un sistema de adquisición de datos, que permite la integración de dispositivos indicadores digitales sin tarjeta de comunicación con equipos de última

generación esto abre las puertas a futuros proyectos orientados a industria 4.0 donde será posible realizar calibraciones completas de manera remota.

Es fundamental para la metrología implementación de nuevas tecnologías que faciliten la adquisición de los datos, así como la automatización de procesos donde la toma de datos de manera repetitiva es fundamental en el desarrollo de la medición.

AGRADECIMIENTOS

Al equipo de trabajo del laboratorio de fuerza y par torsional en especial a los ingenieros Néstor Maldonado e Ivan Betancur por sus valiosos aportes y sugerencias que hicieron posible la culminación de manera exitosa de este trabajo.

REFERENCIAS

- [1] Bureau International des Poids et Mesures, Key Comparison Data Base, 2021. Retrieved 14 July 2021, from, <https://www.bipm.org/kcdb/>.
- [2] ISO 376:2011, "Metallic materials – Calibration of force-proving instruments used for the verification of uniaxial testing machines",
- [3] Fundamentos del Entorno de LabVIEW. (2013). www.ni.com. Obtenido de Estructura Sector Gas Natural: <https://www.ni.com/getting-started/labview-basics/esa/environment>, consulta 02/05/22
- [4] Datasheet "Microsoft Cinema", Microsoft, <https://www.microsoft.com/esxl/accessories/business/lifecam-cinema-for-business>, consulta 02/05/22

AUTOMATIZACIÓN DE LA TOMA DE DATOS PARA LA CALIBRACIÓN DE TACÓMETROS

Cristy K. Sánchez S¹., Isaac E. Ruíz A².

Raúl F. Solís B.³

Centro Nacional de Metrología de Panamá, CENAMEP AIP.

Rep. de Panamá • Ancón • Ciudad del Saber • Edificio 206

517-3156 csanchez@cenamep.org.pa¹

517-3159 iruiz@cenamep.org.pa²

517-3155 rsolis@cenamep.org.pa³

Resumen: Este trabajo busca presentar una solución para la captura del valor mostrado en la pantalla LCD de los tacómetros para procesarla y transformarlo en número tipo texto, que puede ser utilizado en las hojas de cálculo u otro tipo de documento, se realizaron validaciones para comprobar la efectividad de este método de captura, con resultados de aciertos altos que permiten garantizar la utilización del programa en las calibraciones de equipos – tacómetros, pero no limitándoles a este tipo de equipos. Mediante este trabajo proponemos realizar la captura de los valores de manera automatizada utilizando técnicas de reconocimiento de caracteres, mejorando el proceso al flexibilizar los tiempos de calibración que el metrólogo invierte en el proceso.

1. INTRODUCCIÓN

En el Laboratorio Secundario de Tiempo y Frecuencia del CENAMEP AIP, se tomó la decisión de automatizar el proceso de adquisición de datos para el servicio de calibración de tacómetros de acople óptico, con pantalla LCD y sin interfaz de comunicación. La solicitud de calibración de tacómetros es requerida con regularidad por parte de la industria y actualmente se realiza de forma manual lo cual hace necesario transcribir y escanear los documentos utilizados.

La realización de la toma de datos en la calibración de tacómetros se lleva a cabo manualmente, escribiendo los datos en papel, luego se digitalizan como evidencia y se transcriben en hojas de cálculo para posterior análisis y obtención de resultados, por lo que la finalidad de este proyecto es acortar este proceso de transcripción manual mediante la captura automatizada de los datos, utilizando el reconocimiento de caracteres óptico (OCR).

Con el objetivo de que el software de automatización de adquisición de datos cumpliera con los requerimientos [1] del CENAMEP AIP, basados en una mejor comprensión de los procesos de medición y el procesamiento de los datos, se optó por el desarrollo de una aplicación utilizando leguajes de programación y librerías de software libre, estos elegidos por tener características de menos pasos en la curva de aprendizaje,

portabilidad, disponibilidad de librerías para el análisis de datos, escalabilidad y la reducción de costos en licencia [2].

2. PROGRAMA PARA EL RECONOCIMIENTO DE LOS CARACTERES

El software se desarrolló basado en una arquitectura que contuviera todos los procesos necesarios para la captura de datos, emulando de alguna manera el trabajo del metrólogo según los procedimientos del centro: realizando la lectura de los dígitos de las pantallas LCD controlados por una ventana de tiempo, determinando la validez de los datos con su experiencia y conocimiento y el registro de los valores a un medio de almacenaje.

El programa está constituido por tres bloques funcionales, cada uno siendo un hilo de ejecución independiente, iniciando por el módulo de adquisición de datos, el módulo de procesamiento de la información para almacenaje en una base de datos y el módulo de interfaz gráfica y control de las operaciones, (**Fig. 1**). Otro motivo de la adopción de una arquitectura modular es permitir adoptar nuevas técnicas y métodos en un futuro sin la necesidad de rehacer todo el programa.

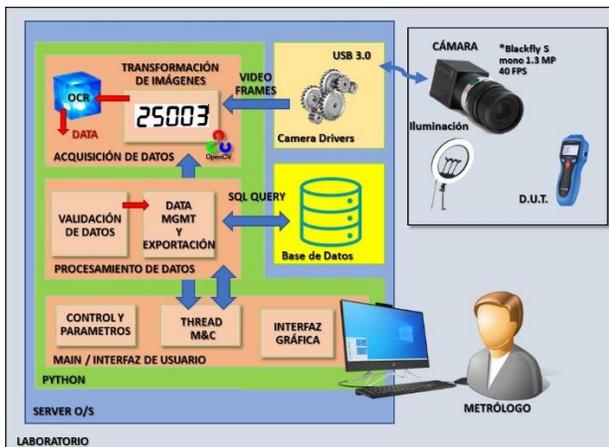


Fig. 1: Arquitectura del programa desarrollado.

El programa es realizado utilizando el lenguaje Python con una interfaz de usuario creada utilizando las librerías de herramientas gráficas QT5 [3], permitiendo de una manera amigable configurar las opciones para la adquisición de los datos, modificar los parámetros de la imagen, el control de los módulos y visualizar las operaciones. Para el tratamiento de adquisición del flujo de video y las operaciones de modificación de los fotogramas nos basamos en la librería OpenCV [4] y para las operaciones de reconocimiento de caracteres se realizan mediante la librería Tesseract-OCR [5], opción que ha presentado resultados en trabajos como [6][7]. De manera intrínseca en el motor de captura de imagen utiliza el NTP (Protocolo de Tiempo por Red) [8][9], para la sincronización a la hora nacional del CENAMEP AIP.

El programa realiza una evaluación de los valores obtenidos para evitar o en lo posible corregir errores en el reconocimiento de caracteres, basándose para esto en la cantidad de decimales y el error relativo con respecto al valor de referencia que se está calibrando para tomar la decisión si debe retomar la medida o almacenar en la base datos, este módulo permite para este caso la utilización de MariaDB (o MySQL) para el caso donde exista un servidor dedicado, como también utilizar SQLite para el almacenaje local.

Para lograr la extracción de manera correcta, primero debemos preprocesar las imágenes, mediante diferentes técnicas u opciones, en nuestro programa todas las operaciones de modificación de luminancia, gamma o morfologías que se realizan a la imagen pueden ser controladas. Esto significa que el metrologo puede de una forma fácil y sencilla seleccionar el área de la imagen que le interesa

(zona/área de interés), y luego comenzar a configurar los parámetros del preprocesado entre estos si la pantalla es LCD negativa o positiva, es decir, si tiene o no luz de fondo o si emite alguna luminosidad, el tipo de filtro a utilizar, la escogencia del método para determinar el punto decimal y el tipo de configuración para Tesseract-OCR.

2.1 Funcionamiento del programa:

Se utiliza una cámara profesional de 1,3 Mega Pixeles, con resolución de 1288 x 964, con sensor tipo CCD con formato de 1/3 pulgadas y conexión tipo USB. Del video capturado se obtiene una serie de fotogramas con la vista del equipo bajo calibración (**Fig. 2**), los fotogramas pasan a un bloque funcional donde le son aplicadas las opciones de preprocesado, como la selección de la región de interés/segmentación de pantalla, la transformación de color (escala de gris), correcciones de gamma y alfa y la aplicación de filtros como dilatación, erosión e histograma, se elige el tipo de pantalla de objeto, se activarán las modificaciones morfológicas, entre otras opciones. Para esto es capturado un fotograma por cada ciclo de ejecución, que es integrado con el siguiente lo que permite robustecer la captura de los datos.

Luego pasa al subproceso de interpretación de la información obtenida mediante el uso de Tesseract OCR en este debemos escoger de su lista de opciones la que mejor interpretación y estabilidad del valor nos brinde. Tesseract realiza la interpretación mediante la detección de las líneas que forman el dígito realizando una segmentación por carácter para hacer el reconocimiento de las características específicas de este por la dirección e intersección que tenga, adicionalmente con Tesseract podemos aplicar el reconocimiento adaptativo [5]. Para la validación de la información se ejecuta un subproceso, donde los datos son colocados en una cola, aquí se realiza la evaluación de decimales, la identificación de errores alfanuméricos y se monitorea la dispersión de los valores, para posteriormente ser exportados a una base de datos. Todo esto se ejecuta en paralelo, incluyendo el hilo principal que presenta la interfaz gráfica.

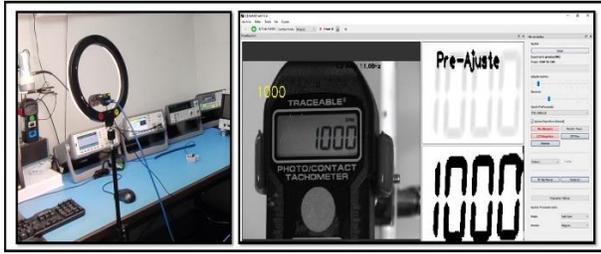


Fig. 2: Vista general del entorno de trabajo para la toma de datos.

2.2 Metodología de uso del software

Una vez que se prepara el equipo y el entorno de trabajo para la toma de datos, es importante tener presente la iluminación o el efecto de los resplandores o reflejos según el objeto bajo calibración, luego se procede a iniciar el programa al cual le indicaremos los parámetros de configuración tales como el valor de los puntos que deseamos calibrar, sus unidades de medida, la ventana (en segundos) de adquisición de los datos y la cantidad de datos a adquirir en cada uno de los puntos. Para que no sea necesario volver a realizar esta configuración se puede parametrizar por tipo de equipo.

Una vez que se tiene la preconfiguración lista, se abrirá automáticamente la pantalla principal del programa (ver **Fig. 2**) en la cual entre sus múltiples opciones tenemos:

- Agregar nuevo punto: esta opción permite adicionar intervalos o valores que no incluimos al inicio o que decidimos agregar por algún motivo en específico, esto dependerá del Procedimiento Interno de Calibración.
- Guardar las imágenes capturadas: esta alternativa se aplica como herramienta de la validación del programa.
- Exportar los datos obtenidos: aquí el usuario puede elegir exportar los datos por puntos individuales o exportar los resultados recolectados durante una toma de datos.
- Barra de estado: se muestra el porcentaje de avance que tiene la toma de datos.
- El usuario puede configurar la asignación del punto decimal indicándole al programa cuantos dígitos/cifras significativas y cuantos decimales tiene el valor a medir, esta opción se creó debido a que algunos de los equipos tienen el punto decimal muy por debajo del número en la pantalla, lo cual, dificulta su detección.

3. VALIDACIÓN DEL PROGRAMA

Para la validación se han realizado diferentes pruebas con la intención de caracterizar su comportamiento y determinar si es apto metrologicamente, para su implementación en la captura de datos en las calibraciones y siguiendo lo recomendado en el punto 7.11 de la Norma ISO/IEC 17025:2017, Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y Calibración [10].

La primera prueba se realizó a modo de ensayo de aptitud humano contra máquina, para evidenciar la diferencia entre la toma de datos realizada por un metrólogo y la toma de datos automatizada realizada por el programa, se eligieron diez (10) valores o puntos de referencia para la calibración, cubriendo todo el intervalo de medición del equipo.

La segunda prueba consistió en una evaluación del comportamiento del programa tanto a diferentes ventanas de adquisición, como también a diferentes intervalos; por lo general la ventana de adquisición de los datos que usualmente empleamos en las calibraciones de los tacómetros es de diez segundos, sin embargo, como este programa se desea implementar en otros laboratorios del centro, se consideraron otras ventanas de adquisición. Además, se utilizaron dos tacómetros diferentes, uno de los modelos posee una pantalla transreflectiva sencilla y otro que mantiene una pantalla retroiluminada, la cual no es posible apagar.

Como tercera prueba se realizó una verificación del comportamiento en caso de alta variabilidad de la pantalla LCD para determinar la tasa de error en situaciones adversas para el programa.

3.1. Comparación Hombre – Máquina

Se evalúan las tomas de datos por separado para obtener de estas el error y la incertidumbre de las mediciones. Luego se analizan los resultados obtenidos y se determina si los resultados son aptos o no. El análisis se realizará mediante la fórmula del Error normalizado (E_n) y está estimado de acuerdo con la siguiente ecuación.

$$E_n = \frac{|m_{AdqAut} - m_{AdqM}|}{\sqrt{U_{AdqAut}^2 + U_{AdqM}^2}} \quad (1)$$

Dónde:

mAdqM y *mAdqAut* son los valores estimados por la adquisición de datos manual y la adquisición de datos automática respectivamente.

UAdqM y *UAdqAut* son las incertidumbres expandidas estimadas por la Adquisición manual y la adquisición automática respectivamente.

Criterio	Resultado
$ En \leq 1$	Satisfactorio
$ En > 1$	Insatisfactorio

Tabla #1: Criterio de aceptación según el método del En.

3.1.1. Resultados del En de la Comparación

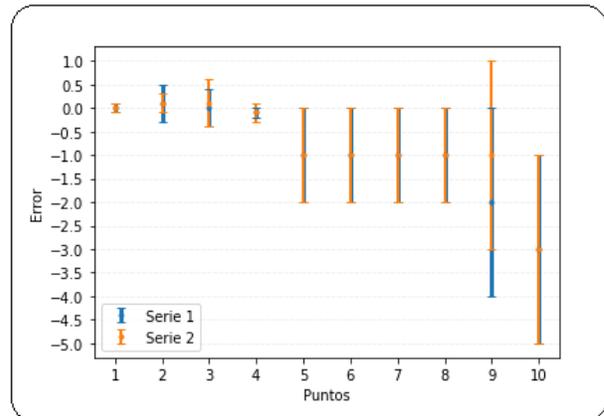
Para este análisis de comparación entre la versión manual y la versión automatizada se evaluarán los datos adquiridos desde los 50,0 RPM hasta 93 750,0 RPM.

Resultados toma de datos manual- <i>mAdqM</i>				
Punto	Ref (RPM)	Obj (RPM)	Error (RPM)	U (RPM)
1	50,00	50,0	0,0	0,1
2	250,00	250,1	0,1	0,2
3	500,00	500,1	0,1	0,5
4	1 000,0	999,9	-0,1	0,2
5	2 500,0	2 499	-1	1
6	5 000,0	4 999	-1	1
7	10 000,0	9 999	-1	1
8	25 000,0	24 999	-1	1
9	50 000,0	49 999	-1	2
10	93 750,0	93 747	-3	2

Tabla #2: Resultados del análisis de los datos, para *mAdqM*.

Resultados toma de datos automática- <i>mAdqAut</i>				
Punto	Ref (RPM)	Obj (RPM)	Error (RPM)	U (RPM)
1	50,00	50,0	0,0	0,1
2	250,00	250,1	0,1	0,4
3	500,00	500,0	0,0	0,4
4	1 000,0	999,9	-0,1	0,1
5	2 500,0	2 499	-1	1
6	5 000,0	4 999	-1	1
7	10 000,0	9 999	-1	1
8	25 000,0	24 999	-1	1
9	50 000,0	49 998	-2	2
10	93 750,0	93 747	-3	2

Tabla #3: Resultados del análisis de los datos, para *mAdqAut*.



Gráfica 1: Error de los resultados de ambos métodos donde la serie 1 es el método automático y la serie 2 es el método manual.

Tabla de Resultados del Error Normalizado		
Punto	Frecuencia de Referencia (RPM)	Resultado (En)
1	50,00	0,0
2	250,00	0,0
3	500,00	0,2
4	1 000,0	0,1
5	2 500,0	0
6	5 000,0	0
7	10 000,0	0
8	25 000,0	0
9	50 000,0	0
10	93 750,0	0

Tabla #4: Resultados del error normalizado (En).

Los resultados obtenidos tanto en la **Tabla #4** como en la gráfica demuestran que la toma de datos es aceptable empleando el método automático para los tacómetros con pantalla LCD siempre y cuando estos cumplan con el criterio de aceptación de los equipos a calibrar entre estos que la pantalla no este resquebrajada, problemas con el acople óptico, problemas en los botones o en la fuente de alimentación.

3.2. Análisis de coincidencia de los datos

En esta prueba se realizó un análisis de los resultados correspondientes a la coincidencia entre la imagen capturada por el programa y la interpretación del valor, el proceso de esta validación fue completamente manual, es decir, se

realizó verificando el valor interpretado por el programa contra el valor mostrado en la imagen capturada, por ende, fue necesario ver ambos datos a la vez uno a uno para asegurar que fuesen iguales.

Para la **Tabla #5** se usaron 50 datos por punto para cada ventana de adquisición (se emplearon cuatro intervalos de tiempo 1 s, 5 s, 10 s y 20 s) para cada uno de los siguientes puntos de calibración: 50, 750, 5 000, 25 000, 50 000 y 93 750 RPM. Mientras que para la **Tabla #6** se usaron 100 datos por punto, para las mismas ventanas de adquisición de la **Tabla #5**, pero con la diferencia que se agregaron más valores en las frecuencias de referencia.

3.2.1 Resultados del análisis de coincidencia

Para realizar la validación de coincidencia entre el valor interpretado por el programa y la imagen capturada, se utilizó el archivo guardado por la aplicación utilizando la estampa de tiempo como nombre, como se muestra en la **Fig.3**, este siendo un caso de coincidencia, en la **Fig.4** mostramos un caso de no coincidencia, donde la imagen mantenía dígitos incompletos y que fueron interpretados como un valor por Tesseract-OCR. De los resultados presentados en las **Tabla #5** y **#6** (el número de tomas hace referencia a la cantidad de datos tomados para cada punto de medición en el intervalo de segundos indicado en las tablas), se puede demostrar que el porcentaje de coincidencia es aceptable, con un 99,6 % y un 99,5 % respectivamente.

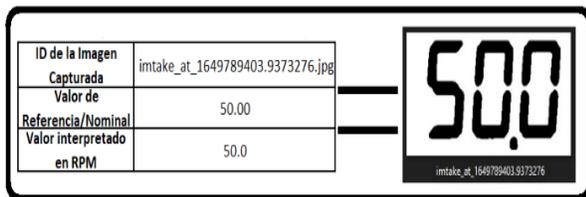


Fig. 3: Método de validación por el operador humano.

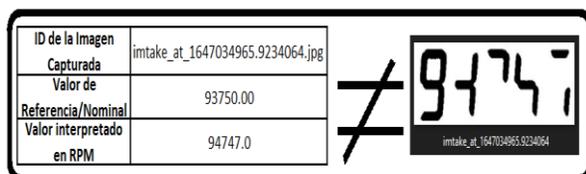


Fig. 4: Método de validación, no coincidencia.

Valores de Referencia (RPM)	Periodo de adquisición en segundos (s)			
	1	5	10	20
50,00	100%	98%	100%	100%
750,00	100%	100%	100%	98%
5 000,0	100%	100%	100%	100%
25 000,0	100%	100%	100%	98%
93 750,0	100%	98%	100%	100%

Tabla #5: Resultados en porcentaje de acierto.

Frecuencia de Referencia (RPM)	Ventana de adquisición en segundos (s)			
	1	5	10	20
50,00	100%	100%	100%	100%
100,00	100%	100%	100%	100%
500,00	83%	100%	100%	100%
750,00	100%	100%	100%	100%
1 000,0	100%	100%	100%	100%
2 500,0	100%	100%	99%	100%
5 000,0	100%	100%	100%	100%
7 500,0	100%	100%	100%	100%
10 000,0	100%	98%	100%	100%
15 000,0	100%	99%	99%	100%
50 000,0	100%	100%	100%	100%
93 750,0	100%	99%	100%	100%

Tabla #6: Porcentaje de coincidencia entre la imagen y el valor obtenido.

Fue realizada una verificación en base a la cantidad de fotogramas integrados para cada toma de datos, los valores típicos del programa están programados para integrar dos fotogramas cada 80 u 100 ms de manera continua en la ejecución del código, permitiendo realizar entre 9 y 12 capturas por segundo. Se probaron otras combinaciones para los cuales se capturaron una serie de datos (25) y se comprobó cual nivel de acierto presentaban, estos resultados pueden ser visto en la **Tabla #7**.

Fotogramas	Periodo (ms)	Datos Adquiridos	Error	Porcentaje de Acierto	Tomas por segundo permitidas
2*	100*	25	0	100	9 a 12
5	10	25	1	96	4
10	1	25	2	92	2.5
7	1	25	4	84	3.37
5	2	25	0	100	4.27

Tabla #7: Comprobación de valores integrados (* valores típicos de la aplicación).

3.3 Prueba de alta variabilidad

Se realizaron diez mil capturas de datos de una pantalla presentando un valor fijo, para determinar que el software no sería afectado por elementos externos, como las fluctuaciones en la iluminación con tubos fluorescentes que mantiene un parpadeo a la frecuencia de alimentación, para este caso 60 Hz. Durante esta prueba se observó que el software era suficientemente robusto para trabajar en el ambiente que se presenta en el laboratorio, aun así, para mitigar y mejorar cualquier situación como la intervención de reflejo por el paso de metrologos se optó como mejora emplear el uso de un aro de luz permitiendo con ello mejores resultados. Como segunda prueba en este apartado precedimos a capturar diez mil registros para el caso donde el último dígito mostrado en la pantalla presenta una gran variabilidad, donde obtuvimos un porcentaje acierto del 96.31 %.

4. DISCUSIÓN

Los resultados de las pruebas muestran que el programa se aproxima a la captura manual en fidelidad, pero aún hay que realizar optimización en la evaluación de los números cuando la pantalla del equipo realiza el refresco del LCD debido a que algunos equipos tienden a variar el valor mostrado con rapidez. Aún con esto el error global para el peor de los casos con 0,5 % de error, principalmente por el trabajo del módulo de evaluación.

Las validaciones aquí presentadas se obtienen con el sentido de realizar la validación del sistema utilizando dos modelos de equipos, aunque se ha verificado la funcionalidad del reconocimiento de pantallas con inclusive, hasta 7 equipos de diferentes marcas. La prueba realizada sobre la combinación de los fotogramas y el periodo entre cada toma para ser integrados demuestra que la

combinación típica presenta una buena velocidad entre cantidad de tomas que es posible realizar y porcentaje de acierto, aun así, consideramos que la cantidad de datos tomadas es muy pequeña para inequívocamente comprobar esto debido a esto se programaron más pruebas a futuro además de agregar una nueva funcionalidad al programa donde se permite configurar esta combinación de fotogramas integrados.

5. CONCLUSIONES

Presentamos los resultados de este proyecto de investigación e implementación, cuyo objetivo era proporcionar un método alternativo al método actual con intervención humana, para las lecturas de equipos sin interfaz de comunicación. Durante las pruebas de validación se puede constatar que el método de captura utilizando el software presenta unos errores normalizados dentro de lo aceptable, comparándolo con un operador humano. Además de la caracterización inicial realizada en este proyecto se obtiene, para el común de los casos, una discrepancia de 0,4% entre lo visualizado en la pantalla LCD y lo guardado como valor en la base de datos.

Esta implementación cumple con su objetivo de presentarse como una opción en la toma de datos para equipos sin interfaz de comunicación para otorgarle flexibilidad al metrologo en el manejo del tiempo de trabajo; aunque el tiempo empleado tanto en la captura manual como en la captura automatizada al ser determinado por el procedimiento es el mismo, con el procedimiento automático el metrologo no necesita estar atento mientras se cumple la captura de los datos lo que le permite realizar otras actividades, además no es necesario que el metrologo realice la transcripción lo cual si representa una mejoría tiempo total utilizado para el servicio.

Aun así, cabe la posibilidad de realizar mejoras en el módulo de evaluación y captura que aseguren una mayor fiabilidad y resiliencia a situaciones presentadas en los dispositivos bajo calibración. Esperamos que este trabajo sea el inicio dentro del CENAMEP AIP de una línea de investigación activa sobre automatización utilizando técnicas de visión por computadora.

REFERENCIAS

- [1] Batagelj, V., Bojkovski, J., & Drnovšek, J. (2008). Software integration in national measurement-standards laboratories. *IET science, measurement & technology*, 2(2), 100-106.
- [2] Ozgur, C., Colliau, T., Rogers, G., & Hughes, Z. (2017). MatLab vs. Python vs. R. *Journal of Data Science*, 15(3), 355-371.
- [3] Harwani, B. M. (2018). *Qt5 Python GUI Programming Cookbook: Building responsive and powerful cross-platform applications with PyQt*. Packt Publishing Ltd.
- [4] Howse, J., & Minichino, J. (2020). *Learning OpenCV 4 Computer Vision with Python 3: Get to grips with tools, techniques, and algorithms for computer vision and machine learning*. Packt Publishing Ltd.
- [5] Smith, R. (2007, September). An overview of the Tesseract OCR engine. In Ninth international conference on document analysis and recognition (ICDAR 2007) (Vol. 2, pp. 629-633). IEEE.
- [6] Agbemenu, A. S., Yankey, J., & Addo, E. O. (2018). An automatic number plate recognition system using opencv and tesseract ocr engine. *International Journal of Computer Applications*, 180(43), 1-5.
- [7] Mollah, A. F., Majumder, N., Basu, S., & Nasipuri, M. (2011). Design of an optical character recognition system for camera-based handheld devices. arXiv preprint arXiv:1109.3317.
- [8] Mills, D. L. (1989). On the accuracy and stability of clocks synchronized by the network time protocol in the internet system. *ACM SIGCOMM Computer Communication Review*, 20(1), 65-75.
- [9] Recomendación UIT-R TF.686-3, Glosario y definiciones de términos de tiempo y frecuencia. Unión Internacional de Telecomunicaciones. 2013.
- [10] ISO/IEC 17025:2017, Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y Calibración <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso-iec:17025:ed-3:v2:es>

DISEÑO DE SISTEMA AUTOMATIZADO PARA LA CALIBRACIÓN DE DÉCADAS DE RESISTENCIA

Róger Meléndez Poltronieri
Instituto Costarricense de Electricidad
11305, San José
+(506) 2001-2376, rmelendezpo@ice.go.cr

Resumen: El presente documento detalla el proceso de diseño de un sistema de calibración automática de décadas de resistencia para la Unidad de Laboratorios Metrológicos de la División Generación del Instituto Costarricense de Electricidad. El diseño final hace uso de un sistema de posicionamiento en dos dimensiones basado en el mecanismo “Core XY”, que moviliza un *gripper* de tres dedos diseñado a la medida, encargado de sujetar y girar los diales de los objetos bajo calibración, lo que libera al operario de realizar la tarea manualmente. El mecanismo es comandado mediante el software LabVIEW y permite calibrar una década de resistencia de forma totalmente automatizada.

Palabras clave: Calibración, Década de Resistencia, Sistema Core XY, LabVIEW, *gripper*.

1. INTRODUCCIÓN

La intención del presente trabajo es mostrar la metodología de diseño de ingeniería utilizada para desarrollar un prototipo mecatrónico funcional, cuya función es calibrar de modo automático cerca de 10 modelos distintos de décadas de resistencia (DR) de los clientes de la Unidad de Laboratorios Metrológicos (ULM) del Instituto Costarricense de Electricidad (ICE).

La ULM cuenta con aproximadamente el 85 % de sus servicios de calibración de Corriente Directa y Baja Frecuencia automatizados. Dentro del 15 % faltante, se encontraban aún las décadas de resistencia, la cuales se calibraban de modo semi-automático mediante un *software* de captura de datos implementado en LabVIEW, sin embargo, previo a este desarrollo, el cambio de los diales debía hacerse de forma manual.

Se llevó a cabo un proceso de *benchmark* tanto a nivel nacional, como a nivel de otros Laboratorios Nacionales de Metrología, encontrando un desarrollo del NIST para medición de alta resistencia eléctrica [1], sin embargo, dicho sistema permite movimientos axiales independientes en “X” y “Y” para la inserción y extracción de cables tipo banana a los terminales de un puente de resistencias; y el presente desarrollo combina los movimientos axiales, con movimientos radiales, agregando un grado de libertad adicional; por medio de lo cual se permite el incremento y decremento radial de los valores de resistencia eléctrico de cada dial de las décadas de resistencia.

La importancia del presente desarrollo radica en los siguientes aspectos principales: logró automatizar al 100 % las décadas de resistencia del laboratorio, permitiendo al metrólogo dedicarse a otras actividades como calibraciones, control metrológico, etc., y aumentó la capacidad de calibraciones que eventualmente podrían llevarse a cabo de forma autónoma, o bien en horarios no laborales.

2. PROPUESTA DE DISEÑO

Este Capítulo muestra la metodología y el diagnóstico realizado, previo a exponer el concepto ganador que fue validado.

2.1. Metodología

En este subapartado se detalla la información relacionada al proceso general sobre el que se fundamentó el desarrollo del proyecto, de forma más concreta el proyecto fue realizado siguiendo la metodología de diseño de ingeniería, tomando como referencia principal el libro titulado: Diseño y desarrollo de productos, de Ulrich [2]. En el cual se explican las diferentes etapas generales a la hora de diseñar un producto como se muestra en la Figura 1.

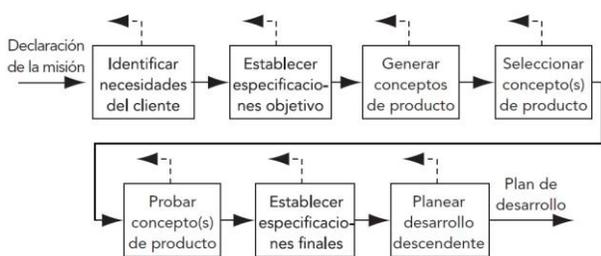


Fig. 1. Diversas actividades iniciales que comprenden la fase de desarrollo del concepto.

2.2. Diagnóstico

Este apartado sintetiza los resultados provenientes de estudiar el procedimiento actual utilizado en el laboratorio de la ULM y se proceden a exhibir las listas tanto de necesidades como de especificaciones obtenidas del proceso de recolección de información. Como parte del diagnóstico se realizó entre otras actividades; el estudio del estado del arte del sistema, la identificación de las variables a medir y controlar, un levantamiento de datos relacionados a los equipos de décadas de resistencia disponibles, y lo más importante una prueba experimental para determinar el torque requerido para girar cualquier dial mediante el diseño de un experimento (DoE).

Se llevó a cabo el levantamiento de 33 necesidades, de las cuales 21 fueron no negociables en el diseño. La tabla 1, muestra algunas de las necesidades no negociables, para las cuales se establecieron métricas específicas para el proceso de validación expuesto más adelante.

Necesidad
No afecta la integridad de la década ni de los diales: Fuerza de agarre y torque son adecuados para no dañar el dial o cualquier otra parte del equipo.
Mitiga posibles errores humanos relacionados a cambios de diales incorrectos.
Libera al operador para desempeñarse en otras tareas.
Puede girar un dial específico (a la vez) en ambos sentidos y colocarlo en todas sus posiciones (sin deslizamiento ni posiciones intermedias).
Se ajusta a la mesa de trabajo en un plano XY de [100x50x90] cm, [100x35x67] cm.
El sistema debe posicionarse en el eje Z de forma manual respetando un desplazamiento máximo de

[0-28] cm.
El sistema conoce la posición seleccionada en el dial bajo prueba.
El sistema permite seleccionar equipos (recibe entradas necesarias) y carga de los archivos fuente los valores correspondientes al Objeto Bajo Prueba (OBP).
El sistema tiene que funcionar en LabVIEW o software de libre acceso.

Tabla. 1. Definición de Especificaciones [3].

2.3 Propuesta de Solución

Se consideró que para solucionar el problema se tenían dos posibles caminos, uno implicaba adaptar un actuador específico para cada uno de los diales que pueda tener el mecanismo. Este método de solución no requiere de ninguna parte móvil, en lo que a traslación respecta, durante el funcionamiento y solamente tendría el giro que estaría ejerciendo cada uno de los actuadores sobre su respectivo dial. El otro método de solución consiste en tener un único elemento móvil que debe tener la capacidad de sujetar o acoplarse con el dial indicado, es decir el que se pretende girar en cada etapa del proceso de calibración, esto implica que el sistema tendría más partes móviles.

Un sistema de movimiento por ejes coordenados es la otra alternativa de solución potencial. Como su nombre lo indica, consiste en tener actuadores encargados de mover una carga sobre ejes coordenados, para lograr posicionamiento preciso. Con un sistema que emplee este concepto es posible desplazar una carga hasta en tres ejes distintos a lo largo y ancho de la caja de décadas y de esta forma se lograría posicionar el actuador encargado de rotar el dial en la posición adecuada para que pueda realizar su cometido. Este sistema presenta la ventaja de que es fácil de utilizar, es de simple de instalación y, además, resulta económico.

Para lograrlo hay varios mecanismos entre los cuales destacan los tornillos sin fin y el movimiento por bandas, algunos sistemas utilizan combinaciones de ambos.

El diseño de la estructura y demás piezas que conforman la totalidad del prototipo final, se hizo utilizando el software CAD/CAE de diseño y modelado de sólidos 3D llamado SolidWorks.

Tradicionalmente un sistema de posicionamiento cartesiano utiliza un control independiente en cada

uno de sus ejes. El mecanismo de movimiento en dos dimensiones Core XY es una modificación de dicho sistema de posicionamiento cartesiano tradicional, en el cual los ejes XY no son independientes, sino que trabajan en tándem para lograr el movimiento deseado.

En este caso se sustituyó una de las poleas del modelo tradicional, por un motor a pasos, para mover la barra horizontal hacia arriba o hacia abajo mediante un control computacional, con lo que en teoría se logró convertir este mecanismo en una etapa CNC de un solo eje. Finalmente, fue posible modificar un poco este principio para convertir el mecanismo a una etapa CNC de dos ejes, donde fue necesario un segundo *stepper* y una banda adicional.

En este punto lo que se buscó fue desplazar el cruce de las bandas afuera del área de trabajo, para lo cual se añadieron dos poleas adicionales y se logró obtener el mecanismo funcional mostrado en la figura 2.

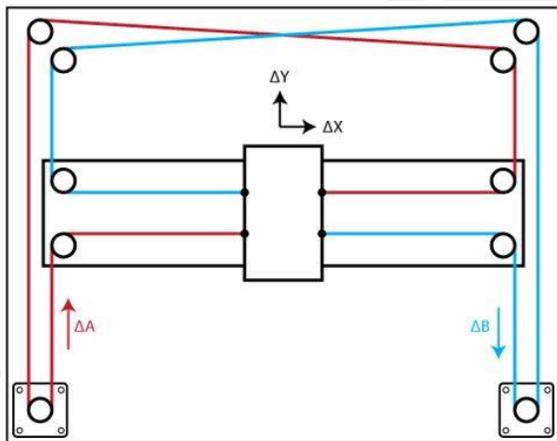


Fig. 2. Sistema Core XY con cruce de bandas fuera del área de trabajo [4].

En términos muy generales, el principio de funcionamiento del sistema de posicionamiento Core XY consiste en que: al girar ambos motores en la misma dirección, el resultado es un movimiento horizontal; por el contrario, girar ambos motores en direcciones opuestas da como resultado un movimiento vertical; es decir, para lograr movimientos sobre los ejes cartesianos es necesario activar ambos motores al mismo tiempo. Si el desplazamiento angular de ambos motores es el mismo entonces las componentes sobre uno de los ejes son iguales, pero en sentido opuesto y se

cancelan y las componentes restantes también son iguales, pero en el mismo sentido por lo tanto se suman.

Un *gripper* se puede movilizar de una manera ágil entre diales intercalados, tiene poca cantidad de piezas y su mayor apertura le permite ser pequeño, prácticamente sin diferencias con respecto al agarre por lo tanto se decide que 3 dedos era la opción más adecuada de diseño para el sistema de agarre. Una iteración inicial del sistema puede observarse en la Figura 3.

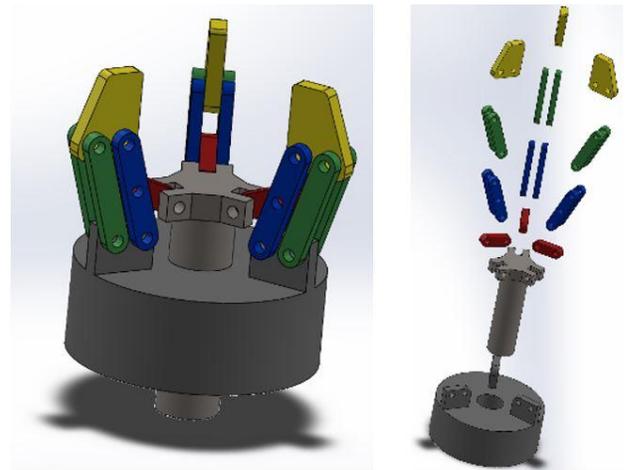


Fig. 3. Gripper y su vista explosionada.

De la Figura 3 también es apreciable que un actuador lineal impulsa hacia arriba o hacia abajo al elemento llamado "cabeza del pistón", para transmitir el movimiento, que originalmente va en la dirección axial, a las piezas rojas que a su vez están conectadas con cada uno de los dedos; puesto que los dedos están fijados en un doble punto de pivote, al ser empujados o halados por la pieza roja solamente podrán rotar con respecto a dichos puntos de pivote y así es como se convierte el movimiento de una dirección axial a una dirección de rotación con respecto al doble punto de pivote en la base de cada dedo. Las piezas amarillas mantienen paralelas a las piezas de color verde y azul entre sí, pero a su vez estas barras mantienen a las piezas amarillas paralelas con respecto al eje central.

Con el actuador seleccionado [5] se procede con el diseño del resto del *gripper*, el diseño respectivo de las piezas del pistón y de la base que soporta los dedos del *gripper* para ajustarlas directamente al actuador. Se generó el diseño mostrado en la Figura 4.

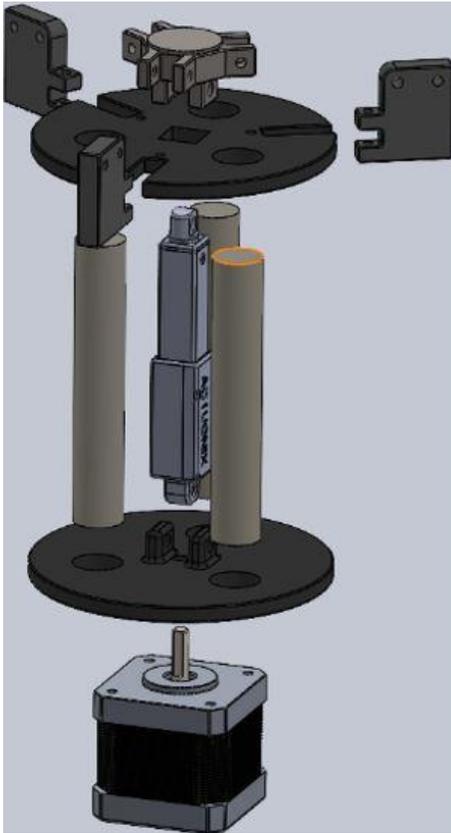


Fig. 4. Base para el gripper y actuador lineal.

Concluido el diseño mecánico, fue necesario continuar con el diseño programático. Un programa automatizado desarrollado en LabVIEW se encarga de la toma de datos de resistencia eléctrica haciendo uso de un Multímetro Digital (DMM) de 8 ½ dígitos.

Para traducir la comunicación requerida entre la planta mecánica y la computadora se hizo uso de un microcontrolador Arduino UNO. Este se encarga de traducir los comandos enviados desde el software diseñado a los actuadores del sistema de posicionamiento XY, al actuador y al stepper del carrito central.

Toda la información de la década de resistencia se encuentra en un archivo “.txt”, donde se resume si la década cuenta con uno o más niveles, el diámetro de los diales, las distancias entre centros de los diales, etc. Lo anterior puede mostrarse en la Figura 5.

#DialN1	#DialN2	DiamDi	DisCen	AltN1	AltN2	1°DiN1	1°DiN2	AngStep	DesfDi
HARS-L-8-0.01-K									
4	4	3.57	8.1	6.82	14.43	14.1	10.1	30	-1
D-HARS-L-8-0.01-K									
1/10	0/11	0/11	0/11	0/11					
0/11	0/11	0/11	0/12						

Fig. 5. Formato datos DR modelo HARS-L-8-0.01-K.

3. RESULTADOS

El presente apartado muestra los principales resultados obtenidos al implementar el concepto ganador:

3.1. Caracterización del Sistema de Posicionamiento

Durante el proceso de diseño fue importante caracterizar el funcionamiento del sistema de posicionamiento Core XY con el sistema ensamblado, para realizar movimientos precisos fue importante determinar el resultado de la interacción de los motores trabajando en tándem, sobre las bandas y trabajando sobre el resto de elementos del sistema de movimiento, por lo tanto fue necesario establecer una relación de proporcionalidad entre el giro de los motores y los desplazamientos que provocan en el carro central. Esta constante permite hacer conversiones de distancias en centímetros a la cantidad de micropasos que debe dar el motor para desplazarse las distancias deseadas.

Esta relación se determinó experimentalmente controlando los movimientos de la planta de manera manual, se enviaron comandos a través del puerto serial directamente al Arduino. Se utilizó una regla “T” para tener una referencia paralela a la dirección de movimiento y poder medir directamente la distancia recorrida sobre la misma regla. También se requería de una referencia vertical colocada sobre el carrito móvil que permitiera observar claramente el valor de la distancia, se utilizó una regla metálica como referencia.

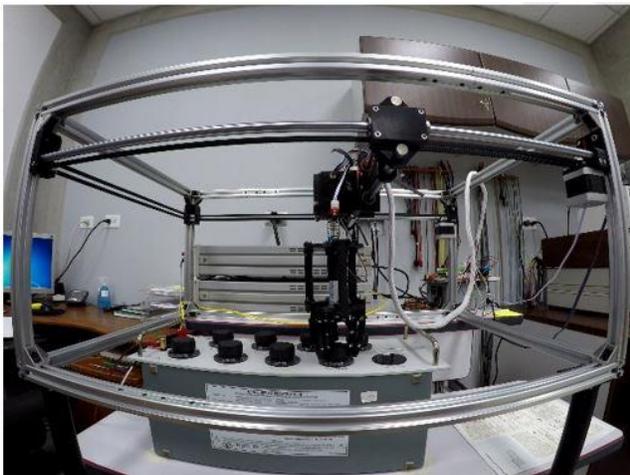
Se procedió a movilizar el carrito que porta el gripper hasta estar alineado (lo mejor posible) con algún milímetro sobre la regla que se toma como el punto inicial o cero para las mediciones y también se establece como el cero de referencia utilizado por el Arduino, se busca que el punto inicial sea cerca del origen y el punto final cerca del final de la carrera para obtener una relación que evalúe la mayor parte del rango de movimiento, por lo tanto se alineó la regla con la marca del centímetro 6 y a partir de este punto se fue incrementando la distancia recorrida sobre el eje “Y”.

Se fue avanzando manualmente sobre el eje Y, dando indicaciones de movimiento de 2000 micropasos para cada motor hasta llegar a un acumulado de 24000, se notó que la referencia estaba por alcanzar el valor de 36 cm, se decidió que este sería el punto final y por lo tanto se fue incrementando por micropasos individuales hasta estar exactamente alineado con la marca del centímetro 36, el valor total fue de 24080 micropasos. El factor de conversión (F_c) se calculó de la siguiente manera:

$$F_c = \frac{24080}{36 - 6} = 802.6 \quad (1)$$

3.2. Validación Funcional

Una vez que se verificó que todos los elementos funcionan correctamente se pudo proceder con la



prueba más compleja que implicaba poner el sistema a funcionar de manera integral. Una vez que todas las partes se unieron para completar el prototipo se obtuvo el resultado mostrado en la figura 6.

Al tener el sistema listo se procedió a realizar pruebas de calibraciones completas, de las cuales ninguna de las pruebas requirió intervención del operario una vez que se ha puesto en marcha el sistema, es decir el sistema trabajó de manera totalmente autónoma.

Se realizaron 3 calibraciones completas del equipo HARS-L-8-0.01-K, en otras palabras, se configuró el sistema para realizar un barrido completo de cada dial y también se recorrieron todos los diales de la DR.

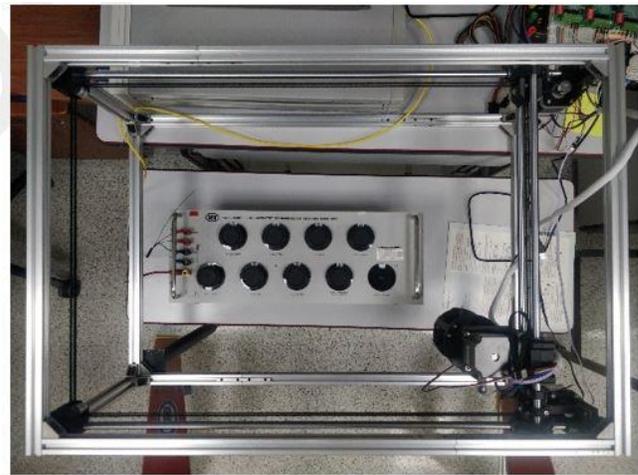


Fig. 6. Resultado Final del prototipo Funcional.

La primera prueba fue efectuada utilizando un ordenador *desktop* de la ULM y un DMM modelo Agilent 3458A. La siguiente semana se realizaron las otras dos calibraciones completas. Una de ellas utilizando nuevamente los mismos equipos y en una tercera ocasión utilizando una computadora portátil, manteniendo el mismo multímetro. Cada una de las 3 pruebas requirió cerca de 20 minutos de *setup*, el modelo del equipo fue seleccionado directamente en el programa multifunción desde una lista y toda la información necesaria se cargó directamente de la base de datos.

Dado que se logró cargar la información necesaria de la base de datos y también tomar la cantidad de datos seleccionada, se pudo contemplar que el

sistema inicia el movimiento solamente cuando el DMM ha terminado con la toma de datos por lo que no interfiere con las mediciones.

Las 3 calibraciones fueron completamente satisfactorias, el sistema fue capaz de realizar el barrido completo de los diales sin ningún problema, cumpliendo con el 100 % de los cambios de posición. El movimiento durante todo el proceso se logró sin colisiones y el posicionamiento sobre cada dial fue impecable.

Se realizó una calibración manual previa para utilizar como punto de referencia, en la cual la duración total del proceso de medición de 81 puntos del equipo fue de ocho horas con 30 minutos, en

comparación las mediciones del sistema automatizado promediaron siete horas con poco menos de 30 minutos, los datos anteriores se muestran en la Tabla 2.

Fecha	Hora Inicio	Hora Final	Duración (horas)	
19/10/2021	7:20	15:51	8:31	MANUAL
21/10/2021	7:19	14:37	7:18	AUTOM. 1
27/10/2021	7:15	14:28	7:13	AUTOM. 2
28/10/2021	8:17	16:05	7:48	AUTOM. 3
			7:26	PROMEDIO AUTOM.
			1:04	DIFERENCIA

Tabla. 2. *Tiempos de Calibración de una DR*

La Tabla 3 sintetiza los resultados de error e incertidumbre de medición en $\mu\Omega/\Omega$, para un extracto de los puntos medidos. Para las tres iteraciones llevadas a cabo mediante el sistema de posicionamiento, se calculó el error normalizado (*En*) [6], tomando como valores de referencia los obtenidos de modo manual. En todos los casos los valores de *En* fueron mucho menores que la unidad, evidenciando que los resultados son concordantes con los obtenidos manualmente.

Escala	Unidades	Valor medido	E_Ref	U_Ref	E_1	En	U_1	E_2	En	U_2	E_3	En	U_3
x 10	Ω	10.01	15	95	25	0.07	95	29	0.10	95	26	0.08	95
x 100	Ω	100.01	1	23	1	0.01	23	4	0.09	23	1	0.01	23
x 1	k Ω	1.000 01	1	23	0	0.02	23	2	0.05	23	1	0.01	23
x 10	k Ω	10.000 01	-1	14	-1	0.03	13	2	0.14	15	0	0.05	14
x 100	k Ω	1 100.000 01	-17	27	-18	0.02	27	-14	0.08	27	-12	0.14	29

Tabla. 3. *Cálculos de Error Normalizado*

4. DISCUSIÓN

Durante las pruebas automatizadas se pudo apreciar que las mediciones en baja resistencia son concordantes con los históricos de calibración manuales de la década de resistencia bajo prueba. Dichas pruebas tienen una duración muy cercana a una hora por cada dial, y se conforman por:

- 10 minutos por estabilización: 1 minuto de estabilización en cada posición, en promedio se miden 10 posiciones por década.
- 40 minutos en toma de datos: el DMM tarda en promedio alrededor de 4 minutos para la toma de datos en cada posición, al realizar mediciones en cuatro hilos con compensación (es decir la medición de resistencia se hace midiendo tensión en los terminales para flujos de corriente en ambos sentidos).
- 6 a 8 minutos en funcionamiento del mecanismo: este es el tiempo acumulado relacionado a sujeción del dial, rotación a la siguiente posición, desacople, regresar dial a la posición inicial y movilizarse hasta el siguiente dial.

La calibración manual se puede realizar en tiempos iguales o incluso menores al mecanismo desarrollado pero es necesario que el operario esté siempre presente en el laboratorio al momento de realizar cada uno de los cambios, por lo tanto, el operario necesitaría reaccionar de manera casi inmediata para cambiar el dial de posición y dar la señal de avance una vez cada 5 minutos, este escenario es poco realista puesto que el metrólogo también se dedica a realizar otras tareas y no podrá estar realizando los cambios en el primer instante posible en todas las ocasiones. Por otra parte, el sistema desarrollado simplemente queda a la espera del momento en que se ha finalizado la toma de datos y reacciona en el primer momento posible, incluso el funcionamiento del prototipo puede ser optimizado para mejorar aún más los tiempos.

5. CONCLUSIONES

La construcción de un prototipo funcional permitió evidenciar que el 100 % de las piezas fueron diseñadas de forma que permiten su fácil y adecuada manufactura y ensamble, además de garantizar el movimiento mecánico deseado. Se diseñó un sistema versátil, capaz de adaptarse a todo tipo de objeto bajo prueba y que permite seleccionar al menos 7 diferentes modelos de décadas, reduciendo el tiempo de *setup* a menos de 30 minutos, cumpliendo a cabalidad la

especificación objetivo. El sistema es capaz de movilizar el 100 % de los diales mecánicos de las décadas de resistencia evaluadas, manteniendo resultados concordantes con los históricos de calibración manual.

AGRADECIMIENTOS

Al Señor Daniel Tristán Masis, sin su apoyo el diseño mecánico no hubiese sido posible.

REFERENCIAS

- [1] D. G. Jarrett, A. M. Muñoz-Mercado, E. Kraft, Automation of 1 T Ω to 100 T Ω Ultra-High Resistance Measurements at NIST, CPEM, 2008.
- [2] K. Ulrich, S. Epingler y R. Madrigal, Diseño y desarrollo de productos, 5th ed., México: McGraw-Hill, 2013.
- [3] D. Tistán, Diseño de sistema automatizado para la calibración de décadas de resistencia de alta exactitud de la Unidad de Laboratorios Metrológicos del ICE, San José, 2021.
- [4] M. Dynamics, «Principle of Operation» Core XY, 2012. [En línea]. Available: <https://corexy.com/theory.html>.
- [5] Actuonix, «PQ12 Series Micro Linear Actuators» s.f.. [En línea]. Available: <https://www.actuonix.com/PQ12-Micro-Linear-Actuators-s/1825.htm>.
- [6] INTECO, INTE ISO/ IEC 17043:2010, Evaluación de la conformidad – Requisitos generales para los ensayos de aptitud, 2010.

DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DE UN BANCO AUTOMATIZADO PARA LA VERIFICACIÓN DE MEDIDORES DE GAS TIPO DIAFRAGMA BAJO LA NORMA METROLÓGICA PERUANA NMP016:2012

Rubén D. Gil, Carlos R. Ochoa
Instituto Nacional de Calidad - INACAL
Calle Las Camelias 815, San Isidro, Lima - Perú
T (511) 640 8820 Anx. 1526, rgil@inacal.gob.pe

Resumen: Este trabajo presenta la implementación de un banco automatizado de pruebas de medidores de gas para la verificación inicial y posterior de medidores de gas de tipo diafragma para los tamaños G1.6 hasta G4, por el método de comparación directa, utilizando como patrones medidores de gas de tipo cámara húmeda. La automatización del banco fue desarrollada por personal del laboratorio de flujo de gases del INACAL que implicó el diseño y fabricación de componentes mecánicos, hardware y software. Finalmente, el banco fue evaluado para determinar su CMC utilizando un procedimiento interno elaborado por el laboratorio.

1. INTRODUCCIÓN

La obligatoriedad de los controles metrológicos establecidos en el Perú por parte de la Dirección de Metrología (DM) del INACAL trajo consigo la necesidad de realizar la verificación inicial y verificación posterior de los medidores de gas tipo diafragma para uso residencial representados por los tamaños G1.6 a G4. Al momento de esta disposición en el país no existían laboratorios privados con bancos de Prueba disponibles para verificar medidores de gas para cumplir con las disposiciones nacionales, es así que la necesidad de verificar los medidores de gas de manera confiable, oportuna y con bajo presupuesto impulsó al Laboratorio de Flujo de gas de la Dirección de Metrología (DM) del Instituto Nacional de Calidad (INACAL) a diseñar y fabricar un banco de Pruebas automatizado de siete posiciones que utiliza medidores de volumen de gas tipo cámara húmeda como patrones de referencia. El desempeño del banco fue evaluado considerando los resultados de la calibración de sus instrumentos individuales, revisión del funcionamiento de todo del sistema de medición y verificación del software. Esta evaluación es realizada bajo un procedimiento elaborado por el laboratorio de flujo de gases de la DM del INACAL. La implementación de este banco permitió atender la demanda generada aprovechando los recursos existentes en la DM del INACAL, aplicando el conocimiento adquirido y experiencia del personal técnico del Laboratorio de flujo de gases.

2. DESARROLLO

2.1. Descripción general

El banco de pruebas opera a succión utilizando un soplador de aire controlado por un variador de velocidad, además se cuenta con un tablero de adquisición de datos para las variables de temperatura y presión, así como una tarjeta electrónica que contabiliza los volúmenes de los patrones de referencia y medidores bajo prueba, toda esta información es adquirida y controlada a través de un computador.

El banco permite la verificación de 7 medidores al mismo tiempo, Ver Fig. 1. Estos medidores se instalan al sistema de medición a través de plataformas controladas por válvulas neumáticas lo que permite asegurar la estanqueidad de este.



Fig. 1. Banco de pruebas para verificación de medidores de diafragma

El método de medición es por comparación directa entre el volumen que registran los patrones y los medidores bajo prueba. Los patrones utilizados son de tipo cámara húmeda con salida de pulsos, mientras que los medidores bajo prueba son de tipo diafragma que presentan una platina en uno de los dígitos del último tambor del indicador; para la lectura del volumen de estos instrumentos se utilizan sensores ópticos. El conteo de los pulsos enviados por el patrón, sensores ópticos y el tiempo es realizado por un contador diseñado y fabricado por el laboratorio de flujo de gases basado en un microcontrolador AVR.

El conteo de pulsos de los 7 medidores bajo prueba y los medidores patrones de referencia se realiza de tal manera que se garantice la sincronización de los mismos, para esto el microcontrolador está programado para que detecte la señal de inicio de cada medidor por interrupción a través de un flanco de subida, una vez llegue esta señal inicia la acumulación de pulsos del medidor de referencia, por cada pulso del medidor bajo prueba el contador envía al software la cantidad de pulsos acumulados y el tiempo transcurrido para que se muestre en la interfaz de usuario. Este proceso se realiza hasta llegar a la cantidad de pulsos configurado en el software (definido por el procedimiento de verificación en base al caudal de ensayo); lo mismo ocurre de manera independiente para el resto de los medidores bajo prueba. Para mayor detalle ver la Fig. 2.

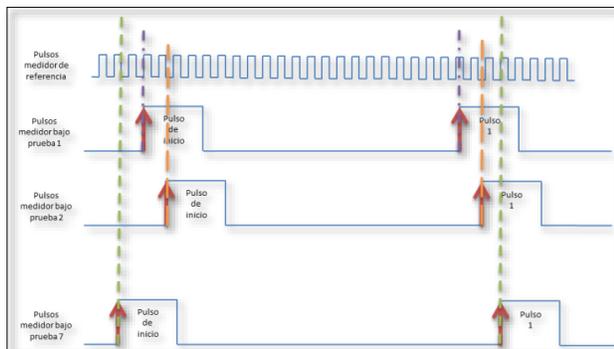


Fig. 2. Esquema general del banco

De acuerdo con la Fig. 2, se puede apreciar que el pulso de inicio y fin de los medidores bajo prueba no se sincroniza con el flanco de subida de los medidores patrones de referencia generando una fuente de incertidumbre por pulsos colectados el cual se describe en la Tabla 2.

La medición de presión y temperatura, para la conversión de volumen, se realiza usando transductores cuya señal (tensión corriente) van a tarjetas de adquisición de datos con interfaz RS485.

El banco cuenta con un software de elaboración propia desarrollado en la plataforma LabVIEW bajo entorno Windows que gestiona todo el proceso de adquisición, control de datos y configuración de los diferentes ensayos. Este software se vincula directamente al sistema informático de gestión de servicios para la generación del certificado de calibración.

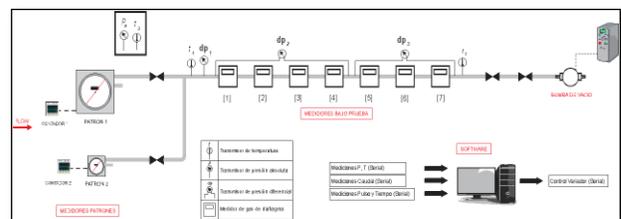


Fig. 3. Esquema general del banco

A continuación, se muestra la ficha técnica del banco de Ensayo:

- Dimensiones (Ancho x profundidad x altura): 208 cm x 55 cm x 265 cm
- Peso: 250 kg
- Neumática: 10 L/min (a 6 bar)
- Eléctrico: 220 V 1 P, 60 Hz
- Intervalo de medición: 0,016 m³/h a 6 m³/h

2.2. Descripción de las partes del banco

2.2.1 Hardware del banco

Estructura y Sistema Neumático: La estructura que aloja a los instrumentos y equipos se fabricó de acero y aluminio. El diseño fue realizado en el Laboratorio de Flujo de Gases.

Las dimensiones del banco permiten instalar hasta 07 medidores de los tamaños G1.6, G2.5 ó G4 de distintas marcas y modelo del mercado local.

El Sistema de sujeción de los medidores es realizado a través de un sistema neumático compuesto de un juego de pistones.

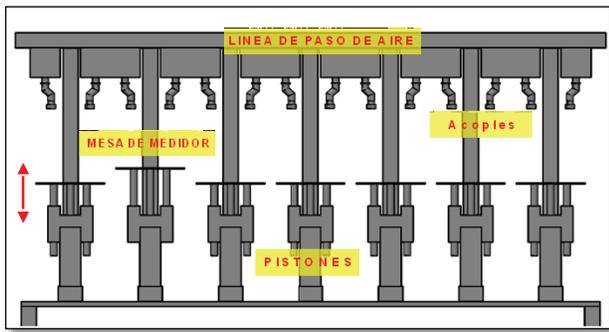


Fig. 4. Estructura del banco.

Sistema de impulsión: Para la verificación se utiliza aire atmosférico bajo succión, este proceso se realiza a través de un soplador controlado por un variador de velocidad que se conecta a la PC a través del protocolo MODBUS RTU, esto permite controlar los caudales de ensayo desde el software.

Debido que los caudales a ensayar varían dependiendo de los medidores instalados es muy complicado elaborar un algoritmo de control por esta razón el control se realiza de forma manual desde el software con ayuda de válvulas de apertura y cierre.

Sistema de Adquisición: Se diseñó un tablero que aloja 1 tarjeta de adquisición con entrada RTD para la adquisición de la señal de temperatura y un Gateway donde ingresan las señales de los transmisores de presión (MODBUS RTU) y la señal del variador de velocidad (MODBUS RTU). La salida de esta tarjeta es MODBUS TCP lo que permite, a través de un cable de red, tener toda la información en el software de adquisición y control.

Para la lectura de pulsos de los patrones y medidores bajo prueba se diseñó y fabricó un dispositivo contador de pulsos y tiempo con interfaz RS232, que es controlada desde el software de adquisición y control. Para la calibración del contador de pulsos y tiempo se utiliza como patrón un contador universal y un generador de funciones.

2.2.2 Software del banco

El software se desarrolló en el entorno de programación LabVIEW versión 2018 bajo plataforma Windows. Este software se comunica con toda la instrumentación del banco, además permite configurar los ensayos a realizar, así como las repeticiones. El software permite enviar toda la información a la plantilla de cálculo Excel generado

por el sistema informático que se encarga de la creación de los documentos de calibración.

El software también cuenta con gráficos que permiten monitorear el estado de las variables durante el ensayo, alarmas que se activan cuando las variables se encuentran fuera de los límites permitidos, indicados en el procedimiento de verificación.

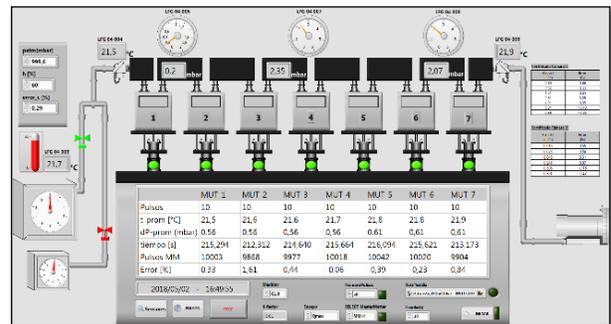


Fig. 5. Interfaz gráfica de usuario

2.2.3 Medidores de referencia (o patrones) e Instrumentos de medición

Los medidores de referencia corresponden a dos medidores de gas de tipo cámara húmeda, el primer medidor con identificación LFG-04-011 con capacidad de 1 L/revolución y un alcance de caudal de 2 L/h a 600 L/h, el segundo medidor con identificación LFG-04-010 con capacidad de 10 L/revolución y un alcance de caudal de 20 L/h a 6000 L/h .

Los patrones o medidores de referencia e instrumentos de medición utilizados están indicados en la tabla 1.

Tabla 1. Instrumentos de medición utilizados en la verificación de medidores de gas

Instrumento	Cantidad (und.)
Medidor de gas patrón tipo cámara húmeda de 10 L	1
Medidor de gas patrón tipo cámara húmeda de 1 L	1
Sensor/transmisor de presión diferencial	3
Sensor/transmisor de temperatura	2
Barotermohigrómetro	1

Los instrumentos de medición son dispuestos en el banco de pruebas de tal manera que permitan conocer las condiciones presión, temperatura y humedad en cada medidor.

2.3 Método y procedimiento de verificación

El método de verificación empleado es el método de comparación directa, la comparación es realizada entre los volúmenes registrados por los patrones de gas tipo cámara húmeda y los medidores de gas tipo diafragma [1].

Las mediciones de temperatura y presión en los medidores de referencia y medidores a verificar son utilizadas para realizar la conversión de volúmenes de las condiciones del patrón a las condiciones del medidor a verificar.

La presión en cada uno de los medidores es estimada a partir de la medición de la caída de presión en cuatro (dp_2) y tres medidores consecutivos (dp_3), ver Fig. 6. Para el cálculo se considera una caída de presión igual en cada uno de los medidores. Esta suposición aporta una incertidumbre en el valor de la presión en cada medidor de 0,2 mbar en Q_{max} , 0,1 mbar en el caudal de 0,2 Q_{max} y 0,1 mbar en Q_{min} .

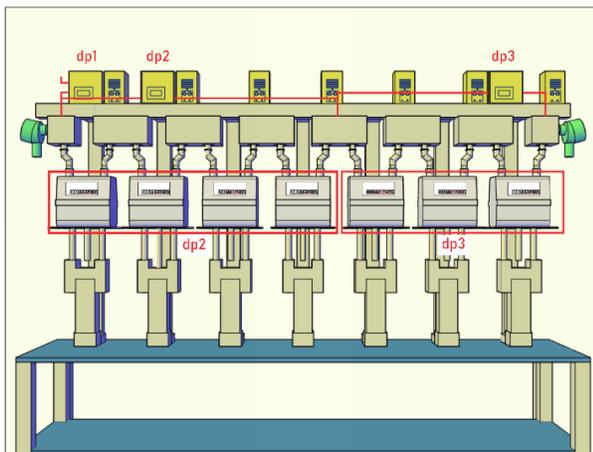


Fig. 6. Medición de la presión en los medidores bajo prueba

Un paso importante previo a iniciar el ensayo de verificación es la prueba de estanqueidad, para ello se genera vacío (30 mbar aproximadamente) dentro de la línea del banco a través de la bomba de vacío, se activa la cuenta de tiempo y se mide la presión en la línea durante 2 minutos; a través de la estimación

del volumen encerrado, la caída de presión y el tiempo de la prueba es posible calcular la fuga en el sistema, el valor encontrado no debería ser significativo para el caudal más bajo a ensayar, por lo general el valor en el banco es menor a 0,1 % del caudal mínimo.

Para la verificación de los medidores de diafragma se utiliza un procedimiento interno elaborado por el laboratorio de flujo de gases del INACAL que contempla los siguientes pasos:

- Iniciar el software del banco de pruebas.
- Realizar la prueba de fugas en el sistema
- Dejar fluir aire por todo el sistema para equilibrar la temperatura.
- Seleccionar patrón.
- Seleccionar caudal de ensayo y número de pulsos a coleccionar.
- Iniciar el ensayo y verificar que los datos se registren en la hoja de cálculo.
- Una vez finalizado el primer ensayo seleccionar el siguiente caudal hasta culminar con todos los caudales de verificación (Q_{max} , 0,2 Q_{max} y Q_{min}).
- Procesar la información registrada en la hoja de cálculo y emitir el certificado de verificación de cada medidor de gas.

2.3.1 Medición de volumen

La medición de volumen en los patrones de cámara húmeda se realiza a través de la colección de los pulsos que se generan al desplazarse el volumen atrapado en el tambor-líquido (cámara rotatoria), la relación de pulsos y volumen se define mediante un factor de calibración K_{factor} ; el patrón LFG-04-011 tiene un K_{factor} de 10 mL/pulso, mientras que el patrón LFG-04-010 tiene un K_{factor} de 1 mL/pulso. El caudal volumétrico de ensayo se determina a través de la medición de volumen y el tiempo de duración del ensayo para cada medidor.

2.3.2 Modelo matemático de cálculo del error del medidor

El modelo matemático para determinar el error de los medidores de gas se obtiene de la aplicación del método de comparación, donde, la masa de aire que pasa por el medidor debe ser igual a la masa de aire colectada considerando un sistema cerrado

(hermético), con la aplicación de la ecuación de la conservación de la masa y de continuidad. La masa de aire es calculada a partir del volumen registrado del medidor tipo diafragma y los patrones de cámara húmeda y la densidad del aire a las condiciones de operación en cada medidor, aplicando la siguiente ecuación [2].

$$e_i = \frac{m_{pi}}{m_{ni}} - 1 \quad (1)$$

Dónde:

e_i : Error del medidor de gas colocado en la posición i (kg/kg).

m_{pi} : Masa de gas medido por el medidor de gas colocado en la posición i (kg).

m_{ni} : Masa de gas real que pasa por el medidor de gas colocado en la posición i (kg).

La determinación de la densidad es realizada a partir de la medición de la presión, temperatura y humedad y utilizando la ecuación de la densidad del aire del CIPM 2007 [3].

3. RESULTADOS

3.1. Resultados respecto a la funcionalidad del banco

El banco de pruebas permite realizar el servicio de verificación de medidores de gas de uso residencial acorde a la norma metroológica peruana NMP016:2012.

El banco tiene una capacidad de verificación de 210 medidores por semana, esto gracias a su proceso automático.

La evaluación del banco de pruebas fue realizada bajo el procedimiento PV-013, Procedimiento para la verificación de bancos de prueba de medidores de gas de tipo diafragma (G1.6 a G4), lo cual consistió en lo siguiente:

- Revisión documentaria de trazabilidad del banco de pruebas.
- Validación de software.
- Ensayo de repetibilidad.
- Ensayo de reproducibilidad.
- Ensayo de consistencia.
- Determinación de la CMC.

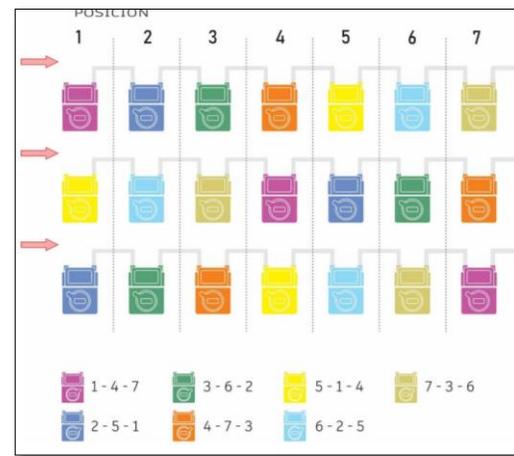


Fig. 7. Desplazamiento de medidores para ensayo de consistencia

3.2. Resultados respecto al método y procedimiento de medición

La calibración del banco de pruebas da como resultado el establecimiento de las CMCs del banco en el alcance de medición utilizado para la verificación de los medidores de diafragma. En la tabla 2 se muestra el presupuesto de incertidumbre del banco de pruebas para el caudal de 2,5 m³/h .

Para el aseguramiento de los resultados periódicamente se instala un medidor de gas con valores de errores conocidos, este medidor testigo asegura que los resultados obtenidos en el banco son confiables o detecta alguna desviación que requiera ser corregida antes de continuar con las verificaciones a los medidores de gas.

Tabla 2. Presupuesto de incertidumbre del banco para el caudal de 2,5 m³/h .

Presupuesto de Incertidumbre Q_{max}

Magnitud de entrada	Unidad	Símbolo	Estimado	Incertidumbre	Distribución Probabilidades	Divisor	Incertidumbre Estándar $u_i(k)$	Coefficiente Sensibilidad c_i	Contribución a la U $u_i(y)$
Densidad de masa de agua	kg/m³	ρ_w	1.1690	0.0018	Normal	2	0.0009	0.9	0.0008
Densidad de masa de aire	kg/m³	ρ_a	1.1738	0.0019	Normal	2	0.0009	-0.9	-0.0008
Error de medidor Patrón	%	f_0	0.29	0.30	Normal	2	0.15	0.01	0.0015
Flujo de flujo	pulsos	Z_0	10	0.02	Uniforme	$\sqrt{12}$	0.004	0.10	0.0004
Pulsos de Patrón	pulsos	Z_0	10076	2	Uniforme	$\sqrt{12}$	0.58	-1.0E-04	-0.00006
Repetibilidad	-	Crepr	0	0.002	Normal	2	0.00075	1	0.0008
Reproducibilidad	-	Crep	0	0.002	Normal	2	0.00075	1	0.0008
Consistencia	-	Cons	0	0.002	Normal	2	0.00085	1	0.0009
$u = \sqrt{\sum u_i^2(y)}$									0.0023
k									2
U									0.0047
U (%)									0.47

Tabla 3. CMC del banco de pruebas evaluado

Q (m ³ /h)	U (%)
0,016 - 0,040	0,60
0,5 - 1,2	0,47
2,5 - 6,0	0,47

El requisito de incertidumbre especificado en la OIML R 137 para la verificación de medidores de gas de Clase 1,5 indica que la incertidumbre de la medición debe ser menor a 1/3 E.M.P. aplicable, por tanto, la incertidumbre del banco es adecuada para la verificación de medidores de esta clase de exactitud [4][5].

4. DISCUSIÓN

Entre las ventajas que se tienen al construir un banco de pruebas fueron:

- Ahorro de costos, ya que este fue construido con un número de puestos suficientes para atender la demanda y los materiales fueron conseguidos localmente.
- Actualización y/o modificación del banco de pruebas a la mano.

Entre las desventajas de construir el banco tenemos:

- Demanda de tiempo de personal dedicada al proyecto de construcción.
- Demanda de personal especialista en automatización.
- Tiempo de fabricación podría ser mayor que el de compra.

Debido al grado de automatización del banco, este podría adaptarse de forma sencilla para realizar un servicio de forma remota, de tal manera que el metrólogo desde su casa pueda conectarse a través de una VPN al computador del Laboratorio y realizar las mediciones de forma remota, solo necesitaría el apoyo de un colega que realice la instalación y desinstalación de los medidores.

El software al vincularse directamente a la plantilla de cálculo y al software de generación de documentos de calibración, permitirá en un futuro poder agregar librerías que permitan generar un archivo .XML para migrar a los Certificados de Calibración Digital.

5. CONCLUSIONES

El banco de pruebas elaborado por la DM del INACAL cumple con los requisitos de exactitud

necesarios para ser utilizado como patrón de verificación de medidores de gas de uso residencial. La automatización del banco de pruebas contribuyó significativamente a alcanzar la exactitud requerida y a realizar la verificación de los medidores de manera eficiente y segura.

La fabricación del banco de pruebas contribuyó al cumplimiento de la verificación de los medidores de gas natural de uso residencial, según lo dispuesto por las disposiciones nacionales.

El conocimiento, habilidad y experiencia del personal del laboratorio de flujo de gas de la DM del INACAL contribuyó en la fabricación de un banco de pruebas que fue utilizado para resolver una necesidad.

La fabricación del banco de pruebas contempló en el diseño aspectos que permiten su evaluación y confirmación de su idoneidad para el uso previsto. Gracias al grado de digitalización y automatización del banco, este podrá acondicionarse de forma sencilla para realizar calibraciones remotas, además de generar un .XML para el Certificado de Calibración Digital que se implementará en el mediano plazo en el INACAL.

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos a la Dirección de Metrología del INACAL por confiar en la capacidad de diseño y desarrollo del Laboratorio de Flujo de gases y poner a disposición los fondos económicos y tiempo para hacer posible este proyecto.

REFERENCIAS

- [1] PTB testing instructions, volumen 29, "Measuring instruments for gas meters Testing of Gas Volume Meters with Air at Atmospheric Pressure, Edición 2003".
- [2] PV-013 Procedimiento para la verificación de Bancos de prueba de medidores de gas tipo diafragma (G1.6 a G4) Banco de Toberas de Flujo Crítico y Banco de Cámaras Húmedas.
- [3] Picard, A.; Davis, R. S.; Gläser, M.; Fujii, K.: Revised formula for the density of moist air (CIPM-2007), Metrología 45, pag. 149–155, 2008.
- [4] OIML R 137:2012-1, "Gas meters". Part 1: Metrological and technical requirements.
- [5] OIML R 137:2012-2, "Gas meters". Part 2: Metrological controls and performance tests.

DESARROLLO Y VALIDACIÓN DE MÉTODO SEMIAUTOMÁTICO DE ANÁLISIS DE IMÁGENES PARA CALIBRACION DE LA BARRA DE ESCALA DE MICROSCOPIOS ELECTRONICOS

José Luis Cabrera Torres, Eduardo Francisco Herrera Martínez, y Hugo Gasca Aragón
Centro Nacional de Metrología (CENAM)
Carretera a los Cués km 4.5, El Marqués, Querétaro, Qro. C.P. 76246
442 2110500, ext. 3229; jcabrera@cenam.mx

Resumen: El presente artículo presenta la evaluación y validación del método semiautomático, para calibración de longitud de la barra de escala (*Scale Marker*), en imágenes (micrográficas) obtenidas del microscopio electrónico de barrido (SEM, por sus siglas en inglés) a partir de materiales de referencia certificados, independientemente del lenguaje de programación (Matlab/ Octave) y/o las diferentes condiciones de operación del SEM (voltaje, distancia de trabajo, ampliaciones).

1. INTRODUCCIÓN

El uso de software para la calibración de la *Scale marker* en micrográficas obtenidas de un SEM, evita la subjetividad del análisis visual, ya que el criterio aplicado es siempre el mismo y también se evita el error introducido por la fatiga visual. El análisis automático de imágenes es más rápido que cualquier método de análisis manual [1]. Sin embargo, la automatización en el análisis de imágenes de microscopía no es absoluta, ya que depende primeramente de la calidad de los ajustes de forma manual para obtener buenas imágenes, lo que representa una fuerte variabilidad inherente. Una vez obtenidas las mejores imágenes posibles, entonces se procede a utilizar el método automático.

Sin embargo, para garantizar que el método de calibración propuesto es confiable, debe evaluarse y validarse primeramente con una referencia o resultado conocido esperado. En microscopía, así como en otras técnicas de imagen, estos objetos conocidos (patrones o materiales de referencia certificados) suelen conseguirse con diferentes formas, materiales y tamaños, en las cuales sus imágenes resultantes pudieran incluso distorsionarse durante la adquisición real, dependiendo los parámetros de operación del SEM.

Por otro lado, durante las etapas de procesamiento automático de imágenes pudieran generar variabilidad en los resultados durante la captura, procesamiento y análisis de la imagen, la cual aunque su incertidumbre asociada se pudiera evaluar, es importante la aplicación de pruebas en

valores extremos (controlados) de sus parámetros revelan las limitaciones del método de procesamiento y análisis de imágenes. La validación del método es la comprobación más general de la adecuación del modelo elegido. Estas pruebas suelen obtenerse cuando se valida el procedimiento de medición, o al realizar mediciones en apoyo del control y aseguramiento de la calidad [2]. Todo el software y los sistemas que afecten a los resultados de medición, a las correcciones o a las incertidumbres deben ser evaluados. El proceso de verificación y validación debe producirse en todas las fases del ciclo de vida del software (Figura 1). Además de validar y verificar el software, es importante evaluar los conocimientos, las habilidades y la actitud del metrólogo y del personal para garantizar el uso y la aplicación adecuados del software, con el fin de asegurar que no se introduzcan errores de medición involuntarios debido a un mal almacenamiento de datos, a modificaciones del software incorrectamente validadas o al uso general en el laboratorio [3].

2. DESARROLLO

Se describe el procedimiento del laboratorio de metrología para validar el programa y sistema informático en dos partes:

2.1 Validación del método

Las actividades o criterios generales de validación del método estandarizado modificado más allá de su alcance previsto en [4] y [5] fueron llevadas a cabo por:

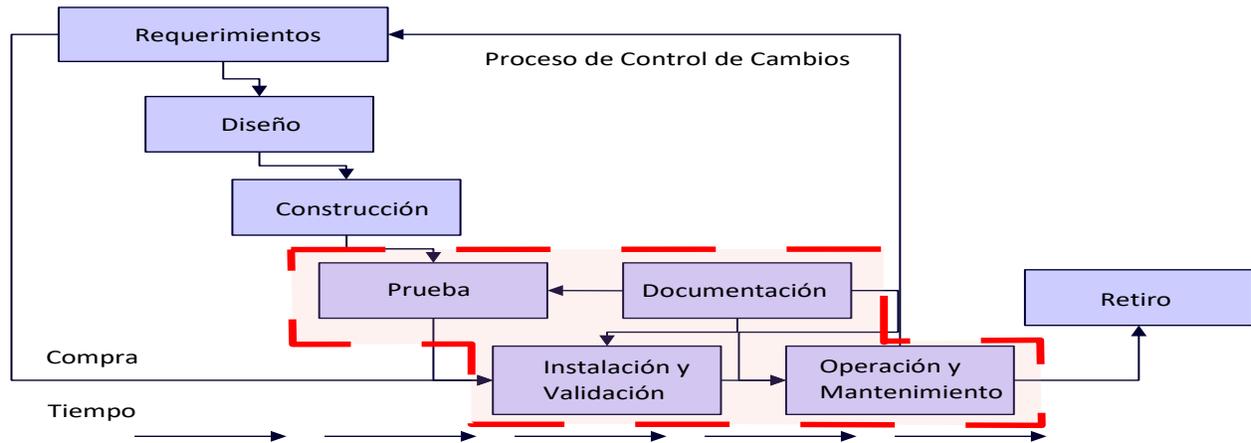


Fig. 1. Fases del ciclo de vida del software

2.1.1) Definición de requisitos:

- Determinar si cumplen o no los criterios de aceptación de cada uno de los diferentes parámetros de validación del método, al aplicarles un estadístico de prueba.

2.1.2) Definición del método:

- Calculo y calibración de longitud de retículas (como la "sacale marker") por medio del analizador de imágenes (obtenidas bajo diferentes configuraciones del SEM deseadas), a través de la relación de pixeles con valores de longitud a microescala de materiales de referencia certificados y trazables a Institutos Nacionales de metrología [6, 7].

2.1.3) Determinación de los parámetros de validación del método sobre las imágenes de los Materiales de Referencia Certificados (MRC), en las condiciones deseadas del SEM:

- **MRC_{NIST} vs. MRC_{BAM}** a diferentes voltajes de aceleración (10, 15, 20 kV). Ver fig. 2 y 3.
- **Octave vs. Matlab** con diferentes modelos de instrumentos: JEOL-IT100, JEOL-JSM6510, JEOL-JSM6060LV, HITACHI FESEM- SU8230.
- **Magnificación_{X5,000} vs. Magnificación_{X10,000}** a 15 y 20 kV.

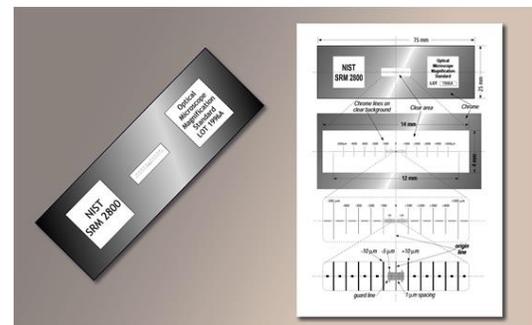


Fig. 2. MRC_{NIST} [6]: El SRM-2800 consiste en un patrón de líneas paralelas cuyas distancias nominales desde la línea central van desde $\pm 1 \mu\text{m}$ hasta $\pm 5 \text{ mm}$

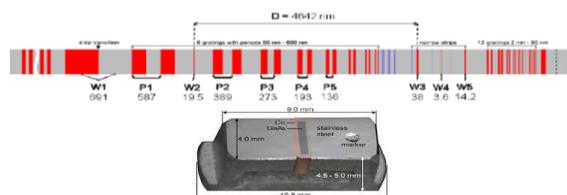


Fig. 3. MRC_{BAM} [7]: El BAM-L200 para la calibración de escala de longitud, consiste en un complejo patrón de franjas depositadas epitaxialmente de AlGaAs - InGaAs - GaAs.



Fig. 4 Fases del proceso de validación.

2.1.4) Obtención de valores de los parámetros:

Valores L_{cal} y su incertidumbre $U_{(k=2)}$

Para determinar los resultados de calibración de la longitud calibrada L_{cal} de la “Scale Marker” (ver referencia [1], sección 3):

- a) Se captura una imagen del MRC utilizando un SEM, a ciertas condiciones de observación (amplificaciones, distancias de trabajo, voltaje de aceleración) sin que los MRC tenga inclinación durante su observación.
- b) Se mide la longitud calibrada del MRC por medio del algoritmo “SCENTERS” con alguna de las dos diferentes plataformas de programación, (Matlab y Octave).
- c) Se mide de longitud nominal de la línea de escala (“scale marker”, L_{nom}) en pixeles y se asigna un valor calibrado (L_{cal}) en micrómetros, en base al siguiente modelo matemático:

$$\delta l = L_{nom} - L_{cal} - \delta_{env} - \delta_{res} + \delta_m \dots(1)$$

donde:

δl : Error (desviación)

L_{nom} : Longitud nominal indicada en la imagen

L_{cal} : Longitud real de la escala medida

$$L_{cal} = f(d_{SRM,nom} - desviación_{SRM}) \dots(2)$$

$$f = \frac{L_{pixeles}}{d_{pixeles}} \dots(3)$$

δ_{env} : Factor de influencia debido a las condiciones ambientales

$$\delta_{env} = d_{SRM,nom} (\alpha \Delta T) \dots(4)$$

δ_{res} : Factor de influencia debido a la resolución (pixeles) del algoritmo

δ_m : Factor de influencia debido al paralelismo (error de coseno) entre bordes

$$\delta_m = d_{SRM,nom} (1 - \cos \beta) \dots(5)$$

d_{SRM} : Valor nominal de la distancia de marcas del patrón.

α : Coeficiente de expansión térmica del patrón $\cong 8.5 \times 10^{-6} [1/^\circ C]$.

ΔT : Variación de la temperatura con respecto a $20^\circ C \cong \pm 5^\circ C$, considerando caso extremo.

β : Ángulo formado por el error de alineamiento de bordes $\cong 0.1^\circ$, considerando caso extremo.

El modelo de incertidumbre queda expresado como:

$$u(\delta l) = \sqrt{u^2(L) + u^2(\delta_{env}) + u^2(\delta_{res}) + u^2(\delta_m)} \dots(6)$$

Donde:

$$u^2(L) = u^2(f) + u^2(d_{SRM}) \dots(7);$$

$$u^2(\delta_{env}) = (d_{SRM,nom} (\alpha))^2 * u^2(\Delta T) \dots(8);$$

$$u^2(\delta_{res}) = \left(\frac{s}{2\sqrt{3}} \right)^2 \dots(9);$$

$$u^2(\delta_m) = \left[\frac{d_{SRM,nom} (1 - \cos \beta)}{\sqrt{3}} \right]^2 \dots(10)$$

- d) Se repiten estos pasos para todas las diferentes condiciones y se registran los resultados para cada L_{cal} .

- Los parámetros A y B a evaluar (valor de L_{cal} en μm , obtenido en base al primer y segundo parámetro a evaluar y su respectiva incertidumbre U_A y U_B ($k=2$):

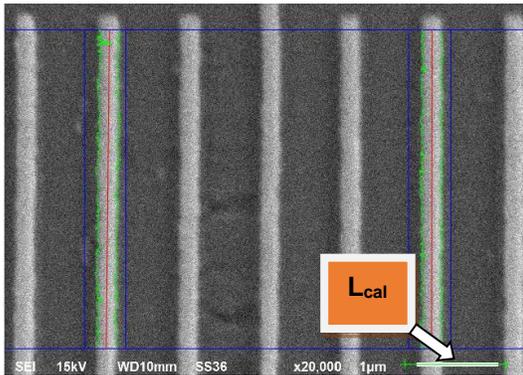


Fig. 5. Trazos de línea generados por el algoritmo (en color rojo), permitiendo más de 500 puntos de medición en el eje horizontal. Los pixeles entre las líneas rojas corresponden a una distancia certificada del MRC_{NIST}. De esta forma, se relacionan el número de pixeles/µm a la “scale marker”, asignando el valor L_{cal}.

Condiciones variables:	Parámetro A L _{cal} [µm]	Parámetro B L _{cal} [µm]
Diferente magnificación y voltaje de aceleración	MRC _{BAM}	MRC _{NIST}
Diferentes tipos, modelos y marcas de microscopios	Matlab	Octave
Diferentes distancias de trabajo y magnificaciones	Matlab	Octave
Diferentes tipos, modelos y marcas de microscopios	Magnificación x5,000	Magnificación x10,000

Tabla 1. Designación de los parámetros A y B a evaluar, por medio de la prueba estadística de diferencia pareada.

2.1.5) Comprobación del cumplimiento de requisitos y declaración de validez del método.

La prueba de diferencia pareada o diseño de pares acoplados empleados en la validación es llevada a cabo a través de siguiente hipótesis para muestras dependientes [8].

$$(\mu_1 - \mu_2) = \mu_d \dots\dots\dots(11)$$

- a) Hipótesis nula: **H₀**: $\mu_d = 0$ (ausencia de diferencia).

- b) Hipótesis alternativa: **H_a** (existe una diferencia en la media de dos muestras):
 - ✓ **H_a**: $\mu_d \neq 0$ prueba de dos colas
 - ✓ **H_a**: $\mu_d > 0$ ó $\mu_d < 0$ prueba de una cola

- c) Estadístico de prueba:
 - $d = A - B$; diferencia pareada(12)
 - $\bar{d} = \frac{\sum d_i}{n}$; media muestral de las diferencias ... (13)

$$t = \frac{\bar{d} - 0}{s_d \sqrt{n}} = \frac{\bar{d}}{s_d \sqrt{n}} \dots\dots\dots(14)$$

donde
 n = Número de diferencias pareadas
 \bar{d} = Media de las diferencias muestrales
 s_d = Desviación estándar de las diferencias muestrales

- d) Región de rechazo: Si el valor absoluto del estadístico de la prueba t es mayor que el valor crítico t_α, entonces podemos rechazar la hipótesis nula de la prueba:

Rechazar cuando:
 ➤ t > t_α; Prueba de una cola
 ➤ t > t_{α/2} o t < - t_{α/2} ; Prueba de dos colas

De lo contrario, si el valor absoluto del estadístico de la prueba t es menor que el valor crítico t_α, no rechazamos la hipótesis nula. Los valores críticos de t_α y t_{α/2} pueden hallar usando tablas o el mismo programa de Excel y están basados en α=0.05 y n-1 grados de libertad, donde n es el número de diferencias pareadas.

Suposiciones: El experimento está diseñado como una prueba de diferencia pareada de modo que las n diferencias representan una muestra aleatoria tomada de una población normal.

2.2 Equipos, software, materiales de referencia, condiciones, considerados en los requisitos técnicos de validación:

- Instrumentos:

Tipo / Marca	Modelo
SEM / JEOL	IT 100
SEM / JEOL	JSM 6510
SEM / JEOL	JSM 6060LV
FESEM / HITACHI	SU8230

Tabla 2. Diferentes tipos, marcas y modelos de Microscopios Electrónicos de Barrido utilizados en el desarrollo y validación.

- El algoritmo “SCENTERS”.
- Plataformas de programación/cálculo numérico de *MATLAB* y *GNU Octave*.
- Condiciones:
 - Ambientales: Temperatura de 20 °C con variaciones que no excedieron de ± 5 °C.
 - Período de estabilización: 30 minutos, (tiempo en el cual se alcanza el vacío necesario para la obtención de imágenes).
 - Voltajes de aceleración (para generar un haz de electrones que incide sobre la muestra): 10 kV, 15 kV, 20 kV.
 - Magnificaciones (aumentos): desde X2,500 hasta X50,000.
 - Distancia de trabajo (WD, entre la lente objetiva y el objeto que se esta viendo): 6, 9 y 12 mm.

2.3 Descripción del procedimiento:

Para comparar las cualidades del método, se lleva a cabo una prueba intuitiva “pareando” los resultados de L_{cal} (el valor de la longitud de la “scale marker”) obtenida en cada una de las diferentes condiciones seleccionadas al azar: magnificación, WD, voltaje de aceleración, los diferentes equipos SEMs y los diferentes MRCs. Los resultados del análisis estadístico arriba mencionado, se presentan en las siguientes tablas de resultados.

3. RESULTADOS

3.1 Tablas de resultados de los parámetros de validación/verificación del método:

Intervalo confianza de muestra pequeña (1-alfa)100% para $(\mu_1 - \mu_2) = \mu_d$, con base en un experimento de diferencia pareada: Diferentes Materiales de Referencia Certificados					
Condiciones: SEM IT 100 WD 10 mm, eje X					
L_{cal} [μm]					
Mag. / V. de aceleración	A= MRC Bam	U_A	B=MRC NIST	U_B	d= A-B
X2,500; 10 kV	10.59	0.36	10.14	0.03	0.45
	10.48	0.04	9.93	0.03	0.55
	10.42	0.04	9.86	0.05	0.56
X5,000; 10 kV	4.98	0.17	5.07	0.02	0.09
	4.97	0.04	4.96	0.02	0.01
	4.93	0.04	4.93	0.03	0.00
X10,000; 10 kV	1.01	0.05	1.01	0.01	0.00
	1.00	0.04	0.99	0.01	0.01
	0.99	0.04	0.99	0.01	0.00
X15,000; 10 kV	1.02	0.05	1.03	0.01	0.01
	1.00	0.04	1.00	0.01	0.00
	0.99	0.04	0.99	0.01	0.00
Intervalo confianza = .95 Grados de libertad df = 11 Valor crítico t_{α} = 2.201					Promedio: 0.14 Desvest: 0.232 Estadístico prueba t: 2.091
¿Es $t > t_{\alpha}$? NO El valor observado del estadístico de prueba NO es significativo. En consecuencia, se puede concluir que NO hay una diferencia entre los resultados obtenidos con diferentes MRC .					

Tabla 3. Diferentes Materiales de Referencia Certificados (MRC_{BAM} vs. MRC_{NIST})

Intervalo confianza de muestra pequeña (1-alfa)100% para $(\mu_1 - \mu_2) = \mu_d$, con base en un experimento de diferencia pareada: Diferentes Plataformas (MathLab / Octave) .					
Condiciones: MRC _{NIST} , 20kV x10000, WD 10 mm, eje X					
L_{cal} [μm]					
SEM	A=MathLab	U_A	B=Octave	U_B	d= A-B
IT 100	0.98	0.01	0.99	0.01	0.01
JSM 6510	0.97	0.03	0.98	0.03	0.01
JSM 6060LV	0.96	0.01	0.96	0.03	0.00
FE-SEM; 10 kV; WD12 mm	4.99	0.13	4.96	0.12	0.03
Intervalo confianza = .95 Grados de libertad df = 3 Valor crítico t_{α} = 3.182					Promedio: 0.0140 Desvest: 0.014 Estadístico prueba t: 2.021
¿Es $t > t_{\alpha}$? NO El valor observado del estadístico de prueba NO es significativo. En consecuencia, se puede concluir que NO hay una diferencia entre los resultados obtenidos con diferentes Microscopios .					

Tabla 4. Diferente plataforma (Matlab vs. Octave), con diferentes tipos, marcas y modelos de microscopios electrónicos

Intervalo confianza de muestra pequeña (1-alfa)100% para $(\mu_1 - \mu_2) = \mu_d$, con base en un experimento de diferencia pareada: Diferentes Plataformas (MathLab / Octave) .					
Condiciones: FE-SEM Hitachi MRC _{NIST} , 5 kV; eje X					
L_{cal} [μm]					
	A=MathLab	U_A	B=Octave	U_B	d= A-B
x5,000; WD 6 mm;	9.93	0.03	9.99	0.03	0.06
x20,000; WD 9 mm;	2.01	0.01	2.06	0.01	0.05
x50,000; WD 12 mm;	1.05	0.01	1.04	0.01	0.01
Intervalo confianza = .95 Grados de libertad df = 2 Valor crítico t_{α} = 4.303					Promedio: 0.0403 Desvest: 0.027 Estadístico prueba t: 2.152
¿Es $t > t_{\alpha}$? NO El valor observado del estadístico de prueba NO es significativo. En consecuencia, se puede concluir que NO hay una diferencia entre los resultados obtenidos con diferentes MRC .					

Tabla 5. Diferente plataforma (Matlab vs. Octave), a diferentes magnificaciones y distancias de trabajo

Intervalo confianza de muestra pequeña (1-alfa)100% para $(\mu_1 - \mu_2) = \mu_d$, con base en un experimento de diferencia pareada: Diferentes Magnificaciones .					
Condiciones: 15 kV MRC _{NIST} , WD 10 mm; eje Y					
L_{cal} [μm]					
SEM	X5,000	U_A	X10,000	U_B	d= A-B
IT 100	9.93	0.03	9.99	0.03	0.06
JSM 6510	10.04	0.03	10.04	0.04	0.00
JSM 6519	1.01	0.01	1.03	0.01	0.02
Intervalo confianza = .95 Grados de libertad df = 2 Valor crítico t_{α} = 4.303					Promedio: 0.0280 Desvest: 0.029 Estadístico prueba t: 1.682
¿Es $t > t_{\alpha}$? NO El valor observado del estadístico de prueba NO es significativo. En consecuencia, se puede concluir que NO hay una diferencia entre los resultados obtenidos con diferentes Magnificaciones .					

Tabla 6. Diferentes magnificaciones del microscopio, utilizando diferentes tipos, marcas y modelos de microscopios electrónicos

3.2 Resumen de Resultados.

En la tabla 7 se presentan los resultados derivados del desarrollo de la sección 3.1.

Tabla	Experimento Observado de Diferencia Pareada			Estadístico t_{cal} [μm]	Grados Libertad n	Valor crítico t_{α}	$t > t_{\alpha}$	Conclusiones
	Muestras aleatorias independientes (A, B)	Condiciones base fijas:	Condiciones diferentes:					
3	Diferentes Materiales de Referencia Certificados (BAM/NIST)	SEMIT 100 WD 10 mm, eje X	Magnificación x2,500; x5,000; x10,000; x15,000	2.091	11	2.201	NO	no indica una diferencia significativa en las medias poblacionales
4	Diferentes Plataformas (MathLab / Octave)	MRC(NIST), 20kV x10000, WD 10 mm, eje X	SEM IT 100; JSM 6510; JSM 6060LV; FESEM	2.021	3	3.182	NO	no indica una diferencia significativa en las medias poblacionales
5	Diferentes Plataformas (MathLab / Octave)	FE-SEM Hitachi MRC(NIST), 15 kV; eje X	Magnificación/WD x5000; x20000; x50000 WD: 6, 9, 12 mm	2.152	2	4.303	NO	no indica una diferencia significativa en las medias poblacionales
6	Diferentes Magnificaciones	15 kV, MRC(NIST) WD 10 mm; eje Y	SEM IT 100; JSM 6510; JSM 6060LV	1.682	2	4.303	NO	no indica una diferencia significativa en las medias poblacionales

Tabla 7. Se resumen los resultados de la prueba t de dos muestras aleatorias agrupadas independientes, en relación con ciertas condiciones base y variables.

4. DISCUSIÓN

Al comparar las cualidades del método semiautomático de análisis de imágenes, por medio de la prueba t agrupada de muestras aleatorias e independientes, dado la forma y condiciones en que se realizó el experimento:

- Diferentes tipos-marcas-modelos-de microscopios electrónicos de barrido;
- Diferentes plataformas de programación y cálculo numérico (Matlab / Octave);
- Diferentes condiciones de resolución de las imágenes, por medio de la variación de la WD, el voltaje de aceleración y la magnificación;
- Diferentes MRCs utilizados (BAM / NIST);

permitió eliminar la posible variabilidad entre un microscopio a otro, entre un material de referencia a otro y sobre todo, la posible variabilidad entre una plataforma de programación a otra. Las diferencias (que representan una muestra aleatoria tomada de una población normal) obtenidas y mostradas en los resultados de la tabla 7, aportan suficiente evidencia para indicar que no hay una diferencia significativa, dado que el valor observado de t no es mayor a la t_{α} para todas las A y B seleccionados en el presente estudio.

5. CONCLUSIONES

Obtuvimos valiosa información con el uso del diseño de diferencia pareada, con lo cual se puede concluir que no hay una diferencia en los resultados obtenidos de la L_{cal} por medio del método

semiautomático de análisis de imágenes, para la calibración de la escala de referencia, al variar las diferentes condiciones arriba descritas.

El nivel de confianza y por lo tanto, el nivel de esfuerzo necesario de validación, verificación y prueba del método (software/algoritmo, condiciones de operación del SEM, etc.) se considera aceptable, sobre todo al haber tenido la posibilidad de poder disponer y operar diferentes tipos, marcas, modelos de instrumentos de alto valor y difícil acceso (SEMs); al disponer también de varios MRCs de alto valor metrológico; pero fundamentalmente el emplear adecuadamente ambos.

Esta publicación fue presentada como parte de la validación del procedimiento de calibración realizado en el servicio de Prueba de desempeño del microscopio electrónico de barrido con electrones (MEB) IN SITU [9], como parte del cumplimiento de la norma ISO/IEC 17025 [10].

6. REFERENCIAS

- [1] Eduardo F. Herrera, J. Luis Cabrera, Calibración de la escala de referencia de las micro y nanografías, por medio del algoritmo de procesamiento de imágenes "SCENTERS", Memorias Simposio de Metrología 2018 – CENAM, <https://www.cenam.mx/Memorias/doctos/sm2018/pdf/1955.pdf>
- [2] Guide to the expression of uncertainty in measurement — Part 6: Developing and using measurement models. JCGM GUM-6:2020.

- [3] Georgia L. Harris, Calibration Procedures for Weights and Measures Laboratories, <https://doi.org/10.6028/NIST.IR.8250> , mayo 2019.
- [4] ASTM E766-14(2019): Standard Practice for Calibrating the Magnification of a Scanning Electron Microscope.
- [5] ISO 16700(2016): Microbeam analysis — Scanning electron microscopy — Guidelines for calibrating image magnification.
- [6] Certificate of Analysis Standard Reference Material, SRM 2800 Microscope Magnification Standard, National Institute of Standards and Technology (NIST).
- [7] Certified reference material for surface analysis BAM-L200: Nanoscale stripe pattern for testing of lateral resolution and calibration of length scale. Bundesanstalt für Materialforschung und —prüfung (BAM) Berlin, Germany.
- [8] Introducción a la probabilidad y estadística; Décima tercera edición, William Mendenhall, Robert J. Beaver y Barbara M. Beaver. Cengage Learning © 2006
- [9] Catálogo de servicios CENAM; Clave 610-C003-010-CC; <https://www.cenam.mx/servicios/>
- [10] ISO IEC 17025 Evaluación de la conformidad. Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración

INVESTIGATION INTO LOW-COST THERMISTORS

Frank Liebmann
Fluke
799 E Utah Valley Dr.
American Fork, Utah, USA 84003
+1 801-847-1154, frank.liebmann@fluke.com

Abstract: The COVID-19 Pandemic has shown the need for technologies that did not exist before or were not as developed as they could be. One of the early concerns during the pandemic was the detection of temperature measurement for fever screening. This was seen as a proactive method to detect possible infected individuals. The temperatures of interest for this type of detection are in the range between 30 and 40 °C. There are a number of different ways to measure temperature in this region, by both contact and non-contact means. The contact means include thermocouples, platinum resistance thermometers, and thermistors. The question is which one of these methods is the best.

This paper discusses a study of low-cost thermistors in the temperature range around both human body temperature and typical ambient temperature, plus temperatures beyond that range. It presents data collected over time for several different thermistor types. It presents the results of studying thermistors over a long period of time including both repeatability and drift and compares these factors to those of other types of thermistors used for standards type work. These data were collected using a comparison calibration. These data show while the low-cost thermistors do not perform as well as the laboratory thermistors, they still do well with regards to both repeatability and drift.

1. INTRODUCTION

The information presented in this paper comes from research done to design a fever detection system, otherwise known as an Elevated Skin Temperature (EST) system [1]. The main concern was to monitor temperature and provide traceability for the External Temperature Reference Source (ETRS) of the system. It was found that even low-cost thermistors performed well, albeit with a degree less of repeatability and therefore less accuracy. The temperature range for this type of application is rather narrow. However, the thermistors under test were studied at a wider range of temperatures from 0 °C to 60 °C, so the information found in this investigation may be used for other applications as well.

2. BASIC INFORMATION

While the technology to fabricate thermistors has been around more than half a century, there is not a lot of literature available on their use and how to interpolate temperature from resistance. Probably the most complete contemporary guide comes from BIPM [2]. The following section is meant to summarize some basic information on thermistors for the reader.

2.1. Thermistor Theory

Thermistors are a resistive temperature transducer meaning temperature may be determined from a measured thermistor resistance. Originally developed from research in the 1940s, they are semi-conducting ceramic devices fabricated from metal oxides [3]. The variance in resistance due to temperature comes from energy gaps which vary with temperature. The thermistor's intended for temperature measurement are typically negative thermal coefficient devices. [2]

2.2. Thermistor Interpolation Equations

There are a number of interpolation equations available to describe the transducer's measurement behavior. The most basic equation is the beta equation (1) shown both in its $R(T)$ form and $T(R)$ form [2]. This equation is commonly used for industrial temperature measurement. The terms beta (β) and R_0 are commonly supplied by manufactures. The beta equation can provide a good interpolation over a narrow temperature range. It tends to be less accurate over wider temperature ranges.

$$\begin{aligned} \frac{1}{T} &= \frac{1}{T_0} + \frac{1}{\beta} \ln\left(\frac{R}{R_0}\right) \\ R &= R_0 \exp\left[\beta\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}\right)\right] \end{aligned} \quad (1)$$

It should be noted that when using any of these equations, temperature should be used in units of K and not °C.

One attempt to improve the beta equation was the Steinhart-Hart equation (2) [4]. It adds a third order term to the beta equation and has an analytically calculatable reverse form.

$$\frac{1}{T} = A_0 + A_1 \ln(R) + A_3 [\ln(R)]^3 \quad (2)$$

A more accurate equation comes from the third order polynomial $R(T)$ (3) and $T(R)$ (4) equations. Much better interpolation may be obtained from these equations. However, they do not have a reverse form.

$$\ln(R) = B_0 + \frac{B_1}{T} + \frac{B_2}{T^2} + \frac{B_3}{T^3} \quad (3)$$

$$\frac{1}{T} = A_0 + A_1 \ln(R) + A_2 [\ln(R)]^2 + A_3 [\ln(R)]^3 \quad (4)$$

2.2. Advantages and Disadvantages of Thermistors

Thermistors have a number of advantages over using a RTD or PRT including better reaction time, better durability, smaller size, lower cost, better sensitivity, and lower excitation current. The better reaction time and smaller size are related in that the smaller size allows for quicker reaction times due to the lower thermal mass. The one exception to this advantage may be the thin filmed PRT. The durability advantage comes from the lack of sensitivity to mechanical shock found in PRTs. The lower excitation currents and better sensitivity comes from their higher resistance and interpolation equation [2].

Some of the disadvantages are their limited temperature range and the very non-linear nature of their interpolation equation.

3. EXPERIMENTAL GATHERING OF DATA

Four sets of data were considered for the analysis. These data represented a low-cost thermistor, an industrial thermistor probe, an industrial encapsulated sensor, and a precision thermistor probe. The sets of data are summarized below in Table 1. Both the industrial and precision probe data came from data from an accredited calibration laboratory [5]. The low-cost thermistor data was based on testing done on an industrial sensor meant to be mounted on a printed circuit board in a through

hole mounting. The tolerance specification from the manufacturer is ±0.2 K. In no case were probes with less than 5 sets of data considered.

Table 1: Summary of Thermistors Studied

Category	Beta (typ)	Temp Range
Low-cost Sensor	3976	0 – 100 °C
Industrial Probe	3600	0 – 100 °C
Industrial Encapsulated	3920	0 – 100 °C
Precision Probe	3450	0 – 60 °C

4. DATA GATHERED

The results for both repeatability and drift are shown in Table 2. The category is listed in the first column. The second column lists the number of probes studied.

The third column lists the nominal temperature used for the study. In all but the case of the low-cost sensor, the data are calculated based on the interpolation equation for each calibration. The low-cost temperature data for repeatability and drift are based on a comparison calibration at 20 °C in a dry block calibrator [6][7] and are normalized for the nominal temperature. For 0.01 °C, the data are based on measurement in a mini TPW cell.

The uncertainties for all but the low-cost sensor are based on the calibration uncertainty presented on the certificate of calibration [5]. For the low-cost sensor, an experimental uncertainty analysis was done to ascertain the uncertainty. In all cases, the uncertainty presented is an expanded uncertainty with a coverage factor of 2 ($k = 2$). A summary of the uncertainties at 20 °C are shown in Table 3. Uncertainties at other temperatures are similar in magnitude.

The drift data are calculated from the observed long-term slope over time for the device under consideration using a first order polynomial fit. The numbers shown are the typical drift per year and the 95% confidence that a sensor will stay within those limits.

The repeatability numbers are calculated from how far the sensor varies from the drift prediction for each calibration and are presented as 1 standard deviation. The typical repeatability represents the average of the data set. The 95% confidence shows the expectation that the repeatability will be below the number given for the represented probe.

Only one of the low-cost sensors was measured within the TPW cell due to wiring issues.

The graphs in Figure 1 show the drift indicated in Table 2. The error bars represent the 95% confidence intervals. Likewise, the graphs in Figure 2 show the repeatability indicated in Table 2. The error bars represent the 95% confidence intervals.

For examples of thermistor drift, one sensor was picked from each category. The sensors were chosen to represent the typical case for each type. The temperature for each time measured is calculated by considering the difference between the current interpolation equation and the initial interpolation equation. These data are shown in Figure 3. The linear trendline represents the drift of the sensor.

Table 2: Thermistor Repeatability and Drift Summary

Category	N	t (°C)	U (K) (k = 2)	Repeatability (K)	95% confidence	Drift (K/yr)	95% confidence
Low-cost Sensor	1	0.01	0.010	0.0032	NA	-0.0045	NA
		20	0.010	0.0031	0.0041	-0.0051	0.0018
		0	0.006	0.0008	0.0015	-0.0002	0.0008
Industrial Probe	28	25	0.006	0.0007	0.0014	-0.0003	0.0008
		50	0.006	0.0008	0.0016	-0.0001	0.0003
		80	0.006	0.0010	0.0019	-0.0003	0.0012
		0	0.006	0.0010	0.0029	0.0001	0.0011
Industrial Encapsulated	11	25	0.006	0.0009	0.0026	-0.0003	0.0007
		50	0.006	0.0006	0.0014	-0.0002	0.0002
		80	0.006	0.0007	0.0014	-0.0009	0.0003
Precision Probe	6	0	0.002	0.0007	0.0012	0.0000	0.0003
		25	0.002	0.0005	0.0010	0.0000	0.0002
		50	0.002	0.0007	0.0014	0.0000	0.0002

Table 3: Thermistor Measurement Uncertainties at 20 °C (all Uncertainties in K)

Uncertainty Category	Precision Probe	Industrial Probe	Industrial Encap.	Low-cost Sensor
PRT Calibration	0.00015	0.00015	0.00015	0.00213
PRT Drift	0.00012	0.00094	0.00094	0.00064
Readout PRT	0.00016	0.00016	0.00016	0.00080
Readout Thermistor	0.00014	0.00014	0.00014	0.00006
Noise	0.00036	0.00071	0.00071	0.00005
Repeatability	0.00050	0.00100	0.00100	0.00067
Immersion depth and uniformity	0.00014	0.00058	0.00058	0.00007
Self Heating PRT	0.00046	0.00046	0.00046	0.00046
Self Heating Thermistor	0.00012	0.00007	0.00007	0.00007
Standard Uncertainty	0.00084	0.00173	0.00173	0.00250
Expanded Uncertainty (k = 2)	0.00168	0.00347	0.00347	0.00501
Reported Uncertainty (k = 2)	0.0020	0.0060	0.0060	0.010

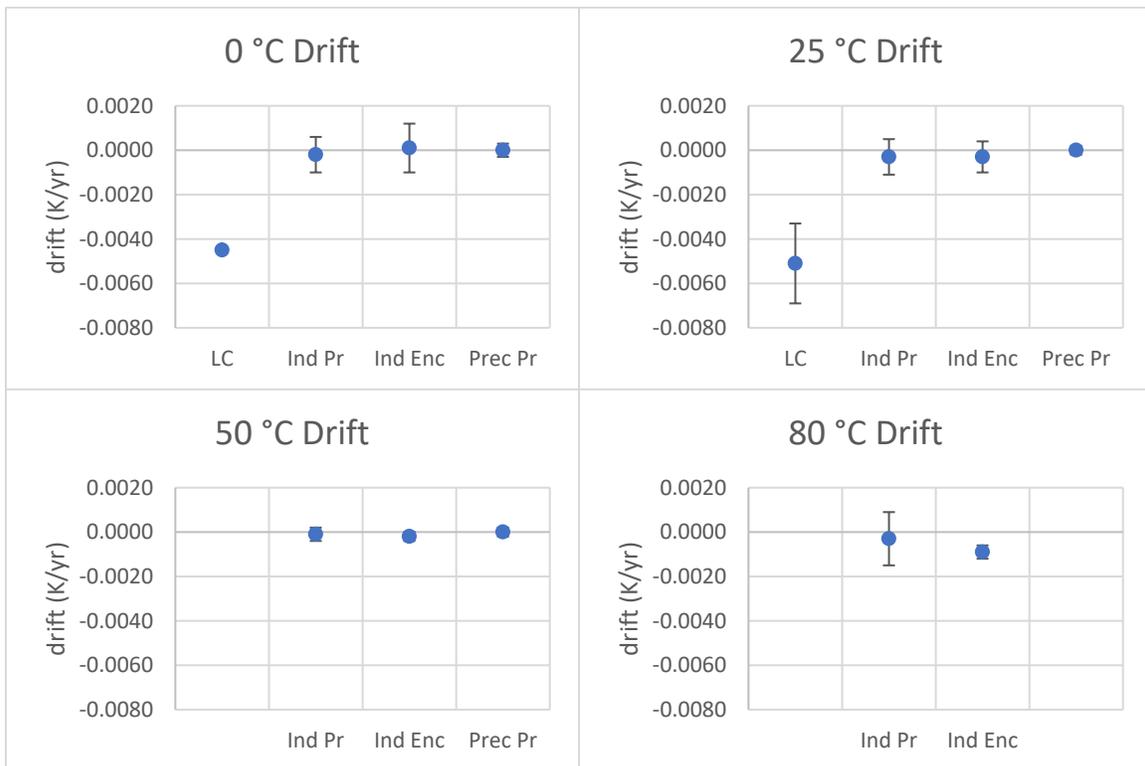


Fig. 1: Summarization of the drift data in Table 2

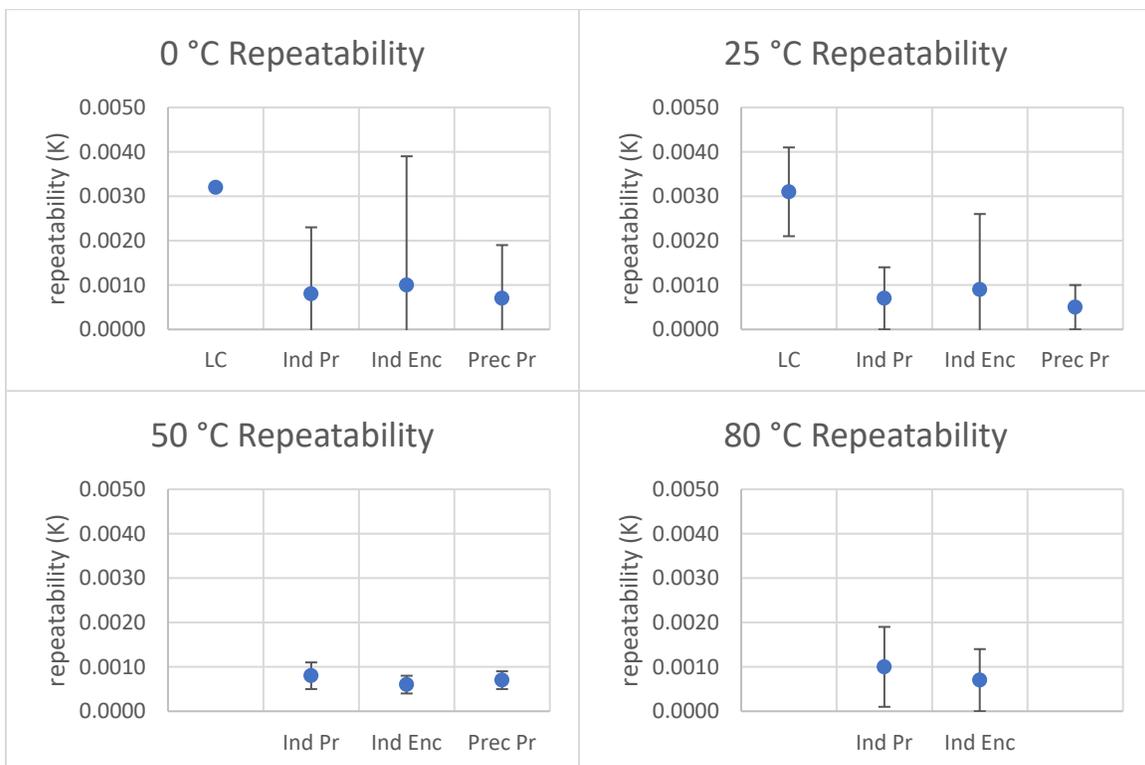


Fig. 2: Summarization of the repeatability data in Table 2

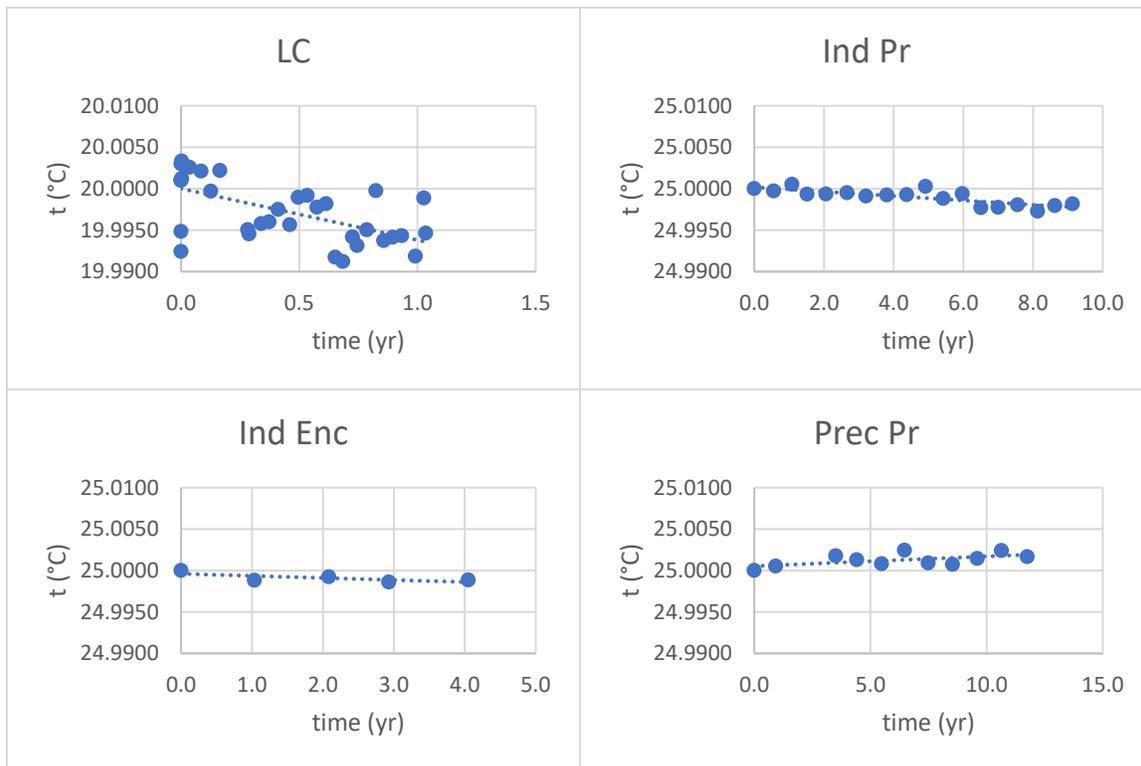


Fig. 3: Typical drift of each sensor type

It should be noted that the drift in all cases except for the low-cost thermistor is much less than the repeatability. In these cases, while it is difficult to definitively determine that there is drift, the trend points to there being a very small amount of drift.

5. CONCLUSIONS

From the data presented in this paper, the low-cost thermistor does show significant drift when compared to the standards type thermistors. In addition, this drift was very detectable over the repeatability noise floor. However, this does not mean that this type of sensor should not be used, as the drift observed was less than 10 mK, which is rather small given the accuracy needs for many systems including those for fever detection. It should also be noted that this is much less than the manufacture’s tolerance specification of ± 0.2 K. This shows that through proper characterization, these types of low-cost sensors may be used in applications requiring better accuracy than the manufacture’s specification for the sensor.

Whoever is designing systems for future use will need to decide if this amount of drift is acceptable for their system. Indeed, this amount of drift will likely not cause problems in many systems measuring

temperature around ambient and the human body temperature.

ACKNOWLEDGEMENTS

The author would like to thank Rod White for his help in understanding the limitations and potential use of thermistors. This was especially important due to the lack of published literature on this subject. The author would also like to thank Fluke for providing both the equipment and time to obtain the data presented here.

REFERENCES

[1] Matthew F. Schmidt, Frank Liebmann, Max Menenberg, Syed M. Rahman, Thomas A. Holz, Pete Bergstrom, and Jeff Gust "Testing and performance standards for elevated skin temperature (EST) screening systems using infrared cameras", Proc. SPIE 11741, Infrared Technology and Applications XLVII, 1174117 (12 April 2021); <https://doi.org/10.1117/12.2589024>

- [2] White, R, Hill, K, del Campo, D, Garcia Izquierdo, C, Guide on Secondary Thermometry, Thermistor Thermometry, Consultative Committee for Thermometry, Bureau International des Poids et Mesures, 2014.
- [3] Hyde, FJ, Thermistors, ILIFFE BOOKS, London, 1971, pp 1-9
- [4] Steinhart J S and Hart S R (1968) Calibration Curves for Thermistors, Deep Sea Research, 15, 497-503, [https://doi.org/10.1016/0011-7471\(68\)90057-0](https://doi.org/10.1016/0011-7471(68)90057-0)
- [5] National Voluntary Laboratory Accreditation Program (NVLAP) Scope 200348-0, accessed from on <https://www.nist.gov/nvlap> 22 Apr 2022
- [6] EURAMET Calibration Guide No. 13 Version 4.0, Guidelines on the Calibration of Temperature Block Calibrators, 2017
- [7] ASTM E3186-19, Standard Guide for Use and Testing of Dry-Block Temperature Calibrators, 2019, ASTM International, West Conshohocken, Pennsylvania, doi: 10.1520/E3186-19

ESTANDARIZACIÓN DE LA CREATININA SÉRICA POR EL LABORATORIO CLÍNICO Y LA TRAZABILIDAD METROLÓGICA DEL CALIBRADOR

Arce-Osuna Mariana.¹, Pabello-Poegner Ana G.¹, Serrano-Caballero Víctor M.¹, Gasca-Aragón Hugo ¹, Sierra-Amor Rosa I.², Ruiz-Arenas Roberto ²

1. Centro Nacional de Metrología (CENAM), Querétaro, Qro. México, +52 442 211 05 00, marce@cenam.mx

2. Alianza Mexicana para la Prevención de las Enfermedades Crónicas (AMPEC), Puebla, Pue., México

Resumen

La certeza de los resultados de las mediciones clínicas se logra al establecer la trazabilidad metrológica al Sistema Internacional de Unidades (SI) y se documenta en la cadena de trazabilidad metrológica (CTM). Los laboratorios clínicos (LC), para establecerla, dependen en parte de los fabricantes de reactivos y equipos; quienes debieran proporcionarles la CTM y toda información de soporte relacionada. La calibración de los instrumentos de medición y sus métodos, la asignación de valores de referencia a los calibradores y controles con sus incertidumbres, así como la validez metrológica de los resultados de las mediciones con sus incertidumbres, son el soporte metrológico esencial para obtener la calidad y exactitud de las mediciones, y se resumen en la CTM.

1. INTRODUCCIÓN

Recientemente, las organizaciones internacionales, las normas ISO (Organización Internacional de Estandarización, por sus siglas en inglés), las guías CLSI (Instituto de Estándares Clínico y Laboratorio, por sus siglas en inglés) y reglamentos, están trabajando en la actualización que incluya la información metrológica y acciones necesarias para que los fabricantes y organizaciones de laboratorio por igual mejoren la trazabilidad de los resultados de medición en el LC, principalmente en las siguientes: ISO 15193, ISO 15194, ISO 17511:2020, ISO 21151:2020, ISO/TS 20914:2019, CLSI EP30-A, CLSI EP14-A2 [1].

La metrología es necesaria para la mejora de la calidad de las mediciones de los LC, porque contribuye positivamente en la prevención, diagnóstico y seguimiento del tratamiento de los principales problemas de salud pública.

Para establecer la trazabilidad metrológica en el laboratorio, se requiere principalmente lo siguiente: a) la calibración analítica (curva de calibración) del equipo con Materiales de Referencia Certificados (MRC) o calibradores trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI), b) el control de calidad de la medición usando MRC de matriz (suero humano) o controles trazables al SI, y c) demostrar la capacidad de medición en ensayos de aptitud (EA) evaluados con valores de referencia certificados trazables al SI, como los utilizados en

CENAM. Es importante observar, que el participar en EA evaluados con el valor de consenso de los participantes, no garantiza el establecimiento de la trazabilidad metrológica de los resultados de medición de los LC, ya que, no necesariamente utilizan como muestra a analizar, materiales con valores de referencia certificados trazables al SI.

Los calibradores trazables al SI son indispensables para la certeza de los resultados del LC, la guía ISO 17511:2020 establece que un fabricante para establecer, validar y documentar la trazabilidad metrológica, de los valores asignados a muestras humanas determinados con instrumentos de medición de la industria de diagnóstico in vitro (IVD MD, por sus siglas en inglés) requiere la documentación de la trazabilidad metrológica de los valores a una cantidad de medida [2]. En este trabajo se muestra las desviaciones de resultados de la medición de creatinina de los LC participantes en 5 EA realizados para contribuir a la Estandarización de Creatinina en México, y enfatiza la importancia de la trazabilidad metrológica al SI, de los calibradores de creatinina empleados y como afecta el desempeño del LC.

2. DESARROLLO

El CENAM en coordinación con la AMPEC, en un esfuerzo para contribuir a llevar a cabo el Programa Mexicano de Estandarización de Creatinina, ha organizado 5 ensayos de aptitud para los laboratorios de análisis clínicos, utilizando como

muestra de ensayo un MRC de creatinina en suero humano, de tres niveles de concentración [3].

El proveedor de estos 5 ensayos realizados para el Programa Mexicano de Estandarización de Creatinina ha sido CENAM, la preparación del MRC se realizó bajo la colaboración de CENAM y AMPEC. La colección, caracterización del suero y las pruebas serológicas de escrutinio para enfermedades infectocontagiosas, fueron coordinados por AMPEC y realizados por el Laboratorio Clínico del Campestre de la ciudad de Aguascalientes, Ags. El CENAM realizó el envasado del lote, la asignación del valor al MRC, la distribución de las muestras y el tratamiento estadístico de los resultados de los LC participantes. En CENAM se utilizó para la medición de creatinina y asignación del valor de referencia certificado, el método de referencia de dilución isotópica, aplicando cromatografía de líquidos de alta resolución con detección de espectrometría de masas con triple cuadrupolo. Cada muestra de ensayo consistió en tres viales criogénicos conteniendo cada uno aproximadamente 1 mL de suero humano congelado, en tres niveles de

concentración de creatinina: bajo, normal y alto.

Los ensayos se llevaron a cabo en los periodos que se muestran en la Tabla 1.

3. RESULTADOS

3.1. Resultados de los EA realizados para el Programa Mexicano de Estandarización de Creatinina

La evaluación del desempeño de los laboratorios participantes en los 5 EA se realizó con base en lo establecido en la guía NMX-EC-17043-IMNC-2010 [4], para la comparación de los resultados se utilizó el estadístico de zeta griega (ζ) [5, 6]. De acuerdo con la siguiente ecuación:

$$\zeta = \frac{x - X}{\sqrt{u_{lab}^2 + u_{ref}^2}} \quad (1)$$

Donde:

x = resultado del LC participante.

u_{lab} = incertidumbre estándar del resultado del LC participante.

X = valor de referencia asignado.

u_{ref} = incertidumbre estándar del valor de referencia asignado.

El criterio para un desempeño satisfactorio es $|\zeta| \leq 2$, un valor de $2.0 < |\zeta| < 3.0$ representa un desempeño cuestionable y un valor de $|\zeta| \geq 3$ representa un valor no satisfactorio.

El número de participantes por EA fue de 10 a 25, con un total de 71 participantes en los 5 ensayos. Los resultados de los 5 EA se resumen en la Fig. 2, en donde se muestra el comparativo de los resultados LC por etapa de realización de todos los participantes.

3.2. Cadena de trazabilidad metrológica de las mediciones de creatinina de los LC.

Para que una cadena de trazabilidad sea metrológicamente válida, es necesario que la incertidumbre del calibrador primario al que se establece la trazabilidad de creatinina al SI sea menor que la incertidumbre del calibrador que utiliza el LC para calibrar el instrumento de medición. En México, esta información, debe ser proporcionada al LC por el fabricante de instrumentos y reactivos. En la información de la CTM presentada por varios laboratorios clínicos a CENAM con el objetivo de evaluar su validez (información no reportada en este trabajo por razones de confidencialidad), se observó que en la mayoría de las CTM evaluadas, la

Tabla 1. Relación de Ensayos de Aptitud realizados para el Programa Mexicano de Estandarización de Creatinina

	Clave y nombre del Ensayo	Periodo
1	CNM-EA-630-010/2016. Ensayo de aptitud para la determinación de creatinina en tres niveles de concentración en suero humano en colaboración con AMPEC.	2016
2	CNM-EA-630-0007/2017. Determinación de calcio y creatinina en suero humano congelado en colaboración con AMPEC.	2017
3	“Estudio de investigación para la estandarización de creatinina en suero humano. Laboratorio Estatal de Salud Pública de Jalisco (LESPJ)”.	2018
4	CNM-EA-630-0017/2019. “Estudio de Investigación para la Estandarización en la Medición de Creatinina (tres niveles de concentración) en Suero Humano para los Laboratorios de Análisis Clínicos”.	2019
5	CNM-630-EA-0013-2020. Ensayo de Aptitud para la estandarización en la medición de creatinina (tres niveles de concentración) en suero humano para los laboratorios de análisis clínicos.	2020

información es incompleta con respecto al contenido requerido en la CTM publicada por la IUPAC [7]. Uno de los hallazgos más importantes que se repitió con frecuencia en varias CTM, es que, el calibrador al que se establece la trazabilidad (MRC primario o calibrador primario) tiene mayor incertidumbre relativa, que el calibrador con que se calibra el instrumento de medición de creatinina en el laboratorio, que corresponde a los calibradores de los estuches de calibración que proporcionan los fabricantes de reactivos y equipos.

Con el fin de identificar el efecto del calibrador en la capacidad de medición de creatinina obtenida por los LC participantes, se compararon los resultados de su desempeño (valor absoluto del estadístico zeta griega $|\zeta|$) por etapa de realización, con el calibrador y sus diferentes lotes y se realizó al menos para dos proveedores de equipos de forma independiente (ver Fig. 3 y Fig. 4), $n = 58$ de 71 (81.7 %).

4. DISCUSIÓN

En los resultados de los EA de la Fig. 2, se observa de manera general, un mejor desempeño de los LC en el nivel alto de concentración de creatinina (triángulo verde), que disminuye en el nivel medio (cuadrado naranja) y que se ve afectado aún más en el nivel bajo (círculo azul), siendo estos dos últimos, los más críticos en la toma de decisiones médicas para el tratamiento y prevención de enfermedad renal crónica incipiente. Como se puede observar en la Fig. 2, la variación y desviación de resultados en la medición de creatinina sérica es muy amplia, por lo que se sugiere que las entidades gubernamentales competentes en México atiendan este problema; aunque la razón es multifactorial, principalmente se ve afectada por el método de medición, el desempeño del profesional del LC, las condiciones ambientales y la calibración y mantenimiento de los instrumentos de medición. Principalmente, la curva de calibración debe realizarse con trazabilidad al SI, ya que afectan directamente la certeza de los resultados del LC.

El efecto del calibrador en la capacidad de medición de creatinina obtenida por los LC participantes en estos 5 EA se observa en las Fig. 3 y Fig. 4. Para el caso de los resultados del fabricante 1 (ver Fig.3) se observa una desviación de los resultados en la capacidad de medición, la cual es muy amplia y no es posible identificar si existe o no una correlación entre el lote del calibrador utilizado y la capacidad de medición. Esto posiblemente se debe a que la

desviación y variación observadas están correlacionadas, incluyen la del calibrador y la del método de medición, y la del método es muy significativa.

Para el caso del fabricante 2 (ver Fig. 4), la desviación y variación de los resultados de la capacidad de medición de los LC es menor y en este caso sí se puede observar que los resultados de la capacidad de medición del LC están correlacionados con el lote del calibrador utilizado. En este caso el método de medición mostró un mejor desempeño, lo que permite identificar mejor el efecto del calibrador. Este último resultado refuerza la importancia del calibrador en el desempeño de los LC. Al estar el calibrador caracterizado, así como establecida su respectiva trazabilidad al SI y documentada en la correctamente CTM, permite mejorar el desempeño de los LC. Es importante enfatizar que, para asegurar lo anterior, es necesario que el método de medición aplicado este validado y se asegure su capacidad para medir con precisión y certeza el mensurando correcto, que en este caso es creatinina sérica.

5. CONCLUSIONES

Para la mejora de la certeza de los resultados de los LC, es esencial demostrar la trazabilidad metrológica al SI de los calibradores utilizados, los cuales son necesarios para realizar la curva de calibración de los instrumentos de medición de creatinina sérica. La trazabilidad al SI de los calibradores de creatinina o la falta de ella afecta directamente el desempeño de los LC. Dado que algunos de los fabricantes de reactivos no reportan en sus insertos la CTM, ni la incertidumbre de sus calibradores, ni la incertidumbre del MRC o calibrador primario que utilizan, no es posible para los autores reportarla en este trabajo. En ese sentido se sugiere que tanto los LC como las entidades gubernamentales correspondientes soliciten al fabricante que los calibradores sean trazables al SI, y su trazabilidad se documente en la CTM del calibrador, misma que debe incluir los valores de los MRC utilizados con sus incertidumbres y los sistemas de medición (ver Fig. 1), con el fin de que el LC pueda utilizarla para realizar la propia CTM de los resultados de creatinina sérica que reporta a los usuarios de sus servicios.

Esto permitirá mejorar la calidad del tratamiento y seguimiento de la enfermedad renal en México.

Al mismo tiempo, se sugiere a los LC que independientemente de su participación en programas de control externo de la calidad, que son evaluados mediante media de consenso, participen en los programas de ensayos de aptitud del CENAM, debido a que son evaluados con valores de referencia certificados, por lo que se tiene mayor certidumbre de la calidad del valor con que son evaluados. A los fabricantes de reactivos (calibradores) se recomienda que informen y proporcionen la CTM al laboratorio o a la autoridad correspondiente y en los casos en que no se logre demostrar la trazabilidad o se observe interrumpida, se informe del incumplimiento y se exija la corrección y/o atención correspondiente.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a:

- Laboratorio Clínico del Campeste, Aguascalientes, Ags., por su desinteresada colaboración en la recolección de sueros para preparar el MRC.
- Todos los Laboratorios Clínicos que han participado en el Programa Mexicano de Estandarización de Creatinina organizado por AMPEC y CENAM.
- La Industria de Diagnóstico in Vitro (IDV) y a los laboratorios referidos que participaron.
- La International Society of Nephrology (ISN), por su donativo para iniciar este proyecto.
- Los integrantes de los grupos de Trabajo del CENAM y AMPEC por su participación voluntaria y gran apoyo.

REFERENCIAS

- [1] Database Newsletter Reference Materials, Measurement Methods and Services for In Vitro Diagnostics, <https://www.bipm.org/jctlm/> Issue 9 |Abril 2022, Fecha de consulta: jun 2022.
- [2] ISO 17511:2020 –Dispositivos médicos para el diagnóstico in vitro. Requisitos para establecer la trazabilidad metrológica de los valores asignados a calibradores, materiales de control de la veracidad y muestras humanas.
- [3] Gasca-Aragon, H., Balderas-Escamilla, M., Serrano-Caballero, V.M. et al. Standardization and improvement program for creatinine measurement in human serum. *Accred Qual Assur* 24, 3–8 (2019).
- [4] Guía NMX-EC-17043-IMNC-2010 Evaluación de la Conformidad-Requisitos Generales para los Ensayos de Aptitud.
- [5] ISO 13528:2015 - Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons. Geneva.
- [6] Gasca, H., Duewer, D., The Evaluation of the Scoring Systems: The fixed effects model under known variances. *Accreditation Qual Assur*. 2016; 21(4): <https://link.springer.com/article/10.1007/s00769-016-1215-y>
- [7] *Pure Appl. Chem.*, Vol. 83, No. 10, pp. 1873–1935, 2011

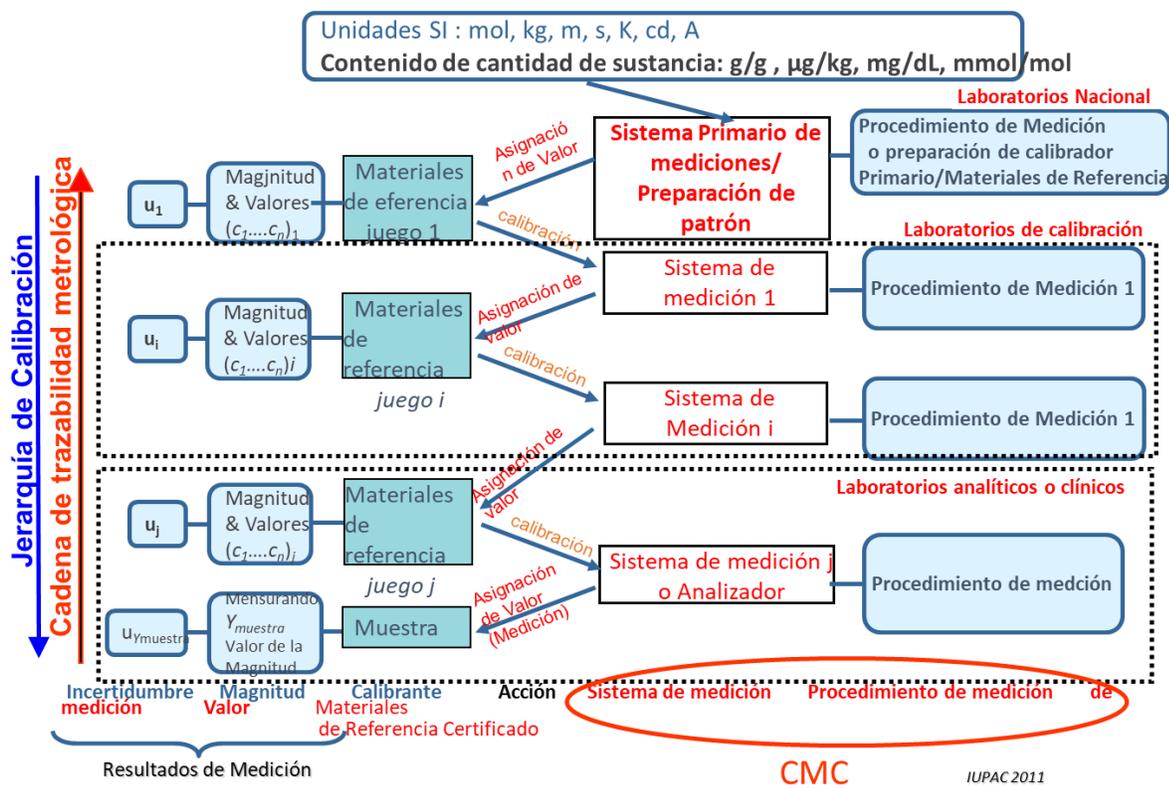


Fig. 1. Cadena de Trazabilidad Metrológica simplificada, basada en el formato de la CTM publicada en Pure Appl. Chem., Vol. 83, No. 10, pp. 1873–1935, 2011.

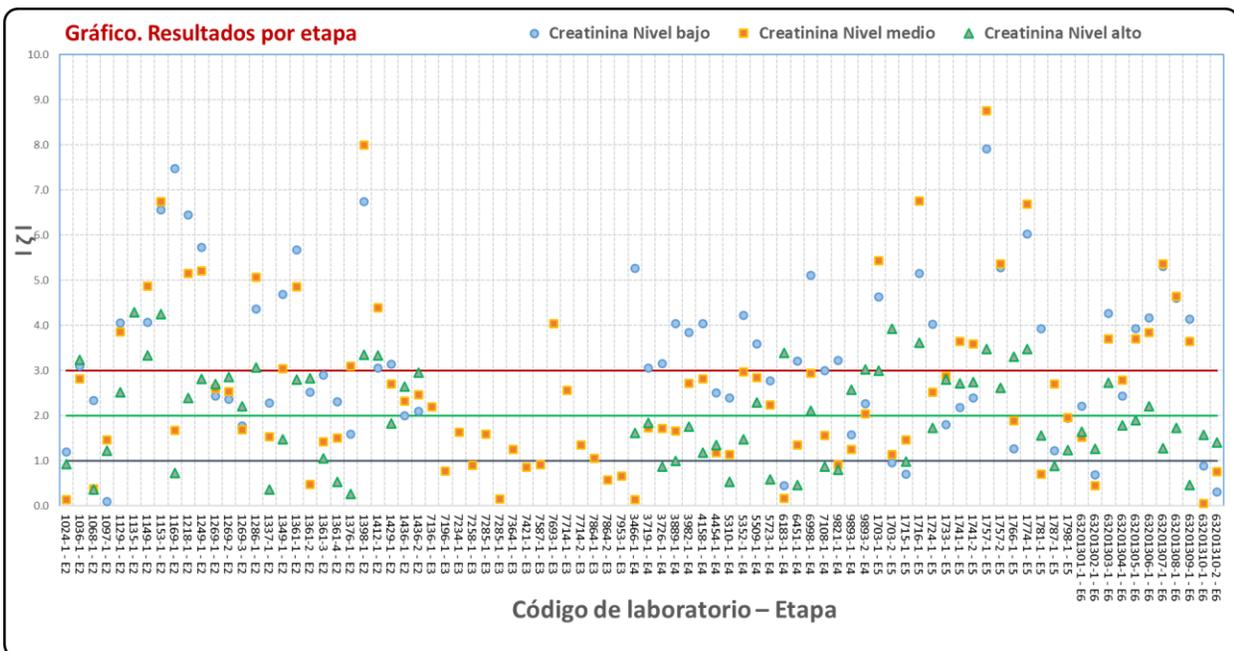


Fig. 2. Comparativo de los resultados por etapa de realización de todos los laboratorios participantes (71 laboratorios). En el eje de las x: el Código del laboratorio y etapa de participación. En el eje de las y: el valor del estadístico zeta griego ζ

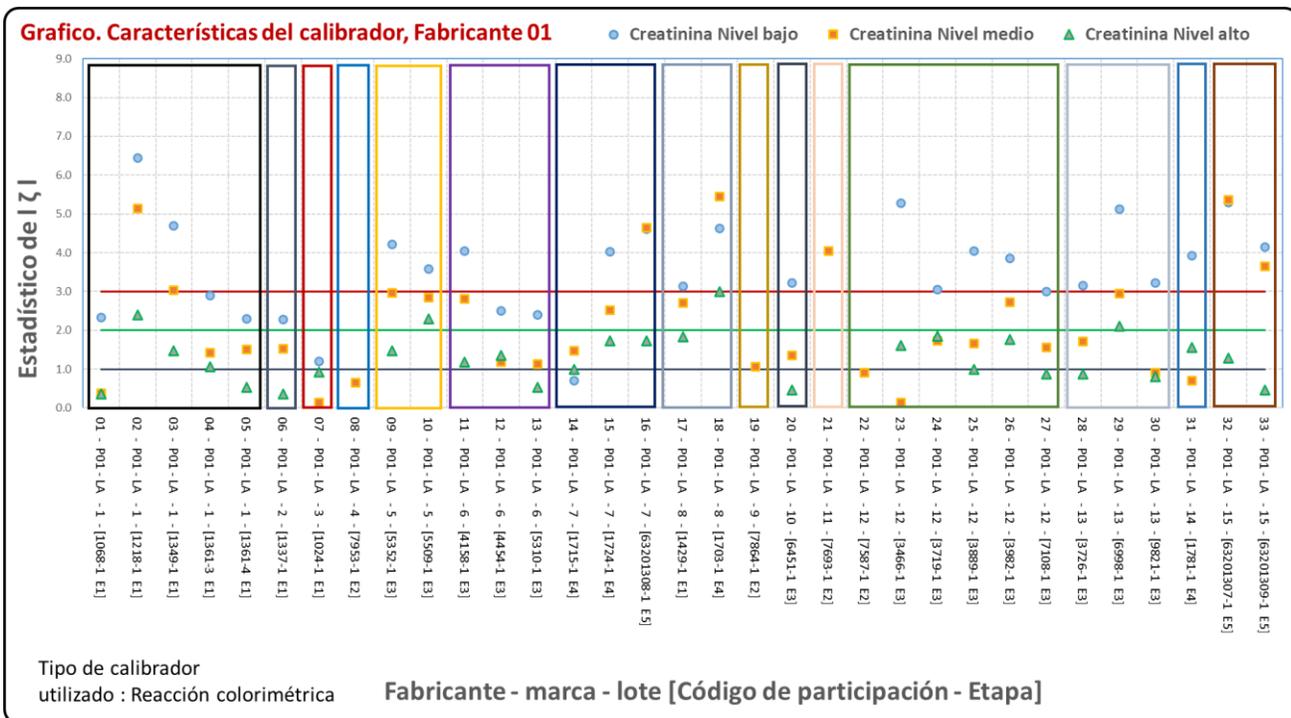


Fig. 3. Comparativo de los resultados en función del calibrador (material de referencia) reportado (Fabricante 1). En el eje de las x: calibrador reportado, código y la etapa de participación. En el eje de las y: el valor del estadístico de zeta griego ζI .

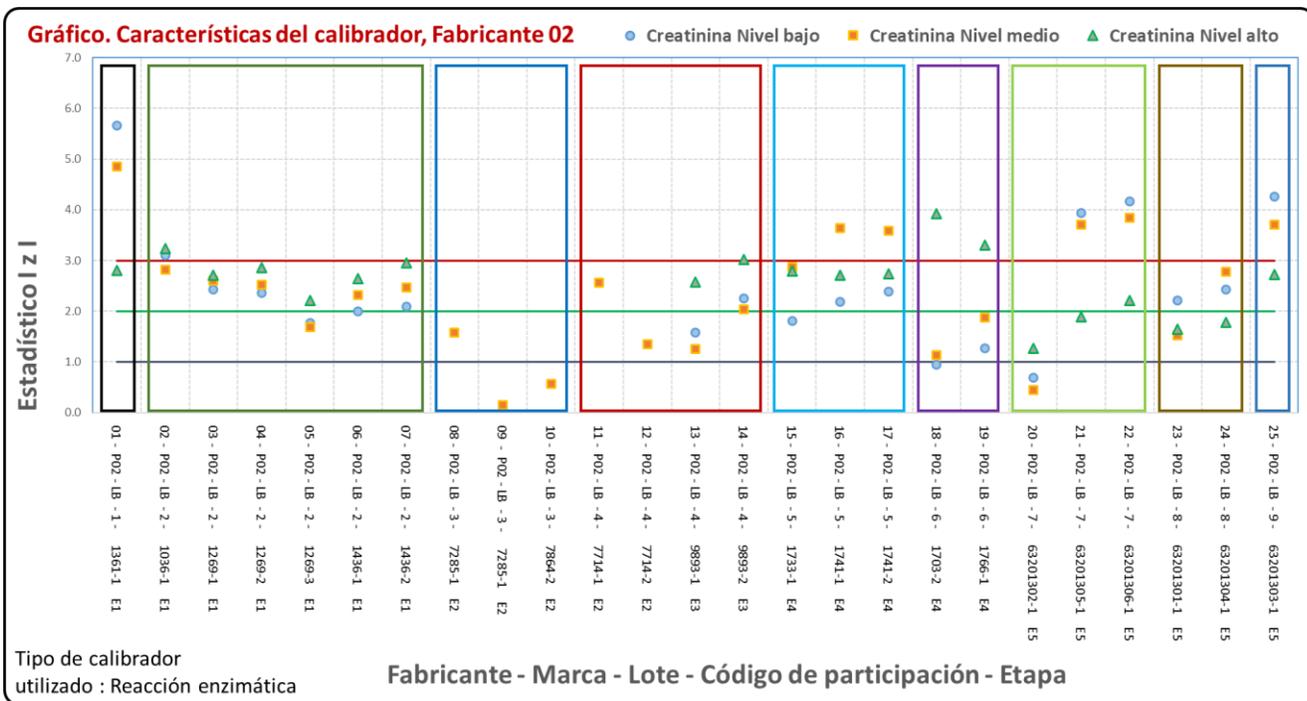


Fig. 4. Comparativo de los resultados en función del calibrador (material de referencia) reportado (Fabricante 2). En el eje de las x: calibrador reportado, código y la etapa de participación. En el eje de las y: el valor del estadístico de zeta griego ζI .

VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE MEDICIÓN DE MERCURIO EN PESCADO, EMPLEANDO DILUCIÓN ISOTÓPICA CON VAPOR FRÍO ACOPLADO A ESPECTROMETRÍA DE MASAS CON PLASMA ACOPLADO INDUCTIVAMENTE

Edith Valle Moya, Maria del Rocio Arvizu Torres, Itzel Santiago Castellanos y Pedro Ramírez Cruz
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. 3902, 3910; Fax: (42) 11-05-69
evalle@cenam.mx, marvizu@cenam.mx, isantiag@cenam.mx, peramire@cenam.mx

Resumen: La medición de mercurio en (0.07 – 0.5) mg/kg contenidos bajos en pescado es de suma importancia por su toxicidad al ser humano. Una de las vías de consumo del mercurio por el ser humano es a través de los peces que tienden a bioacumularlo a través de la cadena alimenticia, donde se biomagnifica. Su medición es compleja debido a su bajo contenido y a su inestabilidad. En este trabajo se presenta el desarrollo y validación del método de medición para mercurio (Hg) en pescado, empleando el método de dilución isotópica con la generación de vapor frío y espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente. Se describen los parámetros de validación y la evaluación de las fuentes de incertidumbre involucradas en la medición.

1. INTRODUCCIÓN

La contaminación por mercurio (Hg) es un problema mundial que afecta al medio ambiente, existen diversas fuentes de emisión de Hg, naturales y antropogénicas. Las fuentes naturales, se derivan principalmente por la movilización natural del Hg, a través de la erosión de las rocas y las emisiones volcánicas. Las principales fuentes antropogénicas surgen de la actividad humana, como las emisiones de termoeléctricas, actividad minera de oro y metales no ferrosos, la minería artesanal de oro con Hg; otras fuentes menores, los incineradores de desechos, cementeras, industria cloro-álcali, rellenos sanitarios, agricultura, entre otros [1,2,3,4].

En México, los estados principalmente afectados por altas emisiones de Hg son Querétaro, San Luis Potosí, Hidalgo, Guanajuato, Zacatecas y Durango, entre otros [1, 5], por lo que México ocupa el cuarto lugar a nivel mundial de emisiones y liberaciones al ambiente [4], esto derivado principalmente de la actividad minera artesanal de oro con Hg. Las vías de liberación del Hg de los sitios altamente contaminados permiten que éste entre en contacto con la biota, principalmente con los microorganismos donde se bioacumula a través de la red trófica acuática, en un fenómeno denominado biomagnificación. Se ha identificado la transformación del Hg principalmente en los microorganismos acuáticos en sus diferentes especies químicas y que han sido catalogadas como más tóxicas que el propio Hg elemental por afectar de

manera dramática a la salud humana, produciendo ataxia, problemas neurológicos irreversibles [6].

La OMS y países como China han establecido el nivel máximo de mercurio total en agua potable en 1 µg/L, la agencia de protección ambiental (EPA, por sus siglas en inglés), ha establecido el límite máximo permisible de 2 µg/L. La legislación de la Unión Europea, por su parte, estableció un límite de concentración de mercurio de 0.07 µg/L en aguas superficiales. De igual manera, respecto a la concentración de mercurio en alimentos, Estados Unidos estableció como límite máximo, 1 mg/kg (base húmeda), la Unión Europea 0.5 mg/kg (base húmeda) y países como China han establecido el límite en 0.3 mg/kg (base húmeda) [7, 8 y 9]. Estos límites exigen métodos de medición que incluyen procedimientos de mucho cuidado por su bajo contenido y técnicas analíticas de cuantificación mercurio que permitan obtener límites de cuantificación bajos y bastante exigentes en cuanto a precisión.

En la actualidad, aunque existen diferentes métodos para la medición de mercurio, los cuales arrojan resultados exactos, incluyen técnicas analíticas altamente selectivas como espectrometría de fluorescencia atómica, espectrometría de absorción atómica, espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente, entre otras [9], no incluyen metodologías de alta exactitud metrológica y no describen trazabilidad al SI de unidades. El autor S. Long [12] ha desarrollado el método de medición de Hg en combustibles fósiles, empleando el método de

dilución isotópica en dos etapas con generación de vapor frío y espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente, con resultados bastante satisfactorios.

CENAM, ha considerado importante desarrollar y validar métodos de medición de Hg en muestras marinas, como el pescado, con la finalidad de diseminarlos a redes de laboratorios dedicados a medir Hg y contar con monitoreos confiables, que permitan identificar los sitios contaminados, para aplicar la remediación adecuada reduciendo así el contenido de Hg en peces y minimizar el riesgo de la salud de la población. Cabe mencionar que para obtener la confiabilidad en la validación del método de medición el Hg se requiere el uso de material de referencia certificado (MRC) en Hg.

En este trabajo se desarrolló y se presentan las características de desempeño más importantes en la validación del método de medición de Hg total en pescado, empleando el método de medición de dilución isotópica en dos etapas con igualación de la relación isotópica, de acuerdo al autor Rinietz O. [19], con la finalidad de mejorar la incertidumbre de medida y retomar la generación de vapor frío empleando el separador gas-líquido [12] y espectrómetro de masas con triple cuadrupolo (en modo no-gas) y plasma acoplado inductivamente (DI-VF-ICP-QQMS), empleando la infraestructura metrológica del CENAM que forma parte del CNM-PNQ-5 Patrón Nacional de Cantidad de Sustancia de Elementos Químicos empleando el Método de Dilución Isotópica.

El método de dilución isotópica con igualación de la relación isotópica [10 y 11], incluye el uso del isótopo enriquecido ^{201}Hg , una preparación de muestra con digestión ácida en sistema cerrado de reacción acelerada asistida por microondas, posteriormente la generación el vapor frío de Hg para separarlo de manera eficiente, se realiza con el uso de un separador gas-líquido de Hg, similar al empleado por S. Long [12], donde el reto analítico fue el acople al ICP-QQMS, así también el control de la estabilidad instrumental y los parámetros instrumentales óptimos para la medición de la relación isotópica. Se realizó la estimación de incertidumbre, para evaluar las fuentes de incertidumbre involucradas en el método de medición, identificando las más significativas, con la finalidad de realizar su control durante la medición, así como de alcanzar la más alta calidad metrológica.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

CENAM participó en el Subproyecto “Mercurio en peces del Amazonas (2018 – 2022)” en el Marco del Proyecto Regional “Regional Fund Quality Infrastructure for Biodiversity and Climate Protection in Latin America and the Caribbean”. Para ello se enfocó al desarrollo de métodos de medición de Hg total y metil-mercurio en pescado. Este proyecto fue coordinado por el Instituto de metrología de Colombia INM y participaron los siguientes Institutos Nacionales de Metrología (INM): INACAL (Perú), LACOMET (Costa Rica), Ser. Ecuatoriano de Normalización (Ecuador), NRC (Canadá), INMETRO (Brasil), INTI (Argentina) y CENAM (México), quien participó como mentor para el desarrollo del método de medición de mercurio total en peces [13]. Como parte del Subproyecto, una de las actividades fue el desarrollar y validar el método de medición de Hg total en pescado. A continuación, se describe el desarrollo y validación del método de medición de Hg total (Hg_{tot}), empleando método de dilución isotópica con igualación de la relación isotópica, ver Ecuación 1.

2.1. Reactivos, isótopos, materiales de referencia certificados e instrumentación

La preparación de las muestras se realizó dentro de un sistema de cuarto limpio con un sistema híbrido de filtros HEPA clase ISO 5/7 (VECO). El agua utilizada para la preparación de todas las disoluciones fue doblemente subdestilada y fue obtenida a partir del sistema de doble subdestilación de cuarzo en serie, en un área limpia con filtro HEPA clase ISO 5 (VECO) [14].

Reactivos: Ácido nítrico grado reactivo, marca J. T. Baker; ácido nítrico doble subdestilado, peróxido de hidrógeno, marca J. T. Baker.

Materiales de referencia certificados (MRC): DMR-438b Disolución calibradora de mercurio (1 000 mg/kg) de origen CENAM, México; como MRC de control el DORM4 Fish Protein Certified Reference Material for Trace Metals and other Constituents (0.412 ± 0.036) mg/kg de Hg (DORM-4) de origen NRC, Canadá. Isótopo enriquecido de referencia ^{201}Hg (96.17 %) de origen Oak Ridge National Laboratory, EUA. DMR-493a Elementos químicos tóxicos en camarón de origen de CENAM, México. APMP.QM-S19 Camarón (Toxic Elements in Seafood), de origen Hong Kong, China.

Instrumentos: Balanza electrónica, marca Sartorius, modelo MES-220, alcance máximo de 220 g y resolución de 0.01 mg, sistema de digestión de reacción acelerada asistida por microondas (MW), con vasos de alta presión XP-1500, marca CEM, modelo Mars 6.

En la caracterización de abundancia isotópica del isótopo ²⁰¹Hg y mediciones preliminares de Hg en pescado se empleó el espectrómetro de masas de sector magnético con plasma acoplado inductivamente (ICP-SFMS), marca Thermo Fisher modelo ELEMENT 2, para efectuar la generación del vapor frío de Hg, se empleó un separador gas-líquido marca CETAC M-7500. En la medición de Hg total en pescado se empleó el espectrómetro de masas de triple cuadrupolo con fuente de plasma de acoplamiento inductivo (ICP-QQMS), marca Agilent Technologies, modelo 8800.

2.2. Evaluación de interferencias

Como primera etapa, se realizó una revisión teórica de interferencias y posteriormente una medición preliminar de Hg en pescado en el instrumento ICP-SFMS, con la finalidad de evaluar el contenido aproximado del analito a medir, evaluar las posibles interferencias poliatómicas e isobáricas que podrían estar presentes en los diferentes isótopos del mercurio. El Hg tiene 7 isótopos: ¹⁹⁶Hg, ¹⁹⁸Hg, ¹⁹⁹Hg, ²⁰⁰Hg, ²⁰¹Hg, ²⁰²Hg y ²⁰⁴Hg [15], en la Tabla 1 se presentan las interferencias que se revisaron para los isótopos de Hg, así como la abundancia isotópica para cada una de las interferencias en los isótopos de Hg.

Tabla 1. Interferencias analizadas y sus abundancias para los isótopos de Hg.

Isótopos y abundancias							
Isótopos de Hg	¹⁹⁶ Hg	¹⁹⁸ Hg	¹⁹⁹ Hg	²⁰⁰ Hg	²⁰¹ Hg	²⁰² Hg	²⁰⁴ Hg
x (%)	0.14	10.02	16.84	23.13	13.22	29.8	6.85
Interferencia	¹⁹⁶ Pt	¹⁹⁸ Pt				⁹³ W ¹⁷ O	²⁰⁴ Pb
x (%)	25.3	7.2				28.531	1.4
Interferencia	¹⁸⁰ Hf ¹⁶ O			¹⁶⁰ Dy ⁴⁰ Ar	¹⁶¹ Dy ⁴⁰ Ar	¹⁶² Dy ⁴⁰ Ar	¹⁶² Dy ⁴⁰ Ar
x (%)	35.016			2.33	18.824	25.398	28.083
Interferencia		¹⁸² W ¹⁶ O	¹⁸³ W ¹⁸ O	¹⁸⁴ W ¹⁶ O	¹⁸⁵ Re ¹⁶ O	¹⁸⁶ Os ¹⁶ O	¹⁸⁸ Os ¹⁶ O
x (%)		26.237	14.26	30.58	37.31	1.5762	13.268

2.3. Preparación de pares de mezclas para obtener R_{bx}, en muestras, MRC control y R_{bz}, en el material de referencia primario

En la preparación de los pares de mezclas, se revisó previamente la relación isotópica R_b óptima a emplear, la cual está en función del factor de amplificación del error E(R) [16], que permita obtener la menor incertidumbre de acuerdo a lo descrito por S. Long [12], la selección de la R_b, se basó en el compromiso de emplear una mínima cantidad de isótopo sin incrementar significativamente el valor del E(R).

Se realizó la preparación gravimétrica de una disolución de 39 µg/kg del ²⁰¹Hg, el cual se empleó en la preparación de las mezclas R_{bx} y R_{bz}. Para la validación del método de medición se prepararon 6 pares de mezclas del DORM4 proteína de pescado y tres pares de mezclas del blanco de digestión R_{bx} [17].

Procedimiento de preparación de las mezclas R_{bx}:

- Para las mezclas R_{bx} de muestra (x) DORM4, se pesó una masa de 0.5 g y de la disolución del isótopo enriquecido de referencia ²⁰¹Hg de 3.5 g.
- Para las mezclas R_{bz} de material de referencia primario (z) se pesó 6.9 g y de la disolución del isótopo enriquecido de referencia de ²⁰¹Hg 3.5 g.
- Para las muestras blanco de digestión R_{bx} se empleó una gota de la disolución del isótopo enriquecido de referencia ²⁰¹Hg.

Para todas las mezclas preparadas, se les adicionaron 8 mL de HNO₃ y 2 mL de H₂O₂, posteriormente las muestras se sometieron a un proceso de digestión en sistema de reacción acelerada en horno de microondas (MW).

2.4. Método de digestión de las muestras por MW

El método de digestión ácida para la matriz de pescado se desarrolló probando diferentes variables como la cantidad de muestra a digerir y de ácidos empleados en la digestión, así como la rampa de temperatura y presión [18].

Una primera digestión facilitó hacer mediciones preliminares para estimar la R_{bx} aproximada para la preparación de las mezclas en la muestra de DORM4 proteína de pescado; esto debido a que se observó para algunas muestras pérdidas de Hg durante la digestión, a pesar de usar botellas de vidrio ámbar, con limpieza previa en disolución ácida y en estufa a una temperatura 80 °C por 4 h. Con esta prueba, se realizó un cálculo previo necesario para la preparación de los pares de mezclas R_{bx} y R_{bz} minimizando el proceso de iteración.

2.5. Separador gas-líquido acoplado al ICP-QQQMS

El método de medición de mercurio total en matriz de pescado, empleando dilución isotópica con el sistema de separador gas-líquido que genera el vapor frío de Hg y que se acopla al espectrómetro de masas de triple cuadrupolo con plasma acoplado inductivamente (DI-VF-ICP-QQQMS), implica la inyección de la muestra al separador gas-líquido que contiene una celda de reacción (Figura 1), donde se hace reaccionar con la disolución de cloruro de estaño (SnCl₂), durante su trayectoria en el separador donde se efectúa el fenómeno vórtice, cuya función es reducir el mercurio Hg⁺² a Hg⁰ ↑ (ver reacción química 1), el Hg se separa en forma de vapor y posteriormente se transporta al sistema de inyección del ICP-QQQMS, en donde los átomos de

mercurio son ionizados y por efectos de transición electrónica *m/z* al pasar por el sistema cuadrupolar ahora se separan los diferentes isótopos de Hg los cuales al llegar al detector emiten una señal por cada isótopo de Hg, dicha señal se transduce a la magnitud intensidad, con unidades en cuentas por segundo (cps), las cuales en valor, son proporcionales a la abundancia isotópica de cada isótopo de Hg y por lo tanto a la cantidad de mercurio presente en la muestra [12].

Reacción química de reducción del Hg que se lleva a cabo durante la formación del vapor de Hg:

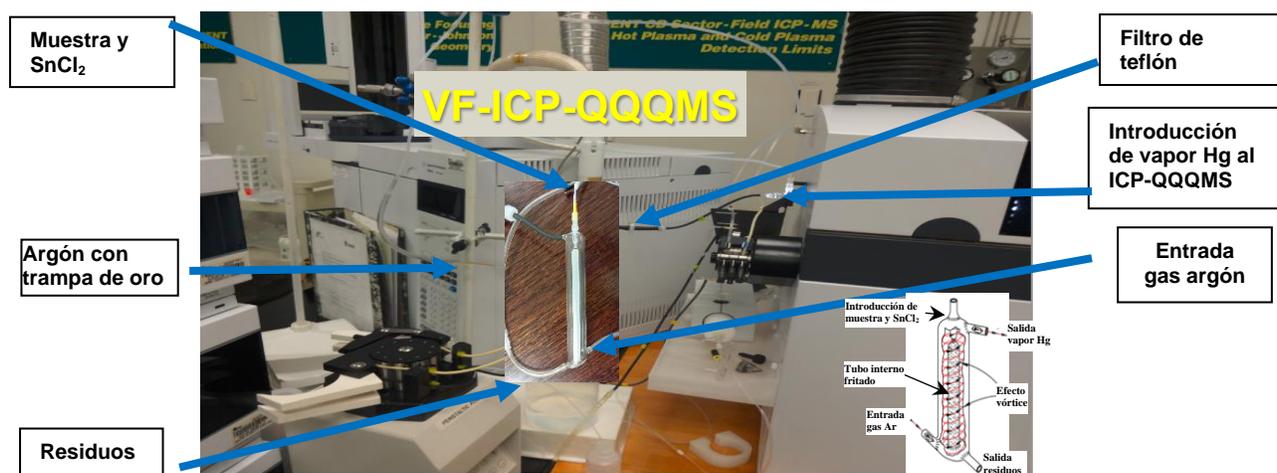
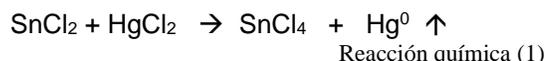


Fig. 1. Sistema de separación gas-líquido para Hg.

2.6. Optimización instrumental

En la optimización del ICP-QQQMS se empleó una disolución calibradora monoelemental de Hg preparada a partir de diluciones seriales del material de referencia DMR-438b. Durante la optimización instrumental se ajustaron los parámetros mostrados en la Tabla 6, de tal manera que, al realizar las mediciones de las diferentes relaciones isotópicas para Hg, en modo No gas para los isótopos de ¹⁹⁹Hg, ²⁰⁰Hg, ²⁰¹Hg y ²⁰²Hg, se obtuvieran las relaciones isotópicas de Hg $R_z(^{201}\text{Hg}/^{202}\text{Hg})$, $R_z(^{200}\text{Hg}/^{202}\text{Hg})$ y $R_z(^{200}\text{Hg}/^{199}\text{Hg})$ de acuerdo con los valores de las relaciones isotópicas establecidos por la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC) ver Tabla 5.

Para minimizar el efecto de memoria fue necesario aplicar una disolución de HNO₃ para enjuague adicional entre cada medición de muestras.

2.7. Método cuantificación de dilución isotópica en dos etapas, con igualación exacta de la relación isotópica

Para la cuantificación de la fracción de masa de Hg se empleó el modelo matemático (Ecuación 1) que rige el método de dilución isotópica en dos etapas, con igualación exacta de la relación isotópica, que implica que $R_{bx} \approx R_{bz}$ para elementos químicos. El proceso de la igualación exacta de la relación isotópica es realizado de acuerdo con la referencia [19].

$$w(\text{Hg}, x) = w(\text{Hg}, z) \cdot \left[\frac{m_z \cdot m_{yx}}{m_x \cdot f_{w\text{seca}} \cdot m_{yz}} \right] \cdot \left[\frac{(R_y - R_{bx}) (R_{bz} - R_z)}{(R_{bx} - R_x) (R_y - R_{bz})} \right]$$

Ecuación (1)

donde:

- $w(\text{Hg},x)$ Fracción de masa de Hg en la muestra x
- $w(\text{Hg},z)$ Fracción de masa de Hg en el material de referencia primario z
- m_{yx} Masa del isótopo enriquecido adicionada a la mezcla R_{bx}
- m_x Masa de la muestra x en la mezcla R_b
- $f_{w\text{seca}}$ Factor de medición de humedad en la muestra
- m_{yz} Masa del isótopo de referencia adicionada a la mezcla R_{bz}
- R_y Relación isotópica en el isótopo de referencia
- R_z Relación isotópica del material de referencia primario z
- R_x Relación isotópica en la muestra x
- R_{bz} Relación isotópica en la mezcla R_{bz} (material de referencia primario z con isótopo de referencia y)

La Ecuación 1 se expresa en términos de fracción de masa para el Hg, incluyendo el factor de corrección de humedad ($f_{w\text{seca}}$) para cuantificar la muestra en base seca. La evaluación de la incertidumbre se realizó de acuerdo con la Guía ISO-GUM [20] y a la Guía EURACHEM-CITAC [21], empleando el método numérico aproximado de diferenciación.

2.8. Parámetros de validación

Una vez desarrollado el método se evaluaron las características de desempeño para su validación, las cuales fueron: Confirmación de la identidad, Límite de detección, Límite de cuantificación, Intervalo lineal, Intervalo de trabajo, Veracidad, Precisión, Sensibilidad, Recuperación, Robustez e Incertidumbre [22]. En la Tabla 2 se describe como se evaluaron cada una de ellas.

Tabla 2. Evaluación de las características de desempeño en la validación del método de medición de Hg en pescado.

Característica de desempeño	Medir	Evaluación
Selectividad: Confirmación de la identidad	DORM4 DMR-493a APMP.QM-S19 DMR438b	Análisis de interferencias, medición de tres MRC con diferente matriz: proteína de pescado, camarón y disolución de Hg calibrador.
Límite de detección	$I(^{202}\text{Hg})$	Promedio de la intensidad para el isótopo de mercurio de mayor abundancia natural $I(^{202}\text{Hg})$, medida en la muestra blanco de ácido nítrico al 2 %, considerando 3 veces la desviación estándar.
Límite de cuantificación	$I(^{202}\text{Hg})$	Promedio de la intensidad para el isótopo de mercurio de mayor abundancia natural $I(^{202}\text{Hg})$, medida en la muestra blanco de ácido nítrico al 2 %, considerando 5 veces la desviación estándar
Intervalo lineal	$I(^{202}\text{Hg})$	Se prepararon diferentes contenidos de Hg en disolución acuosa con 2 % HNO_3 , se evalúa el Intervalo lineal de

		la intensidad para el isótopo de mercurio de mayor abundancia natural $I(^{202}\text{Hg})$
Intervalo de trabajo	$I(^{202}\text{Hg})$	Intervalo de la intensidad para el isótopo de mercurio de mayor abundancia natural $I(^{202}\text{Hg})$, con la incertidumbre relativa expandida requerida (1 al 2) %.
Veracidad	$w(\text{Hg})$	Para la muestra de proteína de pescado, se comparó la fracción de masa de mercurio $w(\text{Hg})$ medida con respecto a la del valor certificado
Precisión • Repetibilidad	$R_b = ^{201}\text{Hg}/^{202}\text{Hg}$	Se consideró el coeficiente de variación de $R_b = ^{201}\text{Hg}/^{202}\text{Hg}$ medida en la muestra de proteína de pescado.
Precisión Reproducibilidad	CV	Se empleó coeficiente de variación de $R_b = ^{201}\text{Hg}/^{202}\text{Hg}$ medida en las 6 muestras de proteína de pescado.
Sensibilidad	$I(^{202}\text{Hg}) / w(\text{Hg})$	Se obtuvo del promedio de la intensidad $I(^{202}\text{Hg}) / w(\text{Hg})$
Recuperación	DORM4	Con la muestra (DORM-4) de proteína de pescado, se comparó la fracción de masa de mercurio $w(\text{Hg})$ medida con respecto a la del valor certificado
Robustez	DORM4 DMR-493a APMP.QM-S19	Para la prueba de robustez del método de medición, se emplearon tres diferentes matrices, muestra de proteína de pescado y dos matrices de camarón a diferentes contenidos.
Incertidumbre	$U[w(\text{Hg}, x)]$	La incertidumbre de la medición obtenida para la muestra de proteína de pescado

3. RESULTADOS

3.1. Evaluación de interferencias

Como resultado de la evaluación de las interferencias mostradas en la Tabla 1, se concluyó que el Hg presenta interferencias del tipo isobáricas de platino (^{196}Pt y ^{198}Pt) y de plomo (^{204}Pb), derivado a que los isótopos de ^{196}Hg , ^{198}Hg y ^{204}Hg son los de menor abundancia isotópica, no se seleccionaron para realizar la medición de las mezclas, por lo anterior dichas interferencias no afectan a la medición de Hg. Con respecto a las interferencias poliatómicas de óxido de osmio (OsO), óxido de Hafnio (HfO), óxido de tungsteno (WO), óxido de renio (ReO) y óxido de Talio (Talio), con la medición preliminar realizada, se corroboró que la muestra no presentaba la formación de dichas interferencias, por lo anterior no fue necesario realizar la corrección de interferencias.

3.2. Relaciones isotópicas de las mezclas

Se realizaron los gráficos de relaciones isotópicas de R_b con respecto al $E(R)$. En la Tabla 3 se presentan las R_b que fueron seleccionadas como óptimas con un valor $E(R)$ en un intervalo de (2 – 3), para la preparación gravimétrica de los pares de mezclas para la medición de Hg [16,17].

Tabla 3. Error de amplificación para cada R_b , seleccionada en la medición de Hg.

Relación isotópica	R_b seleccionado	Factor E(R) calculado
$R_b = {}^{201}\text{Hg}/{}^{202}\text{Hg}$	2.5	1.3

3.3. Resultados del proceso de digestión

Se logró la digestión completa de la matriz de proteína de pescado DORM4 y muestras de camarón, empleando el método de digestión ácida desarrollado para las muestras en sistema de reacción acelerada por microondas (MW) que se muestra en la Tabla 4.

Tabla 4. Método de digestión ácida por MW empleado para la muestra de pescado y camarón.

Etapas	Tiempo de rampa (min)	Temperatura (°C)	Tiempo de permanencia (min)	Presión (kPa)
1	20	150	50	250
2	45	150	35	200
3	35	190	45	300
4	35	200	60	350

En la Tabla 4 se muestra un resumen del método de digestión desarrollado para la digestión de las muestras. Se aplicó un proceso de predigestión a las muestras, el cual está integrado por la primera etapa del método de digestión descrito en la Tabla 5. Una vez aplicada la etapa de predigestión se dejaron las muestras a condiciones de temperatura y presión del laboratorio durante un periodo de 12 horas antes de aplicar las etapas de la digestión, con la finalidad de estabilizar el Hg en disolución y evitar su pérdida al momento de abrir los vasos de digestión XP-1500.

3.4. Resultados de la optimización instrumental

En la Tabla 5 se presenta un resumen de los resultados de la optimización instrumental para la medición de las relaciones para los isótopos de Hg, los valores de las relaciones isotópicas medidas fueron comparadas con los valores emitidos por la IUPAC donde se observa que se obtuvieron resultados satisfactorios [15].

Tabla 5. Resultado de optimización instrumental para la medición de Hg.

Relación isotópica	IUPAC	Medición	Repetibilidad [CV (%)]	Sesgo (%)
$R_z ({}^{201}\text{Hg}/{}^{202}\text{Hg})$	0.4413	0.4493	0.18	1.8
$R_z ({}^{200}\text{Hg}/{}^{202}\text{Hg})$	0.77361	0.7873	0.76	1.6
$R_z ({}^{200}\text{Hg}/{}^{199}\text{Hg})$	1.3693	1.3911	0.50	1.6

En la Tabla 6 se presenta un resumen de los parámetros instrumentales obtenidos durante la optimización del método de medición de los isótopos de Hg.

Tabla 6. Parámetros instrumentales para la medición de Hg.

Parámetro	Condiciones
Potencia de la radiofrecuencia (W)	1550
Flujo de gas acarreador (L/min)	0.849
Flujo de muestra al separador (mL/min)	2
Flujo del cloruro estanoico (mL/min)	1
Flujo de residuos (mL/min)	1
Número de picos por muestra	6
Réplicas/Corridas	10/100

El método de dilución isotópica en dos etapas con igualación de la relación isotópica, implica el tratar de igualar al máximo las relaciones isotópicas $R_{bx} \approx R_{bz}$ para minimizar el efecto del sesgo en la medición elemental. El resultado para esta medición fue del intervalo de diferencias entre $R_{bx} - R_{bz} = (5.3 \text{ a } 6.3) \%$, el cual afectó en un sesgo del -2.8% .

3.5. Resultados de la validación del método

En la Tabla 7 se presentan los resultados de las características de desempeño para el $w(\text{Hg})$ en pescado DORM4. En la Tabla 7 se muestra el resultado de la incertidumbre obtenida para cada una de las relaciones isotópicas R_{bx} del Hg en la muestra de proteína de pescado.

Tabla 7. Resultados de $U[w(\text{Hg}, x)]$ en proteína de pescado para las relaciones isotópicas seleccionadas a medir R_{bx} .

Muestra	${}^{201}\text{Hg}/{}^{200}\text{Hg}$	${}^{201}\text{Hg}/{}^{202}\text{Hg}$	Promedio
$w(\text{Hg}, x)$ mg/kg	0.4001	0.4012	0.4007
$U[w(\text{Hg}, x)]$	0.0039		

En la Figura 2, se muestran los resultados de $w(\text{Hg})$ y su incertidumbre indicada por las líneas negras segmentadas en proteína de pescado DORM4, en

fracción masa (mg/kg) de la medición del Hg para cada una de las seis muestras para cada relación isotópica R_{bx} .

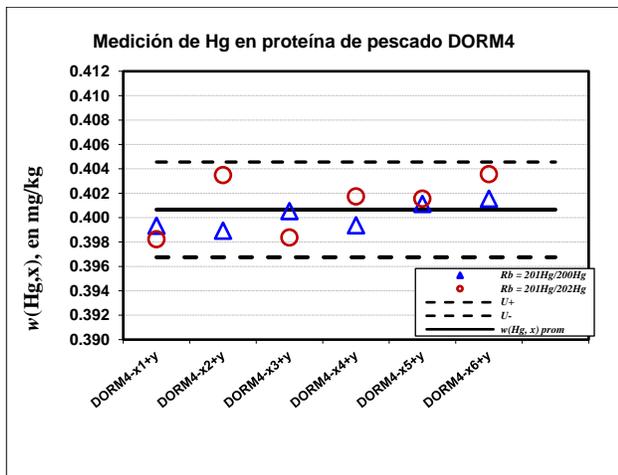


Fig. 2. Resultados de $U[w(Hg, x)]$ en proteína pescado DORM4 para cada una de las relaciones isotópicas medidas.

Los resultados de la $U[w(Hg, x)]$ para las 6 muestras se observan satisfactorios, se encuentran dentro del intervalo de la incertidumbre expandida, cabe mencionar que las muestras fueron medidas de manera aleatoria.

En la Tabla 8 se presentan los resultados de las características de desempeño del método de medición de Hg, dilución isotópica con sistema de vapor frío acoplado a Espectrómetro de masas de triple cuadrupolo con fuente de plasma de acoplamiento inductivo (VF-DI-ICP-QQMS).

Tabla 8. Resultados de las características de desempeño de validación del método de medición de Hg en DORM4.

Característica de desempeño	Resultado																								
Selectividad: Confirmación de la identidad → Específico	Con la revisión de interferencias y adicional con las tres diferentes matrices, se confirma que el método es selectivo al 100 %, es decir es Específico para medir las relaciones isotópicas $R_b = {}^{201}\text{Hg}/{}^{200}\text{Hg}$ y $R_b = {}^{201}\text{Hg}/{}^{202}\text{Hg}$																								
	<table border="1"> <thead> <tr> <th rowspan="2">Muestra</th> <th colspan="2">$R_b = {}^{201}\text{Hg}/{}^{200}\text{Hg}$</th> <th colspan="2">$R_b = {}^{201}\text{Hg}/{}^{202}\text{Hg}$</th> </tr> <tr> <th>Preparación gravimétrica</th> <th>Medición</th> <th>Preparación gravimétrica</th> <th>Medición</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Proteína DORM4</td> <td>3.32</td> <td>3.48</td> <td>2.50</td> <td>2.63</td> </tr> <tr> <td>APMP-QM-S19</td> <td>3.33</td> <td>3.46</td> <td>2.51</td> <td>2.63</td> </tr> <tr> <td>DMR-493</td> <td>6.66</td> <td>9.35</td> <td>4.87</td> <td>6.75</td> </tr> </tbody> </table>	Muestra	$R_b = {}^{201}\text{Hg}/{}^{200}\text{Hg}$		$R_b = {}^{201}\text{Hg}/{}^{202}\text{Hg}$		Preparación gravimétrica	Medición	Preparación gravimétrica	Medición	Proteína DORM4	3.32	3.48	2.50	2.63	APMP-QM-S19	3.33	3.46	2.51	2.63	DMR-493	6.66	9.35	4.87	6.75
Muestra	$R_b = {}^{201}\text{Hg}/{}^{200}\text{Hg}$		$R_b = {}^{201}\text{Hg}/{}^{202}\text{Hg}$																						
	Preparación gravimétrica	Medición	Preparación gravimétrica	Medición																					
Proteína DORM4	3.32	3.48	2.50	2.63																					
APMP-QM-S19	3.33	3.46	2.51	2.63																					
DMR-493	6.66	9.35	4.87	6.75																					
Límite de detección	$I({}^{202}\text{Hg}) = 0.5 \mu\text{g}/\text{kg}$																								
Límite de cuantificación	$I({}^{202}\text{Hg}) = 0.7 \mu\text{g}/\text{kg}$																								

Intervalo lineal	$I({}^{202}\text{Hg}) = (0.5 - 12) \mu\text{g}/\text{kg}$												
Intervalo de trabajo	$I({}^{202}\text{Hg}) = (0.7 - 8) \mu\text{g}/\text{kg}$												
Veracidad	Fracción de masa medida en la muestra de proteína de pescado del DORM4, $w(\text{Hg}) = 0.4007 \mu\text{g}/\text{kg}$. Se obtuvo un sesgo de -2.8 %												
Precisión	<ul style="list-style-type: none"> Repetibilidad Reproducibilidad Repetibilidad de 0.4 % Reproducibilidad de 1.0 %												
Sensibilidad	$I({}^{202}\text{Hg})/w(\text{Hg})$ de 30 800 cps (cuentas por segundo) / $\mu\text{g}/\text{kg}$												
Recuperación	Recobro de 97.2 %, con base a la medición de la muestra de proteína de pescado DORM4												
Robustez	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Muestra</th> <th>$w(\text{Hg}, x)$ mg/kg</th> <th>$U_{rel}[w(\text{Hg}, x)]$ (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Proteína DORM4</td> <td>0.4007</td> <td>1 %</td> </tr> <tr> <td>APMP-QM-S19</td> <td>0.12</td> <td>4 %</td> </tr> <tr> <td>DMR-493</td> <td>0.07</td> <td>5 %</td> </tr> </tbody> </table>	Muestra	$w(\text{Hg}, x)$ mg/kg	$U_{rel}[w(\text{Hg}, x)]$ (%)	Proteína DORM4	0.4007	1 %	APMP-QM-S19	0.12	4 %	DMR-493	0.07	5 %
	Muestra	$w(\text{Hg}, x)$ mg/kg	$U_{rel}[w(\text{Hg}, x)]$ (%)										
	Proteína DORM4	0.4007	1 %										
APMP-QM-S19	0.12	4 %											
DMR-493	0.07	5 %											
Incertidumbre	Incertidumbre expandida relativa de (1 a 5) %												

En la Figura 3, se muestran los resultados de la fracción de masa de Hg obtenida, la cual se puede observar que es consistente con el valor certificado del DORM4, incluso se puede observar que se obtuvo una incertidumbre menor con respecto al valor certificado.

4. DISCUSIÓN

Con base a la muestra de proteína de pescado DORM4, se obtuvieron valores muy consistentes entre las 6 muestras medidas para la fracción de masa de Hg, como se presenta en la Figura 3, se tiene un sesgo negativo relativo del -2.8 %, con respecto al valor certificado del DORM-4 (0.412 ± 0.036) mg/kg de Hg, el cual muy probablemente esté relacionado con dos factores, la característica volátil del Hg y la diferencia obtenida de $R_{bx} \approx R_{bz}$, donde esta última pudo haberse afectado por la volatilidad del Hg durante la preparación de las muestras. Sin embargo, la incertidumbre relativa fue bastante satisfactoria del 1 %. Se observó variabilidad en la muestra x2 (ver Figura 2), con respecto a las dos relaciones isotópicas medidas, que posiblemente se deba a la variabilidad instrumental, proveniente del acople del separador gas-líquido, en cual se llegaron a observar en algunas ocasiones, pequeñas proyecciones de gotitas de líquido en la pared interna del separador, las cuales fueron minimizadas entre cada bloque, sin embargo, aparecían ocasionalmente durante la medición.

El método de medición de mercurio total, empleando dilución isotópica con el sistema de separador gas-líquido que genera el vapor frío de Hg, es un método específico para la reacción de mercurio con el cloruro estano, el Hg en forma de vapor es medido en el

ICP-QQMS, en donde se confirmó que la muestras no presentaba la formación de las interferencias en las relaciones isotópicas seleccionadas.

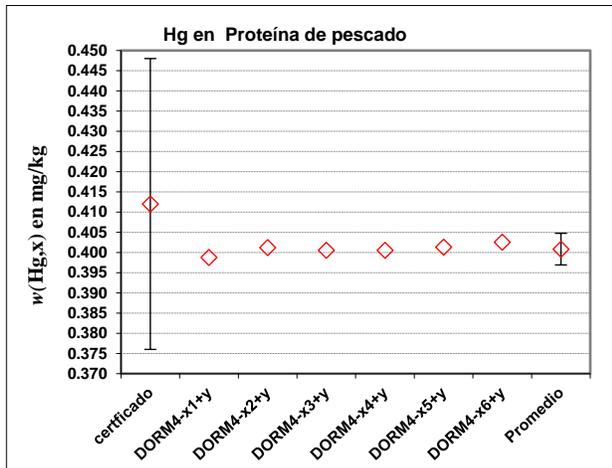


Fig. 3. Resultados de $w(\text{Hg}_x)$ en el DORM4 Proteína de pescado.

5. CONCLUSIONES

Se logró la validación del método de medición de mercurio elemento de alto reto analítico, empleando dilución isotópica en dos etapas con igualación de la relación isotópica y el sistema de vapor frío acoplado al espectrómetro de masas de triple cuadrupolo con plasma acoplado inductivamente (VF-DI-ICP-QQMS) en modo no-gas, que forma parte del CNM-PNQ-5 Patrón Nacional de Cantidad de Sustancia de Elementos Químicos empleando el Método de Dilución Isotópica, con lo cual se ampliará su capacidad de medición. Las características de desempeño de la validación fueron satisfactorias, a pesar de que el Hg es un elemento volátil y a que se encuentra en contenido muy bajo (mg/kg) en matrices marinas, que son de naturaleza complejas por contener un gran contenido de elementos alcalinos y alcalinotérreos, estos últimos fueron separados satisfactoriamente con el separador gas-líquido.

La volatilidad del Hg se observó durante el desarrollo del método, por lo que se tuvieron que tomar medidas de cuidado durante el tratamiento de las muestras, lo cual tomó periodos más largos de preparación para evitar la pérdida del Hg y mejorar por medio de disminuir el sesgo.

Adicionalmente el método de dilución isotópica se enfoca a medir la relación isotópica, por lo que ayuda

a mejorar el sesgo, pero se debe cuidar la relación isotópica del su par $R_{bx} \approx R_{bz}$ para evitar que haya diferencia significativa entre ambos valores.

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos a Dr. Steve Long del NIST de Estados Unidos de América y Dr. Olaf Rienitz del PTB, INM de Alemania, por su apoyo durante las mejoras realizadas en el CENAM para el Patrón Nacional Primario de Cantidad de sustancia para elementos químicos empleando el método de dilución isotópica. Agradecimiento especial al Regional Fund Quality Infrastructure for Biodiversity and Climate Protection in Latin America and the Caribbean, por el financiamiento para llevar a cabo este Subproyecto: Mercurio en Peces del Amazonas.

REFERENCIAS

- [1] Silva H. G, García M.R, Solís S, Martínez S. & Scharek P. Presencia del Hg total en una relación suelo-planta-atmósfera al sur de la sierra gorda de Querétaro, México, Revista Especializada en Ciencias Químico-Biológicas, 15(1):5-15, 2012.
- [2] Rodríguez M., J.P, Carbonel Martín, G. & Grau Corbí, J.M. Sistemas de Información Geográfica como herramienta para evaluar la aportación antrópica de mercurio en suelos. Revista Geográfica de América Central No. Especial, 151-168 (2010).
- [3] Mason, R.P., Fitzgerald, W.F. & Morel, F.M.M. The biogeochemical cycling of elemental mercury: Anthropogenic cycling of elemental mercury: Anthropogenic influences. *Geochem. Cosmochim. Acta* 58, 3191-3198 (1994).
- [4] Convenio Minamata 2013.PNUMA
- [5] Mejía P. C. E. & Herrera M. A., De las Rocas a los Huesos. Presencia de metales pesados en medio ambiente, sitios arqueológicos y restos óseos en el sur de la Sierra Gorda, Querétaro.
- [6] Moon-Kyung K. & Kyung-Duk Z., Fate and Transport of Mercury in Environmental Media and Human Exposure, *Journal of Preventive Medicine & Public Health*, (2012); 45:335-343.
- [7] Editorial Academia Española. (2013). ISBN: 978-3-659-07862-0 Norma general del CODEX para los contaminantes y las toxinas presentes en los alimentos y piensos (CODEX STAN 193-1995). Salud, Organización Mundial de la. 2009.
- [8] Reference, European Commission Community Bureau of Certification Report: The certification of the contents (mass fractions) of the total and methyl mercury in two tuna fish

- materials CRMs 463 and 464. Luxembourg: Official Publications of the European Communities, 2004.
- [9] Shah A.Q., Kazi T.G., Baig J.A., Afridi H.I., Kandhro G.A., Arain M.B., Kolachi N.F., Wadhwa S.K., Total mercury determination in different tissues of broiler chicken by using cloud point extraction and cold vapor atomic absorption spectrometry. Pakistan: Food and Chemical Toxicology, 2010, Vol. 48.
- [10] Henrion A. (1194) Fresenius J. Anal. Chem. 350:657-658.
- [11] L. Mackay G., Taylor C. P., Myers R. B, Earns R., and King B, High accuracy analysis by isotope dilution mass spectrometry using an iterative exact matching technique, Accred Qual Assur (2003) 8: 191-194.
- [12] Long E. S y Kelly R.W. Determination of Mercury in Coal by Isotope Dilution Cold-Vapor Generation Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry. Analytical Chemistry, 74, 1477-1483 (2002).
- [13] Informe del "Regional Fund Quality Infrastructure for Biodiversity and Climate Protection in Latin America and the Caribbean", at the sub-project "to improve the measurement capabilities of the laboratories of Latin American countries through the development of measurement methods for mercury species in fish".
- [14] ISO 14644 Part 1: 2015 Cleanrooms and associated controlled environments Classification of air cleanliness by particle concentration
- [15] International Union of Pure and Applied Chemistry. Inorganic Chemistry Division, Commission on Atomic Weights and Isotopic Abundances. Atomic Weights of Elements 2003. IUPAC Technical Report). Preparado para publicación por: R. D. Loss. Pure Appl. Chem., Vol 75, No. 8, 2003, pp. 1107-1122.
- [16] Adriaens G. A., Kelly R. W., and Freddy C., Adams C. F. (1993). Propagation of Uncertainties in Isotope Dilution Mass Spectrometry Using Pulse Counting Detection. American Chemical Society, 65, 660-663.
- [17] Arvizu R., Valle E., y Reyes A., Implementación del método de dilución isotópica de dos etapas en la medición de Cd y Zn en tejido de molusco. Simposio de Metrología 2006.
- [18] Valle E., Arvizu R., y Lara 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, Simposio de Metrología 2014.
- [19] Rienitz O, Development of analytical chemistry Primary Method for the determination of physiologically relevant inorganic components in human serum, PTB-Report, PTB-ThEx-19, Brawnschweig, De., 2001.
- [20] ISO-GUM, Guide to the Expression of Uncertainty in Measurements, ISBN 92-67-10188-9, 1st Ed., International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland, 1995.
- [21] EURACHEM-CITAC, Guide: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 2nd. Edition, 2000, ISBN 0 948926 15-5.
- [22] EURACHEM, The Fitness for Purpose of Analytical Methods, A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics 2nd. Edition, 2014. ISBN 978-91-87461-59-0.

DESARROLLO DE UN CANDIDATO A MATERIAL DE REFERENCIA (MR) DE ARN SINTÉTICO PARA LA DETERMINACIÓN DE SARS-CoV-2 EN ENSAYOS DE RT-qPCR

Guillermo Gaj Merlera, Ivana Arrieta, Andrea Belaus y Gabriel Spahn
Ceproc
Pabellón José Penna - Santa María de Punilla - Córdoba - Argentina
+54 3541 489651 gspahn@ceproc.uncor.edu

Resumen: El candidato a material de referencia en desarrollo contiene un preparado de ARN sintético transcrito *in vitro* de una región del gen N SARS-CoV-2, elaborado para ensayos de RT-qPCR. Consiste en un liofilizado de fragmentos de ARN del virus envasado en crioviales. El material emula copias de virus. El coeficiente de variación porcentual para estimar la homogeneidad fue de 3,15%. La diferencia en el número de ciclos obtenidos para una muestra fue de 0,16 en cien días mientras que en trece meses fue de 2,97. Esto indica que el material candidato en desarrollo es estable hasta los cien días.

1. INTRODUCCIÓN

La infección por SARS-CoV-2, el agente etiológico de la pandemia de COVID-19, se acompaña de la eliminación del virus en las heces [1]. Algunos investigadores decidieron monitorear la presencia de SARS-CoV-2 en aguas residuales en relación con los niveles de virus eliminados durante la infección. De esta manera podrían inferir la presencia del virus en personas sintomáticas y asintomáticas [2].

Los modelos epidemiológicos fueron basados en la cuantificación del virus en aguas residuales o grises de servicios de redes cloacales [3-4]. Con estos modelos se comprende con un alto grado de fiabilidad la verdadera magnitud de la epidemia en un lugar y en un momento dado y se puede utilizar como una herramienta eficaz de alerta temprana para predecir brotes epidémicos. Asimismo, se pueden relacionar la cuantificación de virus con la prevalencia de la enfermedad por muestreo en redes cloacales. Estas redes permiten muestreos en puntos específicos relacionados directamente con viviendas.

Los materiales de referencia (MR) de ARN con carga viral definida de SARS-CoV-2 son una herramienta muy valiosa para una mejor armonización de los ensayos de PCR en los laboratorios de análisis tanto clínicos como ambientales. Estos materiales son empleados en ensayos de aptitud, control de productos de diagnóstico molecular, validaciones de metodologías y controles de calidad. Los materiales de referencia certificados (MRC) garantizan además trazabilidad metrológica a escalas convencionales. Los MR biológicos son difíciles de obtener debido a

su complejidad, particularmente aquellos que contienen microorganismos en cuanto a determinar sus niveles o concentraciones.

Por otra parte, asegurar la homogeneidad y estabilidad de un MR biológico es otro desafío para laboratorios de elaboración de MR.

Durante los primeros meses de pandemia, no se disponía de un MR para detectar SARS-CoV-2. Los laboratorios de análisis clínicos, ambientales y los desarrolladores de reactivos de diagnóstico molecular requerían MRC para validar sus ensayos de detección y carga viral basados en pruebas de ácido nucleico. La OMS bajo la emergencia sanitaria aprobó reactivos y protocolos sin la utilización de MRC con posterior regulación frente al desarrollo y disponibilidad de MRC.

La rápida caracterización de la secuencia de ARN del SARS-CoV-2 permitió el diseño y síntesis de fragmentos característicos del virus [5]. El diseño, la selección de secuencias características y la generación de gran cantidad de copias de esos fragmentos resulta en copias genómicas equivalentes (*cge*) del virus con relevancia en análisis cuantitativo.

Este genoma equivalente obtenido en cantidades suficientes puede ser utilizado para la elaboración de CRM de utilidad para cuantificar su presencia en aguas residuales o en el diagnóstico de la carga viral por RT-qPCR. Este genoma equivalente es un derivado sintético del virus con la ventaja de que no es una copia del virus con riesgo biológico.

En la estrategia de elaboración de un MR y los requisitos de Homogeneidad y Estabilidad son estudiados con rigurosidad, tal como lo sugiere la guía ISO 17034:2016. En el caso de material genético se sabe que se pueden conservar a muy bajas temperaturas (tal como es el caso de vacunas para COVID-19) o a temperatura ambiente de fragmentos de ARN liofilizados que luego se pueden reconstituir en un volumen de líquido [6-8]. Esta decisión es un paso importante del procedimiento de producción del MR con genoma equivalente. En este trabajo elaboramos un candidato a material de referencia de ARN con carga viral definida de SARS-CoV-2 liofilizado a partir de un lote piloto. Además, nos propusimos establecer los procedimientos de estudios de homogeneidad y estabilidad para su caracterización.

2. MATERIALES Y MÉTODO

Utilizamos material de plástico estéril, libre de ARNasas, ADNasas y pirógenos. Preparamos soluciones y diluciones con agua ultrapura Millipore tratada con lámpara de flash fotólisis para disminuir niveles de TOC y presencia de enzimas ARNasas. Trabajamos en ambiente estéril, en cabinas de bioseguridad con filtros HEPA (Clase IIa).

Diseño de un material de referencia de una región del gen N del virus SARS-CoV-2

La secuencia del genoma de referencia del virus SARS-CoV-2 se descargó de la base de datos NCBI (NC_045512.2) y la región del gen (N) de la nucleocápside (28068-29430) se utilizó para determinar la región a sintetizar. La región de 1363 pb (pares de bases) que contiene las regiones utilizadas por diferentes sistemas (China CDC, Hong Kong, Berlín, US CDC) y fue introducido en el plásmido pUC57-N (Gene Universal) [9-10]. Diseñamos iniciadores para la amplificación por PCR de la región N (Fwd: TAATACGACTCACTATAGGGGAATTGTGCGTGG ATGAGGC; Rev: GTCTCTGCGGTAAGGCTTG). La región promotora T7 de la ARN polimerasa se introdujo al iniciador forward.

Síntesis de Subregión N

Para la síntesis de ADN de la subregión N del virus SARS-CoV-2 se amplificaron 0,5 µl de plásmido pUC57-N con 0,5 µM Fwd-Nstd, 0,5 µM Rev-Nstd, 0,2 mM dNTPs, 1X tampón Pfu y 0,6U Pfu DNA polimerasa en volumen final de 50µl de agua libre

nucleasas. Utilizamos un termociclador 9700 (Perkin Elmer) con una desnaturalización inicial a 95 °C durante 1 min seguida de 35 ciclos a 95 °C durante 30 segundos, 58 °C por 30 segundos y 72 °C durante 3 minutos) y polimerización final a 72 °C durante 5 min. El producto de reacción de PCR se purificó utilizando columnas de sílice (MiniElute/Qiagen).

Síntesis de un fragmento de ARN de SARS-CoV-2 por transcripción *in vitro*

La síntesis de ARN *in vitro* se realizó con el kit MEGAscript™ T7 Transcription Kit (Ambion-AM1330) siguiendo las instrucciones del fabricante, en tres reacciones de 20 µl con 200 nanogramos de ADN a 37 °C durante 120 minutos en termociclador 9700 (PerkinElmer). El ADN molde se removió por tratamiento con ADNasa I (TURBO) a 37 °C durante 15 min. Las reacciones se detuvieron con acetato de amonio 5 M/EDTA 100 mM. El ARN sintético se purificó con cloruro de litio 7,5 M/EDTA 50 mM siguiendo las instrucciones del fabricante. El ARN precipitado se resuspendió en 20 µl de agua libre de ARNasas. El ARN sintético purificado se cuantificó por espectrofotometría UV-Vis y se calculó el equivalente en número de copias de ARN viral.

Cuantificación de ADN y ARN por Espectrofotometría UV-VIS

Los ácidos nucleicos obtenidos se cuantificaron por espectrofotometría UV-Vis de microvolumen (Implen NanoPhotometer N50) mediante la ecuación de Beer-Lambert resuelta para concentración:

$$C_{(moles/litro)} = A / \epsilon \cdot b \quad (1)$$

$$A = A_{260} - A_{320} \quad (2)$$

donde: $C_{(moles/litro)}$ es la concentración de ADN o

ARN en moles por litro de solución; A es la absorbancia corregida que se obtiene de la diferencia de absorbancias medidas a 260 nanómetros menos absorbancia a 320 nm; ϵ es el coeficiente de absorción molar dependiente de la longitud de onda (o coeficiente de extinción) expresado en litro/mol-cm y b es el camino óptico en cm.

En términos de la ecuación Beer-Lambert se define a factor (f) como:

$$f = 1/(\epsilon * b) \quad (3)$$

Los factores utilizados para ADN bicatenario y ARN fueron 50 ng/μl y 40 ng/μl, respectivamente.

Como resultado la concentración del analito se calcula según:

$$C_{(ng/\mu l)} = A \cdot f \cdot D \quad (4)$$

donde D es un factor de dilución para obtener absorbancias en el rango dinámico lineal.

Estimación del número de copias de ARN

En base a la concentración de ARN obtenido, a la cantidad de bases que componen el fragmento, se puede tener una estimación de la cantidad de copias de genoma equivalente por unidad de volumen.

$$cge_{(copias/\mu l)} = \left[\frac{C_{ARN(ng/\mu l)}}{(pb \cdot 321,47 + 18,02)} \right] \cdot 6,02 \times 10^{14} \cdot \frac{copias}{ng} \quad (5)$$

donde $cge_{(copias/\mu l)}$ es la cantidad de copias de genoma equivalente por microlitro de solución, $C_{ARN(ng/\mu l)}$ es la concentración de ARN en nanogramos por microlitro de solución y pb es cantidad total de ribonucleótidos (pares de base) en el fragmento sintetizado.

Preparación del MR NCC1701 liofilizado

El ARN sintético purificado y cuantificado se diluyó en agua libre de ARNasas para obtener aproximadamente $1,0 \times 10^6$ copias/μl, en ambiente estéril y fue fraccionado en tubos de 2 ml con tapa a rosca libres de ARNasas a razón de 50 μl por tubo. Las fracciones se congelaron en nitrógeno líquido y se almacenaron en ultracongelador a -80 °C, luego se liofilizaron y se almacenaron a temperatura ambiente. La liofilización se realizó en un liofilizador Labconco de 18 litros a -45 °C, 0,09 mBar durante 16 horas. El lote obtenido consistió en 96 crioviales mantenidos a temperatura ambiente. Una vez reconstituidos fueron mantenidos a -20 °C.

Caracterización con la técnica RT-qPCR

Los ensayos de estimación del valor de referencia, homogeneidad y estabilidad fueron realizados con la técnica analítica Retrotranscripción (RT) seguida de Reacción en cadena de la polimerasa en tiempo real (qPCR), cuya abreviatura aceptada es RT-qPCR. La retrotranscripción es requerida para convertir el ARN del virus en ADN por la acción de la enzima transcriptasa reversa. El valor de C_q se obtiene como la cantidad de ciclos requeridos para superar el valor umbral.

Las reacciones se llevaron a cabo en volumen final de 20 μl usando TransScript® Probe One-Step qRT-PCR SuperMix 2X (Transgene) con 5 μl de MR. Los iniciadores y sonda provistos por *Integrated DNA Technologies*:

CDC_2019-nCoV_N1-F: GACCCCAAATCAGCGAAAT,
 CDC_2019-nCoV_N1-R: TCTGGTACTGCCAGTTGAATCTG,
 CDC_2019-nCoV_N1-P: FAM-ACCCCGCATTACGTTTGGTGGACC-BHQ1

se agregaron en concentración de 500 nM y 125 nM respectivamente. Los ensayos se realizaron por triplicado en PCR tiempo real (AriaMx-Agilent). La retrotranscripción (RT) se realizó a 50 °C durante 5 minutos, seguido de activación enzimática a 95 °C por 2 minutos, y 45 ciclos de 95 °C por 3 segundos y 55 °C por 30 segundos. Los resultados se analizaron con software Agilent Aria 1.8, se estableció el umbral en 0,024 ciclos y línea de base comienzo y final en los ciclos 3 y 15 respectivamente. Muestras de hisopados nasofaríngeos positivos para SARS-CoV-2 se utilizaron como controles positivos y se incluyeron controles de blanco de reactivos. Los valores promedio de C_q reportados corresponden a la cantidad de ciclos a la cual las muestras superan el umbral establecido. Los ensayos fueron realizados por triplicado.

Estudios de Homogeneidad

El estudio de homogeneidad consistió en la evaluación de la dispersión del lote piloto en diez unidades del candidato a MR reconstituidos en 1 ml de agua ultrapura. Además, evaluamos la variabilidad dentro de una unidad del candidato reconstituida en 0,25 ml de agua ultrapura con cinco réplicas técnicas de ensayo con el coeficiente de variación porcentual (CV%).

Estudios de Estabilidad

El estudio de estabilidad se realizó con dos unidades del candidato a MR tomadas al azar, reconstituidas en 0,25 ml de agua ultrapura.

En el estudio de estabilidad se realizaron además ensayos con transcriptasa reversa y sin transcriptasa reversa para evidenciar la contaminación del material de referencia con fragmentos de genoma equivalente de ADN residual.

El estudio de estabilidad se realizó en el corto plazo con una unidad del candidato, reconstituida y conservada a -20 °C durante tres meses. Otro estudio a largo plazo se realizó con otra unidad del candidato reconstituida y conservada a -20 °C durante diecisiete meses.

3. RESULTADOS

De acuerdo a lo planificado se obtuvieron copias de ADN correspondientes a la región N de SARS-CoV-2.

3.1. Cuantificación de ADN

La cantidad de ADN de la subregión N sintetizada fue cuantificada a partir de una dilución 1:10 del material obtenido.

$$A = (0,228 - 0,021)$$

$$f = 50 \frac{ng}{\mu l}$$

$$D = 10$$

$$C_{(ng/\mu l)} = 0,207 \cdot 50 \frac{ng}{\mu l} \cdot 10 = 104 ng/\mu l$$

El ADN obtenido se utilizó como material para sintetizar copias de ARN.

3.2. Cuantificación de ARN sintetizado *in vitro*

La cantidad de ARN de la subregión N sintetizada fue cuantificada a partir de una dilución 1:32,5 del material obtenido.

$$A = (0,356 - 0,010)$$

$$f = 40 \frac{ng}{\mu l}$$

$$D = 32,5$$

$$C_{(ng/\mu l)} = 0,346 \cdot 40 \frac{ng}{\mu l} \cdot 32,5 = 449 ng/\mu l$$

Con la concentración obtenida por Espectrofotometría UV-Vis se pudo estimar la

cantidad de copias de genoma equivalente. En este caso la concentración de $449 ng/\mu l$ se asocia a

$$6,17 \times 10^{11} cge/\mu l.$$

Donde cge/ μl son copias de genoma equivalente por microlitro de solución. Esta estimación no considera la presencia de ADN, por lo que la concentración de ARN podría estar sobreestimada debida al ADN residual.

Esta producción se realizó a finales de diciembre de 2021. El lote piloto del candidato a MR fue liofilizado en 96 crioviales de 2 ml (Fig. 1). Ese lote se utilizó para la asignación del valor de Cq de referencia y para conducir los estudios de homogeneidad y estabilidad.

3.3. Estudio de Homogeneidad

Diez microviales reconstituidos fueron analizados por RT-qPCR. La tabla 1 resume los estadísticos asociados, donde N es la cantidad de unidades de MR ensayadas, Máx es el valor máximo de Cq obtenido, Mín es el valor mínimo de Cq obtenido, Rango es la diferencia entre el valor máximo y el mínimo hallados, Promedio es la media aritmética obtenida para los N valores, Desvío estándar es el desvío típico muestral, CV es el coeficiente de variación porcentual, Cuartil 1 es el cuartil correspondiente a valores inferiores al 25%, Cuartil 2 es el cuartil correspondiente a valores inferiores al 50% y cuartil 3 es el cuartil correspondiente a valores inferiores al 75%.

Tabla 1: Estadísticos obtenidos en el estudio de homogeneidad del lote piloto.

Estadístico	Valor
N	10
Máx (ciclos)	22,09
Mín (ciclos)	20,08
Rango (ciclos)	2,01
Promedio (ciclos)	21,33
Desvío Estándar (ciclos)	0,67
CV (%)	3,15
Cuartil 1 (ciclos)	21,18
Cuartil 2 (ciclos)	21,45
Cuartil 3 (ciclos)	21,78

Por otra parte, se evaluó la variabilidad dentro de una unidad del candidato reconstituida en 0,25 ml de agua ultrapura con cinco réplicas técnicas de ensayo.

Los estadísticos obtenidos fueron: N=5; Máx=19,67 ciclos; Mín=19,48 ciclos; Rango=0,19 ciclos; Promedio=19,56 ciclos; Desvío estándar= 0,09 ciclos; CV (%)=0,43 %; Q1=19,49 ciclos; Q2=19,54 ciclos y Q3=19,63 ciclos. La diferencia del Cq promedio de estas cinco réplicas (Cq 19,56) con respecto las diez unidades evaluadas previamente (Cq 21,33) se debe a que el volumen de reconstitución de las unidades candidatas a MR fue 4 veces menor (0,25 ml respecto de 1 ml). La diferencia teórica de un ciclo corresponde al doble del material genético de partida en la reacción, por lo tanto, los valores promedios de Cq obtenidos son equivalentes.

3.4. Estudio de Estabilidad

En el estudio de estabilidad se analizaron dos unidades del candidato a MR tomadas al azar, reconstituidas en 0,25 ml de agua ultrapura y conservadas a -20 °C. La tabla 2 muestra los valores de Cq obtenidos para la unidad candidata a MR ensayada para el estudio de estabilidad en el corto plazo.

Tabla 2: estudio de estabilidad en el corto plazo.

Tiempo (días)	Cq (ciclos)
12	19,56
112	19,72

Del estudio de estabilidad a corto plazo resulta que en cien días la diferencia del valor de Cq fue 0,16 ciclos (19,56 ciclos a 19,72 ciclos).

La tabla 3 muestra los valores de Cq obtenidos para una unidad candidata a MR ensayada para estudio de estabilidad a largo plazo.

Tabla 3: estudio de estabilidad a largo plazo.

Tiempo (meses)	Cq (ciclos)
4	24,22
5	26,11
17	27,19

Del estudio de estabilidad a largo plazo resulta que en trece meses la diferencia del valor de Cq fue 2,97 ciclos (24,22 ciclos a 27,19 ciclos).

Por otra parte, se ensayaron muestras con y sin transcriptasa reversa para la muestra de lote previo a la liofilización. Esta muestra fue conservada a -80 °C. Se obtuvo un valor de Cq con transcriptasa reversa de 14,9 ciclos, mientras que sin transcriptasa reversa el valor fue de 22,4 ciclos. Esta diferencia en el número de ciclos evidencia la presencia de ADN residual en el lote a candidato a MR de ARN con carga viral definida de SARS-CoV-2. Con una diferencia de 7,5 ciclos (22,4 ciclos - 14,9 ciclos) la relación de la cantidad de ARN respecto de la cantidad de ADN fue de 180.

4. DISCUSIÓN

Los valores de homogeneidad incluyen factores de influencia relevantes como son la reconstitución en un volumen con pipetas automáticas y el análisis posterior con diluciones a valores de Cq en el ámbito de trabajo de las curvas de calibraciones. El trabajo de Sema y col. [6] reporta un CV% inferior a 0,4 % para homogeneidad.

En el proceso de liofilización se observa una degradación del material genético. Esto se evidencia en los valores de Cq obtenidos para la muestra conservada a -80 °C sin liofilizar (14,9 ciclos) en comparación con el valor promedio obtenido para el estudio de homogeneidad (21,33 ciclos). Los resultados indican que es conveniente almacenar el candidato a MR liofilizado a bajas temperaturas.

Las diferencias observadas en los valores de Cq entre los estudios a corto y largo plazo puede ser explicada por el tiempo que el candidato a MR estuvo a temperatura ambiente antes de ser reconstituido y conservado a -20 °C, mostrando una degradación del material.

La cantidad residual de ADN en el material de referencia es debida a la baja eficiencia de la enzima ADNasa I en degradar el fragmento de ADN utilizado como molde en la síntesis de ARN *in vitro*. Se modificaron las condiciones de incubación (mayor tiempo y mayor cantidad de enzima) sin variaciones en la eficiencia, evidenciado por ausencia de cambio en la diferencia de Cq en las reacciones en presencia o ausencia de retrotranscriptasa.

5. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se logró diseñar y sintetizar un material genético como genoma equivalente como candidato a MR para utilizar en la cuantificación de SARS-CoV-2 para la vigilancia epidemiológica en aguas residuales, así como para ser empleado como control positivo en diagnóstico clínico.

Los valores de homogeneidad alcanzados son aceptables para el uso diseñado. Sin embargo, estudios futuros más rigurosos con sistemas precisos de análisis como la PCR digital y la disposición automatizada de muestras permitirían estimar la homogeneidad sin considerar la dispersión de resultados del análisis por ensayos de RT-qPCR. Los valores de estabilidad obtenidos indican que el candidato a material de referencia es estable al menos por cien días. Futuros estudios con conservación del material liofilizado a -20°C hasta el momento de transporte permitirían mejorar la estabilidad a largo plazo.

La cuantificación absoluta por PCR digital permitiría asignar el número de copias de genoma equivalente del candidato a MR en desarrollo. Dicho material se utilizaría para construir curvas de calibración en ensayos cuantitativos de RT-qPCR.

Para disminuir la presencia de ADN residual en la síntesis del material de referencia se podría utilizar como ADN molde, un plásmido linealizado que contenga la secuencia de interés. De esta manera sería factible el empleo de un método separativo basado en tamaño molecular.



Fig. 1. NCC1701 en crioviales.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido financiado por CEPROCOR (Centro de Excelencia en Productos y Procesos de la Provincia de Córdoba) a través del proyecto “Desarrollo de un estándar de ARN sintético para la detección y/o cuantificación de SARS-CoV-2 en ensayos de qRT-PCR”. Código de proyecto UBM-20_1.

REFERENCIAS

- [1] F. Xiao, et al. Evidence for gastrointestinal infection of SARS-CoV-2. *Gastroenterology*, vol. 158, pag. 1831-1833, 2020.
- [2] W. Randazzo, et al. SARS-CoV-2 RNA in wastewater anticipated COVID-19 occurrence in a low prevalence area. *Water research*, vol. 181, pag. 115942, 2020.
- [3] J. A. Vallejo, et al. Modeling the number of people infected with SARS-COV-2 from wastewater viral load in Northwest Spain. *Science of The Total Environment*, vol. 811, pag. 152334, 2022.
- [4] C. S. McMahan, et al. COVID-19 wastewater epidemiology: a model to estimate infected populations. *The Lancet Planetary Health*, vol. 5, pag. 874-881, 2021.
- [5] F. Wu, et al. "A new coronavirus associated with human respiratory disease in China", *Nature*, vol. 579, pag. 265-269, 2020.
- [6] A. Sema, et al. "The production and characterization of SARS-CoV-2 RNA reference material", *Analytical and bioanalytical chemistry*, vol. 413, pag. 3411-3419, 2021.
- [7] C. B. F. Vogels, et al. "Analytical sensitivity and efficiency comparisons of SARS-CoV-2 RT-qPCR primer-probe sets". *Nature microbiology*, vol. 5, pag. 1299-1305, 2020.
- [8] E. Hendrik. "Synthetic Single Stranded RNA (ssRNA) in Buffer", <https://crm.jrc.ec.europa.eu/p/EURM-019>, Fecha de consulta: 05/08/2022.
- [9] Centers for Disease Control and Prevention. "Research use only 2019—novel coronavirus (2019-nCoV) real-time RT-PCR primers and probes (2020)", <https://www.cdc.gov/coronavirus/2019-ncov/lab/rt-pcr-panel-primer-probes.html>, Fecha de consulta: 05/08/2022.
- [10] National Institute for Viral Disease Control and Prevention. "Specific primers and probes for detection of 2019 novel coronavirus (2020)", http://ivdc.chinacdc.cn/kyjz/202001/t20200121_211337.html, Fecha de consulta: 05/08/2022.

CALIBRADOR INDUSTRIAL PARA SIMULADOR SOLAR BASADO EN CELDA SOLAR DE REFERENCIA

Alexis A. García González, Héctor A. Castillo Matadamas, Juan C. Molina Vázquez.
Centro Nacional de Metrología.
k.m. 4.5 carretera a los Cues, 76246, Municipio de Marqués, Querétaro.
4422110500, hcastill@cenam.mx

Resumen: México está emergiendo en el uso de tecnologías fotovoltaicas debido a condiciones geográficas favorables, irradiancia anual promedio elevado y un socio comercial estratégico (USA) para la exportación de productos fotovoltaicos, en el siguiente documento se propone la construcción de un patrón para la clasificación de simuladores solares de área grande considerando los estándares internacionales IEC90604-9 y IEC90604-2. El presente dispositivo está compuesto por 6 circuitos de lectura que miden 36 celdas individuales cuya incertidumbre dentro de las condiciones de operación es de 1.1%.

1. INTRODUCCIÓN

El costo por cada Watt generado por tecnología fotovoltaica se ha abaratado en los últimos años a tal punto que es más caro generar esa misma cantidad de potencia (Watt) con combustible fósil. Esto se debe en gran medida al avance en materiales y tecnología de fabricación de celdas fotovoltaicas, al aumento en la eficiencia de conversión de las celdas además de que se ha incrementado la adopción de esta tecnología por parte de la población [1]. Por estas razones, los costos de fabricación de módulos fotovoltaicos han disminuido en todo el mundo, abriendo el acceso a energía de bajo impacto ambiental a menor costo. Sin embargo, la revolución tecnológica en este sector debe avanzar con infraestructura de la calidad en los diferentes territorios. En particular los países que producen módulos fotovoltaicos como el caso de México, hacen uso de regulaciones y estándares técnicos para asegurar la calidad de los productos involucrados en la generación de energía solar fotovoltaica.

En México, el mercado emergente de generación de energía solar fotovoltaica ha crecido en las últimas décadas, según el balance nacional de energía de 2019 [2], México produce un 11 % de su energía con métodos alternativos y dentro de ese porcentaje, la energía solar representaría aproximadamente un 3 % en todo el territorio mexicano, lo que se traduciría en 17 plantas de generación eléctrica solares distribuidos a lo largo del país según la asociación mexicana de energía solar (ASOLMEX) [3]. A pesar de que la cifra es aparentemente baja, el potencial para el desarrollo del mercado es muy alto debido a que el recurso solar anualizado promedio en el país es de 5.5 horas de sol por día (5500 W/m² por día),

por lo que es inevitable un avance paulatino del mercado de fotovoltaicos como fuente de generación limpia de energía en México, aunado al gran potencial de exportación hacia Estados Unidos de América de módulos fotovoltaicos.

La proliferación y crecimiento en México de plantas de generación fotovoltaica ha originado la necesidad de cumplir estándares técnicos en diversas áreas, particularmente en el área de fabricación de módulos fotovoltaicos. Los estándares aseguran la calidad y seguridad para los usuarios, además de asegurar las especificaciones técnicas de los módulos para cumplir con su función de producción de energía. Uno de estos estándares internacionales es la IEC90604-9:2007 (equivalente en México con la NMX-J-643/9-ANCE-2011), importante para el sector fabricante de módulos fotovoltaicos. El estándar recomienda el uso de celdas solares de referencia para medir la irradiancia debido a su rápida respuesta, caso contrario a los piranómetros [4]. Este estándar asegura el desempeño de los simuladores solares de área grande, instrumentos imprescindibles, usados ampliamente en las plantas de fabricación de módulos fotovoltaicos. Si los simuladores solares en planta no son capaces de cumplir técnicamente con el desempeño esperado, las mediciones realizadas, pueden falsear la información técnica asentada en las etiquetas de especificación de los módulos fabricados.

En el presente trabajo se desarrolla una propuesta de diseño, evaluación y construcción de un patrón de medición para desarrollar las pruebas de clasificaciones de simuladores solares pulsados y continuos de acuerdo con la norma IEC90604-9 utilizando un módulo fotovoltaico de fabricación especial con el cual es posible determinar la no-

uniformidad de irradiancia de una fuente luminosa en un área de aproximadamente 2 m² subdividido en 72 secciones. Varios sistemas se han desarrollado que atacan el mismo objetivo [5],[6],[7], sin embargo, el dispositivo presentado en este trabajo es capaz de realizar mediciones *in situ* adicionalmente al hecho de que sus propiedades mecánicas y ópticas emulan a un módulo fotovoltaico industrial convencional, este dispositivo se puede usar en cualquier simulador solar sin realizar ninguna modificación. La versatilidad y simplicidad del patrón asegura la realización de mayor número de mediciones en menor tiempo comparado con los métodos que utilizan celdas solares de referencia y se espera que este patrón de uniformidad ayude a clasificar los simuladores solares de área grande en menor tiempo; aumentando de este modo la frecuencia de las pruebas en los simuladores utilizados en plantas industriales de fabricación de módulos fotovoltaicos.

2. DESARROLLO

El módulo para medición de no uniformidad (MMNU) se construyó a partir de los requerimientos de las normas internacionales IEC60904-9:2007 y IEC60904-2:2007, principalmente del apartado concerniente a la no uniformidad de irradiancia. (*“Definitions of solar simulator classifications”*, IEC60904-9:2007).

2.1. Requerimientos de diseño

Se consideraron tres requerimientos esenciales para el presente prototipo, de los cuales, el primero de ellos es la resistencia de carga, esta resistencia permite una conversión de corriente a tensión eléctrica cuando la celda es irradiada, la norma (IEC60904-9:2007) indica que esta resistencia se selecciona usando la desigualdad ($I_{SC} \cdot R_{CAL} < 0.03 \cdot V_{OC}$), donde R_{CAL} es la resistencia de carga, I_{SC} es la corriente en corto y V_{OC} es el voltaje a circuito abierto, esta relación es empleada para el caso de dispositivos de referencia. Cuando la corriente I_{SC} es muy alta como en el caso de las celdas solares comerciales, la resistencia puede ser mayor a la indicada en la desigualdad conservando la proporcionalidad corriente-tensión eléctrica medida a través de la resistencia.

El segundo requisito indica que la medición de no uniformidad en simuladores solares de área grande se debe de llevar a cabo bajo las mismas condiciones que lo haría un módulo comercial, por lo tanto, las características mecánicas y ópticas del MMNU se

diseñaron tomando como referencia a un módulo fotovoltaico comercial. Las características consideradas son: tamaño de la celda (detector), encapsulado de las celdas, espaciado de celdas y las dimensiones del módulo. Adicionalmente, dentro de las especificaciones ópticas, el detector debe de tener una respuesta espectral apropiada para un simulador solar de área grande, por lo tanto, se optó por del uso de celda solar de silicio monocristalino con una respuesta espectral entre 350nm a 1100 nm. El último requerimiento considera que el área de prueba debe de ser cubierta en un 100 % por las mediciones del detector, por esta razón el módulo de uniformidad se construyó con 36 celdas que miden la irradiancia individualmente, logrando un mapa con 72 regiones, rotando el MMNU en dos posiciones diferentes.

2.2. Construcción y procedimiento de medición.

En el MMNU se soldó cada resistencia de carga a las terminales de cada una de las celdas individuales prestando particular cuidado en la técnica de soldado, esto con el objetivo de evitar cualquier resistencia añadida durante la unión eléctrica. Para realizar la medición de tensión, se diseñó un módulo electrónico de lectura (ME) que se integra de 4 elementos, comunicación bluetooth, una etapa de amplificación con 3 amplificadores operacionales duales en configuración no inversora, medición de temperatura con hasta 6 termistores y un microcontrolador Microchip de la familia PIC18F, el cual posee un convertidor A/D de alta velocidad, necesario para medir hasta 6 celdas multiplexadas en un lapso menor de 10ms, logrando así, mediciones cuasi simultáneas entre grupos de celdas. Seis módulos electrónicos se fijaron al *“backsheet”* del MMNU con silicón para alta temperatura junto con una batería de 4000 mAh que energizaría al sistema por 19 horas ininterrumpidas.



Fig. 1. Módulo de uniformidad (MMNU).

Para el control y medición con el MMNU, se desarrolló un software de interfaz de usuario en LabWindows CVI, el programa es capaz de conectarse al puerto serial Bluetooth de los ME y

comunicarse con los 6 microcontroladores incorporados para que envíen los datos almacenados en memoria de la última medición, una vez que los datos han sido recuperados se procede a desplegar la gráfica de irradiancia medida aplicando las correcciones de calibración de módulo.

Si el usuario lo considera pertinente, el software puede mostrar todas las celdas, o seleccionar una celda específica para la inspección del pulso de luz generado por el simulador solar pulsado, por otro lado, la interfaz cuenta con dos formas de medición, la medición manual se ejecuta inmediatamente después de seleccionarla y la medición automática que dispara el ciclo de medición cuando el ME detecta un aumento de tensión eléctrica en una celda, respecto a un valor previamente configurado, con esta función automática, se mide el destello del simulador solar sin conocer el momento del pulso de luz. Los tiempos de medición se ajustan por el usuario y fueron diseñados para obtener el máximo de mediciones para todas las celdas en el MMNU durante el pulso de luz del simulador industrial bajo prueba, el cual tiene una duración típicamente de 10 ms. La calibración del tiempo de medición no es requerida ya que únicamente se procesan las mediciones obtenidas durante la parte alta del pulso eliminando los extremos.

2.3. Calibración y trazabilidad

El proceso incluye 2 operaciones perfectamente diferenciadas, las cuales determinan los factores de corrección para las celdas y la reproducibilidad del instrumento. Cada celda de silicio monocristalino produce una corriente diferente bajo una iluminación uniforme proveniente de la fuente natural, esto es debido principalmente a variaciones de la resistencia en serie del circuito, la variación de la ganancia de los diferentes ME o a la degradación por distintas causas de la celda. La diferencia de corriente debe de ser corregida mediante un factor de compensación para la correcta operación del patrón MMNU.

Con el objetivo de medir la irradiancia absoluta, se dispone de una celda de referencia calibrada con un DSR (*differential spectral responsivity*) en el instituto nacional de metrología de la República Federal Alemana (PTB), con la cual se trazan las mediciones de irradiancia nominal de los simuladores bajo prueba. Además de la celda de referencia, también se da trazabilidad a la medición de temperatura con un termómetro previamente calibrado con un bloque igualador en el Centro Nacional de Metrología

(CENAM). Cabe mencionar que la medición de temperatura es diferencial (T2-T1), por lo que es necesario calibrar la linealidad de los sensores de temperatura con una incertidumbre requerida de 0.5 °C incorporados al MMNU e incluir la incertidumbre relacionada.

Para la determinación de los factores de corrección de las celdas se realiza en el exterior con un cielo completamente despejado con el sol en su cenit. Se corrobora que la irradiancia sea mayor o igual a 1000 W/m² con las lecturas de la celda de referencia. El procedimiento que se siguió para la medición de no-uniformidad comienza con la batería del MMNU cargada en su totalidad además de tener el sistema termalizado a una temperatura de 25 °C, también se comprueba la conexión con el sistema mediante bluetooth. Para obtener el factor de compensación de las celdas del MMNU, se realizaron mediciones en oscuro, cubriendo el módulo de cualquier fuente de iluminación externa, esta medición en oscuro se restará de las mediciones posteriores obtenidas a una temperatura de 30 °C, incidencia cuasi normal y con el MMNU estabilizado térmicamente a la sombra, sin luz incidente.

La medición se realizó de acuerdo con lo siguiente:

$$C_i = (\overline{M - O} + EB) \quad (1)$$

Donde C_i son las cuentas medidas corregidas, M representa las mediciones del convertidor A/D mientras que O representa el oscuro de las 300 lecturas, EB representa la deriva por la batería. Cumpliendo con las condiciones descritas previamente, se obtuvieron numerosas mediciones del convertidor A/D.

$$F_i = \frac{C_i}{C_1} + ET \quad (2)$$

F_i es el factor de compensación para la celda i , C_i es el promedio de las cuentas del convertidor A/D a lo largo de varios días en condiciones de medición similares promediado para la celda 1. ET es el error en la medición del factor F_i debido a la variación fuera de la temperatura nominal (en nuestro ejemplo 25 °C). El factor de compensación normalizará cualquier medición IRR_i que se realice en un simulador solar, de tal forma que para cada celda i .

$$IRR_i = F_i * C_i \quad (3)$$

Una vez que se tienen mediciones con el MMNU, se mide con la celda de referencia para obtener la

irradiancia absoluta que se transferirá a la celda 1, la cual se convertirá en la referencia para las demás celdas del MMNU. Una vez que se han transferido los datos de calibración, se procesan los datos para obtener el valor de no-uniformidad en irradiancia del simulador de acuerdo con la ecuación.

$$NU = \frac{MAX(IRRI) - MIN(IRRI)}{MAX(IRRI) + MIN(IRRI)} \quad (4)$$

Una vez que se determinó el porcentaje de no-uniformidad, se repite el mismo procedimiento para N=5 días, con los datos recolectados es posible emplear la siguiente ecuación para el cálculo de reproducibilidad.

$$R_{NU} = \frac{NU_1 + NU_2 + NU_3 + NU_4 + NU_5}{N} \quad (5)$$

3. RESULTADOS

3.1. Características del módulo de uniformidad

El módulo de uniformidad puede realizar hasta 10800 lecturas de los convertidores A/D en menos de 10 ms, lo cual es suficiente para poder medir la subida, estabilización y caída del pulso del simulador solar pulsado, la estabilidad de la tensión de la referencia de los convertidores A/D es interna al microcontrolador y usando una batería de litio de alta capacidad se evita que la tensión de los amplificadores tenga desviaciones significativas entre las primeras y últimas mediciones. Una medición de deriva de tensión de la batería durante un periodo de 148 minutos arrojó una tensión de (4.05 ± 0.05) V, con deriva del 1.23 % y en corto tiempo de 20 minutos, la deriva fue calculada en 0.52 %. En la Fig. 2 se observa el resultado de medición de la deriva de la batería, dato que fue considerado en el presupuesto de incertidumbres de la medición.

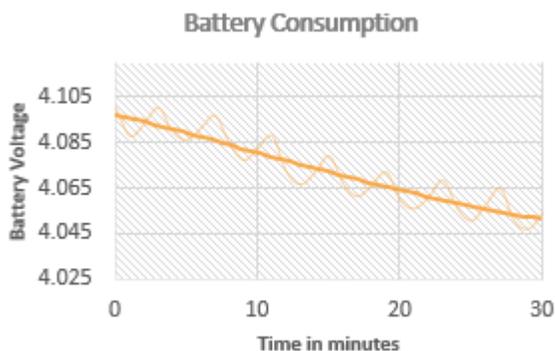


Fig. 2. Consumo de batería del sistema.

3.2. Factores de compensación

Usando los factores de compensación previamente calculados para cada celda se procede a corregir los valores de las mediciones, un ejemplo se puede apreciar en la figura 3, la gráfica azul es la versión corregida de los valores directamente extraídos del convertidor A/D (gráfica amarilla). Estos valores se encuentran en cuentas del convertidor A/D, sin embargo, representan una irradiancia específica que viene determinada por la celda de referencia, para este caso la celda de referencia indicaba 1075 W/m^2 , este valor se asigna a la celda 1 que será la referencia para calcular la irradiancia de las 36 celdas en una posición o 72 celdas con una segunda medición rotando el MMNU 180 grados sobre el plano. En el mapa (Fig. 4) se puede apreciar que los valores máximos y mínimos de irradiancia se localizan en la primera fila mientras que en las otras filas son valores cercanos al promedio general. Con estos valores provenientes de una fuente natural de radiación (el sol) es posible calcular el valor de no uniformidad de irradiancia con la ecuación (4).

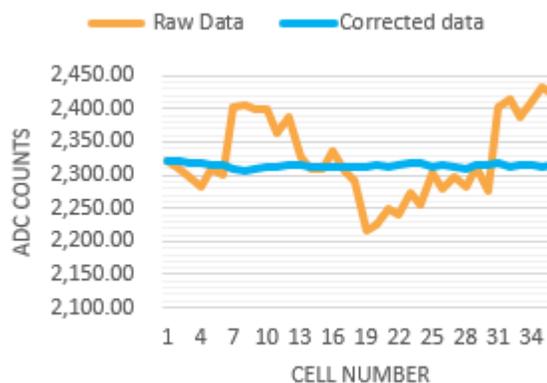


Fig. 3. Cuentas del convertidor A/D antes y después de la compensación.

Los valores de no uniformidad para esta medición en particular se presentan en la tabla 2, se sabe que la no uniformidad aumenta cuando se mide fuera de la región predeterminada de los $29.8 \text{ }^\circ\text{C}$ y $30.6 \text{ }^\circ\text{C}$, esto se debe a que los factores de compensación fueron estimados para ese intervalo de temperaturas y las celdas del MMNU tienen una respuesta no lineal de la corriente con respecto a la temperatura, por lo tanto, se tendría que calcular una serie de factores de compensación para distintas temperaturas en caso de requerirse para mediciones con temperatura *in situ* fuera del intervalo.

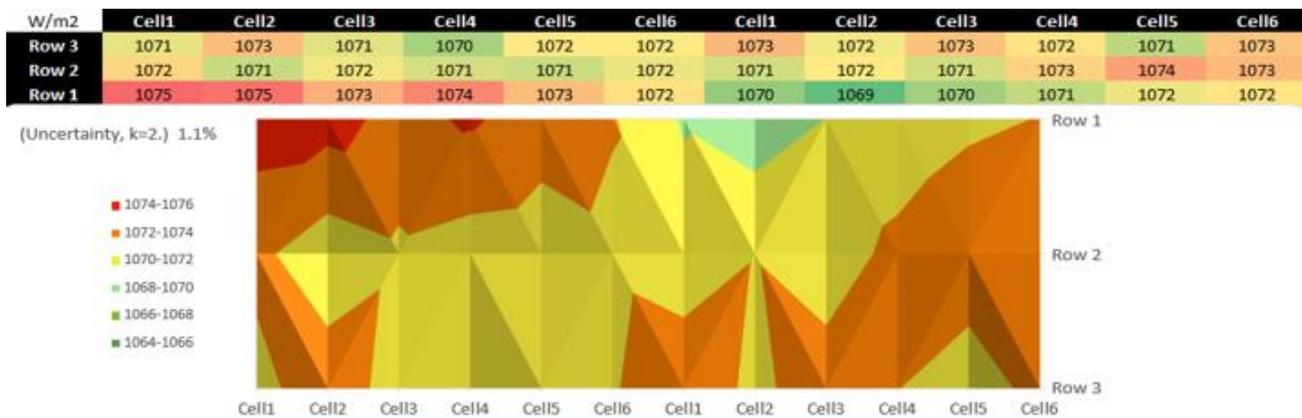


Fig. 4. Mapa de irradiancias del MMNU

Tabla 1. Estimación de la incertidumbre

Fuente de incertidumbre	Distribución de probabilidad	Desviación Estándar	Contribución (%)
Desviación temperatura	Gaussiana	0.005	0.3
Medición irradiancia en punto máximo	Gaussiana	35	31
Oscuro en punto máximo	Gaussiana	1	0.01
Medición Irradiancia en punto mínimo	Gaussiana	35	38
Oscuro Irradiancia mínima	Gaussiana	1	0.01
Factor para punto máximo	Gaussiana	0.01	16.41
Factor para punto mínimo	Gaussiana	0.01	13.6
Desviación Batería	Gaussiana	0.003	0.1
Certificado Calibración Celda Referencia	Gaussiana	0.005	0.02
Incertidumbre estándar combinada del MMNU.			0.0057
Incertidumbre expandida. (k=2) Ecuación (6)			0.0114

Tabla 2. Valores de no-uniformidad.

Temperatura	03-feb	04-feb	05-feb	09-feb	10-feb	11-feb
Menor a 29.8	0.5%	0.4%	1.4%	1%	-	-
Entre (29.8° - 30.6°)	0.4 %	0.6 %	0.8 %	1 %	0.8 %	-
Entre (30.6°- 32°)	-	0.5 %	1 %	-	0.7 %	1 %

El porcentaje de no uniformidad obtenida en la región de temperatura de 29.8 °C y 30.6 °C (Tabla 2), es suficiente para usar el MMNU en la clasificación de un simulador solar de área grande industrial cuyos valores de no uniformidad se encuentran por encima del 2 %, con un valor de no uniformidad de 1.3 %.

3.3. Estimación de incertidumbre (No Uniformidad)

Para el cálculo de la incertidumbre de la medición con el MMNU, se propone utilizar el método de Monte Carlo, usando el modelo matemático (4). Los elementos con subíndice "A" son aquellos que corresponden a una medición en un punto máximo de irradiancia mientras que los elementos con subíndice "B" representan un punto mínimo. La reproducibilidad alcanzada compensado con los factores previamente calculados es de 0.71 y la estimación para la incertidumbre dentro de las condiciones de operación de la temperatura de 29 °C a 31 °C es de 1.1 % usando la expresión para el cálculo de la no uniformidad. Tabla 1. Gracias al análisis de incertidumbres, se sabe que la dispersión proviene mayoritariamente del convertidor A/D integrado en el microcontrolador, la cual puede ser ocasionado por diversos factores, como la variación de temperatura, la construcción y soldado de las resistencias de carga, y sobre todo el ruido eléctrico inducido en los conductores de los circuitos de medición.

4. CONCLUSIONES

Se logró la construcción de un patrón para la clasificación de simuladores solares de área grande en no- uniformidad de irradiancia (MMNU), el presente prototipo es ligero, orientado para su uso industrial, práctico y al mismo tiempo optimiza el tiempo de medición, con esto es posible calibrar más simuladores solares en un menor tiempo, dando así una solución al problema inicial planteado.

El presente dispositivo es resultado de una colaboración con la compañía de módulos fotovoltaicos IUSASOL, en la cual se manufacturó con un diseño especial para cumplir con los requisitos propuestos. Este instrumento es de costo moderado aunado al hecho de que es fácilmente replicable con calidad y robustez industrial. El MMNU se manufacturó considerando especificaciones de los estándares internacionales IEC90604-9 y IEC90604-2. La fabricación de calidad industrial se realizó a partir de un módulo fotovoltaico especial

modificado de 72 celdas, donde se tiene acceso a la medición de 36 celdas solares individualmente. El procedimiento de uso de este patrón mejora sustancialmente el tiempo de clasificación de un simulador solar de área grande respecto a lo estipulado en la norma IEC60904-9:2007 además de que su versatilidad de uso en ambiente industrial lo hace adecuado para mediciones in situ en plantas de fabricación de módulos fotovoltaicos, cabe recalcar que este dispositivo también aplica para cualquier simulador solar, continuos o pulsados.

El módulo quedó integrado con seis módulos electrónicos que alojan la comunicación inalámbrica con un pc y realizan las mediciones de tensión eléctrica para el total de las celdas de medición, así como medición de temperatura en posiciones seleccionadas de la cubierta posterior del módulo "backsheet". Se obtuvo una reproducibilidad de mediciones con la fuente natural de 0.71 % de acuerdo con la ecuación (5) y la incertidumbre de medición de acuerdo con la tabla 1, midiendo dentro de las condiciones de temperatura de operación de 1.1 %. Con esta incertidumbre es posible la clasificación de simuladores solares de área grande en no-uniformidad en concordancia con la norma IEC60904-9:2007.

La función de disparo automático de medición sincronizada con el pulso de un simulador tiene la ventaja de no requerir sincronización externa, mejorando la reproducibilidad entre mediciones y disminuyendo el tiempo requerido para los ciclos de medición. Se han trazado diversas estrategias para disminuir la incertidumbre de todo el sistema, incorporando un sistema de refrigeración que ayude a estabilizar el MMNU en una temperatura fija durante la medición (o disminuyendo su deriva térmica durante la medición) además de mejorar la incertidumbre de medición en tensión eléctrica por medio de un nuevo módulo electrónico de lectura que incluiría un microcontrolador más robusto y un convertidor A/D con mayor resolución. Aun no se han realizado suficientes pruebas en campo para determinar las mejoras en la funcionalidad del instrumento por lo que se esperan mejoras en la siguiente versión del prototipo.

REFERENCIAS

- [1] Nemet, G.F., How solar Energy Became Cheap: A model for Low-Carbon Innovation, Routledge, 2019.
- [2] Secretaría de Energía, "Balance Nacional de Energía 2019".
<https://www.gob.mx/sener/documentos/balance-nacional-de-energia-2019>, 25 de febrero 2021.
- [3] Deutsche Gesellschaft für Internationale Zusammenarbeit., "El auge del sector solar en México. Contexto, perspectivas y tendencias.",
https://asolmex.org/Micrositio_GSD/Reportes/GI_Z_Guia_Inversion_Solar_Esp.pdf, 26 de febrero 2021.
- [4] Jenya M. Keith, Sarah Kurtz, Pyranometers and Reference Cells, "What's the Difference?", NREL/JA-5200-54498, 2012.
- [5] Martire, M., & Voltan, A. "System and method for calibrating a light source for simulating a spectrum of solar radiation", 2013.
- [6] Dapeng, W., David, T., Tzay-fa, S., & Michel, F. "Calibration Method for Solar Simulators Used in Single Junction and Tandem Junction Solar Cell Testing Apparatus", 2010.
- [7] Nishikawa, Y. "Solar simulator light-intensity evaluation device, solar simulator light-intensity evaluation method, solar cell evaluation device, and solar cell evaluation method", 2012.
- [8] International Electromechanical Commission. "Photovoltaic devices - Part 9: Classification of solar simulator characteristics. (60904-9)", 2007.
- [9] International Electromechanical Commission. "Photovoltaic devices - Part 2: Requirements for photovoltaic reference devices (60904-2)", 2007.
- [10] Asociación de Normalización y Certificación, A.C. (ANCE). "Dispositivos fotovoltaicos-parte 1: medicion de la caracteristica corriente-tension de los dispositivos fotovoltaicos." (NMX-J-643/1-ANCE-2011, 2011.

MEDICIONES ABSOLUTAS DE LA FRECUENCIA DE UN DIODO LÁSER DE CAVIDAD EXTENDIDA POR MEDIO DE UN PEINE DE FRECUENCIAS

Ricardo Gutiérrez G., Carlos Ortiz C., Eduardo de Carlos L.
Centro Nacional de Metrología
Carretera a los Cués km 4.5, el Marqués, Querétaro, C.P. 76246, México.
Tel. 442 211 0500, rgutierr@cenam.mx

Resumen: Se reporta la medición de la frecuencia de un diodo láser de cavidad extendida ECDL utilizado en el arreglo experimental de la fuente de átomos fríos del CENAM (CsF_1). La radiación del ECDL es transmitida por medio de fibra óptica al laboratorio de frecuencias ópticas donde se encuentra un peine de frecuencias con el cual se lleva a cabo la medición. El peine se encuentra referenciado en frecuencia a un máser de H, que actualmente forma parte del conjunto de relojes del CENAM que generan el UTC(CNM), estableciendo así trazabilidad directa entre una frecuencia de 351.7 THz y la definición del segundo.

1. INTRODUCCIÓN

La metrología de frecuencias ópticas sufrió una revolución con la introducción de los denominados peines de frecuencia a inicios del presente siglo. Esta herramienta permite ligar en un solo paso frecuencias en el rango visible e infrarrojo (10^{14} Hz) a la definición del segundo que actualmente se encuentra en frecuencias en el rango de las microondas (9.192×10^9 Hz). Durante los últimos 20 años los peines de frecuencias han establecido su importancia en las mediciones de exactitud de la radiación de diferentes transiciones atómicas, permitiendo así grandes avances en diferentes campos de investigación, tales como el desarrollo de relojes ópticos, la espectroscopía de materiales, y la medición absoluta de frecuencias ópticas [1,2].

Recientemente, en el laboratorio de frecuencias ópticas del CENAM, se ha instalado un peine de frecuencias cuyos principales componentes fueron donados por la Oficina Internacional de Pesas y Medidas (BIPM). Durante su instalación se le realizaron algunas modificaciones y adecuaciones que permiten un mejor desempeño, como el uso de una fibra óptica encapsulada que permite una mayor estabilidad en su alineación, así como del uso de un cristal no lineal más eficiente en su interferómetro.

Con la puesta en marcha de este instrumento se abren nuevas posibilidades para la medición absoluta de la frecuencia de láseres en el CENAM. En el presente trabajo se reporta la medición de la frecuencia de la luz, con una longitud de onda de 852 nm, de un diodo láser de cavidad extendida (ECDL) utilizado para la manipulación de estados

cuánticos de átomos de ^{133}Cs en el laboratorio de la fuente atómica. Se explica cómo se llega a medir un valor de $351\,722\,106\,303.5 \pm 2.1$ kHz ($k = 1$). Se mencionan las fuentes de incertidumbre que se están tomando en cuenta, y se resalta el potencial para llevar a cabo mediciones similares para otro tipo de láseres estabilizados a distintas transiciones atómicas utilizando múltiples técnicas de espectroscopía.

2. ARREGLO EXPERIMENTAL

El peine de frecuencias se compone de un láser de bombeo de estado sólido (Verdi V8) que provee alrededor de 6 W de luz coherente en una longitud de onda de 532 nm, y proporciona la energía a una cavidad de 6 espejos en configuración de anillo, la cual tiene un cristal de Ti:Za como medio de ganancia. En esta cavidad se generan pulsos de luz con una duración de decenas de femtosegundos y con una frecuencia de repetición f_r de alrededor de 800 MHz.

Los pulsos de luz son acoplados a una fibra óptica micro-estructurada donde se expande su espectro originalmente centrado alrededor de los 800 nm. El objetivo es obtener un espectro de luz que abarque una octava de frecuencias completa para poder hacer la medición de la frecuencia de corrimiento de los pulsos, f_0 , por medio de un interferómetro tipo Mach Zehnder ($f-2f$).

El valor de la frecuencia de repetición es estabilizado por medio de un piezoeléctrico (PZT) acoplado a un espejo que varía la longitud de la cavidad. La frecuencia de corrimiento es regulada

variando la potencia de bombeo con un modulador acusto-óptico (AOM). Tanto f_r y f_0 se detectan con el mismo fotodiodo amplificado a la salida del interferómetro.

La señal del fotodetector es bifurcada con un acoplador, y por medio de filtros sintonizables se extraen las señales de f_r y f_0 . El valor de la frecuencia de repetición se compara con la señal de referencia de un sintetizador de microondas en un mezclador para obtener una señal de error, la cual alimenta a un lazo de amarre que suministra el voltaje adecuado al PZT de la cavidad. En el caso del valor de la frecuencia de corrimiento (típicamente 200-350 MHz) es inicialmente dividido por un factor de 200 y la señal es amplificada para compararla con la señal de referencia de un generador de funciones, de manera similar la señal de error es captada por un servo el cual controla el AOM que a su vez regula la potencia de bombeo. Cabe destacar que ambos lazos de amarre están referenciados a un máser activo de hidrógeno ubicado en el laboratorio de relojes atómicos.

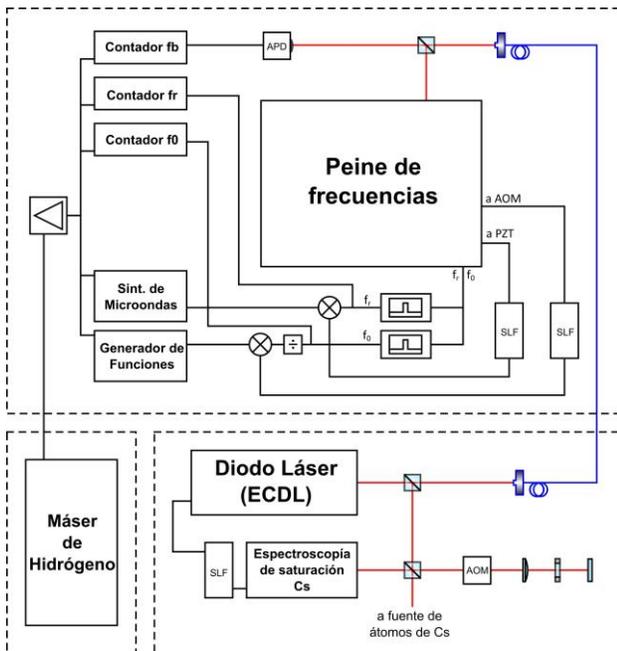


Fig. 1. Diagrama simplificado del arreglo experimental. Las líneas punteadas delimitan a los diferentes laboratorios.

La **Fig. 1** muestra el arreglo experimental para la medición de la frecuencia del láser estabilizado a la transición de la línea D₂ del ¹³³Cs. En el laboratorio de la fuente atómica la frecuencia de la luz de un diodo laser de cavidad extendida amplificado se

estabiliza a la transición atómica (F=4→F'=5) de los átomos de ¹³³Cs por medio de espectroscopía de transferencia de modulación [3]. La luz del ECDL se divide en dos direcciones. En la primera el valor de su frecuencia se baja por medio de un doble pase en un AOM alimentado por una señal de RF de 72.92 MHz, la cual se utiliza para realizar la técnica espectroscopía y estabilizar el láser a la transición. La segunda dirección del láser se acopla a una fibra óptica, la cual transmite la luz entre los laboratorios de la fuente atómica y el laboratorio de frecuencias ópticas donde se encuentra el peine de frecuencias.

En la mesa óptica del laboratorio de frecuencias ópticas se hace interferir la luz de la fibra óptica con la luz pulsada del peine en un fotodetector de avalancha (APD), para obtener una señal de RF con la frecuencia de batido entre la luz del ECDL y el modo del peine más cercano a su valor de frecuencia. Cabe recordar que, para describir un tren de pulsos de luz en el dominio de la frecuencia, las frecuencias de los modos longitudinales por los cuales está compuesto están dadas por la expresión:

$$\nu_n = n f_r + f_0 \tag{1}$$

Donde n denota el número del modo. La estimación de su valor en este caso se hace basados en el conocimiento previo del valor aproximado de la frecuencia de la transición (F=4→F'=5) [4]. En casos donde no se conozca un valor previo se puede variar la frecuencia de repetición durante las mediciones (en un rango de kHz) para calcular su valor.

La frecuencia resultante de la interferencia f_b medida en el APD será:

$$f_b = \nu_n - \nu_{ECDL} \tag{2}$$

Y, por consiguiente, la frecuencia de la luz del diodo láser estará dada por la expresión:

$$\nu_{ECDL} = n f_r + f_0 \pm f_b \tag{3}$$

Los valores de f_r , f_0 y f_b se contabilizan de manera simultánea para poder hacer el cálculo de la frecuencia del ECDL.

3. RESULTADOS

Los resultados presentados se dividen en la estabilización de las frecuencias f_r y f_0 del peine, así

como la medición de la frecuencia del láser de cavidad extendida.

3.1. Estabilidad de los amarres de las frecuencias de repetición y corrimiento

En la medición de la frecuencia de corrimiento del peine se obtiene rutinariamente una señal con un cociente señal a ruido (SNR) de 45 dB en un analizador de espectro de RF (RBW = 300 kHz). Cabe mencionar que al sistema original se le hicieron modificaciones en la expansión del espectro, ya que se está utilizando una fibra encapsulada (FemtoWhite800) la cuál produce un supercontinuo más estable a cambios en la alineación y permite acoplar mayor potencia con una lente esférica. Asimismo, se cambió el cristal no lineal que dobla la frecuencia de la luz (de KNbO₃ a BBO) para que sea más eficiente. Estas dos modificaciones permiten tener un incremento de 10 dB en el SNR en comparación a lo antes reportado del sistema [5].

La **Fig. 2** muestra la estabilidad a corto plazo de los amarres de fase típicos que se obtienen de las frecuencias de repetición y corrimiento. Las desviaciones de Allan para una ventana de tiempo de 1s que se obtienen son: 8×10^{-12} y 5×10^{-9} para f_r y f_0 respectivamente. Estos niveles de estabilidad son suficientes para tener resoluciones de unos cuantos kHz en la medición de frecuencias en el rango visible (centenas de THz).

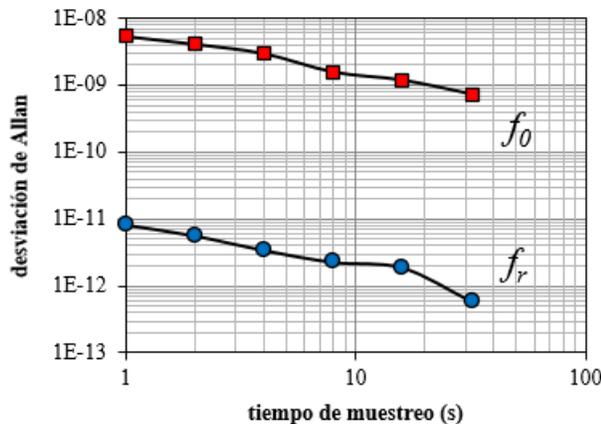


Fig. 2. Estabilidad a corto plazo de los amarres de la frecuencia de repetición f_r y la frecuencia de corrimiento f_0 del peine.

3.2. Medición de la frecuencia del diodo láser ECDL de la fuente de átomos de ¹³³Cs

Teniendo al láser pulsado de Ti:Za funcionando como peine de frecuencias, se hizo interferir la luz

proveniente de la fibra óptica (ECDL) con la región del peine centrada en 852 nm, seleccionada por medio de una rejilla de difracción. Un fotodetector de avalancha (APD) detecta el batido f_b , el cual es amplificado para medirlo.

Se realizaron 5 mediciones con duraciones mayores a los 60 segundos. La ventana de tiempo de extracción simultánea de los datos se fijó a 1 s. Tanto los generadores como los contadores se encontraban referenciados a la señal de 10 MHz proveniente del máser de hidrógeno. Los resultados de estas mediciones se presentan en la **Fig. 3**.

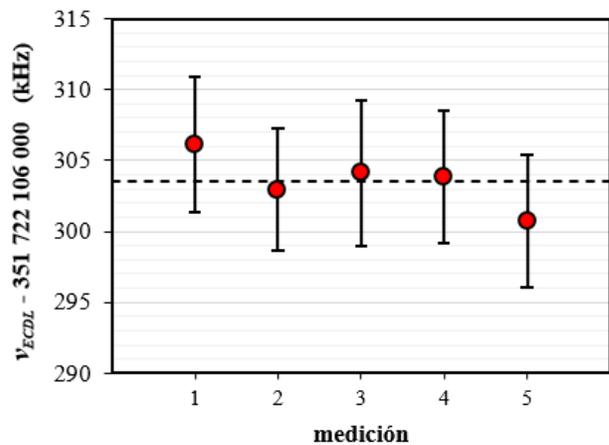


Fig. 3. Mediciones de la frecuencia absoluta del ECDL

El valor de la frecuencia del láser se obtiene con la media ponderada de las mediciones, utilizando las varianzas como pesos, resultando en un valor de 351 722 106 303 505 Hz, con una incertidumbre estadística u_A de 2 097.4 Hz.

La contribución a la estimación de la incertidumbre debido a efectos sistemáticos se compone de dos partes. La proveniente de la referencia de frecuencia (máser de H), u_{B1} es de 35 Hz, y la atribuible al equipo de medición (peine de frecuencias), u_{B2} se estima de las referencias [6-8] en 20 Hz. Por consiguiente, la incertidumbre combinada debida sólo a la medición de la frecuencia óptica se compone de la suma cuadrática de las incertidumbres u_A , u_{B1} y u_{B2} , resultando en 2097.8 Hz.

Por lo tanto, el valor reportado de la frecuencia del ECDL es de $351\,722\,106\,303.5 \pm 2.1$ kHz ($k = 1$). Tomando en cuenta la velocidad de la luz en el

vacío, esta frecuencia equivale a una longitud de onda de 852.356 029 453 8(51) nm.

4. DISCUSIÓN

Con el afán de contrastar los resultados de las mediciones aquí presentados, se comparó el resultado con mediciones previamente reportadas de la transición ($F=4 \rightarrow F'=5$) utilizada en la espectroscopía de saturación con la que se está amarrando la frecuencia del ECDL. Al valor obtenido hay que restarle una frecuencia de 145.84 MHz, a causa del doble paso que se ha hecho por un AOM en el arreglo experimental del laboratorio de la fuente atómica. La frecuencia resultante es de 351 721 960 463.5 kHz.

Debido a los parámetros de operación del láser, así como a las condiciones de la celda utilizada para la espectroscopía del cesio, se tendrían que considerar efectos adicionales a la estimación de la incertidumbre, así como un corrimiento en la estimación del valor de la frecuencia final. Los factores que contribuyen a esto son la presión del gas de Cs, el corrimiento Zeeman debido al campo magnético, la asimetría de la línea espectral, el corrimiento Stark, el corrimiento debido a la potencia del láser utilizada en la espectroscopía, el sistema del lazo de amarre, y el ruido generado en la fibra óptica [4]. El alcance de este trabajo no busca determinar estos parámetros de operación y errores sistemáticos del láser medido, sino la capacidad del peine de frecuencias de medir la frecuencia de la luz de un láser determinado.

No obstante, al comparar el valor con las referencias [9] y [4], se observa que existe una diferencia de 122 kHz y 95 kHz respectivamente, lo cual indica que es un resultado bastante aceptable, ya que el orden de los corrimientos que habría que hacer, sólo debido a la potencia (de unos cuantos mW) utilizada en la espectroscopía, se estima en decenas de kHz.

Se espera realizar mediciones con conteos de duración mayor a 300 s, actualmente limitados por las variaciones de temperatura del laboratorio donde se encuentra el peine de frecuencias. Esto permitirá verificar la exactitud del instrumento de medición.

Finalmente, se pretenden hacer las mediciones de láseres en otras longitudes de onda, siendo los principales candidatos los de HeNe estabilizados por espectroscopía de saturación a la transición 11-5, R(127) de $^{127}\text{I}_2$, siguiendo los lineamientos usados

durante la comparación internacional BIPM.L-K11 [10], donde un peine de características similares se utilizó para medir las frecuencias absolutas de los láseres que son patrones en la realización del metro de diferentes institutos de metrología alrededor del mundo. Se pueden alcanzar incertidumbres estadísticas de la frecuencia menores a 1 kHz ($k=2$) para tiempos de muestreo mayores a 100 s si la estabilidad del láser presenta ruido blanco FM. La incertidumbre total estará limitada por los parámetros de operación del láser como su potencia, ancho de modulación, y la temperatura de la celda.

5. CONCLUSIONES

Se han logrado controlar y medir las frecuencias constitutivas de un peine de frecuencias amarradas en fase a la señal de 10 MHz proveniente de un máser de hidrógeno trazable al UTC(CNM). Esto permite realizar mediciones directamente trazables a la definición del segundo de la frecuencia de la luz de láseres estabilizados a una transición atómica. Un ejemplo de ellos son los láseres de HeNe estabilizados por espectroscopía a transiciones de átomos de $^{127}\text{I}_2$ que fungen como referencias de frecuencia en la realización de la unidad de longitud.

El valor de la frecuencia de la luz de un diodo láser de cavidad extendida, utilizado en la manipulación de átomos en el arreglo óptico de la fuente atómica del CENAM, fue medido con resultados comparables a los reportados en la literatura. Se estima que la incertidumbre atribuible al sistema de medición se encuentra en 2.1 kHz para una frecuencia de 351.7 THz. En un futuro se pretende repetir las mediciones con condiciones ambientales más controladas del laboratorio para producir muestreos más largos y reafirmar el correcto funcionamiento del sistema.

AGRADECIMIENTOS

R. Gutiérrez agradece al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por el apoyo económico brindado durante sus estudios de posgrado.

REFERENCIAS

- [1] S. A. Diddams, "The evolving optical frequency comb," *J. Opt. Soc. Am. B.*, vol.27, no.11, 2010.

- [2] T. Fortier and E. Baumann, "20 years of developments in optical frequency comb technology and applications," *Comms. Phys.* 2:153, 2019.
- [3] D. J. McCarron, S. A. King and S. L. Cornish, "Modulation transfer spectroscopy in atomic rubidium," *Measurement Science and Technology*, vol. 19, no. 10, pp. 105601, 2008.
- [4] E. B. Kim, S. E. Park, C. Y. Park, Y. H. Park, D. S. Yee, T. Y. Kwon, H. S. Lee, and H. Cho, "Absolute frequency measurement of $F = 4 \rightarrow F' = 5$ transition line of cesium using amplified optical frequency comb," *IEEE Trans. Instrum. Meas.* 56(2), 448–452, 2007.
- [5] L. S. Ma, Z. Bi, A. Bartels, K. Kim, L. Robertsson, M. Zucco, R. S. Windeler, G. Wilpers, C. Oates, L. Hollberg, and S. A. Diddams, "Frequency uncertainty for optically referenced femtosecond laser frequency comb," *IEEE J. Quantum Electron.* 43(2), 139–146, 2007.
- [6] L. S. Ma, L. Robertsson, S. Picard, M. Zucco, Z. Bi, S. Wu, and R. S. Windeler, "First international comparison of femtosecond laser combs at the international bureau of weights and measures," *Opt. Lett.*, vol.29, pp. 641–643, 2004.
- [7] L. S. Ma, S. Picard, M. Zucco, J. Chartier, L. Robertsson and R. S. Windeler, "Direct measurement of the absolute frequency of the international reference laser BIPM4," *Metrologia*, vol. 41, pp. 65-68, 2004.
- [8] H. Suh, W. K. Lee, B. Q. Thu, and L. H. Thang, "Bilateral comparison report (APMP.L-K11.1) carried out between KRISS and VMI in November 2007," *Metrologia*, vol. 49, 04002, 2012.
- [9] V. Gerginov, C. E. Tanner, S. Diddams, A. Bartels, and L. Hollberg, "Optical frequency measurements of $6s^2S_{1/2} - 6p^2P_{3/2}$ transition in a ^{133}Cs atomic beam using a femtosecond laser frequency comb," *Phys. Rev. A, Gen. Phys.*, vol. 70, no. 4, pp. 042 505-1–042 505-8, 2004.
- [10] L. Robertsson, M. Zucco, L. S. Ma, O. Terra, F. Saraiva, S. Gentil, C. Chekirda, Y. Zakharenko, V. Fedorin, and L. Mostert, "Results from the CI-2004 campaign at the BIPM of the BIPM.L-K11 ongoing key comparison," *Metrologia*, vol. 42, 04002, 2005.

COMPARADOR AUTOMÁTICO DE PIRANÓMETROS

Castillo-Matadamas Hector A., García-González Alexis Andrei, Molina-Vázquez Juan C.
Centro Nacional de Metrología
km 4.5 carretera a los Cues, 76246 Municipio del Marques, Querétaro.
hcastill@cenam.mx

Resumen: Se desarrolló un comparador automático de piranómetros con fuente de luz tipo LED, el cual puede ser empleado en la calibración de piranómetros o instrumentos para medición de radiación solar global, utilizando el método de comparación con un piranómetro de referencia (trazable a patrones nacionales) que debe ser similar al piranómetro bajo calibración.

1. INTRODUCCIÓN

En el presente documento se divulga el diseño general y el desarrollo de un comparador automático de piranómetros¹ realizado en la dirección de Óptica y Radiometría del CENAM. El comparador fue diseñado para uso en interior de laboratorios secundarios acreditados y tiene por objetivo la calibración recurrente de piranómetros basados en termopilas (por ejemplo modelos de las marcas comerciales Kipp&Zonen, Huckeflush, ECO, entre otras) usados en el sector industrial de aplicaciones termo solares y fotovoltaicas.

La calibración de piranómetros por medio de comparación se ha referido desde hace décadas en documentos como la norma ISO 9847 [1]. Sin embargo, los comparadores mencionados hacen uso de fuentes de luz de muy alto costo o incluso discontinuadas en la actualidad. El presente reporte describe una solución que puede operar con fuente de luz de estado sólido (LED) de alta eficiencia energética con espectro de emisión en el visible, e iluminación simétrica radial, con la ventaja de un ahorro energético importante. Adicionalmente el comparador puede alcanzar una irradiancia superior a las soluciones previas sin aumento excesivo de la temperatura sobre el dispositivo bajo calibración (lo que ocurre con las antiguas soluciones), además es importante destacar que aún con estas variantes, el método alcanza resultados de calibración reproducibles e incertidumbre de medición adecuadas para los servicios de calibración de patrones secundarios. El calibrador también incluye la posibilidad de calibrar responsividad angular de piranómetros con una exactitud mayor debido a la automatización con la que cuenta.

2. CALIBRADOR AUTOMÁTICO DE PIRANÓMETROS

El comparador automático de piranómetros está diseñado para realizar calibraciones semiautomáticas de piranómetros de tipo térmico (basados en termopilas), realizando mediciones de responsividad con referencia a un piranómetro patrón previamente calibrado. La calibración se realiza por medio de un mecanismo de rotación automático, una fuente de iluminación de estado sólido, un control electrónico de movimiento, un multímetro de medición y un programa de control y adquisición de datos para computadora. El mecanismo automático de comparación de piranómetros (calibrador) cuenta con dos plataformas de montaje paralelas entre sí, es decir, una plataforma doble para montar dos piranómetros simultáneamente (figura 1), así como un mecanismo de rotación automático o sistema de movimiento rotacional para hacer girar la plataforma doble 360° respecto al eje de rotación horizontal; En cada una de las dos plataformas de montaje se coloca un piranómetro con características geométricas similares; uno de los cuales es la referencia (patrón calibrado) y el otro el piranómetro a calibrar.

La nivelación de los piranómetros con respecto a la horizontal se realiza con el nivel de burbuja incluido de fábrica en cada piranómetro. Una vez que se han colocado y nivelado ambos piranómetros sobre las bases ajustables de la plataforma doble, se utiliza como referencia la misma rotación de la plataforma con un motor y control electrónico. El comparador descrito en este reporte tiene la capacidad de medición angular sin una nivelación horizontal absoluta y utiliza el principio de cerradura del círculo para establecer la repetibilidad de giro a 180 grados y 360 grados. Esta característica es ajustada y calibrada en laboratorio con patrones certificados por

lo que no requiere de un sistema de auto nivelación, lo cual es una ventaja funcional importante.

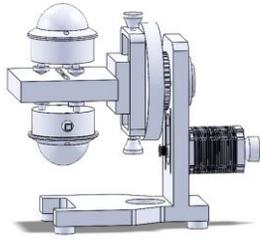


Fig. 1. Mecanismo automático de comparación de piranómetros. .

El principio de cerradura del círculo se puede parafrasear, para el sistema mecánico que nos ocupa, de la siguiente forma: si un sistema rotativo con un nivel absoluto o relativo repite la misma posición angular del nivel, después de una rotación arbitraria, entonces ha rotado 360 grados.

Es muy importante que la posición vertical de cada piranómetro respecto al eje de giro sea ajustada, para asegurar que las superficies de los detectores de cada piranómetro se encuentren en el mismo plano y posición en el plano, cuando la plataforma tenga una rotación de media vuelta. Cabe mencionar que el diseño de la plataforma doble asegura por medio de ranuras en V, que los centros de los piranómetros coincidan para asegurar que cada detector tome la misma posición después de una rotación de 180 grados.

El uso del instrumento requiere de un procedimiento de calibración que incorpore criterios metrologógicos para asegurar la optimización de la reproducibilidad de las mediciones y la consecuente disminución del valor de incertidumbre de medición de la responsividad así como de la respuesta angular que son los dos mensurandos posibles de este calibrador. El ajuste vertical del eje de rotación se puede realizar por medio de un indicador de caratula comercial o bien un distanciómetro laser de especificaciones convencionales. Si se utiliza un indicador de carátula, su palpador es ajustado para hacer contacto con la parte superior del domo de cada piranómetro, hasta que la diferencia medida sea mínima al rotar 180 grados. En el segundo caso, el distanciómetro laser mide directamente a través del domo de cada piranómetro, en un punto plano cercano al sensor térmico, hasta minimizar la diferencia de alturas medida generada por la rotación.

La posición del máximo de intensidad de la fuente de iluminación sobre el piranómetro de referencia se

obtiene moviendo el comparador sobre el plano que genera los soportes isostáticos de su base, considerando que la fuente de iluminación de estado sólido ha sido diseñada para generar un frente de intensidad con distribución simétrica radial respecto a su centro de máxima intensidad.

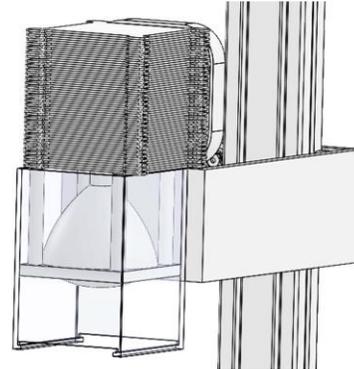


Fig. 2. Sistema de iluminación y discipación (heat pipe) del calibrador automático de piranómetros. .

El comparador está conformado por tres diferentes subsistemas y un instrumento de medición, el primer subsistema se refiere a la iluminación y se encarga de irradiar los piranómetros de referencia y el piranómetro bajo calibración utilizando una fuente tipo LED de alta intensidad acoplada a un sistema óptico para la formación de imagen. El segundo subsistema refiere al movimiento rotacional el cual realiza el intercambio de posición para la exposición a la fuente de luz del piranómetro de referencia y el piranómetro bajo calibración en forma alternada. Existe un control de movimiento, con el cual el usuario indica el ángulo de giro y la dirección de rotación y el último subsistema realiza la medición para la calibración de los piranómetros, que se realiza con un multímetro de medición de dos canales y 6 ½ dígitos, calibrado en tensión eléctrica continua.

La fuente de iluminación de estado sólido está conformada por elementos ópticos para la formación de una imagen proyectada con geometría circular en la superficie de la mesa de trabajo, tiene un bajo consumo de corriente eléctrica debida al uso de un conglomerado de diodos emisores de luz (LEDs) que convierten su emisión monocromática a emisión de amplio espectro en el intervalo de luz visible a partir de una película de fosforo dentro de su encapsulado. El módulo de LEDs de alta intensidad tiene una menor generación de calor respecto a fuentes convencionales equivalentes en intensidad luminosa,

adicionalmente no requiere calibración de su emisión espectral ni de uniformidad espacial de la intensidad mientras no se modifiquen los elementos ópticos de diseño. La fuente de iluminación LED se ajusta previamente por el usuario al valor de irradiancia requerido para la calibración y se estabiliza térmicamente, con una estabilidad definida por el control de temperatura del laboratorio donde se instala el comparador, véase la figura 2.

El sistema LED de iluminación de alta intensidad es capaz de generar una irradiancia nominal hasta 1.5 soles (1 500 W/m²) a la distancia de trabajo nominal e incluso mayor irradiancia disminuyendo la distancia a la superficie de trabajo. Para el correcto funcionamiento de esta fuente de iluminación es necesario estabilizar la disipación de calor y mantener la temperatura del LED dentro de especificaciones, por lo cual es necesario colocar un sistema de enfriamiento a base de tubos con carga de gas (“*heat pipe*”) y disipación por convección forzada de aire obteniéndose el beneficio de simplicidad y robustez funcional. Asimismo, el sistema de iluminación cuenta con un arreglo de lentes TIR (por sus siglas en inglés de “*Total Internal Reflection*”) y una lente esférica que corrigen la divergencia del haz y aseguran un perfil de intensidad con simetría radial, muy importante para la operación del método de calibración.

El subsistema de rotación incluye un mecanismo para alternar la posición de los piranómetros que consiste en una estructura que sostiene en la parte superior un eje de rotación solidario a la plataforma doble, la cual tiene la función de fijar a cada uno de los piranómetros, uno en cada cara de la plataforma. La rotación es accionada con un motor a pasos integrado en el mecanismo, cuyo movimiento de rotación es transmitido hacia el eje de la plataforma doble mediante el uso de banda dentada. El mecanismo cuenta con una perilla para giro manual con la función de nivelación inicial de la plataforma de piranómetros. El comparador incluye un control electrónico automático, operado desde el programa de cómputo del sistema, en donde se asigna el posicionamiento del sistema de movimiento rotacional y la secuencia de movimientos. A su vez, el sistema cuenta con el control de potencia necesario para accionar el motor a pasos.

Se requiere un multímetro de al menos 2 canales, un canal por cada piranómetro, para realizar las lecturas de medición de los piranómetros y posteriormente ser enviadas a la PC donde son procesadas. El sistema utiliza una fuente de corriente directa para alimentar

a la fuente de iluminación de estado sólido del sistema y al control electrónico con motor. La combinación de los subsistemas anteriores colocados sobre una mesa adecuada, conforman el concepto principal del comparador automático de piranómetros que se muestra de la figura 3.

La calibración del piranómetro bajo medición se realiza por comparación directa usando la relación (1), a un nivel de potencia que puede elegirse a partir de 100 W/m² e incluso hasta 1 500 W/m² (aun cuando es posible alcanzar mayor irradiancia, no se han realizado pruebas concluyentes al respecto).

$$R_{DUT} = \frac{V_{DUT} * R_P}{V_P} \quad (1)$$

Donde V_P representa la tensión eléctrica medida en el piranómetro patrón. R_P es la responsividad de la sensibilidad del piranómetro de referencia y V_{DUT} es la tensión eléctrica medida en el piranómetro bajo calibración. La expresión (1) puede ser ajustada de acuerdo con la tecnología de los nuevos piranómetros cuya responsividad está dada en intensidad de corriente o por medio de comunicación digital.

El proceso de adquisición de datos, así como el movimiento de rotación del calibrador es automático por medio de un programa de computadora que permite incorporar la secuencia de medición necesaria establecida en el procedimiento de medición correspondiente. Este proceso automático de medición controlado por computadora permite disminuir los tiempos de calibración, obtener una menor incertidumbre por repetibilidad y una alta reproducibilidad de los resultados de medición en laboratorio sin depender de una fuente de iluminación natural (sol).

Adicionalmente, utilizando el mismo montaje y alineación se puede estudiar de forma automatizada la responsividad angular de cualquier piranómetro, únicamente ajustando en el calibrador el eje de rotación para que el piranómetro bajo medición tenga variación angular de su detector con respecto a la fuente de iluminación. La trazabilidad de las mediciones a patrones metrológicos válidos se asegura por medio de la calibración del multímetro de 6.5 ½ dígitos en el intervalo de medición correspondiente, así como la calibración de la medición angular de la plataforma rotatoria; de esta manera un laboratorio puede cumplir los requerimientos de trazabilidad para el acreditamiento de servicios de calibración de piranómetros.

En la caracterización, la prueba inicial de reproducibilidad ofrece 0.23 % en la medición de responsividad de un piranómetro y su posterior caracterización concluye que la distribución espectral de la fuente de iluminación no aporta un error sistemático significativo cuando el piranómetro de referencia y bajo calibración son del mismo tipo con sensores (termopilas) de respuesta espectral plana.

REFERENCIAS

- [1] Solar energy — Calibration of field pyranometers by comparison to a reference pyranometer, ISO 9847, 1992. (Actualmente en revision)
- [2] H. A. Castillo-Matadamas, J. C. Molina-Vazquez, R. Quintero-Torres, Unexplored Indoors method for pyranometers calibration traceable to SI, 2015 J. Phys.: Conf. Ser. 582 012051 doi:10.1088/1742-6596/582/1/012051
- [3] Calibración de piranómetros en interiores: Fuentes de incertidumbre, H.A. Castillo-Matadamas, J.C. Molina-Vázquez. Simposio de Metrología 2018. [4] Edgar Rayo Visuel, Tesis de licenciatura, Validación de un sistema comparador de piranómetros para calibración en laboratorio. Universidad Autónoma de la Ciudad de México, 2021.

¹ El instrumento cuenta con patente en trámite

DESARROLLO DE UN SISTEMA DE CALIBRACIÓN REMOTA DE PIRANÓMETROS

Navarrete-García Enrique¹, Molina-Vázquez Juan C.², García-González Alexis Andrei², Castillo-Matadamas Hector A.²

¹ Universidad Politécnica de Querétaro, Carretera Estatal 420 S/N. El Marqués, Querétaro. C.P. 76240, enrique.navarrete@upq.edu.mx

² Centro Nacional de Metrología, km 4.5 carretera a los Cues, 76246 Municipio del Marques, Querétaro, hcastill@cenam.mx

Resumen: En el CENAM se ha identificado la conveniencia de contar con un servicio de calibración remota de piranómetros. Dicho servicio permitiría minimizar los inconvenientes de tipo técnico, logístico, metrológico y de riesgo que presenta retirar los piranómetros de estaciones remotas de monitoreo para ser enviado a calibración en laboratorio. Para ello se desarrolló un sistema de calibración remota de piranómetros, que, en las pruebas preliminares, permitió calibrar un piranómetro de prueba mediante un piranómetro de referencia, operando el sistema en forma remota y adquiriendo los datos de medición desde una locación remota. En este trabajo se describe el desarrollo de dicho sistema de calibración remota de piranómetros.

1. INTRODUCCIÓN

El creciente número de plantas de generación fotovoltaica en México demanda más y mejores servicios metrológicos en el área de mediciones ópticas. Uno de estos servicios metrológicos es la calibración de piranómetros, instrumentos que miden la radiación solar incidente en un lugar, que es un parámetro fundamental para evaluar la eficiencia energética de los sistemas de conversión fotovoltaica en los campos de producción solar y la industria con aplicaciones termo solares, por ejemplo, la industria de calentadores solares de agua.

Los piranómetros son radiómetros que se calibran por comparación contra un piranómetro de referencia, de acuerdo con la norma internacional ISO 9847:1992 [1] o bien por métodos absolutos en laboratorio [2]. Para calibrar piranómetros, actualmente se requiere que los usuarios los desconecten y envíen al laboratorio de calibración, con el inconveniente de que se interrumpe el historial de las mediciones en campo. Para enfrentar este problema de medición, personal de la Dirección de Óptica y Radiometría del CENAM ha evaluado el desarrollo de estaciones móviles para la calibración de piranómetros en campos de producción solar o en instalaciones de monitoreo terrestre.

La calibración remota de piranómetros ofrece ventajas notables cuando se compara con la calibración convencional en laboratorio. Entre las ventajas que son de mayor interés para el usuario se pueden mencionar las ventajas técnicas (se evita apagar, desmontar, montar y reiniciar el patrón); las ventajas logísticas (se evita el embalaje envío,

contrato de seguros y pago de aduanas); las ventajas metrológicas (se evita la pérdida de la continuidad y del historial de medición); además de que se evita el riesgo de daño o incluso pérdida del su patrón de referencia. Estos aspectos son de gran importancia en el caso específico de la medición de radiación solar que se realiza mediante los piranómetros. La principal motivación para desarrollar este proyecto es precisamente ofrecer a los clientes actuales del servicio de calibración de piranómetros del CENAM, una opción de calibración en sitio que presente todas estas ventajas que se han mencionado.

2. SISTEMA PARA CALIBRACIÓN REMOTA

El piranómetro es un instrumento meteorológico utilizado para medir la radiación solar incidente en un punto sobre la superficie de la tierra [3]. Este instrumento mide la densidad del flujo de radiación solar en watt por metro cuadrado, en un campo de vista de 180°. Un piranómetro consiste generalmente de una pila termoeléctrica contenida en un alojamiento cubierto por dos cúpulas semiesféricas de vidrio. La pila termoeléctrica está constituida por un conjunto de termopares conectados en serie, acoplados a una placa pintada de barniz negro para absorber la radiación. El flujo de calor originado por la radiación se transmite a la termopila, generándose una tensión eléctrica V , proporcional a la diferencia de temperatura entre los metales de los termopares, que a su vez es proporcional a la radiación incidente o irradiancia E . Estos valores permiten determinar la responsividad S en unidades de $V/(Wm^2)$ del piranómetro

$$S=V/E \tag{1}$$

Para la calibración de piranómetros en campo, la norma ISO 9847:1992 [1] establece el uso de un sistema de calibración que utiliza dos piranómetros, uno de medición o bajo calibración, y otro de referencia calibrado. Para la primera etapa de este proyecto se decidió, desarrollar el sistema de medición para operar en interior, con el objeto de simplificar las etapas principales del proceso de calibración (adquisición, transmisión, recepción y procesamiento de datos) mediante la comunicación alámbrica de la Unidad de Control y la Unidad de Medición. Una vez verificado el correcto funcionamiento de la etapa inicial, se ha sustituido la comunicación alámbrica por un sistema de comunicación inalámbrica que permita colocar la Unidad Remota de Medición en una ubicación diferente a donde se encuentre la Unidad Fija de Control.

Para la calibración de piranómetros, es de utilidad monitorear la temperatura interna y externa del registrador de datos, y para validar las mediciones, es de utilidad monitorear la tensión de la batería. Por lo anterior, se diseñó un sistema de medición que permitiera monitorear la tensión de la batería, la temperatura interna y externa de un registrador de datos CR300 de Campbell Scientific [4], y la radiación solar incidente por medio de piranómetros, como se muestra en la figura 1.

generar los datos de la medición. Unidad de Control. Permite configurar el registrador de datos CR300, recuperar los datos de la medición y realizar el análisis estadístico para elaborar el certificado de calibración.

Como se muestra en la figura 1, la Unidad de Control se integró mediante la computadora con una interfase USB-RS232 [5] y el software de control. La computadora alberga el controlador de la interfase USB-RS232, y los programas tanto para configurar, programar y recuperar los datos de medición del registrador de datos CR300; como para el análisis de datos y cálculo de resultados de la calibración.

La Unidad de Medición se integró mediante el registrador de datos CR300 y cuatro sensores. En el caso particular de esta medición se usaron los dos sensores internos del registrador de datos, que permiten medir la tensión de la batería y la temperatura interna del registrador de datos; y dos sensores externos para la temperatura externa de aire y la radiación solar incidente en el piranómetro de medición.

La Unidad de Medición incluyó conexión de la batería y del cargador de baterías. Para minimizar el efecto de ruido eléctrico conducido, el cargador de baterías se desconectó del registrador de datos CR300 durante las mediciones.

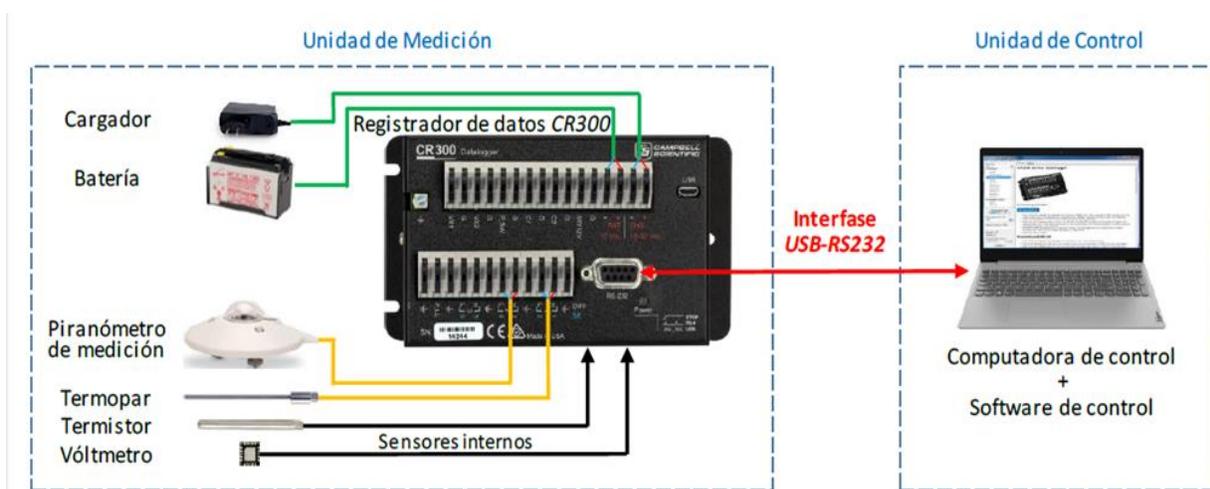


Figura 1. Diseño del sistema de medición con piranómetro para laboratorio.

El sistema de calibración de la figura 1 consiste en los módulos siguientes: Unidad de Medición. Permite medir con el registrador de datos CR300 las variables necesarias para la calibración del piranómetro y

3. RESULTADOS

El sistema fue montado en un gabinete a prueba de agua para uso en exterior, donde se alojaron los componentes de control y medición como se muestra en la figura 2(a) y 2(b)



(a) Sistema de medición con piranómetro para laboratorio



b)

Figura 2. Montaje de la Unidad de Medición en el gabinete para intemperie.

En la figura 2(a) se muestra el sistema de medición con piranómetro para laboratorio al terminar la etapa de configuración y programación del registrador de datos CR300. En la figura 2(b) se muestra el montaje del registrador de datos, sensores y batería en el gabinete metálico disponible para el propósito, con lo que quedó integrada la Unidad de Medición remota que puede ser colocada en campo. La Unidad de Control quedó integrada por la interfase USB-RS232 y la computadora que aloja el software de control y medición PC200W [6].

3.1. Prueba del sistema de Medición

Una vez que se concluyó la integración de la Unidad de Control y la Unidad de Medición, se procedió a probar la operación correcta de dicho sistema. En este punto el registrador de datos CR300 se encuentra configurado y programado, por lo que es autónomo y no depende de la computadora de control. La Unidad de Medición se encuentra disponible para moverse a la ubicación donde se requiera medir irradiancia para efectos de comparación o calibración de piranómetros. En esta condición la descarga de los datos de medición se podría realizar de forma directa conectando la computadora de control al registrador de datos mediante la interfase USB-RS232.



Figura 3. Medición de irradiancia en el techo del Edificio D del CENAM.

Canal	Sensor	Magnitud	Unidad
1 Interno	Voltmetro	Tensión Batería	V
2 Interno	Termistor	Temperatura interna	C

3 Dif 1-2	Termopar	Temperatura externa	C
4 Dif 3-4	Piranómetro de medición	Tensión	mV
5 Dif 5-6	Piranómetro de referencia	Tensión	mV

Tabla 1. Disposición de sensores en el sistema de calibración remota de piranómetros.

3.1.1. Medición de irradiancia con piranómetro

Para la evaluación del sistema en medición de irradiancia solar, se instaló la unidad de medición en el edificio D del CENAM, mientras que el piranómetro de medición se ubicó en el techo de mismo edificio. El piranómetro se montó sobre una base nivelada soportada por un tripié para realizar las mediciones temporales de la prueba como se muestra en la figura 3.

De acuerdo con las mediciones preliminares, se midió la razón de disminución de la tensión de la batería en aproximadamente (13-12.8) V / (2.75 días) = 0.07 V/día, es decir, la tensión disminuye de plena carga (13 V) a batería baja (11.5 V) en 21 días, lo que permite estimar que el registrador de datos opera con una autonomía de aproximadamente 21 días antes de tener que recargar la batería.

De las mediciones preliminares, también se observó que la temperatura interna del registrador de datos es más alta que la temperatura externa. Además, las formas de ambas gráficas, como era de esperar, están correlacionadas con el ciclo solar diario, también se observan discontinuidades en las gráficas de mediciones de cuando hay presencia de nubes y curvas suaves con cielo despejado lo que confirma la operación del sistema para periodo de varios días en forma autónoma.

En base al sistema mostrado en la figura 1 y evaluado con pruebas preliminares, se diseñó el sistema de calibración remota de piranómetros que se muestra en la figura 4, el cual está integrado por la Unidad Fija de Control y la Unidad Móvil de Medición. Dicho sistema se diseñó para operar con la Unidad Fija de Control ubicada en laboratorio y con la Unidad Móvil de Medición ubicada en campos de producción solar, los cuales se localizan en diversos puntos del territorio nacional. Para ello se diseñó un esquema de comunicación inalámbrica que permitiera la interacción entre ambas unidades, aun en condiciones de distancias grandes y baja disponibilidad de comunicaciones alámbricas en el lugar de la calibración. La diferencia principal entre ambos sistemas radica en que, mientras en el primer sistema la comunicación entre la Unidad de Control y la Unidad de Medición se realiza en forma alámbrica, en el segundo sistema la comunicación entre la Unidad Fija de Control y la Unidad Móvil de Medición se realiza mediante internet. En el sistema de la figura 2, se usó red de telefonía móvil con Zona Wi-Fi para la Unidad Móvil de Medición, y red de área local (LAN) para la Unidad Fija de Control, con el objeto de conectar ambas unidades vía internet. Con la computadora fija se controló la computadora móvil mediante el software de acceso remoto TeamViewer, que se instaló en ambas computadoras. Este esquema de comunicación permite llevar y controlar la Unidad Móvil de Medición en cualquier lugar donde haya cobertura de red de telefonía móvil.

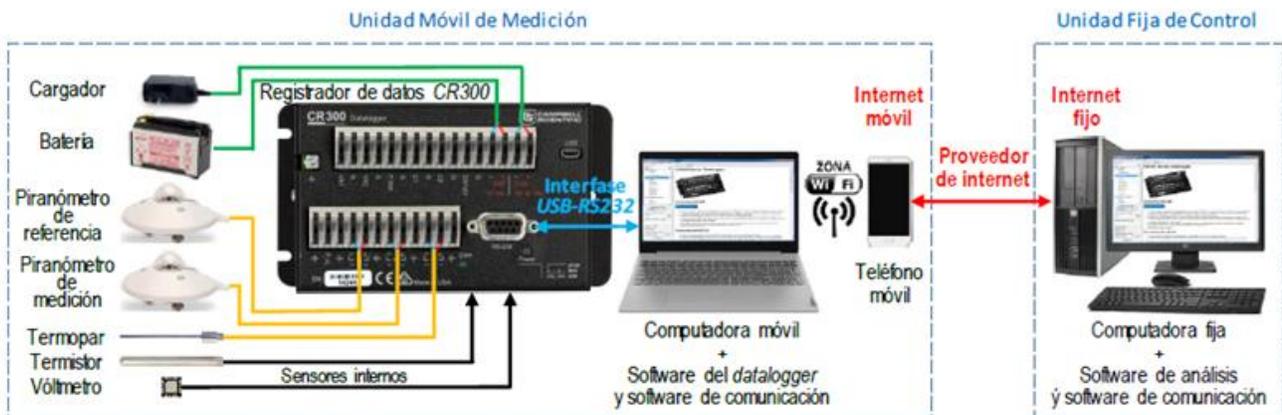


Figura 4- Sistema de calibración remota de piranómetros

PRUEBA DEL SISTEMA DE CALIBRACIÓN REMOTA DE PIRANÓMETROS

Se instaló la Unidad Móvil de Medición en la Sala de Juntas del Edificio D del CENAM, colocando los piranómetros de medición y de referencia en el techo de dicho edificio. Los piranómetros se montaron sobre una base de aluminio soportada por un tripié de fibra de vidrio (figura 5). Por claridad, en esta fotografía se muestran los piranómetros sin la cubierta de protección.



Figura 5. Medición con el piranómetro de medición (derecha) y el piranómetro de referencia (izquierda) en el techo del Edificio D del CENAM.

En este caso se conectó al mismo registrador de datos tanto el piranómetro de medición como el piranómetro de referencia. En condiciones normales de calibración, en el campo de producción solar, tanto el piranómetro bajo calibración del cliente como el piranómetro de referencia del CENAM estarán montados uno al lado del otro, aunque estarán conectados a sus propios registradores de datos.

Los piranómetros se nivelaron usando el nivel de burbuja que tienen integrado en el cuerpo metálico.

Prueba de la comunicación remota entre la Unidad Móvil de Medición y la Unidad Fija de Control

Como prueba preliminar, la Unidad Móvil de Medición y la Unidad Fija de Control se colocaron juntas en la Sala de Juntas del Edificio D del CENAM, pero conectadas a internet por medio de internet móvil e internet de red de área local LAN, respectivamente, que es el esquema de comunicación en la que operarán durante la calibración remota.

El software de comunicación TeamViewer cargado en la computadora móvil y en la computadora fija, se inició automáticamente en segundo plano en ambas computadoras al encenderlas. En el escritorio de la computadora fija aparece el escritorio de la computadora móvil, con la capacidad de controlar la segunda mediante el teclado y el ratón de la primera. El ejercicio de prueba consistió en comprobar el acceso y control remoto del registrador de datos por medio de la computadora fija vía internet móvil e internet de red de área local.

En este punto la Unidad Móvil de Medición y la Unidad Fija de Control se encuentran preparadas para ubicarlas en lugares diferentes y realizar la calibración remota del piranómetro de medición.

4. RESULTADOS DE LA CALIBRACIÓN Y CÁLCULO DE INCERTIDUMBRE

Los valores medidos durante un ejercicio de calibración en exterior con dos o más piranómetros se procesan para obtener el valor y la incertidumbre del mensurando, que en este caso es el factor de responsividad S dado en $V/W \cdot m^{-2}$ (ecuación 1). Para fines de calibración, se consideraron dos periodos de muestreo:

(a) Periodo 1 del 2020/12/22 al 2020/12/31 (10 días)

(b) Periodo 2 del 2021/01/01 al 2021/01/12 (12 días)

En la figura 6 se muestran los resultados gráficos de la medición del piranómetro de CMP6 mediante el piranómetro de referencia CMP21, correspondiente a dichos periodos de tiempo.

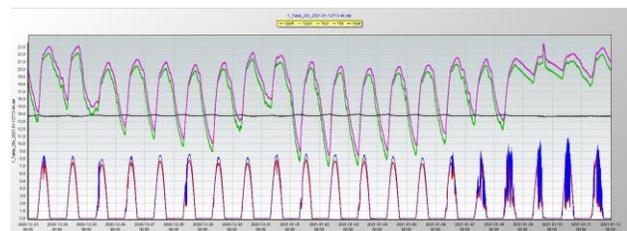


Figura 6. Gráficas de 20 días de medición de las cinco variables: Tensión de la batería (negro), Temperatura interna (morado), Temperatura externa (verde), Tensión del piranómetro de medición (azul) y tensión del piranómetro de referencia (rojo).

Los datos de tensión eléctrica (mV) se convierten a irradiancia ($V/W \cdot m^{-2}$) mediante la ecuación 1 y los datos de la responsividad S del piranómetro de medición ($10.26 \times 10^{-6} V/W \cdot m^{-2}$) se utilizan para determinar la responsividad del piranómetro bajo calibración; los datos se filtran de forma normalizada para descartar valores negativos, acotar intervalo de irradiancia y conservar errores menores a 2%, y en base al valor de responsividad de referencia, se obtienen los valores calculados de la responsividad del mensurando. El valor y la incertidumbre de la calibración obtenida es $10.219 \mu V/W \cdot m^{-2}$ y de la desviación estándar $0.0972 \mu V/W \cdot m^{-2}$ para 500 muestras; y de $10.232 \mu V/W \cdot m^{-2}$ con desviación estándar $0.0306 \mu V/W \cdot m^{-2}$ para 1000 muestras.

El error entre estos valores calibrados y el que proporciona el fabricante en la calibración inicial es 0.40 % y 0.28 %, respectivamente. Estos resultados y los del segundo periodo de medición se resumen en la tabla 2.

El error obtenido respecto a la calibración inicial del fabricante es común en los piranómetros respecto a su uso en el tiempo, debido a que la responsividad puede derivar con el uso y exposición al sol del instrumento.

Periodo de evaluación. (mes/año)	No. Muestras	Valor Calibración $\mu\text{V}/(\text{W}/\text{m}^2)$	Desv. Estándar. $\mu\text{V}/(\text{W}/\text{m}^2)$	Error (%)
12/2020	500	10.219	0.97	0.4
12/2020	1000	10.232	0.031	0.28
01/2021	500	10.183	0.110	0.75
01/2021	1000	10.213	0.052	0.46

Tabla 2. Resumen de resultados de calibración remota para el piranómetro CMP6 con referencia al CMP21.

5. CONCLUSIONES

Se desarrolló un sistema de calibración remota de piranómetros y se realizaron pruebas al sistema con piranómetros de responsividad conocida que permitieron comprobar su confiabilidad y consistencia de sus resultados con el valor de calibración conocido del piranómetro de referencia.

El sistema es confiable y permite realizar el control del sistema y la transferencia de la información con la computadora fija usando protocolos de comunicación seguros.

En la Unidad Móvil de Medición se usó una laptop por ser el dispositivo más simple para el desarrollo del proyecto. Sin embargo, por su reducido tamaño y costo, es más conveniente utilizar una micro PC o incluso una tarjeta con microprocesador embebido tipo Arduino [7] o tipo Raspberry con sistema operativo precargado, a los que se puede adaptar un módulo de comunicación vía telefonía móvil [8]. Una última opción para comunicar ambos módulos es mediante telefonía móvil satelital [9]. Como puede observarse, el diseño de la etapa de comunicación es

muy versátil y se puede modificar fácilmente, utilizando una gran variedad de componentes. Finalmente, se instaló la Unidad Móvil de Medición en el Edificio D del CENAM, mientras que la Unidad Fija de Control se instaló en un lugar alejado 40 km. El esquema de comunicación vía internet que se diseñó para lograr la comunicación permite controlar y descargar los datos de medición no solo desde la computadora fija, sino también desde cualquier otra computadora ubicadas en cualquier parte del mundo donde haya acceso a internet. Incluso otra opción que también se probó fue descargar el archivo de datos en forma remota desde un teléfono móvil.

El sistema de calibración remota de piranómetros desarrollado opera correctamente con resultados de medición iniciales satisfactorios.

REFERENCIAS

- [1] ISO 9847: 1992. Solar energy – Calibration of field pyranometers by comparison to a reference pyranometer.
- [2] Calibración de piranómetros en interiores: Fuentes de incertidumbre, H.A. Castillo-Matadamas, J.C. Molina-Vázquez. Simposio de Metrología 2018.
- [3] www.es.wikipedia.org/wiki/Piranómetro
- [4] www.campbellsci.es/cr300
- [5] www.steren.com.mx/adaptador-usb-a-serial-db9-de-1-8-m.html
- [6] www.campbellsci.es/pc200w
- [7] www.store.arduino.cc/usa/arduino-uno-rev3
- [8] www.dignal.com/producto/modulo-gsmgprs-sim900/
- [9] www.coberturamovil.ift.org.mx

MODELO DE INCERTIDUMBRE DE UN FOTOGONIÓMETRO DE CELDA MÓVIL TIPO C DE 6 METROS DE DIÁMETRO, DISEÑADO Y CONSTRUIDO EN MÉXICO

Marcos Flores Z., Erik U. Raymundo M., Luis Aldo Pérez P., y Humberto García F.
 Instituto Tecnológico de Puebla, Instituto Nacional de Astrofísica, Óptica y Electrónica
 Luis Enrique Erro #1 Sta. María Tonantzintla, 72840 San Andrés Cholula, Pue.
 (951)1007150, i17160399.07@puebla.tecnm.mx; (222) 3638676, i16221224.07@puebla.tecnm.mx;
 (222) 133 2596, lapp@inaoep.mx; (222) 450 8791, hgarflo@inaoep.mx.

Resumen: La incertidumbre es una medida cuantitativa de la calidad del resultado de medición que permite que estos sean comparados con otros resultados, referencias, especificaciones o normas. El documento presentado contiene la descripción del nuevo modelo de incertidumbre para el flujo luminoso obtenido con un fotogoniómetro de 6 metros de diámetro, basado en la metodología presentada en la NMX-140-IMNC-2002. Con el nuevo modelo se integraron nuevas fuentes de incertidumbre lo que permite obtener una reducción comparativa con el modelo anterior, y así obtener un mejor nivel de confianza en los resultados proporcionados por el laboratorio.

1. INTRODUCCIÓN

El Laboratorio de Iluminación y Eficiencia Energética del Instituto Nacional de Astrofísica, Óptica y Electrónica, es un laboratorio acreditado y aprobado conforme lo indica la Ley de Infraestructura de la Calidad, éste cuenta con un fotogoniómetro de celda móvil tipo C, con brazo de medida de 6 m de diámetro, el cual fue diseñado y fabricado como parte de un proyecto interno de desarrollo tecnológico.

Como parte del programa de Residencias Profesionales del Tecnológico Nacional de México, Campus Puebla, se propone la actualización y mejora del modelo de incertidumbre para la medición del flujo luminoso total de fuentes de luz artificial, mismo que se calcula conforme al Método de Flujo Zonal de la IESNA [3] (Sociedad de Ingenieros en Iluminación de Norteamérica, por sus siglas en inglés).

La estimación de la incertidumbre de medida es un requisito que demuestra la competencia técnica y la confiabilidad de un laboratorio conforme la norma ISO/IEC 17025 - Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración, tomando como guía la norma NMX-CH-140-IMNC-2002 - Guía para la expresión de incertidumbre en las mediciones, debido a lo anterior el Laboratorio de Iluminación y Eficiencia Energética debe dar cumplimiento con esta estimación de la incertidumbre como parte de su acreditación y mejora continua.

El modelo de incertidumbre que se propone incluye la mayor cantidad de fuentes de incertidumbre que este puede tener, y mejora significativamente el modelo previo que omitía algunas de las fuentes de incertidumbre.

2. DETERMINACIÓN DEL MODELO DE INCERTIDUMBRE DEL FOTOGONIÓMETRO A PARTIR DEL MÉTODO DE FLUJO ZONAL

El método de flujo zonal permite calcular el flujo luminoso total de una fuente de luz artificial mediante mediciones de iluminancia que se realizan alrededor de la misma (en 17 posiciones angulares horizontales), en 180 ángulos verticales, empleando un fotogoniómetro. Posteriormente se calcula la intensidad luminosa para cada una de las mediciones multiplicando la iluminancia por el cuadrado de la distancia de la fuente al sensor de medición, finalmente se multiplica cada intensidad luminosa por una constante de zona para obtener 180 flujos luminosos zonales.

a. Determinar la función base del método de flujo zonal

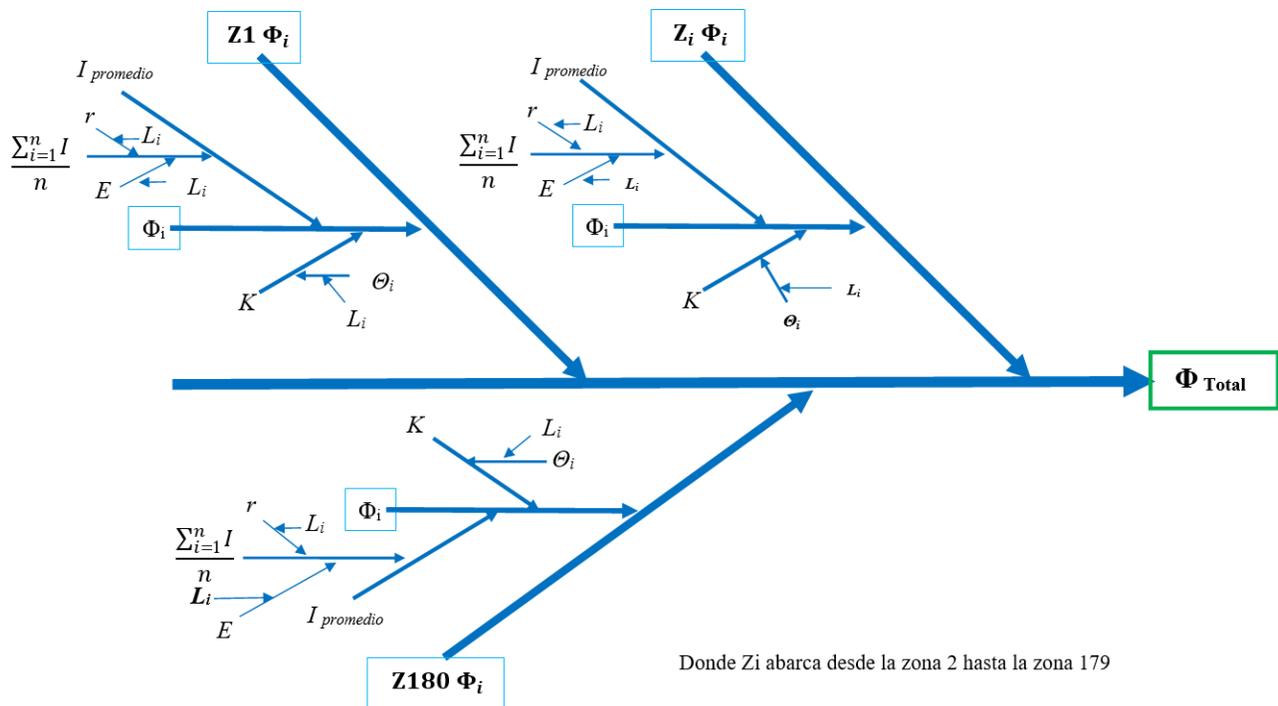
$$\Phi_{\text{Total}} = \sum_{i=Z_1}^{Z_{180}} \Phi_i$$

Donde Φ_i es el flujo de la zona 1 hasta la zona 180.

Para llegar a esta ecuación es necesario desglosar los elementos que influyen y determinar cuáles de ellos aportan incertidumbre en la medición, por tal

motivo se realizó un diagrama de Ishikawa para determinar los elementos que aportan incertidumbre

en la medición y de qué manera se relacionan con el resultado final.



Donde Zi abarca desde la zona 2 hasta la zona 179

Fig. 1 Diagrama de componentes de incertidumbre

b. Obtención de las incertidumbres típicas de los componentes.

La intensidad luminosa promedio se obtiene a partir de la siguiente expresión:

$$I = E * r^2 \rightarrow E = \frac{E_1 + E_2}{2}$$

Donde:

- I: Intensidad luminosa expresada en candelas (cd)
- E: Iluminancia expresada en luxes (lx)
- r: Radio del fotogoniómetro en metros (m).
- E₁: medición de la sonda 1 (lx)
- E₂: medición de la sonda 2 (lx)

A partir de la expresión anterior se obtiene la ecuación que nos permite obtener la incertidumbre típica de las sondas.

De acuerdo con los de calibración se tienen las siguientes incertidumbres para las dos sondas de medición de iluminancia y para un flexómetro. se tienen las siguientes incertidumbres:

- U_{S1} = 0.65 %, k=2, v = ∞
- U_{S2} = 0.65 %, k=2, v = ∞
- U_{Flex} = 0.08 mm, k=2, v = ∞

La NMX-CH-140-IMNC-2002-Guía para la expresión de incertidumbre en las mediciones indica que, para obtener la incertidumbre típica, se obtiene de la siguiente manera:

$$u_{E_1} = \frac{U_{S_1}}{k} \quad v_{E_1} = \infty$$

$$u_{E_2} = \frac{U_{S_2}}{k} \quad v_{E_2} = \infty$$

c. Calcular la incertidumbre combinada de la iluminancia:

$$u_{c(E)} = \sqrt{\left(\frac{\partial E}{\partial E_1} * u_{E_1}\right)^2 + \left(\frac{\partial E}{\partial E_2} * u_{E_2}\right)^2}$$

Donde las derivadas parciales son consideradas coeficientes de sensibilidad y se obtiene a partir de la expresión base

$$f(E, E_1) = \frac{\partial}{\partial E_1} \left(\frac{E_1}{2} + \frac{E_2}{2}\right) = \frac{1}{2} + 0 = \frac{1}{2}$$

$$f(E, E_2) = \frac{\partial}{\partial E_2} \left(\frac{E_1}{2} + \frac{E_2}{2}\right) = 0 + \frac{1}{2} = \frac{1}{2}$$

d. Determinar los grados de libertad de la incertidumbre combinada de las sondas

$$V_{\text{eff}(E)} = \frac{(u_{c(E)})^4}{\frac{(\frac{\partial E}{\partial E_1} * u_{E_1})^4}{\nu_{E_1}} + \frac{(\frac{\partial E}{\partial E_2} * u_{E_2})^4}{\nu_{E_2}}}$$

e. Incertidumbres típicas de la intensidad luminosa (I)

$$u_{c(E)} = \sqrt{\left(\frac{\partial E}{\partial E_1} * u_{E_1}\right)^2 + \left(\frac{\partial E}{\partial E_2} * u_{E_2}\right)^2} \quad \nu_E = \nu_{\text{eff}(E)}$$

$$u_{\text{Flex}} = \frac{U_{\text{Flex}}}{k} \quad \nu_{\text{Flex}} = \infty$$

f. Calcular la incertidumbre combinada de la intensidad luminosa

$$u_{c(I)} = \sqrt{\left(\frac{\partial I}{\partial E} * u_E\right)^2 + \left(\frac{\partial I}{\partial r} * u_{\text{Flex}}\right)^2}$$

Nota: Este cálculo se repite para las 17 posiciones angulares horizontales (0°, 22.5°, 45°, 67.5°, 90°, 112.5°, 135°, 157.5°, 180°, 202.5°, 225°, 247.5°, 270°, 292.5°, 315°, 337.5°, 360°)

Donde los coeficientes de sensibilidad se obtienen de la siguiente forma:

$$f(I, E) = \frac{\partial}{\partial E} (E * r^2) = r^2$$

$$f(I, r) = \frac{\partial}{\partial r} (E * r^2) = 2E * r$$

g. Determinar los grados de libertad de la incertidumbre combinada de la intensidad luminosa.

$$V_{\text{eff}(I)} = \frac{(u_{c(I)})^4}{\frac{(\frac{\partial I}{\partial E} * u_E)^4}{\nu_E} + \frac{(\frac{\partial I}{\partial r} * u_{\text{Flex}})^4}{\nu_{\text{Flex}}}}$$

h. A continuación se obtiene la incertidumbre de la intensidad luminosa promedio, la cual se obtiene de la siguiente ecuación:

$$I_{\text{prom}} = \frac{\sum_{i=1}^n I_{0^\circ \dots X^\circ \dots 360^\circ}}{n}$$

Donde:

- I_{prom} : Intensidad luminosa promedio de las 17 posiciones angulares horizontales
- I : Intensidad luminosa (cd) para cada una de las 17 posiciones angulares horizontales.
- n : número de datos (17 posiciones angulares horizontales).
- X° : 22.5°, 45°, 67.5°, 90°, 112.5°, 135°, 157.5°, 180°, 202.5°, 225°, 247.5°, 270°, 292.5°, 315°, 337.5°

$$u_{c(I_{\text{prom}})} = \sqrt{\left(\frac{\partial I_{\text{prom}}}{\partial I_{0^\circ}} * u_{I_{0^\circ}}\right)^2 + \left(\frac{\partial I_{\text{prom}}}{\partial I_{X^\circ}} * u_{I_{X^\circ}}\right)^2 + \dots + \left(\frac{\partial I_{\text{prom}}}{\partial I_{360^\circ}} * u_{I_{360^\circ}}\right)^2}$$

Los coeficientes de sensibilidad se obtienen como a continuación se muestra:

$$f(I_{\text{prom}}, I_{0^\circ}) = \frac{\partial}{\partial I_{0^\circ}} \left(\frac{I_{0^\circ} + I_{X^\circ} + \dots + I_{360^\circ}}{17}\right) = \frac{1}{17}$$

$$f(I_{\text{prom}}, I_{X^\circ}) = \frac{\partial}{\partial I_{X^\circ}} \left(\frac{I_{0^\circ} + I_{X^\circ} + \dots + I_{360^\circ}}{17}\right) = \frac{1}{17}$$

$$f(I_{\text{prom}}, I_{360^\circ}) = \frac{\partial}{\partial I_{360^\circ}} \left(\frac{I_{0^\circ} + I_{X^\circ} + \dots + I_{360^\circ}}{17}\right) = \frac{1}{17}$$

i. Los grados de libertad de la incertidumbre combinada de la intensidad luminosa promedio se calculan con la siguiente expresión.

$$V_{\text{eff}(I_{\text{prom}})} = \frac{(u_{c(I_{\text{prom}})})^4}{\frac{(\frac{\partial I_{\text{prom}}}{\partial I_{0^\circ}} * u_{I_{0^\circ}})^4}{\nu_{I_{0^\circ}}} + \frac{(\frac{\partial I_{\text{prom}}}{\partial I_{X^\circ}} * u_{I_{X^\circ}})^4}{\nu_{I_{X^\circ}}} + \dots + \frac{(\frac{\partial I_{\text{prom}}}{\partial I_{360^\circ}} * u_{I_{360^\circ}})^4}{\nu_{I_{360^\circ}}}}$$

j. Posteriormente se calculan las incertidumbres típicas de las constantes de zona K_n la cual es calculada a partir de la siguiente expresión:

$$K_n = 2\pi(\cos \theta_1 - \cos \theta_2)$$

Donde:

- K_n = Constante de zona ($n=1,2,3, \dots, 180$)
- θ_1 : Ángulo inicial de la zona
- θ_2 : Ángulo final de la zona

De acuerdo con el certificado de calibración se tiene la siguiente incertidumbre para el inclinómetro.

$$U_{\text{incmt}} = \pm 0.090^\circ \quad k=2, \nu = \infty$$

$$u_{\text{incmt}(^\circ)} = \frac{U_{\text{incmt}}}{k} \approx u(0^\circ \rightarrow 360^\circ)$$

k. Se calculan la incertidumbre combinada de las constantes de zona K_n

$$u_{c(K_n)} = \sqrt{\left(\frac{\partial K_n}{\partial \theta_1} * u_{\theta_1}\right)^2 + \left(\frac{\partial K_n}{\partial \theta_2} * u_{\theta_2}\right)^2}$$

Donde los coeficientes de sensibilidad se obtienen de la siguiente forma:

$$f(K_n, \theta_1) = \frac{\partial}{\partial \theta_1} (2\pi(\cos \theta_1 - \cos \theta_2)) = -2\pi \sin \theta_1$$

$$f(K_n, \theta_2) = \frac{\partial}{\partial \theta_2} (2\pi(\cos \theta_1 - \cos \theta_2)) = 2\pi \sin \theta_2$$

l. Sus grados de libertad se obtienen con la siguiente expresión.

$$V_{\text{eff}(K_n)} = \frac{(u_c(K_n))^4}{\frac{(\frac{\partial K_n}{\partial \theta_1} * u_{\theta_1})^4}{v_{\theta_1}} + \frac{(\frac{\partial K_n}{\partial \theta_2} * u_{\theta_2})^4}{v_{\theta_2}}}$$

m. Ahora se debe obtener la incertidumbre del flujo zonal el cual se obtiene a partir de multiplicar la constante zonal con la intensidad luminosa promedio, expresada en lúmenes.

$$\Phi_{Zn} = I_{\text{prom}} * K_n$$

Donde:

- Φ_{Zn} : flujo zonal
- Z_n : Zona n (n=1,2,3, ...,180)
- I_{prom} : intensidad luminosa promedio de las 17 posiciones angulares horizontales.
- K_n : constante zonal (n=1,2,3, ...,180)

Por la tanto la incertidumbre combinada del flujo zonal se calcula de la siguiente forma.

$$u_c(\Phi_{Zn}) = \sqrt{\left(\frac{\partial \Phi_{Zn}}{\partial I_{\text{prom}}} * u_{I_{\text{prom}}}\right)^2 + \left(\frac{\partial \Phi_{Zn}}{\partial K_n} * u_{K_n}\right)^2}$$

Donde los coeficientes de sensibilidad se obtienen como a continuación se indica

$$f(\Phi_{Zn}, I_{\text{prom}}) = \frac{\partial}{\partial I_{\text{prom}}} (I_{\text{prom}} * K_n) = K_n$$

$$f(\Phi_{Zn}, K_n) = \frac{\partial}{\partial K_n} (I_{\text{prom}} * K_n) = I_{\text{prom}}$$

n. Sus grados de libertad se obtienen con la siguiente expresión.

$$V_{\text{eff}(\Phi_{Zn})} = \frac{u_c(\Phi_{Zn})^4}{\frac{(\frac{\partial \Phi_{Zn}}{\partial I_{\text{prom}}} * u_{I_{\text{prom}}})^4}{v_{I_{\text{prom}}}} + \frac{(\frac{\partial \Phi_{Zn}}{\partial K_n} * u_{K_n})^4}{v_{K_n}}}$$

El paso angular que utiliza el fotogoniómetro del Laboratorio de Iluminación y Eficiencia Energética es de 0.5° verticales (para un intervalo de 0° a 180°) y 22.5° horizontales (para un intervalo de 0° a 360°), de esta forma los cálculos anteriores del inciso b hasta el inciso n se deben repetir las veces necesarias para obtener las incertidumbres de los ángulos.

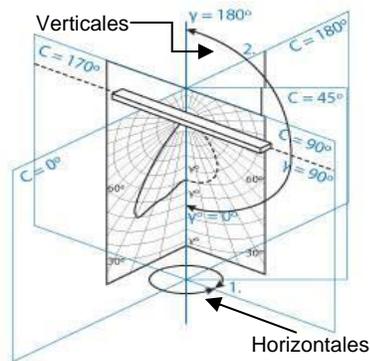


Fig. 2 Representación de grados verticales y grados horizontales medidos en el fotogoniómetro [5]

ñ. La ecuación del flujo luminoso total, es la siguiente:

$$\Phi_{\text{Total}} = \sum_{i=Z1}^{Z180} \Phi_{Zn} = \Phi_{Z1} + \Phi_{Z2} + \Phi_{Z3} + \dots + \Phi_{Z180}$$

Donde:

- Φ_{Total} = flujo luminoso total
- Φ_{Zn} = flujo zonal
- Z_n : Zona n (n=1,2,3, ...,180)

La incertidumbre combinada del flujo luminoso total se calcula de la siguiente forma.

$$u_c(\Phi_{\text{total}}) = \sqrt{\left(\frac{\partial \Phi_{\text{total}}}{\partial \Phi_{Z1}} * u_{c(\Phi_{Z1})}\right)^2 + \left(\frac{\partial \Phi_{\text{total}}}{\partial \Phi_{Z2}} * u_{c(\Phi_{Z2})}\right)^2 + \dots + \left(\frac{\partial \Phi_{\text{total}}}{\partial \Phi_{Z180}} * u_{c(\Phi_{Z180})}\right)^2}$$

Donde los coeficientes de sensibilidad se obtienen de la siguiente forma.

$$f(\Phi_{\text{Total}}, \Phi_{Z1}) = \frac{\partial \Phi_{\text{Total}}}{\partial \Phi_{Z1}} (\Phi_{Z1} + \Phi_{Z2} + \dots + \Phi_{Z180}) = 1$$

$$f(\Phi_{\text{Total}}, \Phi_{Z2}) = \frac{\partial \Phi_{\text{Total}}}{\partial \Phi_{Z2}} (\Phi_{Z1} + \Phi_{Z2} + \dots + \Phi_{Z180}) = 1$$

$$\vdots$$

$$f(\Phi_{\text{Total}}, \Phi_{Z180}) = \frac{\partial \Phi_{\text{Total}}}{\partial \Phi_{Z180}} (\Phi_{Z1} + \Phi_{Z2} + \dots + \Phi_{Z180}) = 1$$

Como se puede observar los coeficientes de sensibilidad en todos los casos para esta ecuación tendrán el valor de 1, resumiendo la ecuación de la incertidumbre combinada en lo siguiente:

$$u_{c(\Phi_{\text{total}})} = \sqrt{(u_{c(\Phi_{Z1})})^2 + (u_{c(\Phi_{Z2})})^2 + \dots + (u_{c(\Phi_{Z180})})^2}$$

o. Sus grados de libertad efectivos se obtienen con la siguiente expresión

$$V_{\text{eff}}(\Phi_{\text{total}}) = \frac{u_c \Phi_{\text{total}}^4}{\frac{(\frac{\partial \Phi_{\text{Total}}}{\partial \Phi_{Z1}} * u_c \Phi_{Z1})^4}{v_{\Phi_{Z1}}} + \dots + \frac{(\frac{\partial \Phi_{\text{Total}}}{\partial \Phi_{Z180}} * u_c \Phi_{Z180})^4}{v_{\Phi_{Z180}}}}$$

p. La incertidumbre expandida se obtiene a partir de la multiplicación del factor de cobertura k con la incertidumbre expandida del flujo luminoso total a un nivel de confianza del 95.45%

$$U_{\Phi_{\text{Total}}} = u_c \Phi_{\text{total}} * k$$

3. RESULTADOS

A continuación, se muestran como ejemplo los resultados obtenidos de la incertidumbre combinada para 0.5° verticales de las mediciones efectuadas a 0° horizontales de la muestra.

$$u_c(E_{0^\circ}) = 1.169409 \text{ lx} \quad V_{\text{eff}}(E_{0^\circ}) = \infty$$

$$u_c(I_{0^\circ}) = 0.694050 \text{ cd} \quad V_{\text{eff}}(I_{0^\circ}) = \infty$$

Para todas las combinaciones de ángulos horizontales y verticales se obtuvieron las incertidumbres combinadas de iluminancias (E), e intensidad luminosa (I). Para posteriormente obtener la incertidumbre combinada de la intensidad luminosa promedio (I_{prom}), así como, de sus correspondientes incertidumbres combinadas de la constante zonal (K_n) y el flujo zonal (Φ_{zn}).

$$u_c(I_{\text{prom}}) = 0.167353 \text{ cd} \quad V_{\text{eff}}(I_{\text{prom}}) = \infty$$

$$u_c(K_1) = 0.000013707 \text{ pu} \quad V_{\text{eff}}(K_1) = \infty$$

$$u_c(\Phi_{Z1}) = 0.004113947 \text{ lm} \quad V_{\text{eff}}(\Phi_{Z1}) = \infty$$

Una vez efectuadas las operaciones para las 180 zonas se obtiene el flujo total y sus respectivos grados de libertad efectivos.

$$u_c(\Phi_{\text{total}}) = 1.841244778 \text{ lm} \quad V_{\text{eff}} \Phi_{\text{total}} = \infty$$

Para la incertidumbre expandida con un nivel de confianza al 95.45 % y unos grados de libertad infinitos, se obtiene en la tabla G2 de la NMX-140-IMNC-2002 un factor de cobertura k=2

Por lo tanto, la incertidumbre expandida da como resultado, lo siguiente:

$$U_{\Phi_{\text{Total}}} = 1.841244778 * 2$$

$$U_{\Phi_{\text{Total}}} = \pm 3.682489 \text{ lm}$$

4. DISCUSIÓN

Este modelo de incertidumbre es más completo y complejo, ya que toma en cuenta mayores contribuciones que pudiesen afectar al ensayo, lo anterior aumenta la confianza en dicho modelo, esto se puede observar en la comparación con el modelo anterior, pues para un flujo total de 1982.71 lm se tenía un ±0.92% de incertidumbre del flujo total y con el nuevo modelo se tiene el ±0.1857% de incertidumbre para el mismo flujo luminoso.

5. CONCLUSIONES

El presente trabajo contribuye al fortalecimiento de 4 aspectos de la infraestructura de la calidad, primero contribuye a la mejora continua de sistemas de medición propios hechos en México; segundo, fortalece el compromiso de ofrecer mediciones confiables y veraces a los clientes mediante un enriquecido modelo de incertidumbre ; tercero, al tratarse de un proyecto de residencia profesional promueve la colaboración entre OECs e Institución de Educación Superior y el desarrollo de nuevos profesionales de la metrología; finalmente, muestra el compromiso por asegurar los objetivos legítimos de interés público en materia de eficiencia energética (NOM-ENER).

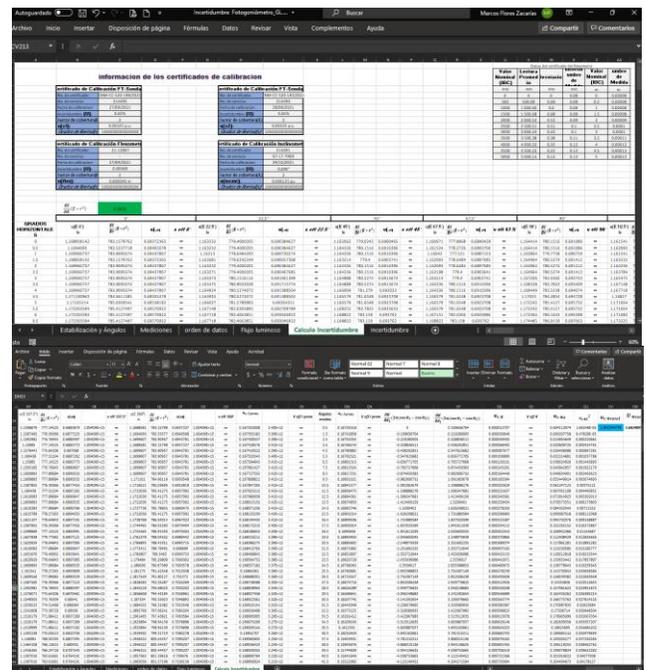


Fig. 3 Validación del modelo en el software Excel

REFERENCIAS

- [1] Instituto Mexicano de normalización y Certificación. Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración ISO/IEC 17025. (2017)
- [2] Instituto Mexicano de normalización y Certificación. Guía para la expresión de incertidumbre en las mediciones NMX-CH-140-IMNC-2002
- [3] Illuminating Engineering Society. (2011). THE LIGHTING HANDBOOK. New York. IES.
- [4] Iluminación-coeficientes de utilización de luminarios para alumbrado público de vialidades-especificaciones. NMX-J-507/1-ANCE-2013
- [5] Deco F.,2017 “Artículo técnico | La utilidad de las curvas fotométricas”, Revista Luminotecnia

DESARROLLO INTEGRAL Y CARACTERIZACIÓN DE UN PROTOTIPO DE DESINFECCIÓN DE FUENTES UV-C MODULAR

Esther Castro Galván¹, Noé Vidal Medina², Gabriel Lugo Luévano² y Salvador Echeverría Villagomez²

1. Posgrado de la Facultad de Contaduría y Administración, Universidad Autónoma de Querétaro. Cerro de las Campanas S/N, Querétaro. Tel: 4424394717, tetecei2019@gmail.com
2. Centro Nacional de Metrología, km 4.5 Carr. A Los Cués. El Marques Querétaro. Tel: 4422110500; nvidal@cenam.mx, ilugo@cenam.mx, saleche@cenam.mx

Resumen: El presente trabajo describe las mediciones y pruebas realizadas en el CENAM para el desarrollo experimental de un prototipo de desinfección de UV-C para controlar la dispersión del virus SARS-CoV2 en cabinas de avión. Se muestra el trabajo interdisciplinario entre la metrología física de radiación UV-C y la metrología químico-biológica. En cuanto a radiación se experimentó con fuentes tipo lámpara de descarga y LEDs. En la determinación de la efectividad, se experimentó con un plásmido sintético utilizado como marcador, formado por fragmentos de genes del SARS-CoV2 y con el microorganismo Escherichia Coli. Los resultados muestran que la efectividad desinfectante de la radiación UV-C depende de la dosis de radiación que recibe el objetivo y ésta, a su vez, de las características de la fuente UV-C, la distancia y el tiempo.

1. INTRODUCCIÓN

Derivado de la pandemia de la COVID-19 declarada a principios del 2020, además de la salud, la economía a nivel mundial se vio afectada seriamente. En lo que respecta al transporte aéreo comercial se redujeron las operaciones a nivel global en al menos un 60%, según datos de la Asociación Internacional de Transporte Aéreo (IATA por siglas en inglés) y la Organización de Aviación Civil Internacional (OACI).

Dada la emergencia sanitaria y económica que ha representado la pandemia, organizaciones públicas y privadas, así como empresas de diferentes sectores, han desarrollado e implementado estrategias para apoyar al control de la enfermedad incentivando el desarrollo de dispositivos para aminorar o controlar síntomas, dispositivos para la desinfección masiva en espacios públicos, el desarrollo de fármacos, métodos de detección y el desarrollo de vacunas, entre muchos otros. Esta respuesta derivó en una infinidad de dispositivos que salieron al mercado en un tiempo corto y que representó un reto para las organizaciones que evalúan la calidad de los mismos.

Durante la pandemia diferentes organizaciones priorizaron controlar la dispersión del virus de SARS-CoV2, por lo que la desinfección en espacios públicos fue y es de gran relevancia. Dentro de las estrategias seleccionadas, en diferentes ámbitos, estuvo el uso de luz ultravioleta cuya efectividad y desarrollo tecnológico ya estaba probado y se había usado en otras emergencias sanitarias (EPA, 2003).

Estudios científicos sobre el virus SARS-CoV-2, demostraron que es destruido eficazmente mediante radiación UV de baja longitud de onda: 254 nm. La luz ultravioleta usada como agente germicida se define como aquella que se encuentra en el intervalo de longitud de onda de 200 – 320 nm (Kowalski, 2009).

En el desarrollo de este proyecto se priorizó el uso de fuentes de radiación UV-C (longitud de onda menor a 280 nm), con énfasis en la reducción de riesgo contra COVID-19 para definir la mejor tecnología de la fuente de radiación UV-C y lograr un diseño de prototipo eficiente utilizando elementos comerciales actualmente disponibles. Se utilizaron las estrategias de innovación imitativa y oportunista (Freeman y Soete 1977). Imitativa al usar una tecnología de la radiación UV-C ya probada como germicida y un protocolo de bioensayos para sistemas de desinfección; oportunista debido a que se cuenta con la ventaja competitiva de utilizar Metrología Primaria, en los campos de la Radiometría y la Biometrología en los proyectos de desarrollo generados en el Centro Nacional de Metrología (CENAM). El desarrollo del dispositivo presentado en este trabajo es un ejemplo de innovación arquitectural con aplicación de la Metrología donde se puede ir cambiando la arquitectura del producto sin cambiar sus componentes, apoyados siempre en mediciones confiables de las variables físicas que intervienen en el desarrollo del prototipo (Abernathy y Utterback, 1978).

Metrología primaria

El sistema para medición de radiación UV instalado en CENAM ha servido como referencia nacional durante 15 años y ha ofrecido servicios de calibración y asesoría a usuarios de la tecnología en diversos procesos industriales y médicos.

Para el diseño del prototipo se hace uso de las capacidades de medición instaladas en el Patrón Nacional de Dosis de Radiación UV del Centro Nacional de Metrología (CENAM). Para la caracterización de la efectividad de la sanitización mediante UV-C son necesarias dosis de radiación en diferentes longitudes de onda producidas mediante diferentes tecnologías de emisión de radiación. Durante la fase de pruebas se trabajó principalmente con lámparas de descarga y LEDs de UV-C para lograr las dosis de radiación utilizadas en los ensayos de alta confiabilidad.

El sistema de medición de CENAM cuenta con referencias de radiación UV basadas en dispositivos de estado sólido LEDs UV y un sistema de control de parámetros eléctricos y térmicos que permiten definir y controlar adecuadamente las dosis de radiación ultravioleta. Garantizar la estabilidad, la repetibilidad y una alta reproducibilidad de las dosis de radiación es crítico en el proceso de desarrollo del método primario para la validación de la efectividad de la sanitización.

El reto actual es adecuar las dosis de radiación UV para llevarlas a valores adecuados, para lograr la correcta desinfección del SARS-CoV-2 y extender los resultados a otros dispositivos, empresas y organismos que comiencen a utilizar radiación UV para desinfectar sus espacios públicos.

La caracterización microbiológica del sistema de desinfección UV-C se realizó utilizando dos estrategias, una con un material de referencia al que se le llama en este documento marcador, consta de un plásmido sintético formado por fragmentos de genes del SARS-CoV2 y la segunda utilizando el microorganismo *Escheriquia Coli*. La validación de sistemas de desinfección de UV-C se basa en bioensayos, que se realizan utilizando un microorganismo de desafío, que no necesariamente es el patógeno al que se quiere evaluar su inactivación con una determinada radiación. El manejo del patógeno objetivo durante las pruebas de validación no es práctico y representa un riesgo a la salud, adicionalmente se requieren instalaciones de

bioseguridad de alto nivel para poder realizar los ensayos (EPA, 2006).

El proyecto que se describe en el presente reporte tuvo como objetivo caracterizar con metrología primaria el desarrollo de un prototipo de desinfección UV-C que cumpla con los requisitos técnicos para su uso extensivo en la industria aeronáutica.

3. MATERIALES Y MÉTODO

Caracterización radiométrica

a) Procedimiento

Se caracterizaron radiométricamente un conjunto de fuentes de radiación UV-C y posteriormente se seleccionó el mejor candidato para desarrollo de prototipo. Se empleó el procedimiento interno vigente 520-AC-P.021: "Calibración en irradiancia de medidores de radiación ultravioleta. Método de comparación directa" del CENAM.

b) Patrones de referencia y otros instrumentos utilizados

- I. Radiómetro piroeléctrico, Marca: Laser Probe, Modelo: Rs-5900/RsP-590, Incertidumbre: 0.61% con $k = 2.02$, trazable a potencia óptica mediante el patrón nacional de flujo radiante CNM-PNF-12.
- II. Fuente de DC Keithley, Modelo 2602A SourceMeter.
- III. Fuente de DC Keithley, Modelo 2420A SourceMeter.
- IV. Espectrómetro de arreglo Avantes 3648.
- V. Fuente AC Pacific SmartSource 125-AMX
- VI. Controlador de temperatura ILC Lighthwave, Modelo LDT-5498
- VII. Distanciómetro Laser Leica

Método

- I. Definición de Patrones de medición a utilizar, montajes y accesorios especiales,
- II. Estabilización de fuentes de UV-C para mejorar las mediciones radiométricas, de acuerdo con recomendaciones del fabricante.
- III. Verificación del espectro de emisión de fuentes de UV-C, antes y durante de las pruebas de efectividad.
- IV. Medición de irradiancia espectral a diferentes tensiones de operación.

- V. Medición de irradiancia a diferentes distancias de fuentes de UV-C.
- VI. Relación irradiancia – temperatura de operación para dispositivos basados en LED.
- VII. Cálculo de dosis (J/cm²) para ensayos con microorganismos en Biomateriales

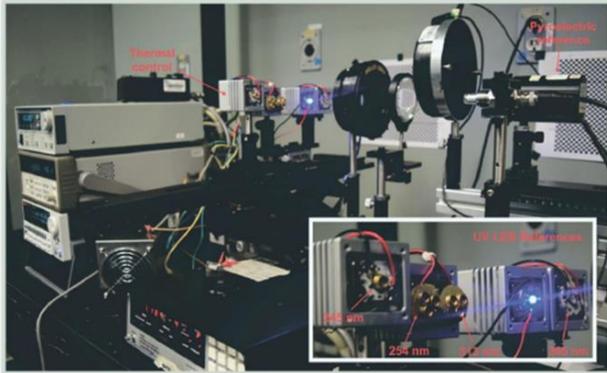


Figura 1. Configuración del sistema de medición del Patrón Nacional de Dosis.

Caracterización microbiológica

La caracterización del sistema de desinfección UV-C se realizó utilizando un material de referencia al que se le llama en este documento marcador, que consta de un plásmido sintético formado por fragmentos de genes del SARS-CoV2, CMR-6000690^a: CENAM MR *in house* caracterizado con PCR (Reacción en Cadena de Polimerasa) digital así como del microorganismo *Escheriquia Coli*. Los parámetros caracterizados fueron la efectividad de la dosis utilizada con el dispositivo de desinfección, diferentes tiempos de exposición, concentraciones del marcador, longitudes de onda y dos tecnologías de UV.

Los diferentes dispositivos UV-C evaluados se montaron en el laboratorio de Bioanálisis en condiciones controladas de temperatura, partículas y en general de contaminantes biológicos y químicos.

Se evaluaron las diferentes tecnologías de UV-C a diferentes longitudes de onda a una concentración nominal del marcador de 2×10^7 copias/ μ l, la degradación del marcador se siguió utilizando la técnica de PCR para el fragmento de secuencia del gene N. La inactivación de *Escheriquia Coli* fue utilizando microbiología clásica y contando el crecimiento de unidades formadoras de colonias (UFC), en ambos casos se realizaron curvas dosis-respuesta.

El proyecto que se describe en el presente reporte tuvo como objetivo caracterizar con metrología primaria un prototipo de desinfección UV-C que cumpla con los requisitos técnicos para su uso extensivo en la industria aeronáutica.

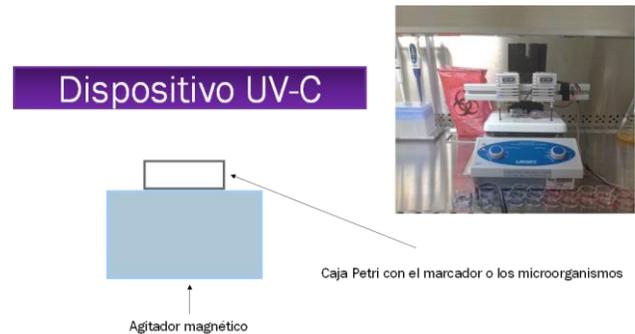


Figura 2. Dispositivo tecnología LED 265 nm, montado dentro de la campana de flujo laminar para los experimentos de radiación con el marcador.

3. RESULTADOS

3.1. Resultados radiométricos

Estabilización de fuentes de UV-C durante 100 horas para mejorar las mediciones radiométricas.

La estabilización las fuentes de UV-C se logra manteniendo encendido el dispositivo durante al menos 100 horas continuas, a una tensión eléctrica de alimentación controlada. Al finalizar el periodo de estabilización, las mediciones radiométricas y de tensión eléctrica de alimentación presentaron menor variabilidad en los valores medidos. Se realizaron mediciones comparativas para verificar el efecto en los cambios en los valores de irradiancia, de tensión eléctrica y en el espectro de emisión de las fuentes de UV-C. Para el caso de todas las fuentes analizadas se determinó que la variabilidad de las mediciones mejora significativamente después de 120 de horas de estabilización.

Durante el proceso de estabilización (> 100 horas) se monitoreó el espectro de emisión de las fuentes de UV-C mediante el espectrofotómetro Avantes 3648 utilizando tiempos de integración fijos y periodos de tiempo constantes. No se registraron cambios significativos en los picos de emisión de las fuentes de UV-C. Solo la intensidad del espectro de emisión cambia durante el proceso de estabilización.

Verificación del espectro de emisión de las fuentes de UV-C.

El espectro de emisión se mide durante el proceso de estabilización para buscar cambios significativos en los picos de emisión de los diodos LED o lámpara de descarga. Para la selección de la mejor fuente de radiación se analizaron 4 diferentes dispositivos.

Los espectros registrados durante la estabilización se analizaron para buscar cambios en la longitud de onda del espectro de las fuentes de radiación (figura 3). Los datos de los espectros de emisión medidos se ajustaron mediante la curva de calibración en irradiancia espectral del espectrómetro de arreglo Avantes 3648 para generar la trazabilidad de las mediciones a la lámpara de referencia FEL SL-185 usada en CENAM.

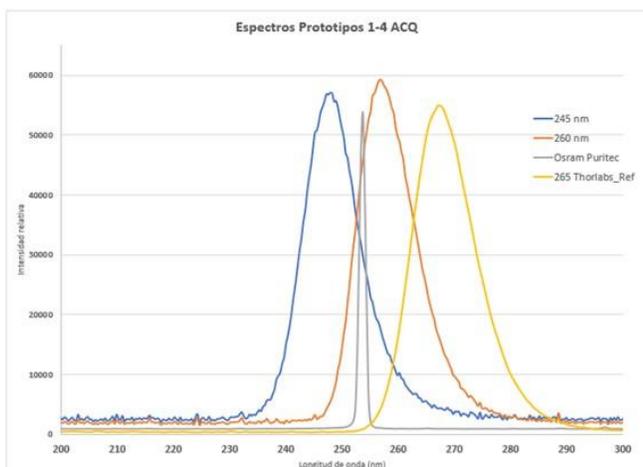


Figura 3. Comparación del espectro de emisión de los 4 fuentes de radiación UV analizadas

Medición de irradiancia a diferentes distancias de las fuentes de UV-C.

Para verificar el efecto sanitizante de las fuentes de UV-C es necesario caracterizar el valor de irradiancia a diferentes distancias entre las muestras y la fuente de UV-C. Se realizaron mínimo 250 mediciones en cada distancia de interés durante 40 minutos. El tiempo que tarda el luminario en estabilizarse se descarta y los resultados reflejan el promedio de al menos 100 mediciones en cada distancia. La incertidumbre expandida de esta medición no supera el 2% en las mediciones con mayor dispersión debido a la distancia.

Una vez definida la relación entre el valor de irradiancia de la fuente y la distancia que la separa de las muestras (figura 4), es posible calcular la dosis

de radiación UV-C a la que se van a realizar los ensayos de alta confiabilidad.

Considerando las dosis calculadas y los resultados de los ensayos, se fueron descartando las fuentes de radiación UV priorizando la efectividad del dispositivo. Finalmente se eligió un LED de 265 nm al ser altamente efectivo contra microorganismos y que sus parámetros de funcionamiento (tensión eléctrica, corriente eléctrica y temperatura de operación) son similares a las referencias utilizadas en CENAM.

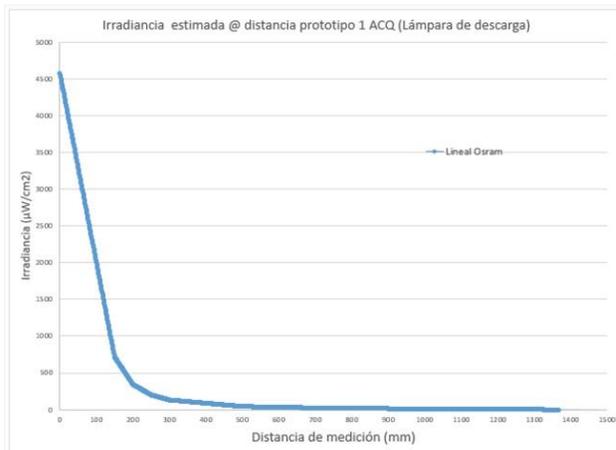


Figura 4. Gráfica extrapolada de la relación irradiancia – distancia de fuentes de UV-C

Cálculo de dosis (J/cm²) para los bioensayos.

Tabla 1. Dosis de UV-C prototipo 2 @ 0.030 mA LED245W

Promedio	(μW/cm2)	Dosis base (mJ/cm²)	Tiempo (h)
4.524	45.238	1000000	6.14
		900000	5.53
		800000	4.91
		700000	4.30
		600000	3.68
		500000	3.07
		400000	2.46
		300000	1.84
		200000	1.23
		100000	0.61

3.2. Resultados Bioensayos

La lámpara de descarga con una λ nominal de 254 nm resultó menos eficiente en la degradación del marcador. Su caracterización radiométrica, mostró que aproximadamente el 53 % de la energía de la lámpara está entre el espectro azul y visible (de los 300 a los 600 nm).

El LED 260 nm a los 10 minutos redujo el 62% del marcador y la lámpara de descarga a los 23 minutos redujo el 58% del marcador. A la hora de exposición el LED de 260 nm redujo el 87 % con una dosis de 0.0616 J/cm² y la lámpara casi el 99 % con una dosis de 1 J/cm².

La tecnología LED a la longitud de onda de 265 nm presentó una mayor eficiencia de degradación del marcador utilizando un intervalo de dosis de 0.06 a 0.7 J/cm² con tiempos de exposición que van de 0.5 min a 60 min respectivamente. A los 30 minutos de exposición se obtuvo una degradación del 30% y a los 60 min se obtuvo una degradación del 97 %. Para el caso del LED a 245 la degradación es casi constante en todo el intervalo de dosis teniendo un máximo de 31 %, bajo las condiciones experimentales utilizadas tabla 2.

El LED de 265 nm, considerando un tiempo normalizado de 1 minuto de radiación UV redujo el 44% del marcador y a los 60 minutos el 97 % con dosis de 0.006 J/cm² y máxima de 0.7 J/cm². Se concluye que el LED A 265 nm es el más eficiente para la degradación del marcador, tabla 2.

Tabla 2. Resumen de reducción de cuentas /ml del marcador con los diferentes dispositivos a diferentes condiciones experimentales.

Dispositivo	Dosis (J/cm ²)	Tiempo de exposición (min)	Reducción (%) cuentas/ml del marcador
LED 260 nm		10	62
LED 260 nm	0.06	60	87
Lámpara de descarga	1	23	58
Lámpara de descarga	1	60	99

LED 265 nm	0,06	30	30
LED 265 nm	0.7	60	97
LED 245 nm	0,06-1	10-60	31

El último experimento realizado con el LED a 265 nm fue el de preparar una disolución de una bacteria, *Escheria Coli*, y someterla a las mismas dosis de trabajó, para cuantificar el número de unidades formadoras de colonias (UFC/ml). Se encontró que la degradación de los microorganismos es inmediata a los 30 s y al minuto la población decreció por completo.

4. CONCLUSIÓN

Una vez concluidas las pruebas radiométricas y de efectividad en el laboratorio de Biomateriales, el LED comercial de 265 nm, presentó las siguientes ventajas técnicas respecto a los demás dispositivos:

- I. Mayores valores de irradiancia relativos.
- II. Buenos resultados en las pruebas de efectividad utilizando materiales de referencia certificados.
- III. Compatible con fuentes de alimentación y drivers eléctricos de uso general.
- IV. Longitud de onda real dentro del intervalo del UV-C.
- V. Relativa baja sensibilidad a la temperatura de funcionamiento si se monta sobre un disipador.
- VI. Buena estabilidad de flujo radiante durante vida útil.
- VII. Facilidad de instalar, no requiere de mantenimiento y tiene protección antiestática.
- VIII. Disponibilidad comercial y precio adecuado.

Se generó un sistema prototipo caracterizado y validado metrológicamente para su uso confiable en la desinfección de superficies.

- Es importante resaltar que la escala de efectividad utilizada durante este proyecto está desarrollada y sustentada por dos parámetros primordiales, el uso de materiales de referencia, y su relación con estudios radiométricos orientados a las longitudes de onda características (nm) de las fuentes de UV-C

- Debido a que este proyecto no está ligado a marcas de componentes o reactivos específicos (los mencionados son para claridad en la información), el

proceso de validación es claro y fácil de aplicar a otros estudios de aprobación de modelo o validación de tecnología.

- El entregable tiene un carácter modular, sus componentes pueden ser escalados para tener un sistema más potente contra el Sars Cov-2 o algún otro patógeno, o ser fácilmente reemplazados y sustituidos para desarrollar un sistema diferente de acuerdo con otra aplicación específica de interés del ACQ u otros potenciales usuarios: desinfección de pasillos, andenes, espacios grandes, ductos de ventilación, etc.

- Se requiere generar métodos y procedimientos simples y accesibles para evaluar prototipos o cualquier sistema de desinfección, en ambiente real.

- El protocolo desarrollado es la base para ofrecer servicios de aprobación de modelo y/o procedimientos de evaluación de conformidad en sistemas comerciales.

- Permite abrir líneas de investigación como la degradación de plásmidos sintéticos para la evaluación sistemática de fuentes de radiación con diversos fines de investigación, desarrollo comercial o ciencia de frontera.

- Mediante el uso del protocolo desarrollado durante este proyecto, es posible generar nuevas escalas de medición, más prácticas y aplicadas que resuelvan las dudas y temores de las empresas al utilizar tecnologías nuevas o de reciente aplicación.

- Se abre la posibilidad de compartir y/o difundir los resultados y sus aplicaciones con otros clústeres del estado de Querétaro como el automotriz, salud, TIC's, etc.

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos el apoyo del Aeroclúster de Querétaro A.C. (ACQ) así como a la Secretaría de Desarrollo Sustentable del Estado de Querétaro (SEDESU) y al Consejo de Ciencia y Tecnología del Estado de Querétaro (CONCYTEQ), por el apoyo financiero del proyecto.

REFERENCIAS

- [1] Abernathy, W. and Utterback, J. (1978). 'Patterns of Industrial Innovation', *Technology Review*, 80(7): 40–7.
- [2] EPA (2003). Ultraviolet Desinfection Guidance Manual. EPA 815-D-03-007. United States Environmental Protection Agency (EPA), June 2003.
- [3] Freeman, C. and Soete, L. (1997). *The Economics of Industrial Innovation*. London: Pinter. ISBN:9780262561136
- [4] ISO (2020). ISO 15727:2020 (E). UV-C Devices- Measurement of the output of a UV-C lamp. First edition 2020-01
- [5] Kowalski W. (2009). Ultraviolet Germicidal Irradiation Handbook (UVGI) for Air and Surface Desinfection. Springer Heidelberg Dordrecht London New York DOI 10.1007/978-3-642-01999-9
- [6] Shot Johan and Steinmueller (2018). Three frames for innovation policy: R&D, systems of innovation and transformative change. *Research Policy* 47, 1554-1567.

INTERPRETACIÓN Y USO DE LOS RESULTADOS DE UN CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN DE TERMÓMETRO DE RESISTENCIA DE PLATINO

Martines López E., Cárdenas García D., Cywiak Cordova D.

Teléfono: 52 442 2110500, ext. 3420, correo electrónico: emartine@cenam.mx

Resumen: Los termómetros de resistencia de platino (TRPt) son ampliamente usados tanto a nivel industrial como de laboratorio. Para asegurar la confiabilidad de las mediciones realizadas con este tipo de termómetros es necesario que estén calibrados y que los resultados de la calibración se utilicen adecuadamente. Un certificado o informe de calibración debe tomar en cuenta lo establecido, en el estándar ISO/IEC 17025:2017 (Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración, en la Guía para la expresión de la incertidumbre medida (GUM, por sus siglas en inglés) y en la Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT-90).

Cuando no se usa o interpreta adecuadamente un certificado de calibración se pone en riesgo la trazabilidad y confiabilidad de las mediciones, por lo tanto, es importante que la información que se incluya en un certificado de calibración sea revisada y comprendida antes de su uso.

En este trabajo se presenta el caso de la calibración de un TRPt, en el que se describen los métodos de calibración existentes, los modelos de medición, y el contenido técnico del certificado de calibración. Adicionalmente, se da información de cómo interpretar y usar el certificado de calibración de un TRPt, y se concluye con la importancia de incluir el número correcto de cifras significativas para reportar los resultados.

INTRODUCCIÓN.

Los TRPt se usan ampliamente para la medición de temperatura en distintas aplicaciones, las cuales incluyen su uso en el sector industrial, sector salud, sector agrícola, en laboratorios de calibración, entre otros, ya que cubren un amplio intervalo de temperatura (desde aproximadamente $-260\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta aproximadamente $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$) y pueden alcanzar incertidumbres desde unidades de K hasta mK (o menores) dependiendo del tipo de termómetro [1].

Para asegurar la trazabilidad de las mediciones de temperatura realizadas con un TRPt es necesario que éste se encuentre calibrado en el intervalo de uso y que los resultados de calibración se interpreten adecuadamente al realizar una medición.

Los resultados de la calibración se informan en un certificado o informe de calibración, el cual debe incluir la información requerida por la norma internacional ISO/IEC 17025:2017 [2], la cual, entre otras cosas requiere los resultados de calibración y su incertidumbre asociada. Esta incertidumbre se estima de acuerdo a lo establecido en la Guía para la expresión de la incertidumbre de medida (GUM) [3]. Adicionalmente, dado que los TRPt son instrumentos definitorios de la Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT-90) [1], la

temperatura reportada a partir de un TRPt se debe obtener según lo establece la EIT-90.

No obstante que este tema ya se trató con anterioridad en [4], es importante aclarar los temas que siguen despertando dudas y es necesario incorporar aquellos temas que no fueron incluidos, entre los que se encuentran el uso adecuado de las cifras significativas.

Cuando no se siguen de manera adecuada las referencias anteriores para informar los resultados de la calibración de un TRPt, o cuando no se interpreta o usa adecuadamente un certificado de calibración, existe el riesgo de perder la trazabilidad, y como consecuencia la pérdida de confiabilidad de las mediciones realizadas con este instrumento.

Algunos factores que ponen en riesgo la trazabilidad de las mediciones son:

- Definición incompleta o incorrecta del mensurando,
- Modelo del mensurando inadecuado o incompleto,
- Uso incorrecto del instrumento calibrado,
- Resultados de calibración con un limitado número de cifras significativas,
- Suponer para el mensurado una distribución de probabilidad normal cuando en dicha distribución no lo representa.

- Valores medidos no corregidos de acuerdo con el certificado de calibración,
- Interpretación incorrecta del valor e incertidumbre del mensurando reportado, etcétera.

Por lo anterior, un informe o certificado de calibración debe ser elaborado tomando en cuenta los documentos de referencia citados e incluir información adicional que permita interpretar y usar de manera clara los resultados de la calibración [4].

MÉTODOS DE CALIBRACIÓN DE TRPt

Existen dos métodos reconocidos para calibrar un TRPt: a) El método de puntos fijos y b) el método de comparación.

El método de puntos fijos (a) tiene como base el uso de puntos fijos de sustancias puras, cuyas transiciones de fase (fusión, solidificación o punto triple) se presentan en valores de temperatura conocidos y constantes. De estos valores se obtienen las temperaturas de referencias utilizadas en la calibración. Los puntos fijos se reproducen en celdas que contienen la sustancia pura, cuya transición de fase se realiza en medios de temperatura controlada. Estas celdas tienen un termo-pozo, en el cual se inserta el termómetro a calibrar. La EIT-90 establece los puntos fijos en los que se puede realizar la calibración de un TRPt [1].

El método de comparación (b) consiste en colocar el termómetro a calibrar y un termómetro patrón en un medio de temperatura controlada, en el cual se comparan los valores medidos. En este caso la temperatura de referencia es dada por el termómetro patrón. La calibración se realiza en diferentes puntos de temperatura, los cuales cubren el intervalo de uso del termómetro.

El medio de temperatura controlada debe cumplir con una serie de requisitos metrológicos conocidos (estabilidad, gradientes, profundidad, etc.) para usarse en la calibración.

En ambos métodos es recomendable que la calibración se realice al termómetro completo, es decir, al sensor y su unidad lectora, que es la condición normal de uso, y no solamente al sensor. Esto minimiza los errores sistemáticos al usar otra unidad lectora. Además, también es importante para asegurar la validez de los resultados de la calibración según lo establece el estándar ISO/IEC 17025.

MODELOS DE MEDICIÓN

Los TRPt son termómetros que relacionan los cambios de temperatura con cambios en su resistencia eléctrica. Existen dos modelos reconocidos que relacionan el cambio de resistencia eléctrica (R_t) con el cambio de la temperatura (t). El primero es el modelo de Callendar-Van Dusen [5-6], cuya ecuación (1) es,

$$R_t = R_0(1 + At + Bt^2 + Ct^3[1 - t]) \quad (1)$$

Donde

R_0 es la resistencia del termómetro en el punto de fusión del hielo,

A , B y C son los coeficientes obtenidos en la calibración del termómetro y son únicos para cada termómetro. En termómetros estandarizados se especifican los valores de los coeficientes A , B y C , así como las tolerancias permitidas por su uso [6].

El valor de temperatura de un TRPt se obtiene al solucionar la ecuación (1) para t a partir de la medición de R_t , para lo cual es necesario que se conozca adicionalmente el valor de la resistencia en el punto de fusión del hielo (R_0) o en el punto triple del agua, y los coeficientes A , B y C .

El segundo, es el modelo descrito en la EIT-90 [1], el cual está dividido en dos intervalos de temperatura.

En el intervalo de 13.8033 K a 273.16 K la EIT-90 establece que,

$$\ln[W_r(T_{90})] = A_0 + \sum_{i=1}^{12} A_i \left[\frac{\ln(T_{90}/273.16 \text{ K}) + 1.5}{1.5} \right]^i \quad (2)$$

Cuya función inversa es,

$$T_{90}/273.16 \text{ K} = B_0 + \sum_{i=1}^{15} B_i \left[\frac{W_r(T_{90})^{1/6} - 0.65}{0.35} \right]^i \quad (3)$$

En el intervalo de 0 °C a 961.78 °C

$$W_r(T_{90}) = C_0 + \sum_{i=1}^9 C_i \left[\frac{T_{90}/K - 754.15}{481} \right]^i \quad (4)$$

Cuya función inversa es,

$$T_{90}/K - 273.15 = D_0 + \sum_{i=1}^9 D_i \left[\frac{W_r(T_{90}) - 2.64}{1.64} \right]^i \quad (5)$$

Donde T_{90} es la temperatura en K,

A_i , B_i , C_i y D_i son coeficientes dados en la EIT-90.

Las ecuaciones (2) a (5) son funciones de referencia que establecen una relación entre el valor de W_r y los valores de temperatura T_{90} . Los valores de W_r son valores de referencia asociados a los valores de la temperatura de puntos fijos [1]. Estos valores de referencia son utilizados cuando se realiza la calibración de un TRPt mediante el método de puntos fijos de temperatura.

Cuando se desea utilizar el modelo de la EIT-90 en una calibración por el método de comparación, el valor de W_r se calcula mediante las ecuaciones (2) y (4) a partir del valor de temperatura de referencia determinado con el termómetro patrón (figura 2).

Las funciones de referencia son funciones que representan el comportamiento generalizado de los termómetros de resistencia de platino y se espera que cualquier termómetro (particularmente aquellos de alta exactitud) se aproximen a esta función [7].

En la figura 1 se muestra el comportamiento de la función de referencia en el intervalo de 0 °C a 960 °C para un termómetro ideal (ecuación 4) y un termómetro real.

A las diferencias entre W_r (ideal) y W (real) se les puede asociar una función de desviación (ΔW) que sirve para corregir por esta diferencia. Los parámetros de la función de desviación se calculan con los datos de la calibración del termómetro de interés.

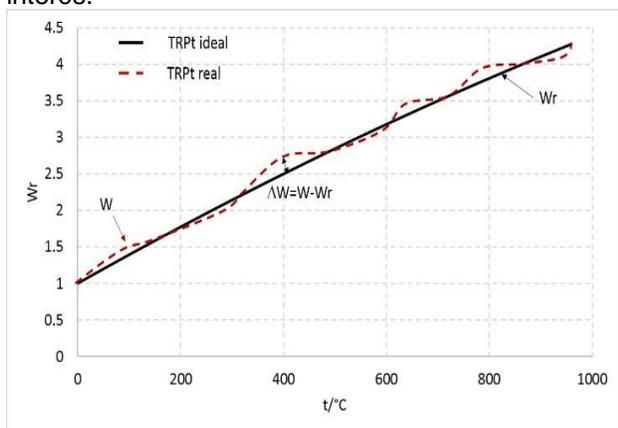


Figura 1. Comportamiento de la función de referencia ideal de un TRPt en el intervalo de 0 °C a 960 °C, y una función real.

La EIT-90 establece la relación de los coeficientes de la desviación de un TRPt, respecto de la función de referencia, en el intervalo de temperatura donde se

calibra el termómetro. Los coeficientes estimados son únicos para cada termómetro calibrado.

En la EIT-90 se definen 11 funciones de desviación en intervalos de temperatura distribuidos en el intervalo de 13 K a 960 °C, por tanto, un TRPt se puede calibrar en uno o más de los intervalos de calibración mencionados y puede aplicarse a la calibración por puntos fijos o a la calibración por comparación.

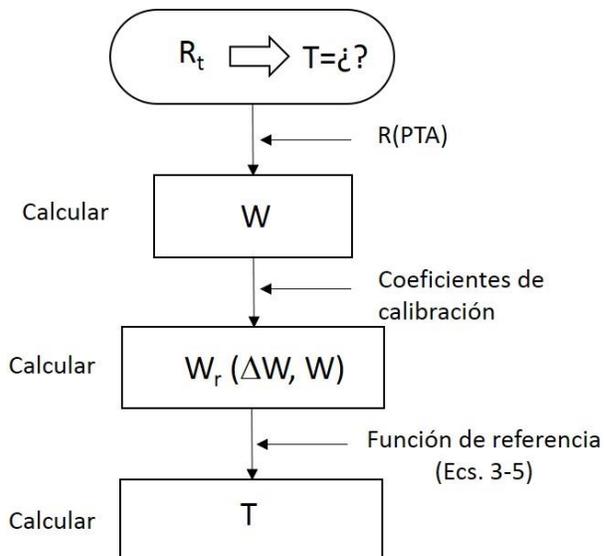


Figura 2. Diagrama de flujo para calcular T a partir de un valor de R_t de un termómetro calibrado.

CONTENIDO DEL CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN

A continuación, se presenta un ejemplo del contenido técnico del certificado de calibración de un TRPt calibrado por el método de puntos fijos desde el punto triple del Argón (PT Ar) hasta el punto de solidificación del Zinc (PS Zn).

En el certificado de calibración se informa lo siguiente:

- 1) Método de calibración: puntos fijos
- 2) Tabla con los puntos fijos utilizados junto con sus respectivos valores de temperatura y W_r definidos por la EIT-90, y los valores medidos de $W(t)$ del termómetro que se calibró (Tabla 1).

Tabla 1. Valores de t_{90} , W_r y W del termómetro calibrado.

¹ Punto fijo	$t_{90} / ^\circ\text{C}$	W_r	W
PT Ar	-189.3442	0.215 859 75	0.216 280
PT Hg	-38.8344	0.844 142 11	0.844 255
PT H ₂ O	0.01	1.000 000 00	1.000 000
PS Sn	231.928	1.892 797 68	1.892 106
PS Zn	419.527	2.568 917 30	2.567 630

¹PS: Punto de solidificación, PT: Punto triple

Los valores de $W(t)$ se calcularon del cociente de su resistencia eléctrica medida en el respectivo punto fijo (R_{PF}) y su resistencia eléctrica en el punto triple del agua, es decir, $W = R_{PF}/R_{PTH_2O}$.

3) Resistencia eléctrica del valor actual medido en el punto triple del agua: $R_{PTH_2O} = 100.0554 \Omega$ medida con el termómetro que se calibró.

4) Función(es) de desviación, coeficientes estimados de la función e incertidumbre de los coeficientes.

Tabla 2. Función de desviación y coeficientes estimados del termómetro calibrado.

Intervalo: PT Ar a PT H ₂ O		
Función de desviación	Coeficientes	
$\Delta W = a (W - 1) + b (W - 1) \ln W$	$a = -7.48 \times 10^{-4}$ $u_a = 1.9 \times 10^{-5}$	$b = -1.38 \times 10^{-4}$ $u_b = 1.3 \times 10^{-5}$
Intervalo: 0 °C a PS Zn		
Función de desviación	Coeficientes	
$\Delta W = a (W - 1) + b (W - 1)^2$	$a = -7.148 \times 10^{-4}$ $u_a = 8.1 \times 10^{-6}$	$b = -6.79 \times 10^{-5}$ $u_b = 6.9 \times 10^{-6}$

Los valores de los coeficientes de la Tabla 2 se estiman a partir de los valores medidos, W , y de los valores conocidos de W_r . Por ejemplo, en el intervalo del PT Ar al PT H₂O se requiere medir el valor de W en el PT Ar y en el PT Hg. Cuando se dispone de más datos se puede aplicar el método de mínimos cuadrados.

La incertidumbre de los coeficientes u_a y u_b se estima mediante la matriz Varianza-Covarianza, o mediante la generación de un conjunto de valores con base en la incertidumbre del sistema de calibración.

El número de cifras significativas con el que se reportan los valores de los coeficientes se establece en base a la incertidumbre con que se determinaron los mismos, los cuales se reportan de acuerdo a lo establecido en la GUM [3].

5) La incertidumbre estimada del termómetro calibrado, la cual se puede reportar en forma de

tablas (para cada punto de calibración) o en forma gráfica. En el ejemplo revisado arriba la incertidumbre se informa de manera gráfica. En las figuras 3 y 4 se muestran los valores de incertidumbre en los intervalos de temperatura donde se calibró el termómetro, respectivamente.

Cuando el intervalo de calibración es corto ($\approx 50 \text{ }^\circ\text{C}$) la incertidumbre se informa como el valor máximo obtenido en el intervalo.

La forma gráfica de informar la incertidumbre del termómetro calibrado es de utilidad para el usuario ya que de esta manera resulta sencillo estimar la incertidumbre en cualquier punto de medición dentro del intervalo calibrado.

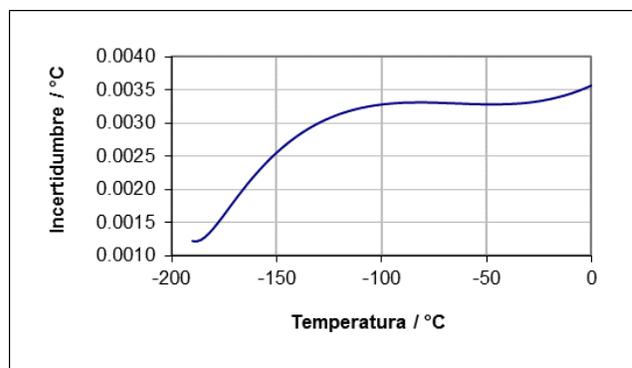


Figura 3. Propagación de la incertidumbre expandida del termómetro calibrado en el intervalo: PT Ar a PT H₂O.

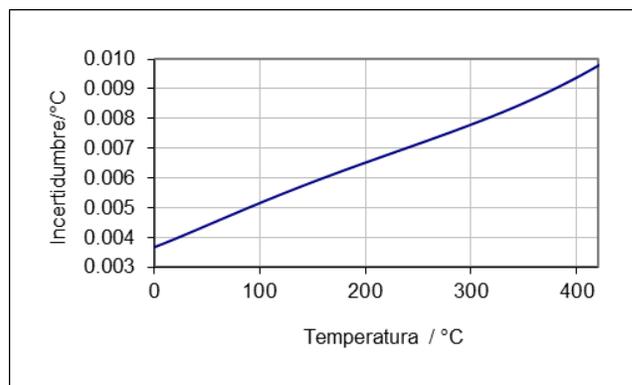


Figura 4. Propagación de la incertidumbre expandida del termómetro calibrado Intervalo: 0 °C a PS Zn

La incertidumbre reportada en el certificado de calibración se informa con un nivel de confianza de aproximadamente el 95 % suponiendo que el mensurando sigue una distribución normal.

Adicionalmente, se incluye en el certificado de calibración una tabla con los valores de t vs $W(t)$ del termómetro calibrado, la cual es de utilidad para el usuario durante el uso de dicho termómetro, ya que le permite conocer la temperatura, t_{90} , a partir del valor medido, W , mediante una interpolación lineal. En la Tabla 3 se muestra parte de los resultados que se informan en el certificado de calibración

Tabla 3. Porción de valores de $W(t)$ y temperatura del termómetro calibrado para calcular el valor de t mediante interpolación lineal.

$t_{90}/^{\circ}\text{C}$	W	$t_{90}/^{\circ}\text{C}$	W	$t_{90}/^{\circ}\text{C}$	W
-190	0.213 433	-86	0.652 426	18	1.071 505
-188	0.222 117	-84	0.660 629	20	1.079 430
-186	0.230 801	-82	0.668 825	22	1.087 351
-184	0.239 485	-80	0.677 015	24	1.095 266
-182	0.248 164	-78	0.685 198	26	1.103 177
-180	0.256 838	-76	0.693 375	28	1.111 082
-178	0.265 505	-74	0.701 545	30	1.118 983
-176	0.274 163	-72	0.709 710	32	1.126 879
-174	0.282 812	-70	0.717 868	34	1.134 771
-172	0.291 450	-68	0.726 021	36	1.142 657

USO E INTERPRETACIÓN DEL CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN

Obtención del valor de t

Cuando el usuario desea utilizar un certificado de calibración de un TRPt, es indispensable que lleve un control del valor de la resistencia eléctrica en el punto triple del agua, R_0 . Este valor debe ser medido con el mismo lector con el que se realizó la calibración. En caso de que no se cuente con celda del punto triple del agua, se puede utilizar el punto de hielo, R_{PTH2O} , y a partir de este último determinar el valor de R_0 .

Este valor es necesario para corregir cualquier diferencia que exista entre el valor reportado en el certificado de calibración y el valor en el momento de uso del termómetro. Es necesario que el usuario realice esta medición antes de cualquier medición de temperatura.

El procedimiento para obtener el valor de temperatura en una medición, a partir de un termómetro calibrado se realiza con las ecuaciones de la EIT-90, y de acuerdo con lo descrito en la figura 2.

Ejemplo: Considere el termómetro del ejemplo de la sección anterior. Si se quiere conocer el valor de

temperatura cuando el instrumento mide una resistencia de $R=112.5178 \Omega$ y tiene un valor actualizado de $R_0=100.0551 \Omega$. Entonces,

$$W=1.124558 \tag{6}$$

Dado que $W(t)>1$, se sabe que $t>0$; por tanto, utilizamos la ecuación (5) para determinar el valor de t . El valor de W_r , que aparece en la ecuación 5, se obtiene a partir de la función de desviación de la Tabla 2 para el intervalo 0°C a PS Zn. Se obtiene el valor $t=31.4121^{\circ}\text{C}$.

De manera alternativa, si se dispone de la Tabla 3, se puede realizar una interpolación con los valores encerrados en rojo en la Tabla 3. Mediante esta interpolación lineal se obtiene $t=31.4122^{\circ}\text{C}$.

Los valores calculados por ambos métodos se aproximan satisfactoriamente ($\approx 0.1 \text{ mK}$), lo cual indica que se pueden emplear ambos métodos de manera confiable.

Es importante señalar que el certificado de calibración no contempla las posibles fuentes de incertidumbre que puedan estar presentes al utilizar el termómetro durante una medición.

Estimación de la incertidumbre

Para estimar el valor de la incertidumbre correspondiente, en una medición, se debe considerar:

- La incertidumbre del certificado de calibración (figura 4).

De acuerdo con el certificado de calibración, la incertidumbre expandida (con $k=2$) se puede obtener de la figura 4, cuyo valor a 31.4°C es aproximadamente $U_{cer}=0.0042^{\circ}\text{C}$, por tanto, la incertidumbre estándar es $u_{cer}=0.0021^{\circ}\text{C}$.

- Propagación de la incertidumbre del punto de fusión del hielo (o del punto triple del agua), Considere que, al estar midiendo valores de W , la incertidumbre del punto triple del agua se propaga a lo largo de cualquier temperatura medida como $W(t) \cdot u_r$. En donde u_r es la incertidumbre del punto triple del agua o punto de fusión de hielo utilizado en la medición. En este caso consideremos que el valor es $u_r=0.004^{\circ}\text{C}$. La incertidumbre de la propagación de R_0 (o R_{PTH2O}) se obtiene al aplicar la GUM a la relación $Rt=W \cdot R_0$.

- Las fuentes de incertidumbres asociadas a las condiciones de medición.

Se deben tomar en cuenta todas las fuentes de incertidumbre que puedan estar alterando la medición de temperatura. En este caso consideremos que se midió la temperatura de un medio líquido que tiene una incertidumbre por caracterización de medio=0.005 °C ($k=1$).

De esta forma, la incertidumbre estimada de la medición (u_{med}) se calcula de la siguiente manera:

$$u_{med} = \sqrt{(u_{cer})^2 + (W(t) \cdot u_r)^2 + (u_{medio})^2} \quad (7)$$

En donde $W(t)= 1.12455837$.

Sustituyendo los datos en la ecuación (7) se obtiene que $U_{med}=0.014$ °C ($k=2$).

USO DE CIFRAS SIGNIFICATIVAS

De acuerdo a la GUM [3] la incertidumbre, tanto combinada como expandida, no debe informarse con un número excesivo de cifras. Es suficiente reportarla con dos cifras significativas, salvo aquellos casos, donde se requiera mantener cifras adicionales donde se puede incurrir en errores de redondeo por su uso cálculos posteriores.

Con base a lo anterior,

- Los valores de resistencia se reportan de acuerdo con la resolución del instrumento.
- Para reportar el valor de $W(t)$, el número de cifras significativas puede calcularse a partir del coeficiente de sensibilidad dW/dt del sensor. Por ejemplo, con base en los datos antes presentados, a 0 °C, $dW/dt=0.00398$ °C⁻¹, por lo que un cambio de 1 mK genera un cambio de 4e-6 en W , por tanto, es suficiente reportar W con seis cifras significativas, ya que el termómetro tiene incertidumbre del orden de mK. Las cifras adicionales no son significativas.
- Además de los valores de $W(t)$, en el certificado de calibración se informa la función de desviación usada y los coeficientes correspondientes, los cuales se calculan de los datos medidos. Los coeficientes estimados tienen asociados valores de incertidumbre, los cuales se utilizan para determinar el número de cifras significativas con que se reportan los mismos.
En el ejemplo mostrado anteriormente se presentaron los valores de los coeficientes de la función de desviación y su incertidumbre (Tabla 2).

En la Tabla 4 se muestran los valores de estos coeficientes junto con su incertidumbre, para el intervalo 0 °C al PSZn.

Tabla 4. Coeficientes e incertidumbre de la función de desviación del termómetro calibrado en el intervalo de 0 °C al PS Zn.

Coeficientes	Valor	Incertidumbre
<i>a</i>	-7.148x10 ⁻⁴	8.1x10 ⁻⁶
<i>b</i>	-6.79x10 ⁻⁵	6.9x10 ⁻⁶

Para verificar que el número de cifras significativas es el adecuado, se pueden calcular los coeficientes de sensibilidad da/dt y db/dt . Otra manera de verificarlo es usar el valor de a y de $a \pm u_a$ (b y $b \pm u_b$) y con ellos calcular el valor de W_r correspondiente y mediante la ecuación (5) calcular los valores de temperatura.

Por ejemplo,

$$\frac{da}{dt} = \frac{da}{dw} \frac{dw}{dt} = \frac{[1 - a - 2b(w - 1)]}{(w - 1)} \frac{dw}{dt}$$

$$\frac{db}{dt} = \frac{db}{dw} \frac{dw}{dt} = \frac{[1 - a - 2b(w - 1)]}{(w - 1)^2} \frac{dw}{dt}$$

Para un valor de $W= 1.079422$ (20 °C) se tiene $da/dt= 0.25799$ °C⁻¹, es decir, un cambio de 1e-5 en a genera cambios de aproximadamente 0.04 mK. Por tanto, agregar más cifras para a ya no es significativo porque la incertidumbre de calibración del termómetro es mayor.

De igual manera, $db/dt= 0.32086$ °C⁻¹, es decir, un cambio de 1x10⁻⁵ en b genera cambios de aproximadamente de 0.3 mK. Dado que la incertidumbre de calibración del termómetro es mayor, no resulta significativo reportar el valor de b con más cifras.

- En el certificado de calibración de un TRPt se informa la incertidumbre expandida del termómetro de acuerdo a lo establecido en la GUM. En la mayoría de los certificados emitidos por CENAM se incluye una gráfica de la temperatura vs incertidumbre, la cual se estima con a lo más dos cifras significativas. Cuando el intervalo de calibración es pequeño, la incertidumbre que se reporta es el máximo valor estimado para el intervalo.

CONCLUSIONES

Se presentó y explicó la información técnica que se incluye en un certificado de calibración, de un termómetro de resistencia de platino, emitido por el CENAM, y se describió el proceso que se sigue para calcular la temperatura a partir de mediciones de resistencia eléctrica, mediante el modelo de la EIT-90.

Adicionalmente, se presentó un ejemplo de la información que se incluye en un certificado de calibración, y se describió cómo usar e interpretar un certificado de calibración.

Finalmente, se explicó cómo se puede determinar el número de cifras significativas para los diferentes resultados que se informan, así como la importancia de no incluir cifras adicionales cuando éstas no son significativas. En particular se presentó el caso de cómo informar el número de cifras significativas para los coeficientes de la función de desviación.

REFERENCIAS

- [1] H. Preston-Thomas, "The international Temperature Scale of 1990 (ITS-90)" *Metrologia* **27**, 3-10, (1990).
- [2] ISO/EIC 17025 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración, 2017.
- [3] JCGM 100:2008 GUM 1995 with minor corrections. Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement.
- [4] Ramirez- Bazán R., ¿Como interpretar el certificado de calibración de un termómetro de resistencia de platino?, Simposio de Metrología 2001.
- [5] CCT/BIPM Guide to Secondary Thermometry: industrial platinum resistance thermometers, 2021.
- [6] IEC 751, International standard. Industrial platinum resistance thermometer sensor. Amendment 2. 1995-07.
- [7] CCT/NIPM, Guide to the Realization of the ITS-90: Platinum resistance thermometry, 2021.

MODELO DE MEDICIÓN Y ANÁLISIS DE INCERTIDUMBRE EN LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE CONTACTO DE LECTURA DIRECTA

D. Cywiak Córdova, E. Martines López, D. Cárdenas García
Centro Nacional de Metrología.

Carretera a los Cues, km 4.5, El Marqués, Qro. C. P. 76246.

Teléfono: 52 442 2110500, ext. 3412, correo electrónico: dcywiak@cenam.mx

En el CENAM se realizan servicios de calibración de diferentes tipos de termómetros de contacto. Uno de los que tiene mayor demanda es el relacionado con los termómetros de lectura directa (TLD). Este tipo de termómetros se diferencian de otros termómetros de contacto en que sólo despliegan valores de temperatura y se desconoce el algoritmo que convierte la señal del sensor en indicaciones de temperatura. Cuando el modelo del mensurando se define de manera incorrecta, es decir, cuando no se consideran las principales magnitudes de entrada o cuando el modelo no representa lo que se desea medir, se pueden presentar errores en los resultados de medición. En este trabajo se describe la manera de definir el modelo del mensurando para la calibración de un TLD, así como la propagación de incertidumbre correspondiente.

Palabras clave: termómetro de lectura directa, incertidumbre, modelo de medición, mensurando.

1. INTRODUCCIÓN

Uno de los tipos de termómetros de contacto que más aplicaciones tienen, por su facilidad de uso, son los termómetros de lectura directa (TLD), es decir aquellos cuyo indicador despliega directamente valores de temperatura, sin conocer el algoritmo que convierte la señal del sensor en valores de temperatura [1]. Por lo anterior, los servicios de calibración de este tipo de termómetros son ampliamente demandados en el CENAM.

Los TLD se componen de un sensor de temperatura, un transductor, un algoritmo de interpolación y un lector que despliega el valor de temperatura. El sensor de temperatura puede ser un alambre de resistencia de platino, un termopar, un termistor, líquido en un capilar de vidrio, un sensor de estado sólido, entre otros. En TLDs con indicador electrónico es común que se desconozca el tipo de sensor.

Aunque la calibración de este tipo de termómetros, en primera instancia, pudiera parecer simple, se puede incurrir en errores si no se consideran los cuidados necesarios durante su uso, si no se define adecuadamente el mensurando, o si el modelo asociado a este no incluye las magnitudes de entrada relevantes, o aquellas relacionadas con el instrumento a calibrar.

El modelo del mensurando es necesario para estimar objetivamente la incertidumbre de la calibración.

En las siguientes secciones se describen los pasos para obtener el modelo del mensurando para la calibración de un TLD y se detallan las principales fuentes de incertidumbre que intervienen en la calibración. También se presenta un ejemplo de calibración de este tipo de termómetros.

2. DEFINICIÓN DEL MENSURANDO Y MODELO DE MEDICIÓN

De acuerdo con [2], los pasos para desarrollar un modelo de medición son los siguientes:

- a) Seleccionar y especificar el mensurando
- b) Modelar el principio de medición, a partir del cual se obtiene un modelo básico, eligiendo una forma matemática apropiada.
- c) Identificar los efectos involucrados en la medición (fuentes de incertidumbre)
- d) Extender el modelo básico, tanto como sea necesario, para incluir términos que tomen en cuenta esos efectos.
- e) Asegurar que el modelo de medición resultante sea adecuado.

De acuerdo con los pasos anteriores, para desarrollar el modelo de la calibración de un TLD se realiza lo siguiente:

2.1 Mensurando

(a) Para la calibración de un TLD se determina que el mensurando de la calibración es el *error* en la indicación de temperatura del termómetro bajo calibración (t_{TLD}) respecto a la indicación del termómetro patrón ($t_{patrón}$), en los puntos de calibración.

2.2 Modelo básico

(b) Si la calibración se realiza a una adecuada profundidad de inmersión (≥ 15 cm en la mayoría de los casos), con hornos y baños termostáticos caracterizados y bajo condiciones ambientales controladas, se espera que el sensor del TLD bajo calibración y el del termómetro patrón de referencia alcancen el equilibrio térmico. Acorde a la Ley Cero de la termodinámica, si ambos sensores se encuentran en equilibrio térmico, idealmente ambos termómetros deberían indicar el mismo valor de temperatura. La diferencia de la indicación de temperatura del TLD respecto a la del termómetro patrón se considera como error.

De lo anterior, el modelo básico para el mensurando se puede escribir como:

$$error = (t_{TLD} - t_{patrón}) \tag{1}$$

En donde t_{TLD} es la indicación del TLD bajo calibración y $t_{patrón}$, es la temperatura de referencia determinada con el termómetro patrón a la temperatura de calibración.

(c) Efectos involucrados

Los principales efectos involucrados en la calibración son debidos a la corrección por:

- La calibración del termómetro patrón, δt_1
- La repetibilidad del termómetro patrón, δt_2
- La estabilidad y uniformidad del medio, δt_3
- La reproducibilidad del TLD, δt_4
- La resolución del TLD, δt_5
- La interpolación del error del TLD, δt_6
- La repetibilidad del TLD, δt_7
- La Clase exactitud del TLD, δt_8
- Otras fuentes de incertidumbre, δt_9

Es importante notar que las contribuciones de algunas de estas correcciones pueden ser consideradas como cero, sin embargo, tienen una incertidumbre asociada.

En la sección 3 se describen con mayor detalle cada una de las contribuciones identificadas.

(d) Modelo extendido

En esta etapa se incluyen los efectos involucrados en el modelo básico,

$$error = (t_{TLD} + \sum_i \delta t_i) - (t_{patrón} + \sum_j \delta t_j) \tag{2}$$

(e) Aseguramiento de la validez del modelo
La validez del modelo se puede asegurar mediante ensayos de aptitud al termómetro calibrado, o la aplicación de otro método de calibración.

3. ANÁLISIS DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE EN LA CALIBRACIÓN DE UN TLD

Las fuentes de incertidumbre involucradas en el modelo del mensurando (ec. 2) están descritas en 2.2 c), las cuales se muestran en la Tabla 1, identificándolas como Tipo A o Tipo B conforme al documento de la GUM [3].

Tabla 1. Principales fuentes de incertidumbre en la calibración de un TLD.

Incertidumbre	Componente	Tipo
Calibración del termómetro patrón	$u\delta t_1$	B
Repetibilidad del termómetro patrón	$u\delta t_2$	A
Estabilidad y uniformidad del medio	$u\delta t_3$	B
Reproducibilidad del TLD	$u\delta t_4$	A
Resolución del TLD	$u\delta t_5$	B
Interpolación del error del TLD	$u\delta t_6$	A
Repetibilidad del TLD	$u\delta t_7$	A

Clase exactitud del TLD	$u\delta_{t_8}$	B
Otras fuentes de incertidumbre	$u\delta_{t_9}$	

3.1 Calibración del Termómetro Patrón

Esta fuente de incertidumbre proviene del certificado de calibración del termómetro de contacto patrón. Su incertidumbre, $u\delta_{t_1}$, se conoce a partir del certificado de calibración tomando el valor de incertidumbre reportado en el certificado y dividiéndolo entre el factor de cobertura reportado en el certificado de calibración. Su distribución de probabilidad se supone **Normal**.

3.2 Repetibilidad del termómetro patrón

Se estima de la dispersión de los valores de temperatura tomados con el termómetro patrón. Se calcula como la desviación estándar de la media de lecturas, ecuación 3. Su distribución de probabilidad es **t-student**.

$$u\delta_{t_2} = \sqrt{\frac{1}{N(N-1)} \sum_{i=1}^N (t_i - \bar{t})^2} \quad (3)$$

En la ecuación (3), t_i son las lecturas de temperatura tomadas con el termómetro patrón a la temperatura de calibración nominal t , y \bar{t} es el promedio de estas lecturas.

3.3 Estabilidad y uniformidad del medio

Esta componente de incertidumbre proviene de la caracterización de la estabilidad, u_{est} , y uniformidad térmica del baño u horno utilizado para la calibración, u_{unif} . La caracterización se realiza conforme al documento [5]. Su distribución de probabilidad se considera **Normal**.

$$u\delta_{t_3} = \sqrt{(u_{est})^2 + (u_{unif})^2} \quad (4)$$

En la ecuación (4), u_{est} es la incertidumbre por estabilidad y u_{unif} es la incertidumbre por uniformidad del horno/baño termostático utilizado para la calibración a la temperatura t . Esta última

incluye a la incertidumbre por fuga de energía térmica del termómetro.

3.4 Reproducibilidad del TLD

Se estima al reproducir la medición del error en cada uno de los puntos de calibración. La incertidumbre se calcula, considerando una distribución **uniforme** para la diferencia de ambas mediciones, mediante la siguiente expresión:

$$u\delta_{t_4} = \left[\frac{|(t_{TLD-t_{ref}})_2 - (t_{TLD-t_{ref}})_1|}{\sqrt{3}} \right] \quad (5)$$

En la ecuación (5) los subíndices 1 y 2 denotan la primera y segunda medición del error del TLD, respectivamente.

3.5 Resolución del TLD

Esta componente se calcula considerando una distribución **rectangular**, de la siguiente manera:

$$u\delta_{t_5} = \left[\frac{\text{Resolución}}{\sqrt{12}} \right] \quad (6)$$

En la ecuación (6) la *Resolución* es la división mínima que muestra el display del TLD a la temperatura t . Con frecuencia es necesario verificar la resolución con la información del manual del termómetro.

3.6 Interpolación del error del TLD

Se espera que el error del TLD, en cada uno de los puntos de calibración, siga una línea de tendencia "suave". En particular se puede realizar un ajuste lineal a los datos de medición del error del TLD. A partir de este ajuste, la incertidumbre por interpolación se estima a partir del error cuadrático medio, de la siguiente manera [6],

$$u\delta_{t_6} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (\Delta t_i - \Delta t)^2}{\text{grados de libertad}}} \quad (7)$$

En la ecuación (7), N es el número de puntos de calibración, Δt_i es el i -ésimo error medido a la temperatura de calibración t_i , Δt es el error calculado mediante el ajuste lineal y el número de grados de libertad es igual a $N-2$.

3.7 Repetibilidad del TLD

Esta componente proviene de la dispersión de las lecturas del TLD tomadas en cada punto de calibración, $u_{\delta t}$. Se considera la desviación estándar de la media de lecturas, ecuación (2). En la ecuación (2), t_i son las lecturas de temperatura tomadas con el TLD a la temperatura de calibración nominal t , y \bar{t} es el promedio de estas lecturas. Su distribución es **t-student**.

3.8 Clase Exactitud del TLD

Se refiere a los límites de temperatura dentro de los cuales se mantiene el error o la incertidumbre de medida del TLD, bajo ciertas condiciones de funcionamiento.

La Clase Exactitud se obtiene de las especificaciones del fabricante o de alguna norma o estándar reconocido.

La incertidumbre asociada a esta componente se obtiene conforme a la siguiente expresión, considerando una **distribución uniforme**:

$$u_{\delta t_B} = \left[\frac{\text{Clase Exactitud}}{\sqrt{3}} \right] \quad (8)$$

3.9 Otras fuentes de incertidumbre, $u_{\delta t}$

Dependiendo del tipo de sensor del TLD puede haber otras fuentes de incertidumbre. Estas fuentes de incertidumbre se pueden considerar como tipo B, al tomar valores típicos reportados en la literatura.

Por ejemplo, para el caso de que el sensor sea un termopar, se debe tomar en cuenta la inhomogeneidad del mismo. Esta última se debe a que a lo largo de los termoelementos del termopar hay impurezas, lo que ocasiona fuerzas electromotrices espurias que alteran la señal de salida del termopar. Valores de incertidumbre típicos relacionadas con la inhomogeneidad se pueden encontrar en [4].

Otro ejemplo sería un sensor de resistencia de platino. En este caso hay que tomar en cuenta el efecto de autocalentamiento, el cual se debe a que el lector hace pasar una corriente a través del sensor, ocasionando una disipación de

energía térmica, lo que a su vez genera un incremento en la temperatura del mismo. Para estimar la incertidumbre debida a este efecto, se debe medir la resistencia eléctrica del sensor a 2 diferentes corrientes. Valores de incertidumbre típicos relacionadas con autocalentamiento se pueden encontrar en [7].

3.10 Propagación de la incertidumbre del modelo de medición (ec.2)

La incertidumbre combinada asociada al error de calibración del TLD se puede estimar de acuerdo con la GUM [3], mediante la siguiente expresión:

$$u_c = \sqrt{u_{\delta t_1}^2 + u_{\delta t_2}^2 + u_{\delta t_3}^2 + u_{\delta t_4}^2 + u_{\delta t_5}^2 + u_{\delta t_6}^2 + u_{\delta t_7}^2 + u_{\delta t_8}^2 + u_{\delta t_9}^2} \quad (9)$$

La ecuación (9) considera que las magnitudes de influencia no están correlacionadas.

La incertidumbre expandida se determina con la siguiente expresión:

$$U_{exp} = u_c * k \quad (10)$$

En la ecuación (10) k es el factor de cobertura.

El valor de k se obtiene de las tablas t-student cuando se conoce el número efectivo de grados de libertad,

$$v_{eff} = \frac{[u_c]^4}{\sum_{i=1}^n \frac{u_i^4}{v_i}} \quad (11)$$

Donde u_i son las componentes de incertidumbre de la Tabla 1 y v_i son los números efectivos de grados de libertad de cada fuente de incertidumbre i ; u_c es la incertidumbre combinada.

Para las incertidumbres tipo A, los grados de libertad de cada variable δ_i son los que resulten de la estimación.

Para las incertidumbres Tipo B los grados de libertad se pueden calcular mediante la siguiente expresión,

$$v_i \approx \frac{1}{2} \left[\frac{\Delta u(\delta_i)}{u(\delta_i)} \right]^{-2} \quad (12)$$

El término $\Delta u(\delta_i)/u(\delta_i)$ es la incertidumbre relativa, entre 0 y 1, para la variable δ_i . Denota un nivel de desconfianza, obtenido mediante apreciación científica de la información disponible para dicha variable.

4. EJEMPLO DE CALIBRACIÓN DE TLD

$t_{ref} / ^\circ C$	0 °C	10 °C	20 °C	25 °C	ν_i
$u_{\delta t_1}$	$\frac{0.001}{2}$	$\frac{0.001}{2}$	$\frac{0.001}{2}$	$\frac{0.001}{2}$	50
$u_{\delta t_2}$	$\frac{0.001}{\sqrt{10}}$	$\frac{0.001}{\sqrt{10}}$	$\frac{0.001}{\sqrt{10}}$	$\frac{0.001}{\sqrt{10}}$	9
$u_{\delta t_3}$	0.001	0.001	0.001	0.001	50
$u_{\delta t_4}$	0.002	0.002	0.002	0.002	19
$u_{\delta t_5}$	0.001	0.001	0.001	0.001	50
$u_{\delta t_6}$	0.003	0.003	0.003	0.003	2
$u_{\delta t_7}$	0.001	0.001	0.001	0.001	9
$u_{\delta t_8}$	$\frac{0.02}{\sqrt{3}}$	$\frac{0.02}{\sqrt{3}}$	$\frac{0.02}{\sqrt{3}}$	$\frac{0.02}{\sqrt{3}}$	50
$u_{\delta t_9}$	$\frac{0.004}{\sqrt{3}}$	$\frac{0.004}{\sqrt{3}}$	$\frac{0.004}{\sqrt{3}}$	$\frac{0.004}{\sqrt{3}}$	13
u_c	0.013	0.012	0.012	0.012	--
ν_{efec}	60	60	60	60	--
k	2	2	2	2	--
u_{exp}	0.025	0.025	0.025	0.025	--

Se calibró un TLD con las siguientes características:

Tabla 1. Características de TLD de ejemplo

Sensor	PT100 Burns Engineering modelo 12001
Lector	ASL F250RH
Resolución	0.0025 °C

El TLD se calibró en las temperaturas nominales de 0 °C, 10 °C, 20 °C y 25 °C. Se tomaron 10 lecturas por punto de calibración y se reprodujo la calibración sólo en el punto de 25 °C. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2. Resultados de calibración del TLD en los puntos de 0 °C, 10 °C, 20 °C y 25 °C

$t_{ref} / ^\circ C$	$\sigma_{ref} / ^\circ C$	$t_{TLD} / ^\circ C$	$\sigma_{TLD} / ^\circ C$
25.001	0.001	24.897	0.003
19.997	0.001	19.891	0.003
10.001	0.001	9.899	0.004
0.000	0.001	-0.109	0.003
24.999	0.001	24.893	0.004

NOTA: σ denota la desviación estándar.

Del certificado de calibración del termómetro patrón se tiene que, en el intervalo de temperatura de la calibración, la incertidumbre con $k=2$ es 0.001 °C. Así que $u_{\delta t_1}(t)$ tiene un valor de 0.0005 °C en este caso, $u_{\delta t_2}(t)$ se calcula como $\sigma/\sqrt{10}$, ya que se tomaron 10 lecturas por punto de calibración.

Durante la calibración sólo se repitió la medición a la temperatura de 25 °C. La incertidumbre por reproducibilidad obtenida en este valor se consideró para el intervalo completo. Normalmente la temperatura más alejada de la temperatura ambiente es donde se espera que la incertidumbre por reproducibilidad sea mayor.

Basado en las secciones 3.1 a 3.10 se obtienen los resultados mostrados en la Tabla 3. En esta tabla se muestra la incertidumbre de cada una de las magnitudes de entrada y se muestra la incertidumbre combinada para cada punto de calibración. Adicionalmente, se muestra el número efectivo de grados de libertad, mediante el cual se determina el factor de cobertura para expresar la incertidumbre expandida con un nivel de confianza de aproximadamente el 95 %.

Tabla 3. Cálculo de la incertidumbre para el ejemplo de calibración de TLD presentado.

En la Tabla 3, el número de grados de libertad para cada variable, δ_i , se obtuvo como el número de parámetros menos el número de restricciones utilizadas en la estimación, para las incertidumbres tipo A. Para las incertidumbres tipo B se utilizó la ecuación 12.

Por ejemplo, para la Clase Exactitud, se tomó el valor reportado por el fabricante y se consideró un nivel de confianza en este dato del 90 %. Es decir, un nivel de desconfianza de 0.1. Sustituyendo este valor en la ec. 12 se obtuvo que $\nu_i = \frac{1}{2}(0.1)^{-2} = 50$.

Para la incertidumbre por autocalentamiento, por ejemplo, se consideró una distribución uniforme al valor del error debido a este efecto reportado en [6], para un PT100 tipo industrial, considerando un nivel de confianza en este dato del 80%. Es decir, un nivel de desconfianza de 0.2. Sustituyendo este valor en la ec. 12 se obtuvo que $\nu_i = \frac{1}{2}(0.2)^{-2} = 13$.

5. CONCLUSIONES

Se describió el modelo de medición para la calibración de un termómetro de lectura directa, partiendo desde la definición del mensurando hasta llegar a la expresión del modelo extendido, con las magnitudes de entrada y las correcciones correspondientes. Se presentó la estimación de la incertidumbre considerando las principales contribuciones a la calibración.

Se mostró un ejemplo de calibración de este tipo de termómetros utilizando el modelo y magnitudes de entrada descritas.

Los temas descritos son de aplicación en el trabajo que desarrollan los laboratorios secundarios, así como de usuarios que realizan la calibración de termómetros de lectura directa, ya que si no se consideran las principales magnitudes de entrada o el modelo no representa lo que se desea medir, se puede incurrir en errores considerables en los resultados de calibración de un termómetro de lectura directa.

Caracterización Térmica de Baños y Hornos de Temperatura Controlada”, CENAM-EMA, noviembre 2012.

- [6] DeGroot, Morris H. (1980). Probability and Statistics (2nd edition). Addison-Wesley.
- [7] P. Phanphanit and U. Norranim, The Study of Self-Heating Errors on 100 ohm Platinum Resistance Thermometers, Thai Physics Society, 2013.

6. REFERENCIAS

- [1] Vaughn, C. and Strouse, G. The NIST Industrial Thermometer Calibration Laboratory, International Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science | 8th | | VDE, Berlin, 1, GE, (2001).
- [2] Guide to the expression of uncertainty in measurement —Part 6: Developing and using measurement models, JCGM GUM-6:2020.
- [3] Guía para la expresión de la incertidumbre de medida, edición digital 1 en español, NIPO EDICIÓN DIGITAL 1: 706-10- 001- 0, JCGM 2008, September 2008.
- [4] D. Ripple, G. W. Burns and M.G. Scroger, Assessment of Uncertainties of Thermocouple Calibrations at NIST, NISTIR5340, 1994.
- [5] D. Licea Panduro, E. Méndez Lango, O. A. Ayala Lira, B. Castelán Domínguez, M. Marrón Oliver y B. I. Montaña Rodríguez. “Guía Técnica de Trazabilidad Metrológica e Incertidumbre de Medida en

DISEÑO, CONSTRUCCIÓN Y EVALUACIÓN DE UNA CELDA CERRADA DE PUNTO FIJO DE INDIO COMO PATRÓN TERMOMÉTRICO PARA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE CONTACTO

Juan David Hernández¹, Héctor Fabio Castro¹, Ciro Alberto Sánchez Morales² y Andrés Jhovanny Bohórquez²

¹Universidad Nacional de Colombia, Sede Bogotá D.C.

²Instituto Nacional de Metrología

¹Avenida Carrera 30 #45-03

²Avenida Carrera 50 #26-55 Int. 2 CAN

+57 3166288936 judhernandezra@unal.edu.co

Resumen: Este trabajo presenta los procesos de diseño, construcción y evaluación de una celda de punto fijo de indio cerrada para su empleo como patrón de temperatura dentro del Laboratorio de Temperatura y Humedad de la Subdirección de Metrología Física del Instituto Nacional de Metrología (INM). A través del empleo de herramientas estadísticas se compararon las temperaturas realizadas en la celda fabricada respecto de una celda abierta. La evaluación del error normalizado permitió concluir que las mediciones son comparables entre los dos tipos de celdas respecto de la temperatura de referencia dada por la Escala Internacional de Temperatura de 1990.

1. INTRODUCCIÓN

La Escala Internacional de Temperatura de 1990 (ITS-90 por sus siglas en inglés) se formuló para realizar mediciones de temperatura de forma precisa y garantizando su reproducibilidad. La ITS-90 está compuesta por 16 puntos fijos definidos en base a transiciones de fase de sustancias puras [1].

En el intervalo de temperaturas comprendido entre aproximadamente 29.76 °C hasta 1084.62 °C, la ITS-90 toma como puntos fijos la temperatura de solidificación de diferentes metales, en particular, a una temperatura de 156.60 °C aproximadamente, se encuentra el punto de solidificación del indio.

La reproducibilidad de estos puntos fijos se logra gracias a un sistema conocido como celda de punto fijo, el cual consiste en un conjunto de piezas y accesorios ensamblados para encerrar de forma hermética una cantidad determinada de un elemento de alta pureza y aislado termodinámicamente del ambiente [2], las celdas de punto fijo están diseñadas para permitir la inserción de termómetros de resistencia de platino para obtener monitorear los procesos de fundición y solidificación del material.

Actualmente el Laboratorio de Temperatura y Humedad del Instituto Nacional de Metrología de Colombia (INM) cuenta con celdas de punto fijo que van desde la temperatura del punto triple del mercurio (aproximadamente -38.83 °C) hasta la

temperatura de solidificación del aluminio (aproximadamente 660.32 °C).

La mayoría de las celdas de punto fijo del INM, han sido adquiridas de proveedores externos.

En este sentido, desde la Subdirección de Metrología Física del INM, y apoyado por el Ministerio de Ciencia, Tecnología e Innovación (MinCiencias) se ha formulado un proyecto que pretende fortalecer el proceso de investigación, desarrollo e innovación del INM, a través del desarrollo de herramientas y actividades de investigación que permitan incrementar la capacidad de gestión y producción en I+D+i del INM. Dentro de los principales objetivos del proyecto citado, se estipuló realizar el diseño, construcción y evaluación de una celda cerrada de punto fijo de indio.

2. DISEÑO, CONSTRUCCIÓN Y EVALUACIÓN DE UNA CELDA DE PUNTO FIJO DE INDIO

2.1. Construcción de la Celda

El diseño de la celda de punto fijo de indio propuesto en este trabajo se muestra en la **Fig. 1**, por su parte la **Fig. 2** presenta una fotografía de las diferentes piezas que componen el ensamble de la celda, dichas piezas fueron fabricadas con el apoyo del Taller de Manufactura del INM. La tapa del crisol, los espaciadores, los heat shunts, el crisol, el soporte y el termopozo presentados en la **Fig. 1** están hechos de grafito de 99.95 % de pureza, la tapa de la celda

esta hecha de material polimérico, y el termopozo que recubre el termómetro y la cubierta son de cuarzo.

Las dimensiones de la celda se establecieron de tal forma que fueran consistentes con las dimensiones de los patrones tipo SPRT (Standard Platinum Resistance Thermometer) del INM, los cuales tienen una longitud de 480 mm y un diámetro de 6 mm.

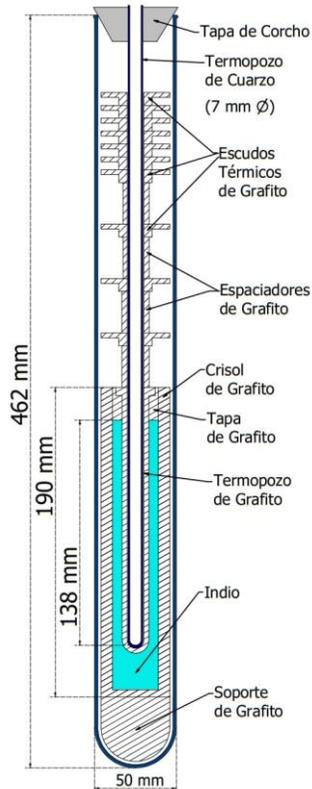


Fig. 1: Diseño de la celda de punto fijo de indio

El volumen disponible para el llenado de la celda es aproximadamente 77 cm^3 , lo cual permitió incorporar una masa de 500 g de indio de 99.99995 % de pureza.

Se fabricaron 4 espaciadores y 10 moduladores de flujo de calor (heat-shunts) para disminuir la transferencia de calor entre el crisol y la parte superior de la celda.

Se diseñó una pieza adicional de grafito para brindar soporte a la parte inferior del crisol, de manera que se puedan evitar golpes con la cubierta de cuarzo.



Fig. 2: Piezas que componen la celda de punto fijo de indio.

La tapa del crisol posee en la parte superior dos pestañas que descansan entre el borde interno y externo de éste, además, contiene un peldaño donde se ubica la parte superior del termopozo y un orificio que permite introducir el termopozo de grafito como se observa en la **Fig. 3**.



Fig. 3: Vista superior del ensamble tapa-termopozo-crisol.

La tapa de la celda de punto fijo consiste en un corcho de 40 mm de diámetro adquirido por el Instituto Nacional de Metrología el cual permite cerrar de forma hermética el interior de la cubierta de cuarzo. Se perforó el corcho para que permita el paso del termopozo de cobre con un orificio de 9 mm de diámetro, con el fin de evitar posibles fugas.

2.2. Llenado del Crisol

Para evitar contaminar las diferentes piezas de la celda de punto fijo se usaron guantes de polietileno, de un solo uso, cada vez que se manipuló algún componente de la celda.

Primero se sometió la cubierta de cuarzo junto con las piezas de grafito (crisol, tapa, soporte, termopozo, heat-shunts y espaciadores) a un recocido a 600 °C durante 24 horas, con el fin de eliminar contaminantes orgánicos y otras impurezas [3].

El termopozo de cuarzo y la tapa de la celda se limpiaron con etanol y acetona para eliminar impurezas que puedan entrar en contacto con las piezas de grafito.

Una vez se eliminaron los posibles contaminantes en los componentes de la celda, se procedió a realizar el llenado del crisol empleando el sistema presentado en la **Fig. 4**, este sistema consiste de un tubo de acero cerrado en un extremo, donde se dispone el crisol de grafito con el material de referencia en su interior; con ayuda de un aditamento de teflón en la parte superior se conectó una línea de gas inerte durante todo el proceso de llenado, de manera que se desplazara el oxígeno del ambiente sobre la celda. Por último, el sistema empleó un horno de alta temperatura que permitiera garantizar condiciones uniformes de temperatura a lo largo del eje axial de los tubos de llenado.

Se realizó un primer llenado introduciendo 375 g de indio en forma de pellets dentro del crisol, y posteriormente el tubo de acero se mantuvo a una temperatura de 170 °C para garantizar la completa fundición del material. Posteriormente se llevó el sistema a temperatura ambiente para introducir los 125 g restantes de indio y, de esta manera, completar el llenado del crisol llevando todo el ensamble nuevamente a una temperatura de 170 °C. La posible existencia de vacancias entre pellets fue subsanada sumergiendo de forma repetida el termopozo de grafito dentro del material fundido.

Para el primer proceso de fundición, se suministró nitrógeno a una presión de 20 PSI, la cual se controlaba con un manómetro analógico dispuesto en la línea de gas para mantener una presión constante, con el fin de desplazar el aire que pudiera contaminar el indio, además, se tapó el orificio intermedio de la tapa del teflón para evitar que ingresara oxígeno al sistema. El montaje se mantuvo en estas condiciones por un período de 15 horas.

El termopozo de grafito únicamente fue introducido dentro del material de referencia durante el segundo proceso de llenado. Una vez lleno el crisol con una masa total de 500 g de indio en su interior, se llevó el sistema a temperatura ambiente para ensamblarlo con los demás componentes de la **Fig. 2** en una celda de punto fijo de tipo cerrado para obtener la configuración presentada en la **Fig. 5**.



Fig. 4: Sistema para realizar el proceso de llenado de la celda de punto fijo de indio.



Fig. 5: Ensamble completo de la celda de punto fijo fabricada en el INM.

2.3. Realización de Curvas de Solidificación

Para obtener el valor de la resistencia promedio durante la solidificación del indio dentro de la celda de punto fijo se realizó el siguiente procedimiento:

- 1) Se incorporó la celda dentro de un horno tipo 'heat pipe' y se sometió a una temperatura

de 157.5 °C, es decir 0.9 °C por encima de la temperatura de fusión, durante 12 h.

- 2) Cuando el material se encuentre completamente fundido, se modifica la temperatura del horno a 155 °C.
- 3) La temperatura del material va a descender hasta que se produzca la recalcancia, en ese momento se extrae el termómetro de resistencia de platino y se incorpora una varilla a temperatura ambiente durante 2 min para realizar el proceso conocido como el "inner-freeze".
- 4) Luego de 2 min se reemplaza la varilla por el termómetro de resistencia de platino y se lleva el horno a una temperatura aproximadamente 0.5 °C por debajo de la temperatura de solidificación esperada (156.60 °C). Esto garantizará que el sistema alcance el plateau de solidificación.

Los valores obtenidos se dan en términos de la variable X ($i = 1 mA$), que corresponde al cociente entre la resistencia del termómetro de resistencia de platino y el resistor de referencia.

2.4. Modelo Matemático para Calcular Resistencia

A partir de los valores obtenidos del cociente X se puede determinar la resistencia en el punto fijo a partir de la ecuación (1).

$$R_i = R_S(T_{bath}) [X_i(i=0) + \Delta X_{INL}] + R_{H2O} \frac{dW_{r,i}}{dT} [\Delta T_{hyd} + \Delta T_p + \Delta T_{imp} + \Delta T_{plateau} + \Delta T_{rep, SPRT} + \Delta T_{hf} + \Delta T_{cert} + \Delta T_{iso} + \Delta T_{rep, PhT}] \quad (1)$$

Donde:

- R_i : Es la resistencia en el punto fijo i .
- R_S : Es el valor de la resistencia patrón a la temperatura del baño T_{bath} .
- X : Es el cociente entre la resistencia medida por el SPRT y el resistor patrón a 0 mA.
- ΔX_{INL} : Son las no-linealidades integrales.
- R_{H2O} : Es la resistencia en el punto triple del agua.
- W_i : Es la función de referencia de la ITS-90.
- ΔT_{hyd} : Es la corrección debida a la presión hidrostática.
- ΔT_p : Es la corrección debida a la presión en el interior de la celda.
- ΔT_{imp} : Es la corrección debida a las impurezas.
- $\Delta T_{rep, SPRT}$: Es la corrección debida a la repetibilidad del SPRT.

ΔT_{hf} : Es la corrección debida a la inmersión del SPRT.

ΔT_{cert} : Es la corrección debido a la calibración de la celda.

ΔT_{iso} : Es la corrección debido a la composición isotópica.

$\Delta T_{rep, PhT}$: Es la corrección debida a la repetibilidad del cambio de fase.

Los resultados obtenidos se suelen dar en términos de la relación entre la resistencia en la temperatura del punto fijo y el punto triple del agua, mediante la ecuación (2).

$$W = \frac{R_i}{R_{H2O}} \quad (2)$$

2.5. Estimación de la Incertidumbre

La incertidumbre asociada al punto fijo W_i , viene dada por la ecuación (3).

$$u^2(W_i) = \frac{1}{R_{H2O}^2} [u^2(R_i) + W_{r,i}^2 u^2(R_{H2O})] \quad (3)$$

Donde $u^2(R_i)$ es la incertidumbre asociada al modelo matemático descrito por (1) y viene dada por la ecuación (4).

$$u^2(R_i) = (X_i(i=0))^2 u^2(R_S) + R_S^2 u^2(X_i(i=0)) + R_S^2 u^2(\Delta X_{INL}) + \left[R_{H2O} \frac{dW_{r,i}}{dT} \right]^2 [u^2(\Delta T_{hyd}) + u^2(\Delta T_p) + u^2(\Delta T_{imp}) + u^2(\Delta T_{rep, SPRT}) + u^2(\Delta T_{plateau}) + u^2(\Delta T_{hf}) + u^2(\Delta T_{cert}) + u^2(\Delta T_{iso}) + u^2(\Delta T_{rep, PhT})] \quad (4)$$

Cada una de las componentes de la ecuación (4) obedece a las contribuciones a la incertidumbre de medición dadas en la sección anterior.

2.5.1. Presión del Gas

La corrección por el efecto de la presión al interior de la celda se calcula a través de la ecuación (5)

$$\Delta T_p = \frac{dT}{dp} (p_{celda} - p_s) \quad (5)$$

Donde p_s es la presión de referencia 101325 Pa, p_{celda} es la presión al interior de la celda y el factor dT/dp se toma igual a 4.9×10^{-8} K/Pa para el caso del indio [2].

La incertidumbre en la corrección por presión para celdas abiertas está dada por la ecuación (6).

$$u^2(\Delta T_p) = \left(\frac{dT}{dp}\right)^2 u^2(p_{\text{celda}}) \tag{6}$$

Donde $u^2(p_{\text{celda}})$ se obtuvo a partir del certificado de calibración del sensor de presión.

Por otro lado, una buena aproximación para la incertidumbre en la corrección por presión para celdas cerradas de indio, estaño, zinc y plata viene dada por la ecuación (7) [4].

$$u(\Delta T_p) \approx 0.15 \left(\frac{T_{\text{fp}}}{T_{\text{amb}}} - 1\right) \frac{dT_{\text{fp}}}{dp} p_0 \tag{7}$$

Siendo T_{fp} la temperatura del punto fijo y T_{amb} la temperatura ambiente.

2.6. Error Normalizado

La evaluación del error normalizado como estadístico de prueba permite determinar si el valor de temperatura de solidificación realizado en la celda de punto fijo del indio con su respectiva incertidumbre expandida es comparable con un valor de referencia, el error normalizado viene dado por la ecuación (8) [4].

$$E_n = \frac{|t_{90} - t_{90,\text{ref}}|}{\sqrt{U^2(t_{90}) + U^2(t_{90,\text{ref}})}} \tag{8}$$

Donde t_{90} , $t_{90,\text{ref}}$, $U^2(t_{90})$ y $U^2(t_{90,\text{ref}})$ es la temperatura de la celda a evaluar, la temperatura de la celda de referencia, la incertidumbre expandida de la celda a evaluar y la incertidumbre expandida de la celda de referencia, respectivamente.

Cuando el valor del error normalizado se encuentra en el intervalo comprendido entre -1 y 1, se dice que los mensurandos son comparables entre sí y la prueba es satisfactoria.

3. RESULTADOS

3.1. Curva de solidificación

La **Fig. 6** muestra un gráfico comparativo entre dos curvas de solidificación realizadas con la celda de tipo cerrado fabricada en el INM (naranja) y la celda de tipo abierta adquirida mediante un proveedor externo (azul). La principal diferencia entre estos dos tipos de celdas recae en que la última permite mantener un control sobre la presión al interior de la celda.

La duración del plateau obtenida para la celda fabricada en el INM fue de 7.3 horas. Por su parte la duración del plateau de la celda abierta fue de 10.0 horas.

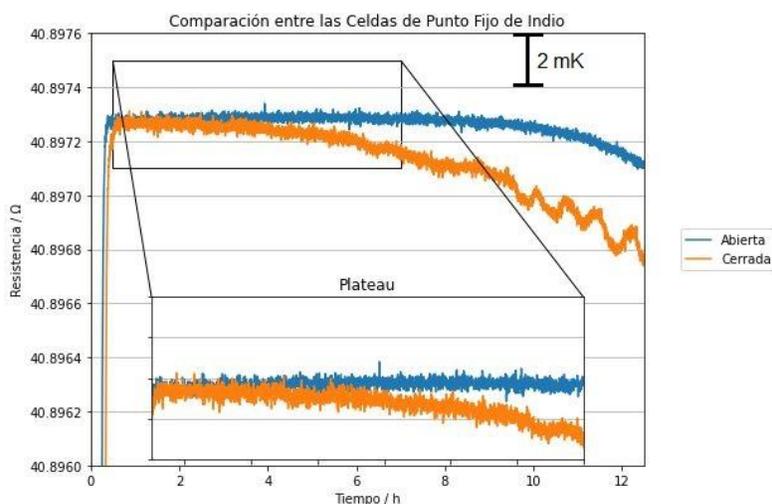


Fig. 6: Comparación de la curva de solidificación entre la celda de punto fijo construida en el INM (cerrada) y la celda de punto fijo de indio del proveedor ISOTECH (abierta).

3.2. Incertidumbre de Medición

Tabla 1: Presupuestos de incertidumbre de las celdas de punto fijo cerrada y abierta.

Presupuesto de Incertidumbre de las dos Celdas de Punto Fijo de Indio		
Fuente de Incertidumbre	$u_{cerrada}(mK)$	$u_{abierta}(mK)$
Resistor de Referencia	0.32	0.32
Puente de Resistencia	0.03	0.03
Autocalentamiento	0.40	0.41
Impurezas	0.01	0.01
Inmersión	0.87	0.09
Repetibilidad SPRT	0.13	0.13
Corrección Presión Hidrostática	0.04	0.04
Zona de Plateau	0.42	0.16
Presión del Gas	0.19	1.8 E-03
Calibración	0.13	0.13
Composición Isotópica	0.00	0.00
Repetibilidad de la Transición de Fase	0.44	0.44
Propagación del Punto Triple del Agua	0.74	0.69

3.3. Error Normalizado entre las Dos Celdas de Punto Fijo de Indio

Se realizó la prueba del error normalizado (descrita en la sección 2.6) entre la celda cerrada fabricada en el INM y la celda abierta adquirida del proveedor externo, los resultados se compilan en la **Tabla 2**.

Tabla 2: Resultados de evaluación del estadístico de desempeño.

COMPARACIÓN ENTRE LAS DOS CELDAS DE PUNTO FIJO DE INDM DEL INM				
N	Tipo de celda	T_{90} K	U mK	E_n
1	Cerrada	429.745	2.9	0.326
1	Abierta	429.746	2.0	
2	Cerrada	429.746	3.0	0.219
2	Abierta	429.747	2.0	
3	Cerrada	429.746	3.1	0.145
3	Abierta	429.748	2.0	

3.4. Comparación con la ITS-90

A partir de los datos que se muestran en la **Tabla 2**, se logró obtener la diferencia entre el valor de la temperatura de solidificación de ambas celdas respecto al valor de referencia en la ITS-90. Para el indio se tiene que $T_{90,In} = 429.7485 K$ [1], la diferencia de la temperatura de las tres curvas de solidificación ($T_{90} - T_{90,In}$) de ambas celdas se muestra en la **Fig. 7**.

Se observa que, para ambas celdas, la temperatura de solidificación respecto al valor de la ITS-90 siempre es menor, así mismo, se encontró que la temperatura realizada en la celda cerrada siempre es menor comparada con la celda abierta.

Estos resultados se pueden atribuir a la presencia de impurezas en el material de referencia, que para el caso de metales usualmente disminuye su temperatura de solidificación.

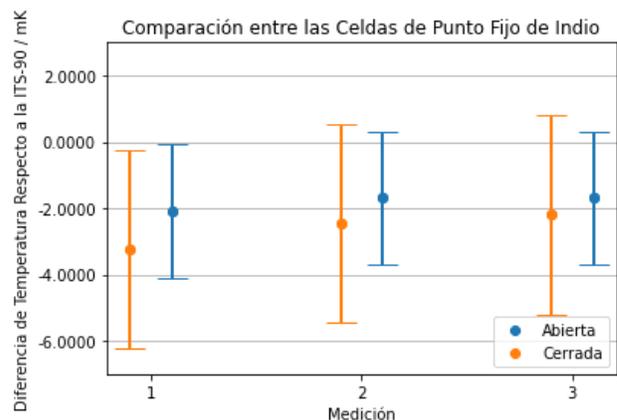


Fig. 7: Diferencia de la temperatura de solidificación entre las celdas de punto fijo de indio respecto al valor de la ITS-90.

4. DISCUSIÓN

Al evaluar los presupuestos de incertidumbre presentados en la **Tabla 1**, se observa que la menor contribución a la incertidumbre combinada en la celda abierta es la incertidumbre del cambio de temperatura debido a la presión del gas, esto se puede explicar a partir de los resultados obtenidos en el certificado de calibración del sensor de presión, donde la incertidumbre expandida asociada cuando se manejan presiones cercanas a 1 atm (la cual es la presión utilizada en las celdas de punto fijo) es de

alrededor de 0.002 mK , la cual es dos órdenes de magnitud menor en comparación con la incertidumbre de medición del cambio de temperatura debido a la presión del gas para la celda cerrada construida en el INM.

En la implementación del sistema de medición para la celda abierta se realizó una prueba de estanqueidad para verificar la presencia de fugas a lo largo de la línea de gases y vacío. Se encontró que el sistema no presentó fugas debido a la correcta aplicación de los sellos de vacío tipo o-ring.

Por otro lado, la mayor contribución al presupuesto de incertidumbre en la celda cerrada que se diseñó y construyó en el INM fue debido a la inmersión, esto se debe principalmente a la profundidad a la cual se encuentra la punta inferior del termopozo de grafito.

Como se observa en la **Fig. 1**, la profundidad de inmersión dentro del material de referencia en la celda cerrada es de 138 mm , por lo tanto, al separar el elemento sensor del fondo del termopozo la temperatura decrece rápidamente ya que no se puede garantizar que se cumplan las condiciones mínimas de profundidad de inmersión del termómetro a partir de los 3 cm de separación respecto al fondo del termopozo de grafito.

A partir de la **Tabla 2**, se puede evidenciar que la incertidumbre expandida calculada para la realización de la temperatura del punto de solidificación de indio en la celda abierta es inferior respecto de la celda cerrada, este hecho es consistente con las condiciones experimentales de fabricación de la celda abierta y la facilidad de modular la presión al momento de realizar las curvas de solidificación. Adicionalmente, el error normalizado para las tres mediciones fue siempre menor a 1, lo que permite concluir que la temperatura de solidificación del indio en la celda cerrada es comparable con la celda de punto fijo abierta.

5. CONCLUSIONES

Se diseñó y construyó una celda de punto fijo de indio cerrada en el Instituto Nacional de Metrología. A partir de la prueba de error normalizado se obtuvo que la temperatura de solidificación es comparable con la obtenida en la celda abierta de un proveedor externo. Se tiene proyectado realizar pruebas comparativas adicionales con celdas de punto fijo de otros Institutos Nacionales de Metrología que posean celdas de punto fijo de indio calibradas.

La mayor contribución al presupuesto de incertidumbre en la celda construida fue debido a la inmersión, esta información se tendrá presente al momento de diseñar futuras celdas en el INM para asegurar una profundidad óptima del elemento sensor de los termómetros.

El patrón construido es apropiado para las actividades de laboratorio intencionadas por la Subdirección de Metrología Física del INM. Esto permitirá cumplir la misionalidad del Instituto a través de la diseminación de la trazabilidad metrológica al Sistema Internacional de Unidades.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo está soportado por el ministerio de Ciencias y Tecnología de Colombia (Minciencias) a través del proyecto titulado “*Fortalecer el proceso de investigación, desarrollo e innovación del INM, a través del desarrollo de herramientas y actividades de investigación que permitan incrementar la capacidad de gestión y producción en I+D+i del INM*”, código 49415.

REFERENCIAS

- [1] B Fellmuth, “Guide to the Realization of the ITS-90: Introduction”, en: Consultative Committee for Thermometry under the auspices of the International Committee for Weights and Measures, 2018.
- [2] F. Sparasci G. Strouse J. Tamba M. Kalemci J. V. Pearce P. P. M. Steur W. Joung. Guide to the Realization of the ITS-90: Metal Fixed Points for Contact Thermometry. Bureau International des Poids et Mesures, 2018.
- [3] Gregory F. Strouse, “Indium Freezing-Point Standard—SRM1745 and Indium DCS Melting-Point Standard —SRM2232”, en: National Institute of Standards and Technology, NIST Special Publication 260-132, 2001.
- [4] D Rod White, Bernd Fellmuth, Christof Gaiser, Alina G Ivanova, Jonathan V Pearce, Andrea Peruzzi, Richard LRusby, Gregory F Strouse, “Guide to the Realization of the ITS-90: Metal Fixed Points for Contact Thermometry-Appendix 1: Uncertainties in the realization of ITS-90 metal freezing points using sealed cells”, Bureau International des Poids et Mesures, 2021.
- [5] International Organization for Standardization, “ISO 13528:2015 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison.”, 2015.

MODELO DE MEDICIÓN Y ANÁLISIS DE INCERTIDUMBRE EN LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE RESISTENCIA DE PLATINO POR COMPARACIÓN

D. Cywiak Córdova, E. Martines López, D. Cárdenas García
Centro Nacional de Metrología.

Carretera a los Cues, km 4.5, El Marqués, Qro. C. P. 76246.

Teléfono: 52 442 2110500, ext. 3412, correo electrónico: dcywiak@cenam.mx

Resumen: La Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT-90) describe el procedimiento para calibrar termómetros de resistencia de platino mediante el método de puntos fijos de temperatura, el cual consiste en calcular los coeficientes de ajuste que relacionan la diferencia entre el valor de W medido experimentalmente con el valor de referencia (W_r), asociado a cada punto fijo (función de desviación). En donde W es el cociente de la resistencia eléctrica medida en el punto fijo entre la resistencia eléctrica medida en el punto triple del agua. Este procedimiento también puede aplicarse en la calibración de termómetros de resistencia de platino por el método de comparación, sin embargo, para ello es necesario conocer el valor de W_r en la temperatura de calibración.

Dado que uno de los servicios que ofrece el CENAM es la calibración de termómetros de resistencia de platino por el método de comparación de acuerdo con el modelo de la EIT-90, en este trabajo se describe el modelo de medición utilizado y se describe la estimación de la incertidumbre de calibración, en el intervalo de temperatura de -80 °C a 660 °C. Se presenta un ejemplo de calibración en el intervalo de 0 °C a 50 °C, así como la estimación de la incertidumbre en puntos intermedios.

Palabras clave: termómetro de resistencia de platino, escala internacional de temperatura de 1990, incertidumbre, modelo de medición.

1. INTRODUCCIÓN

Los termómetros de resistencia de platino (TRP) son especificados por la Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT-90) como el instrumento de interpolación para definir la escala en el intervalo de -259.3467 °C a 961.78 °C [1]. Esto se debe a que los TRP son altamente lineales y estables cuando se someten a cambios de temperatura. Con un TRP calibrado se pueden alcanzar incertidumbres desde unos cuantos mK. Por esta razón, muchos laboratorios de calibración o usuarios utilizan este tipo de termómetros como patrones de referencia.

Los (TRP) se componen de un sensor de resistencia de platino y un lector que despliega su valor de resistencia eléctrica. El valor de resistencia eléctrica del sensor cambia en función de la temperatura a la que éste se encuentra [2]. Dependiendo del valor de resistencia eléctrica nominal del sensor a una temperatura de 0 °C, éstos se clasifican en PT25, PT100, PT1000, etc. Por ejemplo, un sensor PT100 tiene un valor nominal de 100 Ω a 0 °C. De la misma manera, dependiendo de la pureza del alambre de platino del sensor y de otras características, los TRP pueden ser tipo industrial o tipo patrón [3].

En el CENAM se realiza la calibración de TRP tanto por el método de puntos fijos como por el método de comparación.

Los TRP tipo patrón normalmente se calibran mediante el método de Puntos Fijos de Temperatura, y pueden alcanzar incertidumbres entre 1 mK a 5 mK.

Los TRP tipo industrial normalmente se calibran por el método de comparación, y pueden alcanzar incertidumbres entre 5 mK y 20 mK.

La EIT-90 describe el procedimiento para calibrar termómetros de resistencia de platino mediante el método de puntos fijos, el cual consiste en calcular los coeficientes de ajuste que relacionan su valor de W medido con el valor de referencia (W_r) asociado a cada punto fijo (función de desviación). En donde W es el cociente de la resistencia eléctrica medida en el punto fijo entre la resistencia eléctrica medida en el punto triple del agua $W=R_i/R_{PTA}$ y W_r es definido para cada punto fijo en el documento de la EIT-90 [1]. Este procedimiento también puede aplicarse en la calibración de termómetros de resistencia de platino por el método de comparación, sin embargo, para ello es necesario conocer el valor de W_r en la temperatura de calibración. Este valor se calcula con la función de referencia definida

en la EIT-90 tomando como base la temperatura medida con un termómetro patrón.

La calibración de un TRP siempre se debe realizar al conjunto sensor-lector (medidor de resistencia eléctrica), acorde a las ecuaciones de la EIT-90.

En este trabajo se describe el modelo de medición y la propagación de la incertidumbre en la calibración de un TRP por el método de comparación en el alcance de temperatura de -80 °C a 660 °C, que es el alcance que se tiene en CENAM, el cual cubre más del 95 % de la demanda para este tipo de servicios. Adicionalmente se presenta un ejemplo de calibración en el intervalo de 0 °C a 50 °C.

2. MODELO DE MEDICIÓN

Para la calibración de un TRP por el método de comparación se utiliza como referencia un termómetro de contacto calibrado. Mediante este termómetro se obtiene el valor de temperatura de referencia, t_{90} , en cada punto de calibración.

Para el TRP bajo calibración se obtiene el valor $W(R/R_{PTA})$, en cada punto de calibración, en donde R_t es la resistencia eléctrica medida a la temperatura t y R_{PTA} es la resistencia en el punto triple del agua (PTA).

La EIT-90 describe las funciones que permiten obtener los coeficientes de calibración a partir de los valores medidos W - W_r , Figura 1. En donde W_r es el valor de referencia obtenido a partir de la temperatura de referencia.

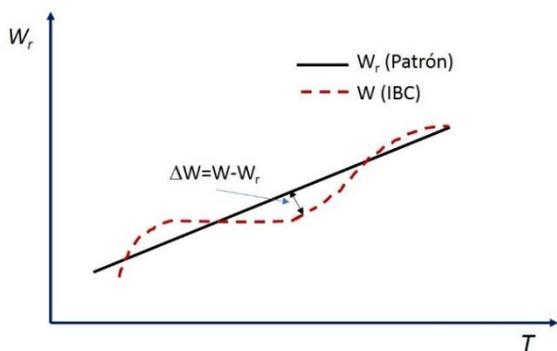


Fig. 1 Relación entre W y W_r en la calibración de un TRP usando el modelo de la EIT-90.

La relación entre los valores medidos con el TRP bajo calibración y los del patrón se obtienen de la diferencia $\Delta W = W - W_r$, a partir de la cual se puede obtener el modelo de medición. En la EIT-90, ΔW se conoce como función de desviación y su

expresión analítica depende del intervalo de temperatura.

Los modelos de la función de desviación se determinan de acuerdo con el intervalo de calibración, y utilizan los valores de ΔW para corregir las diferencias entre los valores medidos de W (TRP bajo calibración) y los valores de W_r (Patrón). Adicionalmente, son de utilidad para realizar la interpolación en cualquier punto de temperatura del intervalo de calibración.

2.1 Modelo básico

A partir de la función de desviación, el modelo básico del mensurando para la calibración de un TRP en el intervalo nominal de calibración de -189 °C a 0 °C es [1],

$$\Delta W = W(T) - W_r(T) = a[W(T) - 1] + b[W(T) - 1] \ln W(T) \quad (1)$$

Para los intervalos nominales de calibración de -40 °C a 30 °C y 0 °C a 660 °C, el modelo básico del mensurando para la calibración de un TRP es,

$$\Delta W = W(T) - W_r(T) = a[W(T) - 1] + b[W(T) - 1]^2 + c[W(T) - 1]^3 \quad (2)$$

En la ecuación (2) $c=0$ para el intervalo -40 °C a 30 °C.

Las ecuaciones (1) y (2) tienen un intervalo de traslape entre los valores nominales de temperatura -40 °C y 0 °C. A su vez la ecuación (2) tiene también un intervalo de traslape entre los valores nominales de temperatura 0 °C y 30 °C.

En este trabajo se considera el caso en que el usuario debe definir cuáles constantes de calibración utiliza, dependiendo del intervalo de medición requerido, sin traslape.

En caso de que algún usuario utilizara de manera indistinta las constantes de calibración, en los intervalos de traslape, se debe considerar la incertidumbre por no unicidad de las ecuaciones (1) y (2), en este trabajo no se considera este caso.

A partir de los valores de W y W_r obtenidos en la calibración, se pueden calcular los coeficientes a , b y c de las ecuaciones (1) y (2).

2.2 Modelo extendido

Al incluir las fuentes de incertidumbre involucradas en la medición, el modelo de medición se puede extender a partir del modelo básico, al considerar los valores corregidos de W y W_r de las ecuaciones (1) y (2) mediante la siguiente expresión,

$$W_c = W + \sum_{i=1}^5 \delta W_i \quad (3)$$

$$W_{rc} = W_r + \sum_{j=1}^3 \delta W_{rj}$$

Donde,

- δW_{r1} es la corrección en W_r debida a la calibración del termómetro de referencia.
- δW_{r2} es la corrección debida a la inestabilidad y no uniformidad térmica del horno/baño de temperatura.
- δW_{r3} es la corrección debida al error de la celda del PTA utilizada, el cual se propaga a lo largo de todo el intervalo de temperatura de calibración.
- δW_1 es la corrección debida a la reproducibilidad

Intervalo de Calibración / °C	Puntos de calibración/ °C *	Coefficientes a determinar	Ec .
-80 a 0	-80, -40	a, b	1
-40 a 30	-40 y 30	$a, b (c=0)$	2
0 a 50	50	$a (b=0, c=0)$	2
0 a 100	100	$a (b=0, c=0)$	2
0 a 150	150	$a (b=0, c=0)$	2
0 a 250	150 y 300	$a, b, (c=0)$	2
0 a 450	250 y 450	$a, b, (c=0)$	2
0 a 660	250, 450 y 660	a, b, c	2

en la medición de W , del TRP bajo calibración, en cada temperatura medida.

- δW_2 es la corrección debida a la resolución del TRP bajo calibración.
- δW_3 es la corrección debida a la no linealidad del lector del TRP bajo calibración.
- δW_4 es la corrección debida al autocalentamiento del TRP bajo calibración.
- δW_5 es la corrección debida a la repetibilidad del TRP bajo calibración a la temperatura T .
- δW_6 es la corrección debida a la repetibilidad del TRP bajo calibración en el PTA.

En la ecuación (3) se muestran los valores corregidos de los términos W y W_r dados en las ecuaciones (1) y (2). La inclusión de estos valores conforma el modelo extendido del mensurando, a partir del cual se estima la incertidumbre.

2.3 Procedimiento

Tanto el termómetro patrón como el TRP bajo calibración, se colocan a la misma profundidad de inmersión, en hornos y baños termostáticos a las temperaturas descritas en la Tabla 1, dependiendo del intervalo de calibración.

Tabla 1. Intervalos de temperatura y ecuaciones de desviación a utilizar de acuerdo con el intervalo de calibración.

*NOTA: Los puntos de calibración mostrados en la tabla son nominales y se eligieron de tal manera que sean consistentes con la EIT-90 y que cubran los intervalos de temperatura normalmente solicitados por los clientes de CENAM.

Para cada punto de calibración, T , se debe medir el valor de resistencia eléctrica en el PTA, con el fin de obtener el valor de $W(T)$.

Se deben realizar las correcciones correspondientes a las ecuaciones (1) y (2), conforme a la ecuación (3).

Después de alcanzar la estabilidad a la temperatura requerida, se mide el valor de resistencia eléctrica tanto a dicha temperatura como a la temperatura del PTA, para obtener el valor de W del TRP bajo calibración en cada uno de los puntos de calibración y se determina la temperatura de referencia, T_{90} con el termómetro patrón.

Los valores de resistencia eléctrica en el PTA se miden antes de iniciar la calibración y después de cada punto de calibración.

El termómetro de contacto patrón debe estar calibrado para determinar el valor de referencia, W_r , en cada uno de los puntos de calibración. Este termómetro es normalmente un TRP tipo patrón calibrado mediante puntos fijos de temperatura, acorde a la EIT-90 [1].

Para el intervalo de -259.3467 °C a 0 °C, el valor de W_r es dado por,

$$W_r(T_{90}) = \exp\left\{A_0 + \sum_{i=1}^{12} A_i \left[\frac{\ln(T_{90})+1.5}{1.5}\right]^i\right\} \quad (4)$$

Para el intervalo 0 °C a 961.78 °C, el valor de W_r es dado por,

$$W_r(T_{90}) = C_0 + \sum_{i=1}^9 C_i \left[\frac{T_{90}-754.15}{481}\right]^i \quad (5)$$

En las ecuaciones (4) y (5) el valor de T_{90} es el valor de la temperatura de referencia dado por el termómetro patrón en kelvin, las constantes A_i y C_i son definidas en [1].

Con los datos medidos del patrón y del TRP bajo calibración se obtienen ecuaciones simultáneas, a partir de las ecuaciones (1) o (2), que se pueden resolver por distintos métodos para obtener los valores de a , b , c a partir de los valores conocidos $W(T)$ y W_r .

Una vez que el termómetro ha sido calibrado, la temperatura se puede determinar mediante las funciones de referencia de interpolación descritas en la EIT-90.

Para el intervalo de calibración de -259.3467 °C a 0 °C, la función de referencia que permite calcular la temperatura está dado por,

$$T_{90} = 273.15 + B_0 + \sum_{i=1}^{15} B_i \left[\frac{W_r^{1/6}-0.65}{0.35}\right]^i \quad (6)$$

En donde B_i son constantes definidas en [1] y W_r es dada por la ecuación (1).

Para el intervalo de calibración de 0 °C a 961.78 °C, la función de referencia que permite calcular la temperatura es,

$$T_{90} = 273.15 + D_0 + \sum_{i=1}^9 D_i \left[\frac{W_r(T_{90})-754.15}{481}\right]^i \quad (7)$$

En donde D_i son constantes definidas en [1], W_r es dada por la ecuación (2).

En la siguiente sección se describen cada una de las componentes de incertidumbre u_i asociadas a cada una de las δ_i .

3. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE

La estimación de la incertidumbre se realiza de acuerdo al método establecido en la Guía para la expresión de la incertidumbre (GUM) [4].

El valor de la incertidumbre de ΔW (ecuación 1) para cada punto de calibración se estima mediante la ecuación:

$$u\Delta W = \sqrt{(uW)^2 + (uW_r)^2} \quad (8)$$

Donde uW y uW_r se estiman a partir del modelo extendido descrito en la ecuación (3).

Para expresar el valor de incertidumbre en unidades de temperatura se utiliza el coeficiente de sensibilidad correspondiente, es decir,

$$ut = \left(\frac{dW}{dt}\right)^{-1} u\Delta W \quad (9)$$

El valor dW/dt se puede calcular de las ecuaciones (4) y (5).

Adicionalmente, cuando se requiere estimar la incertidumbre en cualquier punto de temperatura dentro del intervalo de calibración, la propagación de la incertidumbre se realiza a los modelos de medición dados por las ecuaciones 1 y 2. Dado que para estimar la incertidumbre de interpolación es necesario conocer la incertidumbre de los coeficientes de la ecuación de desviación, obtenida de los modelos extendidos, en esta etapa la propagación de la incertidumbre se aplica a la ecuación de desviación correspondiente (ecuación 1 y 2).

La incertidumbre uW en cualquier valor de temperatura depende de $u(W_r)$, $u(a)$, $u(b)$ y $u(c)$, el cual se puede estimar como se describe en [5]. Los valores de incertidumbre de los coeficientes dependen del valor de incertidumbre de ΔW .

Debido a que los valores de las correcciones en las ecuaciones (3), son menores a la incertidumbre combinada, todas se consideran con un valor de cero, y sólo se considera la contribución de cada una de ellas al presupuesto de incertidumbre.

Las fuentes de incertidumbre que se describen a continuación se presentan en unidades de resistencia o temperatura, es decir, como ordinariamente se usan, sin embargo, éstas pueden convertirse a unidades de W para el análisis correspondiente.

3.1 Termómetro de Referencia ($u\delta W_r1$)

Esta fuente de incertidumbre proviene de la calibración del termómetro patrón e incluye las siguientes componentes:

1. Incertidumbre de calibración, $u_{cal}(T)$, se toma el valor del certificado con $k=1$. Su distribución es **Normal**.
2. Repetibilidad de las lecturas del Termómetro de referencia, $u_{rep}(T)$. Se considera la desviación estándar de la media de lecturas, ecuación (10). Su distribución es **t-student**.

$$u_{rep} = \sqrt{\frac{1}{N(N-1)} \sum_{i=1}^N (T_i - \bar{T})^2} \quad (10)$$

En la ecuación (10), T_i son las lecturas de temperatura tomadas con el termómetro patrón a la temperatura de calibración nominal T , y \bar{T} es el promedio de estas lecturas.

La incertidumbre del valor de temperatura indicado en el termómetro de referencia se calcula como:

$$u\delta W_{r1} = \sqrt{(u_{cal})^2 + (u_{rep})^2} \quad (11)$$

3.2 Horno/Baño (uδWr2)

Esta componente de incertidumbre proviene de la caracterización de la estabilidad y uniformidad térmica del baño u horno. La caracterización se realiza conforme al documento [6]. Normalmente se define un volumen de trabajo del horno/baño pequeño, para las calibraciones, por lo que la uniformidad es del orden o menor a la estabilidad térmica. Por esa razón se considera una distribución **Normal** para la incertidumbre dada por la ecuación (12),

$$u\delta W_{r2} = \sqrt{(u_{est})^2 + (u_{unif})^2} \quad (12)$$

En la ecuación (12) u_{est} es la incertidumbre por estabilidad y u_{unif} es la incertidumbre por uniformidad del horno/baño termostático utilizado para la calibración, a la temperatura T .

NOTA: En este caso la incertidumbre por fuga de energía térmica del termómetro queda contenida en esta componente de incertidumbre siempre y cuando la profundidad de inmersión sea >20 cm para temperaturas entre -80 °C y 10 °C, >15 cm para temperaturas entre 10 °C y 80 °C, >30 cm para temperaturas entre 250 °C y 420 °C y >40 cm para temperaturas entre 420 °C y 660 °C.

3.3 Propagación de la incertidumbre del punto triple de agua (uδWr3)

Se determina mediante la siguiente expresión,

$$u\delta W_{r3} = W(T) \cdot u_{PTA} \quad (13)$$

En donde: $W(T)$ es el valor del TRP a la temperatura de calibración T y u_{PTA} es la incertidumbre, en temperatura, determinada a partir de la caracterización de la celda de punto triple del agua utilizada para la calibración.

3.4 Reproducibilidad(uδW1)

Se repite la medición de W en cada uno de los puntos de calibración. La incertidumbre se calcula, considerando una distribución **uniforme**, mediante la siguiente expresión:

$$u\delta W_1 = \left(\frac{\Delta W}{\Delta T}\right)^{-1} \frac{|[W(T_i) - W_r(T_i)]_1 - [W(T_i) - W_r(T_i)]_2|}{\sqrt{3}} \quad (14)$$

En donde $W(T_i)_1$ y $W_r(T_i)_1$ son los valores obtenidos a la temperatura de calibración T_i en la primer medición y $W(T_i)_2$ y $W_r(T_i)_2$ son los valores obtenidos en la segunda medición.

En la ecuación (14) $\Delta W/\Delta T$ es el coeficiente de sensibilidad del TRP a la temperatura T_i .

3.5 Resolución (uδW2)

Esta componente se calcula considerando una distribución **rectangular**, de la siguiente manera:

$$u\delta W_2 = \left(R_0 \frac{\Delta W}{\Delta T}\right)^{-1} \frac{DMS}{\sqrt{12}} \quad (15)$$

En donde DMS es el dígito menos significativo con que se realiza la lectura de resistencia eléctrica.

3.6 Linealidad del lector (uδW3)

La incertidumbre debida a la corrección por linealidad de la unidad lectora de resistencia se obtiene de las especificaciones dadas por el fabricante, considerando una distribución rectangular. Cuando no se dispone de esta información se usa información de instrumentos de la misma clase de exactitud.

3.7 Autocalentamiento (uδW4)

Se calcula mediante la siguiente expresión, considerando una distribución rectangular:

$$u\delta W_4 = \left(R_0 \frac{\Delta W}{\Delta T}\right)^{-1} |R(i_2) - R(i_1)|/\sqrt{3} \quad (16)$$

En donde i_1 es la medición de la resistencia eléctrica a una corriente de 1 mA e i_2 es la medición de resistencia eléctrica a una corriente de $\sqrt{2}$ mA.

En caso de que el lector de resistencia no cuente con la opción de medir a dos corrientes o en caso de que el horno/baño no tenga buena estabilidad, valores de incertidumbre típicos relacionadas con autocalentamiento se pueden encontrar en [7].

3.8 Repetibilidad del TRP bajo calibración a la temperatura de calibración ($u\delta W_5$)

Esta componente proviene de la dispersión de las lecturas de resistencia eléctrica del TRP, tomadas en cada punto de calibración. Se considera la desviación estándar de la media de lecturas,

$$u\delta W_5 = \left(R_0 \frac{\Delta W}{\Delta T}\right)^{-1} \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum (R_i - \bar{R})^2} \quad (17)$$

donde:

R_i son las lecturas de resistencia eléctrica aparente en Ω ,

\bar{R} es el promedio de los valores de resistencia aparente en Ω y

n es el número de lecturas

Su distribución es ***t-student***.

3.9 Repetibilidad del TRP bajo calibración en el PTA ($u\delta W_6$)

Esta componente proviene de la dispersión de las lecturas de resistencia eléctrica del TRP, tomadas en el PTA durante la calibración,

$$u\delta W_6 = \left(R_0 \frac{\Delta W}{\Delta T}\right)^{-1} \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum (R_{0i} - \bar{R}_0)^2} \quad (18)$$

donde:

R_{0i} son las lecturas de resistencia eléctrica aparente en Ω en el PTA,

\bar{R}_0 es el promedio de los valores de resistencia aparente en Ω en el PTA

n es el número de lecturas

Su distribución es ***t-student***.

3.10 Incertidumbre expandida

La incertidumbre combinada para cada temperatura de calibración es dada por la siguiente expresión:

$$u_c = \sqrt{u\delta W_{r1}^2 + u\delta W_{r2}^2 + u\delta W_{r3}^2 + u\delta W_1^2 + u\delta W_2^2 + u\delta W_3^2 + u\delta W_4^2 + u\delta W_5^2 + u\delta W_6^2} \quad (19)$$

La incertidumbre expandida se determina con la siguiente expresión:

$$U_{exp} = u_c * k \quad (20)$$

En la ecuación (20) k es el factor de cobertura que se estima sobre la base de los grados efectivos de libertad.

4. EJEMPLO DE CALIBRACIÓN DE TRP POR COMPARACIÓN

Se calibró un TRP con las características descritas en la Tabla 2.

Tabla 2. Características del TRP bajo calibración, y del equipamiento de referencia.

Sensor	Burns Engineering Wpp061
Lector	ASL F700 Resolución 0.0001 Ω linealidad 0.0001 Ω
Termómetro Patrón	Sensor Hart Scientific 5682 Lector ASL CTR6500 U/ mK= 1.5 (0 °C a 50 °C) con k=2
Baño Termostático	Hart Scientific $u_{car}/mK = 1$
Celda PTA Tipo A	$U_{PTA}/mK = 0.1$

El TRP se calibró en el intervalo de temperatura de 0 °C a 50 °C. Acorde a la Tabla 1, el único punto de calibración es 50 °C. Además, es necesario medir la resistencia eléctrica en el PTA para determinar el valor de W en este punto. Se tomaron 10 lecturas por punto de calibración y se reprodujo la calibración en el punto de 50 °C.

Los resultados se muestran en la Tabla 3, en donde σ es la desviación estándar.

Tabla 3. Resultados de calibración del TRP en 50 °C.

$t_{ref} / ^\circ\text{C}$	$\sigma_{ref} / ^\circ\text{C}$	R_{TRP} / Ω	σ_{TLD} / Ω
50.002	0.0008	119.7050	0.0010
PTA	0.0004	100.0190	0.0010
50.006	0.0008	119.7060	0.0010
0.01	0.0003	100.0190	0.0010

A partir de los valores de W y W_r en el punto de referencia de 50.002 °C, y utilizando la ecuación 2 con $b=c=0$ (Tabla 1), se determina el valor de $a=-0.00538\pm 0.00011$.

Utilizando los valores de las Tabla 2 y 3 y las secciones 3.1 a 3.10 se pueden determinar los valores de cada una de las componentes de incertidumbre mostradas en la Tabla 4.

Tabla 4. Componentes de incertidumbre a la temperatura de 50 °C.

Componente	Valor equivalente en mK
$u\delta W_{r1}$	0.9
$u\delta W_{r2}$	1.0
$u\delta W_{r3}$	0.1
$u\delta W_1$	1.5
$u\delta W_2$	0.1
$u\delta W_3$	0.1
$u\delta W_4$	2.3
$u\delta W_5$	0.3
$u\delta W_6$	0.3
u_c	3.1
$U (k=2)$	6.2

En la Tabla 4 se muestra la incertidumbre expandida con $k=2$, lo cual equivale a un nivel de confianza de aproximadamente el 95 %. Esta incertidumbre se calculó para el punto de temperatura de 50 °C. La incertidumbre por autocalentamiento en este caso se tomó de [7] considerando una distribución rectangular.

La incertidumbre en cualquier punto de temperatura dentro del intervalo calibrado se estima al realizar la propagación de incertidumbre, en este caso de la ecuación (2) con $b=c=0$.

$$W - W_r = a(W - 1)$$

Es decir,

$$uW = \frac{dW}{da} ua$$

Donde

$$\frac{dW}{da} = \frac{(W - 1)}{(1 - a)}$$

ua se estima del valor de la incertidumbre uW en el valor de temperatura medido, [5].

Cuando el termómetro se calibra en más de un punto de temperatura, la incertidumbre de los coeficientes se puede estimar mediante la generación de un conjunto de valores de W a partir de factores de uW sumados algebraicamente a éste o mediante el análisis de varianza-covarianza.

Al aplicar lo anterior, la incertidumbre en el intervalo calibrado, se obtiene la siguiente gráfica.

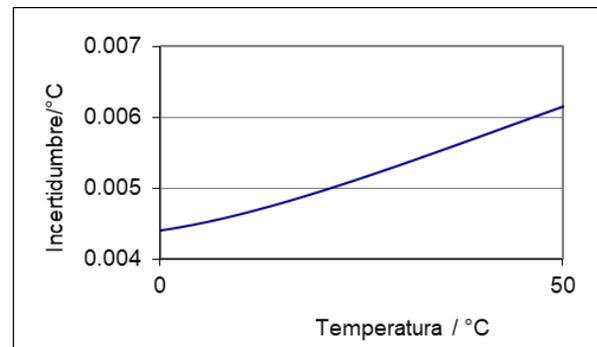


Fig. 2 Incertidumbre expandida en el intervalo de calibración de 0 °C a 50 °C, del ejemplo de calibración estudiado.

La gráfica de incertidumbre mostrada en la figura 2 se genera con base en los valores de uW y de la incertidumbre de los coeficientes de la función de desviación. En ocasiones esta gráfica se incluye en los certificados de calibración para facilidad del usuario en procesos de

interpolación, sin embargo, estrictamente hablando no es necesaria su inclusión.

5. CONCLUSIONES

Se describió el modelo de medición utilizado en la calibración de termómetros de resistencia de platino por el método de comparación, usando el procedimiento de la EIT-90, el cual no se describe de manera detallada en el documento de la EIT-90. Se describió la estimación de la incertidumbre, para este tipo de calibraciones, considerando las principales fuentes de incertidumbre. Se mostró un ejemplo de calibración de este tipo de termómetros utilizando el modelo y las fuentes de incertidumbre correspondientes. La representación gráfica de la incertidumbre que ocasionalmente se incluye en los certificados de calibración, es para facilitar la estimación de la incertidumbre en los procesos de interpolación que realizan los usuarios.

Es posible que algunos certificados de calibración no incluyan esta gráfica, la cual puede generarse por el usuario para la aplicación que sea de su interés.

6. REFERENCIAS

- [1] Preston-Thomas, H., The International Temperature Scale of 1990 (*ITS-90*), *Metrologia*, 27, 1990.
- [2] R. E. Bedford and T.J. Quinn, *Techniques for Approximating the International Temperature scale of 1990*, BIPM, 1997.
- [3] Consultative Committee for Thermometry, *Guide to Secondary Thermometry: Industrial Platinum Resistance Thermometers*, BIPM, 2021.
- [4] Guía para la expresión de la incertidumbre de medida, edición digital 1 en español, NIPO EDICIÓN DIGITAL 1: 706-10- 001- 0, JCGM 2008, September 2008.
- [5] David Licea Panduro y Edgar Méndez Lango, "Propagación de la incertidumbre de los puntos fijos a la función de calibración de termómetros de resistencia de platino", *Simposio de Metrología 2006*.
- [6] D. Licea Panduro, E. Méndez Lango, O. A. Ayala Lira, B. Castelán Domínguez, M. Marrón Oliver y B. I. Montaña Rodríguez. "Guía Técnica de Trazabilidad Metroológica e Incertidumbre de Medida en Caracterización Térmica de Baños y Hornos de Temperatura Controlada", CENAM-EMA, noviembre 2012.
- [7] P. Phanphanit and U. Norranim, *The Study of Self-Heating Errors on 100 ohm Platinum Resistance Thermometers*, Thai Physics Society, 2013.

EMISIVIDAD EFECTIVA PROMEDIO Y SU EFECTO EN LA DETERMINACIÓN DE LA TEMPERATURA DE RADIANCIA DE UNA SUPERFICIE OPACA

Hugo Rodríguez Arteaga (pensionado), Daniel Cárdenas García¹, David Cywiak Córdova¹,
Verónica Sastre Muñoz²

¹Centro Nacional de Metrología.

²Escuela Superior de Física y Matemáticas, Instituto Politécnico Nacional,

¹Carretera a los Cues, km 4.5, El Marqués, Qro. C. P. 76246.

hugorodart52@gmail.com

+52-442-275-5753

Resumen: Una práctica común para determinar la temperatura de radiancia que debiera indicar un termómetro de radiación que mide la temperatura de una superficie, tiene como base utilizar un valor promedio de la emisividad, ponderado en el intervalo espectral de operación del termómetro y considerar a la reflectancia como complemento tal que la suma de sus valores sea 1. En este trabajo se muestra que, cuando la emisividad espectral de la superficie tiene variaciones relevantes, tal consideración puede inducir a desviaciones en la temperatura de radiancia calculada. También se presenta un parámetro que permite determinar en qué casos es viable considerar a la reflectancia complemento de la emisividad y cuando no.

1. INTRODUCCIÓN

Al medir una superficie opaca cualquiera con un termómetro de radiación (TR) con su ajuste de emisividad a un valor de 1, la señal en el detector del TR es función de [1]:

- la responsividad del detector al contenido espectral de la radiación incidente, que a su vez depende de la transmitancia del medio y de los componentes ópticos del termómetro,
- de la radiación térmica debida a la temperatura T_S a la que se encuentra la superficie, la emitida en los alrededores y también la que emite el propio detector,
- la emisividad espectral de la superficie.

Una de las aproximaciones para determinar la temperatura de radiancia que debiera indicar el TR al apuntarlo hacia la superficie, tiene como base al hecho de que, a partir de su emisividad espectral se puede obtener un valor promedio de emisividad, ponderado para la región espectral que corresponde a la banda de respuesta del TR. Ese valor promedio de emisividad puede ser considerado como el de la emisividad $\varepsilon(T_S)$ de un cuerpo gris y reflectancia igual a $1 - \varepsilon(T_S)$, ambos de valor constante.

En este trabajo se analizan las diferencias entre los valores calculados de la temperatura de radiancia cuando la superficie es considerada gris y cuando se aleja de ese comportamiento, porque la emisividad

espectral de la superficie tiene variaciones importantes y, en consecuencia, la suma de los valores promedio de emisividad y reflectancia se alejan de 1.

Se discute la relación que hay entre la desviación de los valores calculados de la temperatura de radiancia y la suma de los valores promedio de emisividad y reflectancia.

También se propone un criterio para determinar en qué casos se puede considerar que la superficie a medir se comporta como un cuerpo gris, con el fin de utilizar la aproximación que tiene como base a la emisividad efectiva promedio y a la reflectancia como su complemento.

Para los cálculos se utilizaron los valores de emisividad espectral de una muestra de cerámica de alúmina que se reportan en [2], medida por un fabricante de equipos que miden la emisividad espectral.

2. TEMPERATURA DE RADIANCIA, EMISIVIDAD Y REFLECTANCIA PROMEDIOS

• Temperatura de radiancia

Para la mayoría de los TR comerciales, se puede considerar que la función matemática de la responsividad espectral del detector, dentro de la banda de longitudes de onda de trabajo, es simétrica

alrededor de una longitud de onda central y rectangular [3].

Bajo tales consideraciones, el valor de la temperatura de radiancia T_{RAD} que se mide con un termómetro de radiación al apuntarlo a una superficie opaca puede determinarse a partir del modelo siguiente [4]:

$$\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L_{BB}(\lambda, T_{RAD})d\lambda = \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} \{\varepsilon(\lambda, T_S)L_{BB}(\lambda, T_S) + [1 - \varepsilon(\lambda, T_S)]L_{BB}(\lambda, T_L)\}d\lambda \tag{1}$$

en el cual:

- T_{RAD} es el valor de la temperatura de radiancia, indicado por el termómetro cuando su ajuste de emisividad se establece en 1,
- T_S es la temperatura de la superficie,
- T_L es la temperatura de las paredes del lugar donde se realiza la medición,
- $\varepsilon(\lambda, T_S)$ es la emisividad espectral de la superficie, a la temperatura T_S ,
- $L_{BB}(\lambda, T_x)$ es la radiancia espectral que se determina con la ley de radiación de Planck, para un cuerpo negro que se encuentra a una temperatura igual a T_x que puede ser T_{RAD} , T_S o T_L ,
- λ_1, λ_2 son las longitudes de onda que delimitan a la banda espectral de la respuesta del termómetro.

Dado que la superficie es opaca (no presenta transmitancia), por el principio de conservación de la energía y la ley de Kirchhoff, a la temperatura T_S se cumple:

$$\rho(\lambda, T_S) = 1 - \varepsilon(\lambda, T_S). \tag{2}$$

En la cual:

$\rho(\lambda, T_S)$ es la reflectancia espectral de la superficie, a la temperatura T_S .

• **Valores promedio de emisividad y reflectancia**

Para el intervalo de longitudes de onda de la respuesta espectral del termómetro (λ_1, λ_2) , se

pueden determinar valores promedio de emisividad y reflectancia ponderados en dicho intervalo, de la manera siguiente:

$$\varepsilon_{1,2}(T_S) = \frac{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} \varepsilon(\lambda, T_S)L_{BB}(\lambda, T_S)d\lambda}{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L_{BB}(\lambda, T_S)d\lambda} \tag{3}$$

$$\rho_{1,2}(T_S) = \frac{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} \rho(\lambda, T_S)L_{BB}(\lambda, T_S)d\lambda}{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L_{BB}(\lambda, T_S)d\lambda} \tag{4}$$

En este caso, se cumple:

$$\varepsilon_{1,2}(T_S) + \rho_{1,2}(T_S) = 1 \tag{5}$$

Por otra parte, para el mismo intervalo de longitudes de onda, se puede definir una reflectancia promedio a la temperatura T_L , diferente de T_S :

$$\rho_{1,2}(T_S, T_L) = \frac{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} \rho(\lambda, T_S)L_{BB}(\lambda, T_L)d\lambda}{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L_{BB}(\lambda, T_L)d\lambda} \tag{6}$$

la cual, en conjunto con la emisividad promedio, pueden operar fuera de las integrales del lado derecho de la ecuación 1 y reescribirla entonces de la manera siguiente:

$$\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L_{BB}(\lambda, T_{RAD})d\lambda = \varepsilon_{1,2}(T_S) \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L_{BB}(\lambda, T_S)d\lambda + \rho_{1,2}(T_S, T_L) \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L_{BB}(\lambda, T_L)d\lambda. \tag{7}$$

• **Reflectancia de un cuerpo gris**

Ahora cabe la pregunta ¿en qué caso se tendría $\rho_{1,2}(T_S) = \rho_{1,2}(T_S, T_L)$?

Se puede ver que esto sólo sería posible si $\rho_{1,2}(T_S, T_L)$ no es función de T_L , lo cual sólo sucede para un cuerpo gris, en el que adicionalmente se cumple que su reflectancia no depende de la longitud de onda:

$$\rho(\lambda, T_S) = \rho(T_S). \tag{8}$$

En este caso, $\rho(T_S)$ puede quedar fuera de la integral del numerador en el lado derecho de la ecuación 4. Entonces:

$$\rho_{1,2}(T_S) = \frac{\rho(T_S) \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L_{BB}(\lambda, T_S)d\lambda}{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L_{BB}(\lambda, T_S)d\lambda} = \rho(T_S). \tag{9}$$

De igual manera, para la ecuación 6:

$$\rho_{1,2}(T_S, T_L) = \frac{\rho(T_S) \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L_{BB}(\lambda, T_L) d\lambda}{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L_{BB}(\lambda, T_S) d\lambda} = \rho(T_S). \quad (10)$$

Por lo tanto, para un cuerpo gris se tiene:

$$\rho_{1,2}(T_S) = \rho_{1,2}(T_S, T_L) = \rho(T_S). \quad (11)$$

De manera análoga:

$$\varepsilon_{1,2}(T_S) = \frac{\varepsilon(T_S) \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L_{BB}(\lambda, T_S) d\lambda}{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L_{BB}(\lambda, T_S) d\lambda} = \varepsilon(T_S). \quad (12)$$

De manera que:

$$\varepsilon_{1,2}(T_S) + \rho_{1,2}(T_S, T_L) = \varepsilon(T_S) + \rho(T_S) = 1. \quad (13)$$

Entonces, si la superficie se comporta como un cuerpo gris para las longitudes de onda de la banda de respuesta del termómetro, la ecuación 7 puede reescribirse de la manera siguiente:

$$\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L_{BB}(\lambda, T_{RAD}) d\lambda = \varepsilon(T_S) \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L_{BB}(\lambda, T_S) d\lambda + \rho(T_S) \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L_{BB}(\lambda, T_L) d\lambda. \quad (14)$$

La expresión de la ecuación 14 es la aproximación que comúnmente se utiliza para estimar la temperatura de radiancia al medir un cuerpo opaco mediante un TR, con su ajuste de emisividad a 1.

Sin embargo, cuando la superficie no se comporta como un cuerpo gris, el término $\rho(\lambda, T_S)$ queda dentro de la integral del numerador de la ecuación 6 y se tiene que $\rho_{1,2}(T_S) \neq \rho_{1,2}(T_S, T_L)$ y, por lo tanto:

$$\varepsilon_{1,2}(T_S) + \rho_{1,2}(T_S, T_L) \neq 1. \quad (15)$$

Esto tiene implicación en los valores que se determinan para la temperatura de radiancia T_{RAD} a partir de las ecuaciones 7 y 14, los cuales resultarán diferentes. Ahora surge otra pregunta: ¿cuán diferentes pueden resultar esos valores?

3. CASO ESTUDIADO: TEMPERATURA DE RADIANCIA DE UNA MUESTRA DE CERÁMICA

3.1. Al considerar los valores promedio de emisividad y reflectancia

Para la emisividad espectral que se reporta en la figura 6 de [2], medida a una muestra de cerámica de alúmina a 450 °C, se obtienen los valores promedio de emisividad y reflectancia que se presentan en la Tabla 1, ponderados para varios intervalos espectrales que corresponden a bandas de respuesta de termómetros de radiación comerciales. También se presentan los valores de T_{RAD} que se determinan a partir de la ecuación 7, cuando la superficie no se considera gris.

Intervalo espectral	$\varepsilon_{1,2}(T_S)$	$\rho_{1,2}(T_S, T_L)$	T_{RAD} / K (ec. 5)
5 μm – 14 μm	0.8643	0.1993	690.26
5.5 μm – 14 μm	0.8765	0.1991	692.12
6 μm – 14 μm	0.8789	0.2011	691.61
6 μm – 16 μm	0.8508	0.2684	683.89
6.5 μm – 18 μm	0.8196	0.3197	673.51
7 μm – 18 μm	0.8015	0.3297	666.47
7.5 μm – 8.2 μm	0.9503	0.0494	710.32
7.5 μm – 13 μm	0.8721	0.1819	686.65
7.5 μm – 14 μm	0.8470	0.2239	679.02
8 μm – 13 μm	0.8570	0.1938	681.15
8 μm – 14 μm	0.8285	0.2374	672.19

3.2. Al considerar los valores de emisividad y reflectancia de una superficie gris

En la Tabla 2 se presentan los mismos valores de emisividad promedio y los mismos intervalos espectrales de la Tabla 1, pero ahora los valores de la emisividad $\varepsilon(T_S)$ son considerados como los de una superficie gris y por ello se considera que los valores de la reflectancia se obtienen de la diferencia $1 - \varepsilon(T_S)$. La Tabla 2 también incluye valores de T_{RAD} pero ahora calculados a partir de la ecuación 14.

3.3. Diferencias en los valores calculados de temperatura de radiancia

La Tabla 3 muestra las sumas de los valores promedio de emisividad y reflectancia de la Tabla 1 y las desviaciones ΔT , que son las diferencias entre los valores de T_{RAD} de las Tablas 2 y 1, respectivamente.

3.4. Dependencia de las desviaciones ΔT con la de temperatura de la superficie

Se consideró interesante estudiar el comportamiento de la desviación ΔT cuando la temperatura de la superficie, T_S , es cercana a la temperatura T_L (la temperatura del lugar donde se realizan las mediciones). Se usó el valor hipotético de $T_S = 348.15$ K (75 °C) bajo la suposición de que la emisividad espectral de la superficie es la misma que a 723.15 K (450 °C).

Tabla 2. Superficie gris.

Intervalo espectral	$\varepsilon(T_S)$	$\rho(T_S) = 1 - \varepsilon(T_S)$	T_{RAD} / K (ec. 6)
5 μm – 14 μm	0.8643	0.1357	689.81
5.5 μm – 14 μm	0.8765	0.1235	691.48
6 μm – 14 μm	0.8789	0.1211	690.82
6 μm – 16 μm	0.8508	0.1492	682.52
6.5 μm – 18 μm	0.8196	0.1804	671.43
7 μm – 18 μm	0.8015	0.1985	664.21
7.5 μm – 8.2 μm	0.9503	0.0497	710.32
7.5 μm – 13 μm	0.8721	0.1279	685.90
7.5 μm – 14 μm	0.8470	0.1530	677.92
8 μm – 13 μm	0.8570	0.1430	680.35
8 μm – 14 μm	0.8285	0.1715	671.04

Tabla 3. Desviaciones de los valores calculados de T_{RAD}

Intervalo espectral	$\varepsilon_{1,2}(T_S) + \rho_{1,2}(T_S, T_L)$	$\Delta T / K$
5 μm – 14 μm	1.0636	-0.45
5.5 μm – 14 μm	1.0756	-0.64
6 μm – 14 μm	1.0800	-0.79
6 μm – 16 μm	1.1191	-1.37
6.5 μm – 18 μm	1.1393	-2.08
7 μm – 18 μm	1.1312	-2.26
7.5 μm – 8.2 μm	0.9997	0.00
7.5 μm – 13 μm	1.0541	-0.75
7.5 μm – 14 μm	1.0709	-1.10
8 μm – 13 μm	1.0508	-0.80
8 μm – 14 μm	1.0659	-1.15

La Tabla 4 muestra los nuevos valores de la suma de emisividad y reflectancia $\varepsilon_{1,2}(T_S) + \rho_{1,2}(T_S, T_L)$ y de la desviación ΔT .

De las tablas 3 y 4 se observa que las desviaciones ΔT son mayores cuando la suma de los valores promedio de emisividad y reflectancia se alejan de 1, es decir, cuando el comportamiento de la superficie medida se aleja del de un cuerpo gris.

Tabla 4. Comparación cuando $T_S = 348.15$ K

Intervalo espectral	$\varepsilon_{1,2}(T_S) + \rho_{1,2}(T_S, T_L)$	$\Delta T / K$
5 μm – 14 μm	1.0227	-0.78
5.5 μm – 14 μm	1.0238	-0.85
6 μm – 14 μm	1.0238	-0.88
6 μm – 16 μm	1.0345	-1.43
6.5 μm – 18 μm	1.0391	-1.82
7 μm – 18 μm	1.0364	-1.77
7.5 μm – 8.2 μm	0.9999	0.00
7.5 μm – 13 μm	1.0155	-0.63
7.5 μm – 14 μm	1.0200	-0.87
8 μm – 13 μm	1.0143	-0.61
8 μm – 14 μm	1.0182	-0.83

4. DISCUSIÓN

Los resultados de ΔT presentados en las Tablas 3 y 4 muestran que los valores de las temperaturas de radiancia calculadas al suponer que la superficie estudiada se comporta como un cuerpo gris, se desvían de los que resultan al considerar los valores promedio de emisividad y reflectancia.

En la gráfica de la figura 1 se presentan los valores obtenidos para ΔT en función de la suma de los valores promedio de la emisividad y la reflectancia a la temperatura de 723.15 K y a la temperatura hipotética de 348.15 K.

En la gráfica se observa que las desviaciones ΔT son menores cuando la suma de los valores promedio de emisividad y reflectancia se encuentran más cercanos a 1 y que tienen mayor relevancia cuando la temperatura de la superficie se encuentra más cercana a la temperatura del lugar donde se hacen las mediciones.

Los resultados obtenidos muestran que se puede definir un parámetro g que indique qué tan válida es la aproximación de cuerpo gris para una superficie.

(16)

$$g \equiv |\varepsilon_{1,2}(T_S) + \rho_{1,2}(T_S, T_L) - 1|$$

Por ejemplo, se puede proponer que la superficie se aproxima a un cuerpo gris cuando $g < 0.01$, o algún

otro valor, adecuado para obtener una desviación ΔT aceptable para la medición.

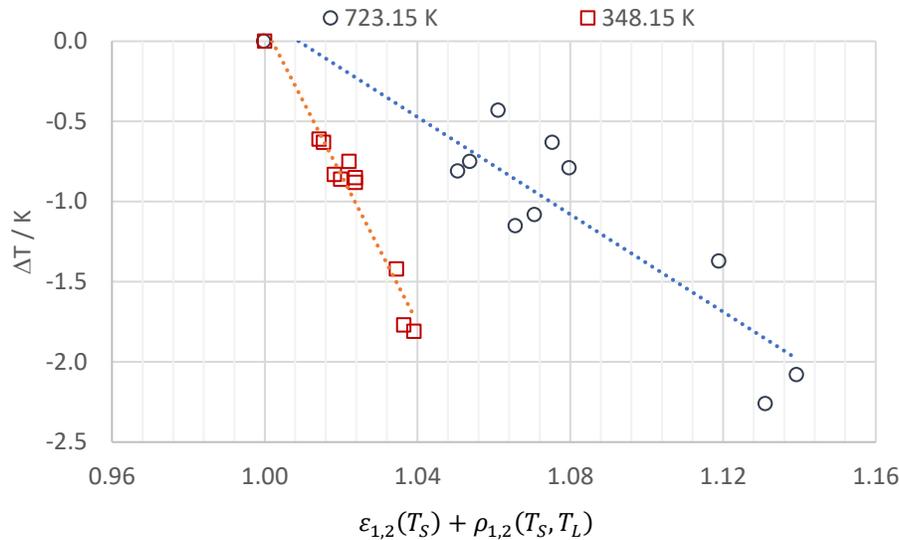


Fig. 1. Desviación de la temperatura de radiancia T_{RAD} al considerar que la superficie se comporta como un cuerpo gris, con respecto al valor que se calcula a partir de la ecuación 7.

5. CONCLUSIONES

Se determinaron los valores de la temperatura de radiancia de una superficie de cerámica de alúmina a diferentes intervalos espectrales, bajo las premisas siguientes:

- (a) La aproximación típica en la que la superficie se considera como un cuerpo gris y el valor de su reflectancia promedio se determina como complemento al valor de su emisividad promedio.
- (b) la superficie no se comporta como un cuerpo gris.

Bajo tales suposiciones, se determinaron las desviaciones que tienen los valores calculados de la temperatura de radiancia al considerar la premisa (a), con respecto a los valores que se determinan con la premisa (b).

Se encontró que la premisa (a) puede conducir a desviaciones en la estimación de la temperatura de radiancia, especialmente cuando la emisividad espectral de la superficie tiene variaciones de consideración.

Se determinó que la desviación es más severa cuando la temperatura de la superficie se encuentra más cercana a la temperatura del lugar donde se realizan las mediciones.

En el ejemplo estudiado se observó que cuando la superficie se encuentra 723.15 K, se alcanza una desviación cercana a 2 K cuando la suma de los valores promedio de emisividad y reflectancia resulta igual a 1.13, mientras que a 348.15 K una situación similar resulta cuando dicha suma resulta igual a 1.04.

Adicionalmente se definió un parámetro, g , que puede ser útil para determinar cuándo una superficie se puede aproximar a un cuerpo gris, y con ello limitar las desviaciones en la temperatura de radiancia estimada mediante la aproximación típica en la que la reflectancia promedio se determina como complemento al valor de su emisividad promedio.

REFERENCIAS

[1] R.N. Bigelow, P.S. Carlson, A.M. Hunter, S.R. King, Memorias de "Measurement Science Conference in Radiation Thermometry", Anaheim, CA, 1996, Session I-D, Artículo 1, pp 1-13.

- [2] Takeuchi, S; Spectral Emissivity Measurement using FTIR Spectrometry; FTIR Talk Letter, vol. 13; abril 2010; pp 04-06; Shimadzu Corporation, Japón. Puede descargarse gratuitamente en el sitio siguiente de la Internet: <https://www.shimadzu.com/an/literature/ftir/jpa212009.html>
- [3] P. Saunders; Calibration and use of low-temperature direct-reading radiation thermometers; Meas. Sci. Technol. **20** (2009) 025104 (8pp); DOI:10.1088/0957-0233/20/2/025104.
- [4] D. Cárdenas y E. Méndez; Use of Radiometrically Calibrated Flat-Plate Calibrators in Calibration of Radiation Thermometers; Int J Thermophys; DOI 10.1007/s10765-015-1938-8.

EL MODELO DE MEDICIÓN DE EMISIVIDAD ESPECTRAL DEL CENAM

Daniel Cárdenas García y Enrique Martines López
 Centro Nacional de Metrología
 Carretera a Los Cues km 4.5, El Marqués, Qro., C. P. 76246.
 (442) 2110500, ext. 3468; dcardena@cenam.mx

Resumen: Para la medición de temperatura de una superficie por medio de termometría de radiación se requiere conocer su emisividad. En el Centro Nacional de Metrología (CENAM) se desarrolló un sistema de medición de la emisividad espectral que fue declarado patrón nacional en 2016. En este trabajo se presenta el modelo de medición de emisividad espectral que se utiliza en el patrón nacional. También se presenta un ejemplo de medición de la emisividad espectral de la superficie de un calibrador plano, así como el resultado de la intercomparación internacional que se realizó entre el Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), que es el Instituto Nacional de Metrología de Alemania, y el CENAM.

1. INTRODUCCIÓN

En muchos casos es deseable la medición a distancia de diferentes propiedades de los materiales y objetos. Esto es particularmente notable en el caso de la medición de temperatura por medio de la radiación electromagnética que emiten los objetos de interés.

Para obtener la temperatura de la superficie de un objeto, debemos conocer que tan eficiente es para emitir radiación térmica. La emisividad de una superficie es una medida de su eficiencia para emitir energía en forma de radiación electromagnética en función de su temperatura.

Se requieren valores de emisividad de los materiales que se utilizan en diversas aplicaciones científicas, técnicas e industriales. Por ejemplo, se puede realizar el diseño y simulación de estructuras aislantes para envolventes de edificios, y con esto establecer los límites de tolerancia de los materiales de construcción que permitan mantener una temperatura controlada con un menor costo de energía al minimizar las pérdidas por radiación electromagnética. También se puede incrementar la eficiencia de motores o turbinas que estén contruidos con materiales que tengan superficies con alta emisividad que permiten que se incremente la transferencia de energía por radiación electromagnética y así se evite que se deterioren, e incluso se fundan sus componentes.

En el CENAM realizamos mediciones de emisividad espectral y en este trabajo presentamos de manera simplificada el modelo de medición que utilizamos.

2. EL MODELO DE MEDICIÓN

La radiancia espectral de un cuerpo negro está dada por la ley de Planck, ecuación (1).

$$L_{\lambda}(T) = \frac{c_{1L}}{\lambda^5 \left[\exp\left(\frac{c_2}{\lambda T}\right) - 1 \right]} \quad (1)$$

En la ecuación (1), λ es la longitud de onda, c_{1L} es la primera constante de radiancia, c_2 es la segunda constante de radiación, T es la temperatura. Los valores de c_{1L} y c_2 están dados en el texto de la Escala Internacional de Temperatura de 1990 [1].

En la figura (1) se muestra la radiancia espectral de cuerpo negro a valores de temperatura de 25 °C, 50 °C, 75 °C, 100 °C y 125 °C.

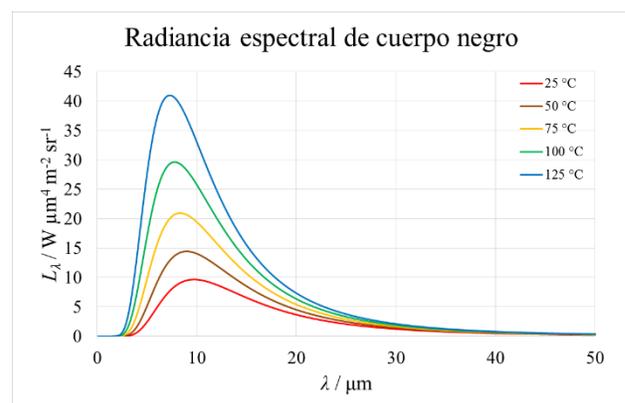


Fig. 1. Gráfica de la radiancia espectral de cuerpo negro a varias temperaturas.)

Una superficie general, no tiene la misma eficiencia que un cuerpo negro para emitir radiación en función

de su temperatura, lo cual se ejemplifica en la figura 2 al comparar la radiancia de una superficie y un cuerpo negro a 125 °C.

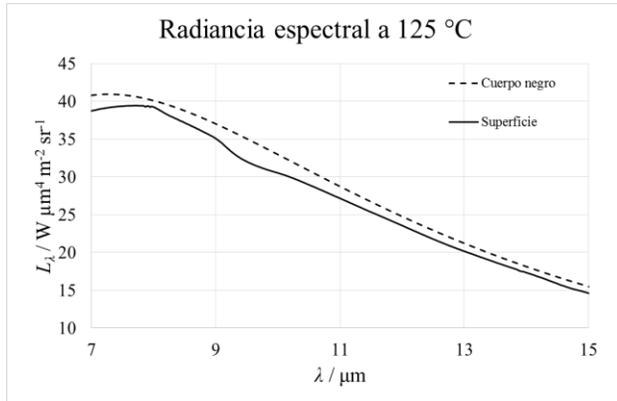


Fig. 2. Gráfica de las radiancias espectrales de una superficie y un cuerpo negro que tienen un valor de temperatura de 125 °C.

La emisividad espectral de una superficie opaca $\epsilon_{\lambda,S}$ a temperatura T se define como el cociente de la radiancia espectral de la superficie $L_{\lambda,S}(T)$ y la radiancia espectral de un cuerpo negro $L_{\lambda}(T)$ al mismo valor de temperatura T de la superficie [2].

$$\epsilon_{\lambda,S} = \frac{L_{\lambda,S}(T)}{L_{\lambda}(T)} \quad (2)$$

Debido a que la superficie de un cuerpo negro es la más eficiente para emitir radiación electromagnética en función de su temperatura, la emisividad espectral de una superficie opaca será menor que uno. En general, la emisividad espectral de una superficie no es constante (en el espacio, en el tiempo ni en longitud de onda), esto es, las superficies tampoco se comportan como cuerpos grises como se puede ver en la figura 3.

Las superficies pueden medirse con termómetros de radiación que trabajan en diferentes intervalos de longitudes de onda y esto significa que sus detectores reciben diferente cantidad de energía radiante al medir la misma superficie.

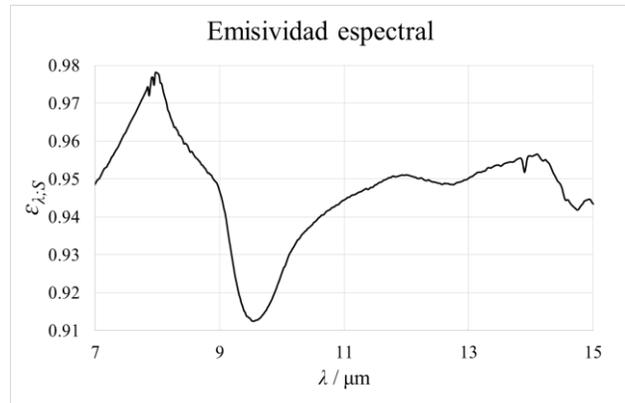


Fig. 3. Gráfica de emisividad espectral de una superficie que se obtuvo como cociente de las radiancias espectrales que aparecen en la Fig. 2.

Así, para obtener la temperatura de una superficie con un termómetro de radiación monocromático, tenemos que saber la emisividad espectral de la superficie a la longitud de onda de trabajo del termómetro. Debido a que la emisividad espectral no es constante, no podemos saber cuál es la emisividad espectral de una superficie fuera del intervalo donde la hemos medido. Por ejemplo, si se mide la emisividad espectral de una superficie en el ultravioleta o en el visible, no se conocerá su valor en el infrarrojo, y no es aconsejable utilizar en la región infrarroja los valores obtenidos en el ultravioleta o el visible.

También es necesario conocer la emisividad espectral al valor de temperatura de interés debido a que en algunas superficies la emisividad espectral es función de la temperatura.

Es importante recordar que en la ecuación (2), la radiancia espectral de la superficie sólo debe tomar en consideración la radiación que emite la propia superficie. Experimentalmente se encuentra que la radiancia que se mide tiene componentes que provienen no sólo de la radiación emitida, sino también de la radiación reflejada en la superficie y que llega al instrumento de medición como se muestra en la figura 4.

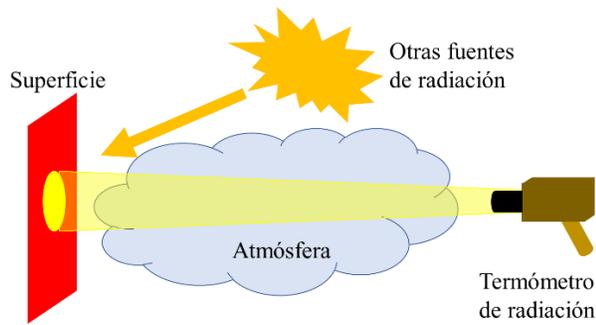


Fig. 4. Modelo físico de medición de temperatura de una superficie.

Para facilitar la medición, el arreglo experimental no debe tener fuentes de radiación con temperaturas diferentes a la ambiental de tal forma que se pueda considerar que la radiación reflejada en la superficie de interés proviene de un medio ambiente a temperatura T_A . Aun así, se debe eliminar la contribución debida a la radiación reflejada en el cálculo de la emisividad espectral.

En el modelo de medición de emisividad espectral del CENAM, la medición se realiza por comparación de la radiancia de la superficie de una muestra M con la radiancia de dos cavidades de cuerpo negro: la cavidad A que está a temperatura ambiente, y la cavidad V que tiene temperatura variable.

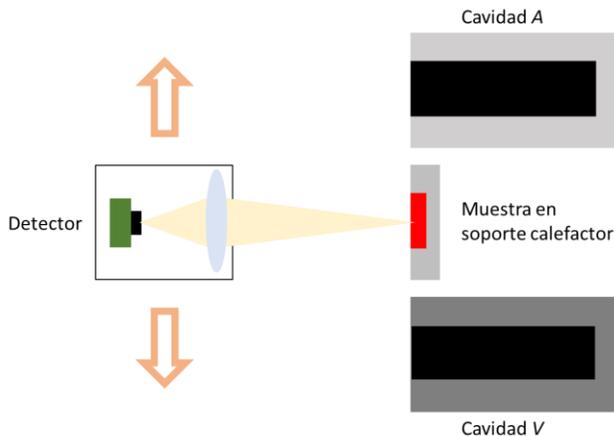


Fig. 5. Esquema de medición de emisividad espectral. El detector se mueve enfocando la muestra y las cavidades de manera alternada.

Para la medición, la muestra se calienta hasta alcanzar un valor de temperatura T_M y la cavidad V se lleva a un valor de temperatura T_V lo más cercano al valor T_M . Como se mencionó anteriormente, la cavidad A se mantiene a temperatura ambiente T_A .

Una vez que la muestra y las cavidades han logrado estabilizarse en temperatura, se miden sus radiancias espectrales.

Se considera que la emisividad espectral de la cavidad de temperatura ambiente es igual a uno debido a que se encuentra a temperatura ambiente y está rodeada por el laboratorio a temperatura ambiente, por lo que su radiancia espectral está dada directamente por la ley de Planck.

La cavidad V que está a temperatura T_V tiene una radiancia espectral $L_{\lambda;V}(T_V)$ y una emisividad espectral $\epsilon_{\lambda;V}$, de tal forma que se cumple

$$L_{\lambda;V}(T_V) = \epsilon_{\lambda;V} L_{\lambda}(T_V) + (1 - \epsilon_{\lambda;V})L_{\lambda}(T_A) \quad (3)$$

Se desprecian los efectos de atenuación del aire debido a la corta distancia que viaja la radiación entre la muestra y el detector (distancia menor que un metro).

La superficie de la muestra M que está a temperatura T_M tiene una radiancia espectral $L_{\lambda;M}(T_M)$ y una emisividad espectral $\epsilon_{\lambda;M}$, de tal forma que se cumple

$$L_{\lambda;M}(T_M) = \epsilon_{\lambda;M} L_{\lambda}(T_M) + (1 - \epsilon_{\lambda;M})L_{\lambda}(T_A) \quad (4)$$

Se utiliza el intervalo lineal de respuesta del detector con respecto a la cantidad de radiación infrarroja que recibe de una superficie X que tiene a un valor de temperatura T_X :

$$S_{\lambda;X} = B_1 L_{\lambda;X}(T_X) + B_2 \quad (5)$$

Donde B_1 y B_2 no dependen de la temperatura.

A partir de las ecuaciones anteriores, obtenemos el modelo de medición de la emisividad espectral de la superficie de la muestra,

$$\epsilon_{\lambda;M} = \epsilon_{\lambda;V} \left[\frac{S_{\lambda;M} - S_{\lambda;A}}{S_{\lambda;V} - S_{\lambda;A}} \right] \left[\frac{L_{\lambda}(T_V) - L_{\lambda}(T_A)}{L_{\lambda}(T_M) - L_{\lambda}(T_A)} \right] \quad (6)$$

En el modelo de medición, las componentes de incertidumbre son debidas a:

- La temperatura de la superficie de la muestra
- La longitud de onda

- La temperatura de radiancia de las cavidades de referencia
 - La emisividad efectiva de la cavidad de temperatura variable
 - El efecto de tamaño de fuente
 - La temperatura de los alrededores reflejada en la muestra
 - La varianza de los resultados de medición
 - La repetibilidad de los resultados de medición
 - La linealidad del detector
- La incertidumbre del modelo dado en (6) se puede estimar con el método de la GUM [3].

3. MEDICIÓN DE EMISIVIDAD ESPECTRAL

Dentro de las mediciones que se han realizado utilizando el modelo de medición (ec.6), se encuentra la medición de emisividad espectral de la superficie radiante de calibradores planos.

Los calibradores planos se utilizan para calibrar termómetros de radiación de acuerdo con dos posibles esquemas de trazabilidad: termometría de contacto o termometría de radiación.

En el esquema de calibración por termometría de contacto, es necesario conocer la emisividad espectral de la superficie del calibrador plano para estimar la temperatura de radiancia a partir del valor de temperatura del patrón de contacto que medirá el termómetro de radiación.

En el esquema de calibración por termometría de radiación, es necesario conocer la emisividad espectral de la superficie del calibrador plano debido a que la respuesta espectral del termómetro de radiación patrón puede no coincidir con la respuesta espectral del termómetro de radiación bajo calibración [4].

La figura 6 muestra la gráfica de los resultados de medición de la emisividad espectral de un calibrador plano, a un valor aproximado de temperatura igual a 300 °C, con el sistema de medición del CENAM.

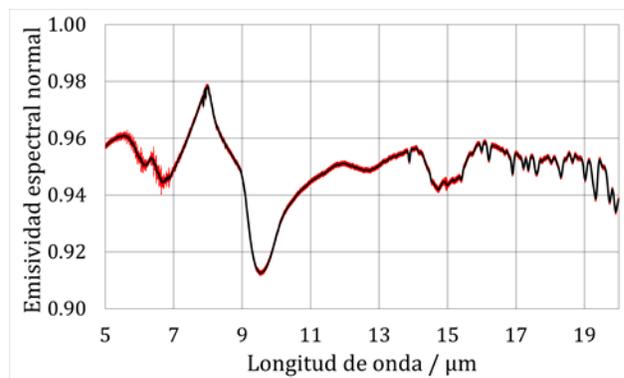


Fig. 6. Emisividad espectral normal de la superficie radiante de un calibrador plano, a un valor de temperatura de 300 °C, medida en el CENAM.

4. INTERCOMPARACIÓN INTERNACIONAL

Como uno de los requisitos previos a la declaración del sistema de medición de emisividad espectral como Patrón Nacional, se realizó una intercomparación internacional entre el Centro Nacional de Metrología (CENAM) y el instituto de metrología alemán, el Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) [5].

Las muestras para la intercomparación fueron medidas por los dos institutos y consistieron en cuatro discos de cobre de 50 mm de diámetro y 3 mm de espesor, recubiertos en una de sus caras con pintura (blanca, aluminio y dos tipos de pintura negra, una de ellas NEXTEL 811-21).



Fig. 6. Muestras utilizadas en la intercomparación internacional de medición de emisividad espectral entre el CENAM y el PTB.

Las mediciones de emisividad espectral se hicieron en la dirección normal a la superficie pintada, en el intervalo espectral desde 4 μm hasta 25 μm, y a una temperatura aproximada de 150 °C.

Para comparar los resultados de los institutos participantes, se utilizaron el coeficiente de desviación normalizado E_N y el coeficiente de equivalencia demostrada cuantificada QDE [6]. Los resultados mostraron que las mediciones de CENAM

y PTB son congruentes y equivalentes dentro de las incertidumbres reportadas.

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se presentó el modelo de medición que se utiliza en el sistema de medición de emisividad espectral del CENAM. El sistema de medición se utiliza para proporcionar servicios entre los que se encuentra la medición de emisividad espectral normal de la superficie de calibradores planos que se utilizan para calibrar termómetros de radiación. Previo a la declaración del sistema de medición como Patrón Nacional, se realizó una intercomparación internacional con el PTB de Alemania con resultados favorables.

REFERENCIAS

- [1] D.P. DeWitt and F.P. Incropera, "Physics of Thermal Radiation" in Theory and Practice of Radiation Thermometry, edited by D.P. DeWitt & Gene D. Nutter, John Wiley & Sons Inc., New York, 1988, pp 21-90.
- [2] H. Preston-Thomas, The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90), Metrologia 27, 3-10 (1990).
- [3] JCGM 100:2008 GUM 1995 with minor corrections. Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement.
- [4] D. Cárdenas-García and E. Méndez-Lango, "The influence of the spectral emissivity of flat-plate calibrators on the calibration of IR thermometers", AIP Conf. Proc. **1552**, 752 (2013); doi: 10.1063/1.4819636
- [5] D. Cárdenas-García and C. Monte, "Bilateral Intercomparison of Spectral Directional Emissivity Measurement between CENAM and PTB", Int J Thermophys, Published online: 24 July 2014. DOI 10.1007/s10765-014-1686-1
- [6] B.M. Wood, R.J. Douglas, IEEE Trans. Instrum. Meas. 48, 162 (1999)

TERMOMETRÍA DE RADIACIÓN EN EL CENAM: EL PATRÓN NACIONAL DE TEMPERATURA ARRIBA DEL PUNTO DE SOLIDIFICACIÓN DE LA PLATA

Daniel Cárdenas García, Enrique Martines López y David Cywiak Córdova
 Centro Nacional de Metrología
 Carretera a Los Cues km 4.5, El Marqués, Qro., C. P. 76246.
 (442) 2110500, ext. 3465; dcardena@cenam.mx

Resumen: Con el Patrón Nacional de Temperatura de Radiancia arriba del Punto de Solidificación de la Plata inicia la cadena de trazabilidad de los resultados de medición de altas temperaturas en México. En este trabajo se presentan las características más relevantes de este patrón nacional. También se presenta el modelo de medición de temperatura de radiancia, así como las fuentes de incertidumbre que se toman en cuenta para calcular la incertidumbre de los resultados de medida.

1. INTRODUCCIÓN

Con el crecimiento de las necesidades de medición de temperatura sin contacto, debido al desarrollo industrial y de servicios en México, se requiere atender la mayor demanda de calibraciones de termómetros de radiación, particularmente en la región de temperaturas por arriba del punto de solidificación de la plata.

Ejemplos de industrias que usan este tipo de termómetros para realizar mediciones de temperaturas elevadas (de 1000 °C y mayores) sin contacto con el objeto medido, son la metalúrgica, de manufactura, del cemento, de la cerámica y de materiales de alta tecnología, entre otras.

El aseguramiento de la confiabilidad de los resultados de medición de los termómetros de radiación que se obtienen en nuestro país se apoya en que dichos resultados tengan trazabilidad al Sistema Internacional de Unidades.

Con el Patrón Nacional de Temperatura de Radiancia arriba del Punto de Solidificación de la Plata se inicia la cadena de trazabilidad de los resultados de medición en nuestro país, cuyas características metrológicas más relevantes se describen en el presente trabajo.

2. DESCRIPCIÓN

La temperatura de radiancia de una superficie isotérmica a temperatura T se obtiene con la ley de radiación de Planck a partir del valor de su radiancia

espectral $L_\lambda(T)$ a una longitud de onda λ , dada por la siguiente ecuación [1],

$$L_\lambda(T) = \frac{c_{1L}}{\lambda^5 \left[\exp\left(\frac{c_2}{\lambda T}\right) - 1 \right]} \quad (1)$$

En la ecuación (1), λ es la longitud de onda en el vacío, c_{1L} es la primera constante de radiancia, c_2 es la segunda constante de radiación, T es la temperatura de radiancia de la superficie isotérmica dada en kelvin.

Si la superficie es un cuerpo negro, su temperatura de radiancia es igual a su temperatura termodinámica.

La Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT-90) indica que las temperaturas mayores que el punto de solidificación de la plata se obtienen mediante el cociente de los valores de las radiancias espectrales de un cuerpo negro a dos temperaturas, de acuerdo a la ecuación siguiente [2]:

$$\frac{L_\lambda(T_{90})}{L_\lambda[T_{90}(X)]} = \frac{\exp\left(\frac{c_2}{\lambda T_{90}(X)}\right) - 1}{\exp\left(\frac{c_2}{\lambda T_{90}}\right) - 1} \quad (2)$$

en la cual, $L_\lambda(T_{90})$ es la radiancia espectral del cuerpo negro a la longitud de onda λ (en el vacío) y a la temperatura T_{90} (en kelvin) que se pretende realizar, $L_\lambda[T_{90}(X)]$ es la radiancia espectral del cuerpo negro a la misma longitud de onda λ , a una temperatura de

referencia $T_{90}(X)$ que puede ser la del punto de solidificación de la plata (1234.93 K), la del punto de solidificación del oro (1337.33 K) o la del punto de solidificación del cobre (1357.77 K) y c_2 es la segunda constante de radiación con valor asignado en la EIT-90 igual a 0.014 388 m·K.

Para la realización de la escala a temperaturas de radiancia mayores que 1234.93 K, el Centro Nacional de Metrología cuenta con un cuerpo negro que reproduce el punto de solidificación de la plata y un termómetro de radiación altamente lineal, con los cuales se determinan los valores de referencia en la salida del termómetro de radiación.

La figura 1 muestra un diagrama del arreglo experimental para obtener esos valores de referencia. En esa figura 1, se muestra al cuerpo negro que se coloca en el pozo de un horno de calentamiento eléctrico cuya temperatura se ajusta para fundir totalmente la plata contenida en el crisol de grafito que forma al cuerpo negro. Luego, se ajusta la temperatura del horno entre 0.2 K y 0.3 K por debajo de la del punto de la plata, para inducir la solidificación de este metal, iniciando la formación de un sólido a expensas del líquido presente.

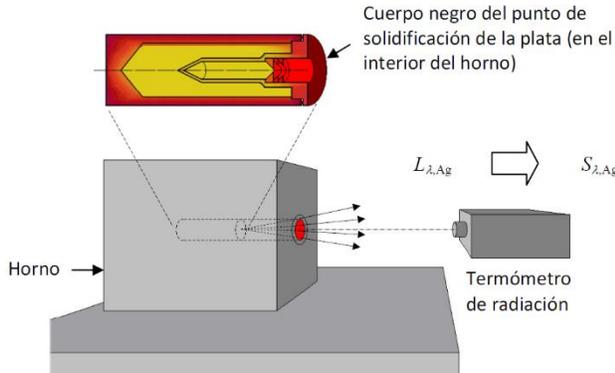


Fig. 1. Medición de la señal de referencia en el punto de solidificación de la plata

Durante el tiempo en que coexisten las fases líquida y sólida de la plata en el cuerpo negro la temperatura presenta una meseta como la que se muestra en la figura 2. Mientras se mantiene esa meseta se registran las señales de referencia con el termómetro de radiación, que es cuando el cuerpo negro produce una radiancia $L_{\lambda, Ag}$ de acuerdo con la ley de radiación de Planck, que corresponde a la temperatura del punto de solidificación de la plata.

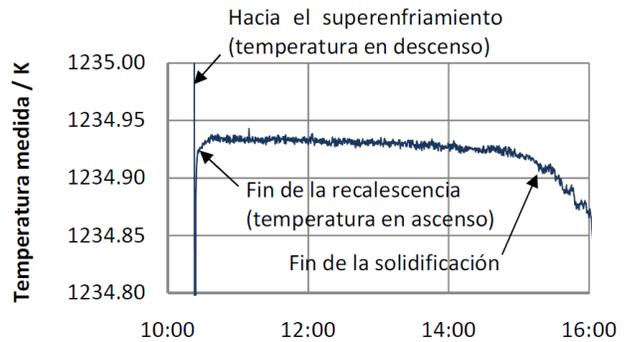


Fig. 2. Meseta de solidificación de la plata

Con las señales $S_{\lambda}(T_{90})$ que se producen en el termómetro de radiación al medir otro cuerpo negro a temperaturas mayores que la del punto de solidificación de la plata y con las señales de referencia $S_{\lambda}[T_{90}(X)]$, se determinan cocientes de valores de señal que, por la linealidad de la transducción del termómetro, corresponden al cociente de radiancias de la ecuación 1:

$$\frac{S_{\lambda}(T_{90})}{S_{\lambda}[T_{90}(Ag)]} = \frac{L_{\lambda}(T_{90})}{L_{\lambda}[T_{90}(Ag)]} \quad (3)$$

La ecuación 4 dada a continuación se obtiene al despejar T_{90} (temperatura de radiancia) en la ecuación 2, luego de sustituir el cociente de radiancias con el cociente de señales de la ecuación 3. Por tanto, el mensurando del patrón se puede escribir como:

$$T_{90} = \frac{c_2}{\lambda \ln \left\{ \frac{S_{\lambda}[T_{90}(Ag)]}{S_{\lambda}(T_{90})} \left[\exp \left(\frac{c_2}{\lambda T_{90}(Ag)} \right) - 1 \right] + 1 \right\}} \quad (4)$$

La ecuación 4 requiere de un valor de longitud de onda para la determinación de la temperatura que se mide. De manera práctica sabemos que no hay filtros monocromáticos, sólo se pueden obtener filtros de banda muy angosta (esto es, que cumplen $1\% < \Delta\lambda/\lambda < 5\%$, donde $\Delta\lambda$ es el ancho de banda del filtro y λ es la longitud de onda central del filtro). El termómetro de radiación del CENAM cuenta con tres filtros interferenciales, entre los que se encuentra el que se utiliza con mayor frecuencia, que es de 912 nm. Los filtros interferenciales son muy estables, sin embargo con el tiempo pueden variar sus características debido a los cambios de temperatura y a la humedad, por lo que debe medirse su transmitancia espectral periódicamente, y de ser necesario reemplazarse. La figura 3 muestra la

transmitancia espectral del filtro de 912 nm, medida por la Dirección de Óptica y Fotometría del CENAM.

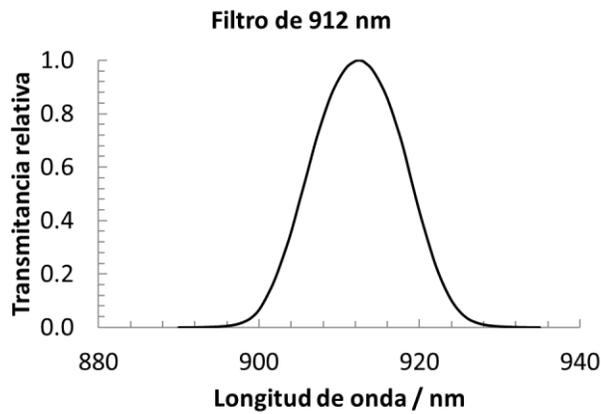


Fig. 3. Transmitancia espectral del filtro interferencial de 912 nm.

Como experimentalmente sólo se tienen aproximaciones a cuerpos negros y a termómetros de radiación monocromáticos, la ecuación (2) no se puede aplicar directamente. Se debe utilizar la ecuación (5) que proporciona el cociente de las radiancias espectrales integradas de manera ponderada con la responsividad espectral R_λ del termómetro de radiación y la emisividad espectral de la cavidad de cuerpo negro $\epsilon_\lambda(T)$, que es función de la temperatura T [3].

$$r = \frac{S(T_{90})}{S[T_{90}(X)]} = \frac{\int_0^\infty R_\lambda \epsilon_\lambda(T_{90}) L_\lambda(T_{90}) d\lambda}{\int_0^\infty R_\lambda \epsilon_\lambda[T_{90}(X)] L_\lambda[T_{90}(X)] d\lambda} \quad (5)$$

Donde r es el cociente de las señales del detector obtenidas experimentalmente, y la responsividad espectral del termómetro de radiación tiene las contribuciones de la respuesta espectral del detector, la transmitancia de las componentes ópticas que guían la radiación que proviene del objeto de medición hasta el detector, la transmitancia del filtro interferencial, la transmitancia del aire a lo largo del camino óptico desde la superficies del objeto de medición hasta el detector y un término de interacción entre las componentes que toma en cuenta reflexiones múltiples y otros fenómenos de interacción.

Para el cálculo de la incertidumbre del resultado de medición, en el Patrón Nacional se toman en cuenta las contribuciones de las siguientes fuentes de incertidumbre [3]:

- ❖ Calibración en el punto fijo
 - Impurezas
 - Emisividad del cuerpo negro
 - Caída de temperatura en el fondo de la cavidad
 - Identificación de la meseta
 - Repetibilidad
- ❖ Respuesta espectral del termómetro de radiación
 - Longitud de onda y ancho de banda
 - Detector de referencia
 - Dispersión y polarización
 - Repetibilidad
 - Deriva
 - Transmitancia fuera de banda
 - Interpolación e integración
- ❖ Señal de salida
 - Efecto de tamaño de fuente
 - No-linealidad
 - Deriva
 - Condiciones ambientales
 - Relación de ganancias
 - Relación señal/ruido
 - Repetibilidad

Experimentalmente se ha encontrado que al medir el valor de temperatura del punto fijo de la plata, las mayores contribuciones a la incertidumbre están relacionadas con el efecto de tamaño de fuente, la relación de ganancias y la repetibilidad de la señal de salida.

La figura 4 muestra la incertidumbre expandida de los valores de temperatura para el filtro interferencial de 912 nm del termómetro de radiación.

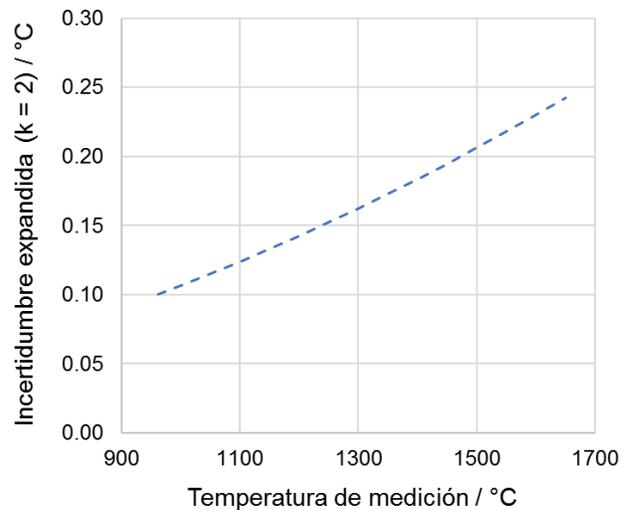


Fig. 4. Incertidumbres de las temperaturas medidas con el filtro interferencial de 912 nm.

3. MEDICIÓN DE TEMPERATURA DE RADIANCIA

La Tabla 1 muestra los valores de la señal $S[T_{90}(Ag)]$ obtenidos con el filtro interferencial de 912 nm y su incertidumbre para $k = 1$.

Tabla 1. Señal de salida al medir la radiancia del cuerpo negro del punto de solidificación de la plata.

Filtro	$S[T_{90}(Ag)] / A$	$u(S[T_{90}(Ag)]) / A$
912 nm	1.513×10^{-9}	0.014×10^{-9}

La Tabla 2 muestra los valores de temperatura correspondientes a algunos valores de r con el filtro interferencial de 912 nm.

Tabla 2. Valores de temperatura de radiancia calculadas con la ecuación 5 y con los valores de referencia de la Tabla 1.

r	T_{90} / K
1	1235
4	1385
16	1577
24.9	1650

4. CONSERVACIÓN METROLÓGICA DEL PATRÓN NACIONAL

El Patrón Nacional ha participado en comparación clave internacional [4], y cada año se asegura metrológicamente su desempeño.

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se presentaron las características metrológicas principales del Patrón Nacional de Temperatura arriba del punto de solidificación de la plata. Se presentó el modelo de medición de temperatura de radiancia, así como las magnitudes que contribuyen al cálculo de su incertidumbre.

REFERENCIAS

- [1] D.P. DeWitt and F.P. Incropera, "Physics of Thermal Radiation" in Theory and Practice of Radiation Thermometry, edited by D.P. DeWitt & Gene D. Nutter, John Wiley & Sons Inc., New York, 1988, pp 21-90.
- [2] Preston-Thomas, H.; The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90); Metrologia 27, 3- 10, 1990.
- [3] Fischer J, Battuello M, Sadli M, Ballico M, Park S N, Saunders P, Zundong Y, Johnson B C, van der Ham E, Li W, Sakuma F, Machin G, Fox N, Ugur S, Matveyev M (CCT-WG5 on radiation thermometry) (2003b) "Uncertainty budgets for realization of scales by radiation thermometry" Working Document of BIPM Consultative Committee for Thermometry, 22nd Meeting, Document CCT/03-03
- [4] https://www.bipm.org/kcdb/comparison/download/published-section-block-file/104/377/measurement/377/cct-k5_final_report.pdf

PATRÓN NACIONAL DE CONDUCTIVIDAD TÉRMICA DE SÓLIDOS NO CONDUCTORES CNM-PNE-16

O. González-Rodríguez, García Duarte S., Lira-Cortés L.
Laboratorio de Propiedades Termofísicas, Dirección de Termometría, Centro Nacional de Metrología
km. 4.5 Carretera a Los Cués, El Marqués, Querétaro
ogonzale@cenam.mx, lira@cenam.mx

Resumen: En enero del 2007, la Secretaría de Economía, por conducto de la Dirección General de Normas, publicó en el Diario Oficial de la Federación (DOF), el Patrón Nacional de Conductividad Térmica de Materiales Sólidos Aislantes, considerando solo materiales aislantes con conductividad térmica entre los valores de (0.03 a 0.17) $W m^{-1} K^{-1}$. Posteriormente se realizó una mejora del Patrón Nacional extendiendo el intervalo de conductividad térmica de (0.03 a 1.5) $W m^{-1} K^{-1}$ que incluye materiales de construcción. El presente documento describe a este patrón, el cual fue declarado en el Diario Oficial de la Nación el 3 de septiembre del 2018.

1. INTRODUCCIÓN

Debido a la aplicación de diversas normas de eficiencia energética, por ejemplo, la **NOM-008-ENER-2001**, Eficiencia energética en edificaciones, envolvente de edificios no residenciales, **NOM-018-ENER-2011**, Aislantes térmicos para edificaciones. Características, límites y métodos de prueba, **NOM-020-ENER-2011**, Eficiencia energética en edificaciones, Envolvente de edificios para uso habitacional, **NOM-024-ENER-2012**, Características térmicas y ópticas del vidrio y sistemas vidriados para edificaciones. Etiquetado y métodos de prueba, **NOM-009-ENER-2014**, Eficiencia energética en sistemas de aislamientos térmicos industriales, así como programas de apoyo al diseño bioclimático que se refiere al **diseño** de edificios basado en el clima local, con la idea de proporcionar confort térmico aprovechando fuentes ambientales, así como una integración estética con el entorno, el uso de materiales de la región, dimensionamiento de espacios, materiales aislantes y de construcción que demandan conocer la conductividad térmica de dichos materiales que se emplearan en la construcción, así como la evaluación de muros, techos, ventanas, entre otros componentes en la edificación de viviendas. Dichos materiales en general tienen valores de conductividad térmicas mayores $0.17 W m^{-1} K^{-1}$, y espesores mucho mayores a los 5 cm que se miden con el patrón de conductividad térmica para materiales aislantes.

El CENAM mantuvo el Patrón Nacional de Conductividad Térmica para materiales aislantes [1] descrito en trabajos anteriores [2,3], con este patrón se pueden medir materiales aislantes con incertidumbres menores al 1 %, siempre y cuando no excedan el espesor de 47 mm, sin embargo, para materiales de construcción aun con espesores de 50

mm la incertidumbre que se alcanza con dicho patrón es aproximadamente del 10 %. Para extender los alcances del patrón, se diseñó y construyó el sistema de medición de conductividad térmica para materiales de construcción (APCG-610) [4], el cual permite medir materiales con valor de conductividad térmica entre (0.17 y 1.5) $W K^{-1} m^{-1}$, con espesores de hasta 20 cm y diámetro de hasta 60 cm, con una incertidumbre aproximadamente del 5%, en un intervalo de temperatura de (-5 a 60) °C. Este patrón da trazabilidad a las mediciones de conductividad térmica de materiales de construcción, fachadas, muros, ventanas, vidrios y pequeños sistemas constructivos. En este documento la información del patrón se presenta de la siguiente forma: el instrumento que se conoce con el nombre de aparato de placa caliente con guarda, su principio de operación, el instrumento, un resumen del procedimiento para realizar una medición, los resultados al realizar la medición, la estimación de incertidumbre, una discusión sobre la conformación del patrón y sus alcances, finalmente las conclusiones y bibliografía.

2. APARATO DE PLACA CALIENTE CON GUARDA

2.1. Principio de operación

El Patrón emplea un Aparato de Placa Caliente con Guarda (APCG), el principio de operación del instrumento consiste en generar un flujo de energía térmica axial a través de las muestras que se encuentran alojadas entre las placas frías superior e inferior y la placa caliente central. La conductividad térmica (λ) del material se determina a partir de los valores de la diferencia de temperatura entre las placas, el espesor, el área del material y la potencia eléctrica suministrada. Una vez que se establece el

estado permanente, el valor de la conductividad térmica se calcula vía la ecuación de la ley de Fourier:

$$\lambda = \frac{qL}{2A\Delta T} \tag{1}$$

donde q , es el flujo de calor a través de la muestra, λ es la conductividad térmica de la muestra, ΔT es la diferencia de temperatura entre las caras de la muestra, L es el espesor de la muestra y A es el área de la sección transversal de la muestra. El método de APCG es un método primario ya que es de la más alta calidad metroológica, cuya operación se puede describir completamente, para el cual existe una completa estimación de incertidumbre en términos del SI y cuyos resultados son aceptados sin referencia a un estándar de la cantidad bajo medida de acuerdo a [5].

2.2. Instrumento

El APCG-610 consta de dos placas frías y una placa caliente, esta última formada por secciones concéntricas, una conocida como área de medición y la otra conocida como guarda.



Fig. 1. Aparato de Placa Caliente con Guarda para materiales de construcción.

Las placas frías se construyen con serpentines para que fluya el líquido refrigerante, que proviene de un baño termostático que permite mantener a una temperatura controlada dichas placas, el diámetro de todas las placas es de 610 mm.

El APCG-610, tiene dos fuentes de alimentación independientes una para el área de medición y otra para la guarda, la temperatura de los termopares colocados en la placa caliente 3 en la placa caliente y 4 en la guarda como en las placas frías un termopar en cada placa; se miden con un multímetro de 8 ½ dígitos, la temperatura de las placas frías se controla mediante un baño termostático refrigerante, para

medir cada una de las señales de los termopares y de las fuentes, se cuenta con un scanner de 24 canales, así como micrómetros y vernier, todos los instrumentos están calibrados.

2.3. Procedimiento para realizar las mediciones

Los servicios se realizan de acuerdo con el siguiente diagrama del proceso:

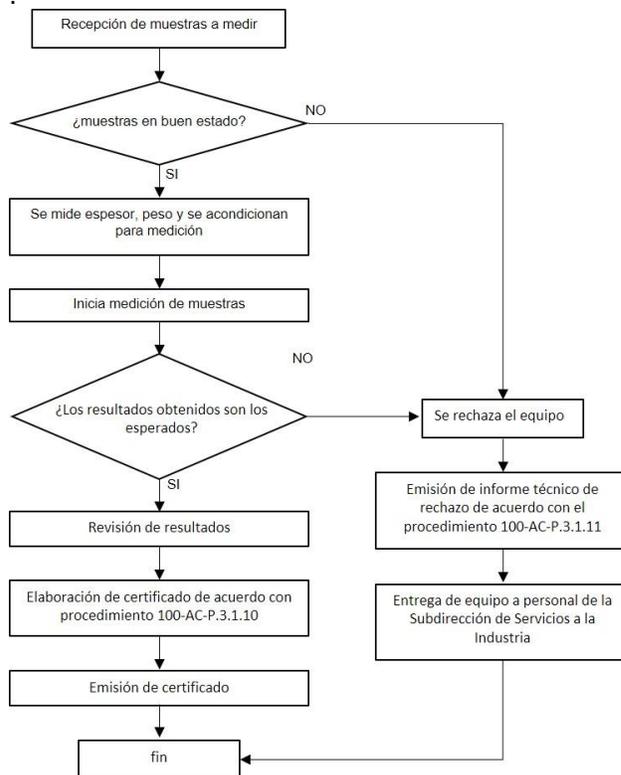


Figura 2. Diagrama del proceso de medición.

2.3.1 Recepción, inspección y acondicionamiento de la muestra.

Al recibir las muestras, se verifican físicamente, en caso de existir algún defecto que impidan la realización del servicio, muestras fracturadas, muestras rotas o que no cumplan con las dimensiones solicitadas, estas se rechazan.

2.3.2. Acondicionamiento de muestras

Se mide el espesor de las muestras y se verifica la planicidad de las superficies. En caso de requerirse, se remueven protuberancias, de tal forma que la muestra quede plana, posteriormente se colocan en un horno de convección a 90 °C para remover los restos de humedad que pudiera tener la muestra,

enseguida se coloca una película delgada de plástico para evitar la absorción de humedad, se pesan y se colocan en el APCG. Se pone en operación el sistema.

2.3.3 Selección de la temperatura de prueba

Se selecciona las temperaturas de la placa caliente y las placas frías tomando como base la temperatura de prueba que solicita el cliente:

$$T_{prueba} = (T_{caliente} + T_{fría}) / 2,$$

se considera que la diferencia de temperatura entre las placas es de 20 °C.

2.3.4 Registro de lecturas

Se inicia la prueba y la adquisición de datos. Al alcanzar el estado estacionario, se verifica si los valores de conductividad térmica aparente no difieren en más del 5 %, se considera que la evaluación es correcta. Si los valores son diferentes, se inspecciona que el contacto entre las superficies de las muestras y las placas frías y caliente sea el adecuado, además se verifica que no existan fugas de energía térmica en las muestras.

Se inicia nuevamente la adquisición de datos. Si los valores en esta etapa difieren en más del 5 % en el APCG-610 el flujo aparente de las muestras no se puede determinar.

2.3.5 Cálculo de la conductividad térmica aparente de la muestra

Cuando el estado permanente se alcanza, se inicia la adquisición de datos de medición, figura 3; este código se desarrolló en la plataforma Lab View.

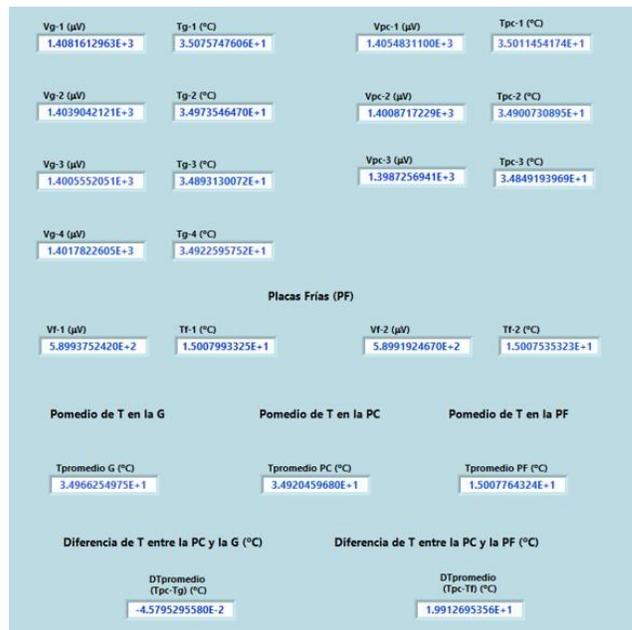


Figura 3. Datos adquiridos mediante interfaz gráfica.

y permite registrar las distintas temperaturas de la placa caliente, las placas frías, la guarda; posteriormente calcula el promedio de la temperatura caliente, el promedio de la temperatura fría, la diferencia de temperatura, así como la temperatura de prueba. Para determinar el flujo de energía que está atravesando a la muestra, el programa registra la intensidad de corriente que circula por la resistencia colocada en el área de medición, así como la tensión eléctrica en dicha resistencia. El flujo de energía térmica q se calcula por medio de la relación:

$$q = VI$$

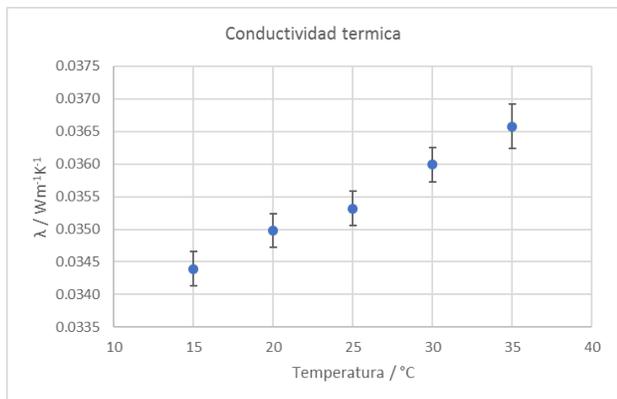
donde V es la tensión eléctrica, I es la intensidad de corriente que se determina midiendo la tensión y la resistencia eléctricas.

Para determinar la conductividad térmica aparente se toma el promedio de la temperatura caliente, el promedio de la temperatura fría, se calcula la diferencia de temperaturas entre estas, toma el valor del espesor del material. Así, con el área de medición conocida y el flujo de energía térmica, se calcula finalmente la conductividad térmica aparente de la muestra.

3. RESULTADOS

3.1. Medición de materiales.

Se evaluó una muestra de material aislante de control en el intervalo e 15 °C a 35 °C, los resultados se muestran en la gráfica 1.

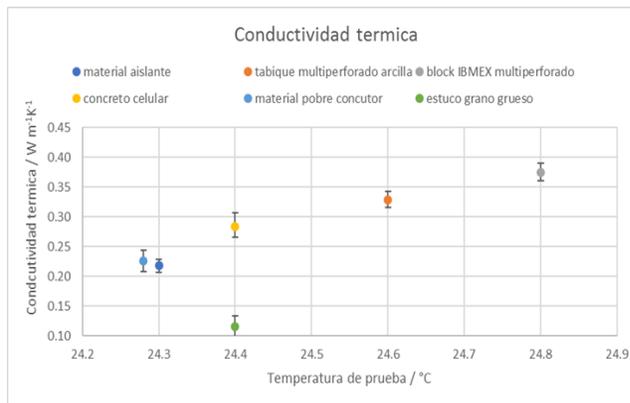


Gráfica 1. Valor medido de conductividad térmica aparente de un material aislante.

La medición se realiza con un material de control de Poliéstireno extruido con dimensiones de (50 x 50 x 5) cm, con una conductividad térmica conocida y que nos sirve para comparar los valores obtenidos con los dos aparatos que forman el patrón nacional de conductividad térmica de sólidos no conductores. Los valores de conductividad son equivalentes dentro de las incertidumbres de los dos aparatos.

El Patrón Nacional de Conductividad Térmica de materiales aislantes, que es el origen de la trazabilidad para las mediciones de conductividad térmica de materiales aislantes y utiliza un método primario para la determinación de la conductividad térmica. La trazabilidad de cada medición esta descrita en la referencia [1].

Además, con la extensión del patrón nacional se ha realizado la evaluación de diferentes materiales a una temperatura de prueba promedio de 24 °C. en la gráfica 2 se muestran los resultados para distintos materiales



Gráfica 2. Resultados de la conductividad térmica aparente de muestras de diferentes materiales.

En esta grafica se observa que los valores de conductividad térmica aparente de dichos materiales son superiores al valor máximo de conductividad térmica de 0.17 W K⁻¹ m⁻¹ que se podía medir antes de desarrollar la extensión del patrón

3.2. Análisis de incertidumbre

La estimación de incertidumbre de la medición se hace de acuerdo con la Guía para la expresión de la incertidumbre [7].

El modelo para medir la conductividad térmica [1] se deriva de la ecuación 1.

$$\frac{u}{\lambda} = \sqrt{\left(\frac{u}{q}\right)^2 + \left(\frac{u}{\Delta T}\right)^2 + \left(\frac{u_A}{A}\right)^2 + \left(\frac{u_L}{L}\right)^2} \quad (2)$$

La incertidumbre u_q depende de la incertidumbre con la que se miden las variables de intensidad de corriente (I) y de la tensión eléctrica (V), ya que se encuentran relacionadas por el modelo:

$$q = V \cdot I \quad (3)$$

donde q es el flujo de calor, V es la tensión eléctrica, I es la intensidad de corriente que se determina midiendo la tensión y la resistencia eléctricas. La incertidumbre $u_{\Delta T}$ depende de la incertidumbre con que se miden las temperaturas de la placa caliente y las placas frías. La incertidumbre u_A depende de la incertidumbre en la medición del diámetro externo del área de medición y el diámetro interno de la guarda. La incertidumbre u_L depende de la incertidumbre resultante de la medición del espesor de las muestras. Se estima que la máxima incertidumbre relativa que se obtiene con el APCG-610 en sus límites de operación que son 1.5 W K⁻¹ m⁻¹ de

conductividad térmica, 0 a 65 °C de temperatura, diámetro mayor de 50 cm y espesor menor o igual a 20 cm, es del 5 % del valor medido

4. DISCUSIÓN

El Patrón Nacional [8] está constituido por dos aparatos de placa caliente con guarda; uno para solidos con conductividades de 0.03 W K⁻¹ m⁻¹ a 0.17 W K⁻¹ m⁻¹ y otro para materiales de construcción y elementos constructivos con conductividades de 0.17 W K⁻¹ m⁻¹ a 1.5 W K⁻¹ m⁻¹ , con el segundo aparato se extiende el alcance de medición del patrón nacional y se reduce la incertidumbre.

En el APCG-305 es del 10% para materiales solidos no conductores, mientras que en APCG-610 se reduce la incertidumbre al 5 % para el mismo material.

Las características del patrón nacional se muestran en la siguiente tabla:

Características de los aparatos que conforman en Patrón CNM-PNE-16, 2018.

APCG	Diámetro Exterior/mm	Máximo espesor/mm	Diámetro medición /mm	U _λ máxima /%
305	305	47	150	0.6-2.0
610	610	200	300	5.0

Tabla 1. Resumen de las principales características de los aparatos que forman el actual Patrón Nacional de Conductividad Térmica de materiales solidos-no conductores.

Con los desarrollos presentados, el CENAM ayuda a diversos sectores de la sociedad a cubrir una parte de las mediciones que son necesarias para esos sectores.

5. CONCLUSIONES

El aparato se diseñó sobre la base de los estudios previos realizados al patrón nacional CNM-PNE-16 de materiales aislantes.

Con la incorporación del APCG-610 al patrón nacional se pueden medir materiales de construcción, muros, techos, vidrios, ventanas y en general elementos constructivos que se fabriquen en dimensiones de aproximadamente (50 x 50) cm, y espesores de hasta 20 cm, el cual permite evaluar con menor incertidumbre dichos materiales.

Con dicho aparato se pueden medir conductividades térmicas desde 0.17 W/m K hasta 1.5 W/m K, con incertidumbres estimadas del 5 %.

REFERENCIAS

- [1] CNM-PNE-16. Patrón Nacional de Conductividad Térmica de Materiales Sólidos Aislantes, DOF febrero 2, 2007.
- [2] Leonel Lira Cortés, S. García Duarte, E. Méndez Lángo, E. González Durán “Diseño del Sistema de Medición de Conductividad Térmica de Materiales para Construcción”. Simposio de Metrología 2010
- [3] Lira L., “Diseño y construcción de un instrumento para medir la conductividad térmica de materiales sólidos aislantes”, ANIIM-97, Chihuahua, Chih. , pp 101-105 (1997).
- [4] Salazar R., “Diseño, construcción y caracterización de un equipo para medir conductividad térmica de materiales aislantes en el intervalo de temperatura de -75 a 250 °C”, Tesis de Maestría, Cenidet, Cuernavaca, Mor., (1995).
- [5] Quinn T.J, “Primary methods of measurement and primary standards”, Metrologia, Vol34, pp61, (1997)
- [6] ASTM, “ASTM-C-177-97 Standard Test Method for Steady-State Thermal Properties by means of the Guarded-Hot-Plate apparatus”, American Society for Testing and Materials, 1993 Annual Book of ASTM Standard, Vol. 04.06, Standard ANSI/ASTM C-177-93, Philadelphia (1993).
- [7] Guía para la expresión de la incertidumbre en las mediciones “JCGM 100:2008, GUM 1995 with minor corrections, Evaluation of measurement data – Guide to the expression of the uncertainty in measurement, First edition September 2008; ©JCGM 2008”
- [8] CNM-PNE-16. Patrón Nacional de Conductividad Térmica de Materiales Sólidos no Conductores, DOF Julio 5, 2018.

MODELO DE MEDICIÓN PARA MATERIALES SÓLIDOS CON ALTO CONTENIDO DE HUMEDAD

Enrique Martines López, Daniel Cárdenas García
Centro Nacional de Metrología
Carretera a Los Cues km 4.5, El Marqués, Qro., C. P. 76246.
(442) 2110500, ext. 3420; emartine@cenam.mx

Resumen: En CENAM, el patrón que se utiliza para la calibración de medidores de contenido de humedad en sólidos tiene como base el método gravimétrico por secado en horno de convección, y se cuenta con protocolos de secado que permiten determinar el contenido de humedad de distintos materiales sólidos, entre los que se encuentran los granos y cereales.

Los protocolos desarrollados para el secado en granos y cereales requieren que las muestras sean molidas previamente al secado. Esto resulta muy complicado para muestras con alto contenido de humedad ($>15\% H_{bh}$ para algunos granos). Por lo tanto, el proceso de secado requiere aplicarse en dos etapas, lo que ocasiona que se modifique el modelo conocido para determinar el contenido de humedad que se basa en el secado en una sola etapa.

En este trabajo se presenta el desarrollo del modelo de medición por secado de dos etapas que aplica para muestras con alto contenido de humedad. Adicionalmente, se presentan la realización de la estimación de la incertidumbre del modelo y ejemplos de su aplicación para muestras de maíz blanco y trigo.

1. INTRODUCCIÓN

En CENAM se desarrolló un patrón que se utiliza para medir el contenido de humedad de materiales sólidos. El patrón se basa en el método gravimétrico (por secado en horno por convección y vacío). Con este patrón se realizan mediciones de contenido de humedad de diversos materiales sólidos, entre los que se encuentran: granos y cereales, alimentos, productos químicos, productos farmacéuticos, madera, papel, materiales de construcción, entre otros [1].

El proceso de medición mediante el método gravimétrico consiste en pesar la muestra antes y después de secarla.

Tomando en cuenta que el proceso de secado es una de las etapas más importantes en la medición de contenido de humedad, las condiciones de secado (temperatura y tiempo) se deben establecer para cada material, y se pueden determinar de manera empírica o mediante el uso de modelos matemáticos en los que se incluyen las propiedades relevantes del material de interés [2].

Cuando los materiales a medir tienen un alto contenido de humedad y no pueden secarse en una sola etapa, como es el caso de aquellos que requieren molienda previa, entonces es necesario realizar el secado en dos o más etapas.

Un ejemplo de estos materiales son los granos o cereales con alto contenido de humedad, los cuales presentan dificultades para molerlos ya que el material molido se atora en el interior del molino, además de que pueden presentarse pérdidas de agua que alteran el contenido de humedad que se desea medir. En estos casos es más conveniente aplicar el secado en dos o más etapas controladas hasta alcanzar un contenido de humedad que permita molerlos.

En este trabajo se presenta el modelo de medición de contenido de humedad basado en el secado de dos etapas que aplica a materiales con alto contenido de humedad, y se realiza la estimación de incertidumbre correspondiente. El modelo se aplica para determinar el contenido de humedad de granos de maíz blanco y trigo.

2. EL MODELO DE MEDICIÓN

2.1 Modelo general

Por definición el contenido de humedad en base húmeda se puede determinar mediante la ecuación (1):

$$H_{bh} = \frac{m_h - m_s}{m_h} \cdot 100 \tag{1}$$

Donde, m_h es la masa del material sin secar y m_s es la masa del material seco.

Cuando en el proceso de medición se utiliza un recipiente (de masa m_R) para contener la muestra, la ecuación (1) se modifica de acuerdo con la ecuación (2).

$$H_{bh} = \frac{m_h - (m_s - m_R)}{m_h} \cdot 100 \tag{2}$$

En la ecuación (2) se supone que es posible aplicar la tara de la balanza antes de medir la masa húmeda.

2.2 Modelo de secado en dos etapas

Si se considera una muestra de m_0 a la que se desea conocer su contenido de humedad (H_0) por el método de secado y si la masa seca de la muestra es m_s , entonces el contenido de humedad (base húmeda) se calcula mediante la ecuación (3),

$$H_0 = \frac{m_0 - m_s}{m_0} \cdot 100 \tag{3}$$

Si a la muestra de masa m_0 se le somete a una primera etapa de secado y su masa m_0 se reduce a m_1 , entonces su contenido de humedad se calcula mediante la ecuación (4),

$$H_1 = \frac{m_1 - m_s}{m_1} \cdot 100 \tag{4}$$

Tomando en cuenta que se trata de la misma muestra, entonces se cumple que la masa seca es la misma para ambas ecuaciones (3) y (4). Luego, si se despeja m_s y se iguala en ambas ecuaciones, se encuentra que,

$$H_0 = \frac{100 \cdot (m_0 - m_1) + m_1 \cdot H_1}{m_0} \tag{5}$$

Si para determinar H_1 por el método de secado se utiliza una porción de masa m_2 (porción tomada de m_1), entonces H_1 se puede determinar de acuerdo a la ecuación (6). Para una mejor comprensión se puede referir a la Figura 1.

$$H_1 = \frac{m_2 - m_3}{m_2} \cdot 100 \tag{6}$$

Donde m_3 es la masa seca de la porción m_2 .

Si se sustituye la ecuación (6) en (5) se obtiene,

$$H_0 = \left[\frac{m_1(m_2 - m_3)}{m_2} + (m_0 - m_1) \right] \cdot \frac{100}{m_0} \tag{8}$$

Mediante algunas operaciones algebraicas la ecuación (8) se puede simplificar para obtener la ecuación (9),

$$H_0 = \left[1 - \frac{m_1 \cdot m_3}{m_0 \cdot m_2} \right] \cdot 100 \tag{9}$$

Las ecuaciones (8) y (9) son equivalentes por lo que en algunas referencias se presentan ambas ecuaciones [3].

Cuando en la segunda etapa del secado se usa un recipiente de masa m_R para contener la muestra, la ecuación (9) se puede escribir como:

$$H_0 = \left[1 - \frac{m_1 \cdot (m_3 - m_R)}{m_0 \cdot m_2} \right] \cdot 100 \tag{10}$$

En la Figura 1 se muestra el esquema para determinar el contenido de humedad mediante el secado en dos etapas.

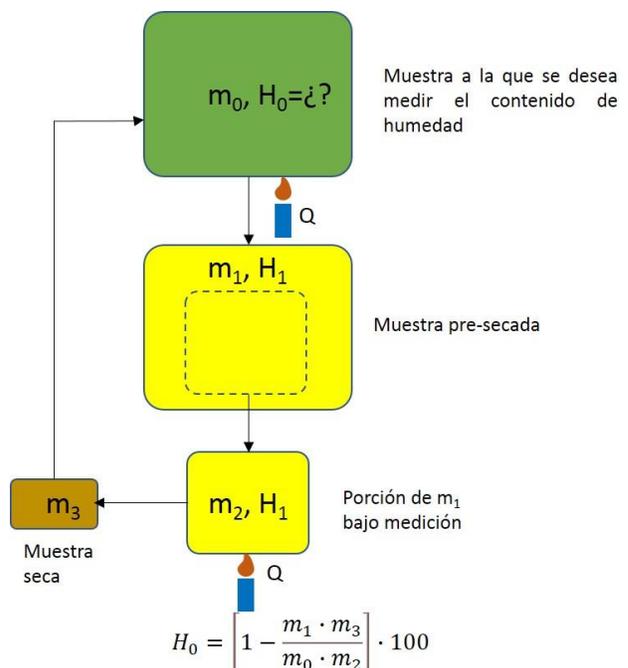


Fig. 1. Esquema para determinar el contenido de humedad mediante el secado de dos etapas.

3. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL MODELO DE MEDICIÓN

La estimación de la incertidumbre del modelo obtenido en la ecuación (10) se puede realizar de acuerdo al método descrito en la Guía para la expresión de la Incertidumbre de medida [4].

Al aplicar el método de la GUM en la ecuación (10), considerando que no hay correlación entre las magnitudes de entrada, se obtiene lo siguiente:

$$u_{H_0} = \sqrt{\left(\frac{\partial H_0}{\partial m_0} um_0\right)^2 + \left(\frac{\partial H_0}{\partial m_1} um_1\right)^2 + \left(\frac{\partial H_0}{\partial m_2} um_2\right)^2 + \left(\frac{\partial H_0}{\partial m_3} um_3\right)^2 + \left(\frac{\partial H_0}{\partial m_R} um_R\right)^2} \tag{11}$$

Con

$$\frac{\partial H_0}{\partial m_0} = \frac{m_1 \cdot (m_3 - m_R)}{m_0^2 m_2} \cdot 100 \tag{12}$$

$$\frac{\partial H_0}{\partial m_1} = -\frac{(m_3 - m_R)}{m_0 m_2} \cdot 100 \tag{13}$$

$$\frac{\partial H_0}{\partial m_2} = \frac{m_1 \cdot (m_3 - m_R)}{m_0 m_2^2} \cdot 100 \tag{14}$$

$$\frac{\partial H_0}{\partial m_3} = -\frac{m_1}{m_0 m_2} \cdot 100 \tag{15}$$

$$\frac{\partial H_0}{\partial m_R} = \frac{m_1}{m_0 m_2} \cdot 100 \tag{16}$$

um_0 es la incertidumbre combinada de la masa de la muestra inicial de la que se desea conocer el contenido de humedad,

um_1 es la incertidumbre combinada de la masa obtenida en el pre-secado,

um_2 es la incertidumbre combinada de la porción de muestra que se utiliza para obtener la masa seca,

um_3 es la incertidumbre combinada de la masa seca en la segunda etapa de secado,

um_R es la incertidumbre combinada de la masa del recipiente.

4. APLICACIÓN DEL MODELO DE MEDICIÓN A LA MEDICIÓN DE CONTENIDO DE HUMEDAD EN GRANOS

Para evaluar el modelo desarrollado se utilizaron dos muestras de granos: una de trigo y una de maíz blanco, cuyos contenidos de humedad son mayores que 15 % (base húmeda). Para medir el contenido de humedad de estas muestras con el método desarrollado en CENAM, se requiere que las muestras se muelan previamente, sin embargo, en esa condición de humedad no es posible la molienda ya que las muestras se pegan al interior del molino y dificultan la molienda, además de que se evapora una cantidad de agua, lo que altera el valor final de contenido de humedad.

En estos casos se aplica el secado en dos etapas. En la primera se hace un pre-secado, el cual no requiere de la molienda y sirve para reducir el contenido de humedad, en la segunda etapa se toma una porción de la muestra pre-secada a partir de la cual se obtiene la masa seca, cuyo valor sirve para determinar el contenido de humedad de la muestra inicial, tal como se mostró en la sección 2.2. En las Tabla 1 y 2 se muestran los resultados de aplicar el secado en dos etapas para determinar el contenido de humedad de una muestra de maíz blanco y una muestra de trigo.

Tabla 1. Resultados de Maíz blanco.

	Valor	u (k=1)
m_0/g	101.40	0.1
m_1/g	95.00	0.11
m_2/g	8.0580	0.0007
m_3/g	39.7255	0.0069
m_R/g	32.6142	0.0005
$\partial H_0/\partial m_0$	0.8154	
$\partial H_0/\partial m_1$	-0.8703	
$\partial H_0/\partial m_2$	10.2608	
$\partial H_0/\partial m_3$	-11.6268	
$\partial H_0/\partial m_R$	11.6268	
$H_0/\%$	17.32	
$u_{H_0}/\%$	0.15	

Tabla 2. Resultados de Trigo.

	valor	<i>u</i> (k=1)
<i>m</i> ₀ /g	100.90	0.10
<i>m</i> ₁ /g	94.50	0.12
<i>m</i> ₂ /g	5.0267	0.0006
<i>m</i> ₃ /g	37.0670	0.0047
<i>m</i> _R /g	32.6150	0.0005
∂ <i>H</i> ₀ /∂ <i>m</i> ₀	0.8221	
∂ <i>H</i> ₀ /∂ <i>m</i> ₁	-0.8778	
∂ <i>H</i> ₀ /∂ <i>m</i> ₂	16.5017	
∂ <i>H</i> ₀ /∂ <i>m</i> ₃	-18.6319	
∂ <i>H</i> ₀ /∂ <i>m</i> _R	18.6319	
<i>H</i> ₀ /%	17.05	
<i>u</i> <i>H</i> ₀ /%	0.16	

En los resultados mostrados en las Tablas 1 y 2, las mediciones de *m*₀ y *m*₁ se realizaron con una balanza analítica con una resolución de 0.1 g y una incertidumbre de *U*=±0.12 g(*k*=2), mientras que las mediciones de las masas *m*₂, *m*₃ y *m*_R se realizaron con una balanza cuya resolución es de 0.1 mg y una incertidumbre de *U*=±0.94 mg(*k*=2).

5. CONDICIONES DE SECADO EN GRANOS Y CEREALES CON ALTO CONTENIDO DE HUMEDAD

El protocolo de secado para determinar el contenido en granos en CENAM incluye la molienda como preparación previa al secado. Por tanto, para realizar la medición en granos de alto contenido de humedad se aplica el secado en dos etapas.

En la primera etapa (pre-secado) se toma una muestra del material a medir y se somete al pre-secado en un horno de convección forzada. Las condiciones temperatura y tiempo en que se realiza esta primera etapa dependen de la masa del material y del contenido de humedad que puede tener el material.

En el protocolo de pre-secado se utilizan muestras de aproximadamente 100 g y se secan a temperaturas entre 60 °C y 80 °C en periodos de tiempo que pueden durar desde minutos hasta horas. La temperatura de pre-secado debe ser tal que no se

destruya la matriz sólida y que no se evapore materia volátil.

Una manera de controlar el contenido de humedad en el proceso de pre-secado es hacer aproximaciones mediante la ecuación (17) [5],

$$H_f = \frac{H_i \cdot m_h - 100 \cdot m_{H_2O}}{m_h - m_{H_2O}} \tag{17}$$

Donde *H_f* es el valor de contenido de humedad que se desea alcanzar, *H_i* es el valor de contenido de humedad inicial de la muestra, *m_h* es la masa de la muestra que se desea pre-secar, *m_{H2O}* es la masa de agua que se evapora en el pre-secado.

La aplicación de la ecuación (17) parte de conocer el contenido inicial de humedad (*H_i*) y de la masa (*m_h*) de la muestra, y por medio del secado, y mediante pesadas consecutivas de la muestra, se obtiene la masa de agua evaporada (*m_{H2O}*). La masa de agua evaporada se obtiene de la diferencia de la masa inicial y de la masa después del presecado.

Con esta información se calcula el contenido final de la muestra (*H_f*). Este procedimiento fue el utilizado para derivar la ecuación (17) en [5], a partir de la definición de contenido de humedad.

La etapa final de secado se realiza a temperaturas entre 100 °C y 130 °C en muestras de grano entero o molido. Los granos molidos se secan a 130 °C según lo establece la ISO 712 [6].

El proceso descrito anteriormente se aplicó a las mediciones de contenido de humedad de maíz blanco y trigo, cuyos resultados se presentaron en las Tablas 1 y 2.

6. CONCLUSIONES

En este trabajo se derivó un modelo para determinar el contenido de humedad mediante el secado de muestras en dos etapas, el cual se utiliza esencialmente en muestras de alto contenido de humedad. También se realizó la estimación de la incertidumbre correspondiente en base al método de la GUM.

El modelo se aplicó para determinar el contenido de humedad de una muestra de maíz blanco y una

muestra de trigo, cuyo contenido de humedad no permitió aplicar el secado de una etapa.

Los resultados obtenidos para maíz blanco fueron $H_0=17.32\% \pm 0.15\% (k=2)$, mientras que para trigo $H_0=17.05\% \pm 0.16\% (k=2)$. Estos resultados son satisfactorios, lo que indica que el modelo de secado en dos etapas puede usarse para la calibración de medidores de contenido de humedad en granos, además de otros materiales sólidos.

REFERENCIAS

- [1] Martines López, E., Lira Cortés L., Establecimiento del patrón de medición para contenido de humedad en sólidos, Simposio de Metrología 2014.
- [2] Martines López, E., Solución y Aplicación del modelo Luikov para la predicción de las condiciones de secado en la medición de contenido de humedad en sólidos, tesis Doctoral. PICYT-CIDESI, 2013.
- [3] ISO 1446- Green coffee- Determination of water content- Basic reference method, 2001.
- [4] JCGM 100:2008 GUM 1995 with minor corrections. Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement.
- [5] Martines López, E., Lira Cortés L., Análisis y aplicación de las expresiones de contenido de humedad en sólidos, Simposio de Metrología 2010.
- [6] ISO 712- Cereals and cereal products- Determination of moisture content-Reference method, 2009.

REVIEW OF DIGITAL TECHNIQUES APPLIED TO HIGH-VOLTAGE TRANSFORMER IMPULSE-TEST

Daniel Slomovitz, Jose Joskowicz, Gabriel Slomovitz
 Universidad de la República, Facultad de Ingeniería
 Julio Herrera y Reissig 565 - Montevideo – Uruguay
 dslomo@gmail.com

Abstract: Impulse test is a usual high-voltage test on equipment of power networks. This test emulates the overvoltage that exist in lightning storms. Particularly, it applies to transformers. There are standards for performing and evaluating the result of this test, but in some cases the decision of pass/fail is not easy to do. This paper presents a review of digital techniques to help the operator decide on the setting of the generator according to the standards and whether or not the transformer passes the test.

1. INTRODUCTION

Materials and components of high-voltage power networks must withstand overvoltages caused by lightning storms. To test that, a usual laboratory technique is the impulse test. It uses a high-voltage pulse generator and a measuring system to record the response of the object under test. Figure 1 shows the waveform of the pulse defined by IEC Standard [1]. It reaches the peak in $T_1=1.2 \mu s$ and decreases to half the peak value in $T_2=50 \mu s$.

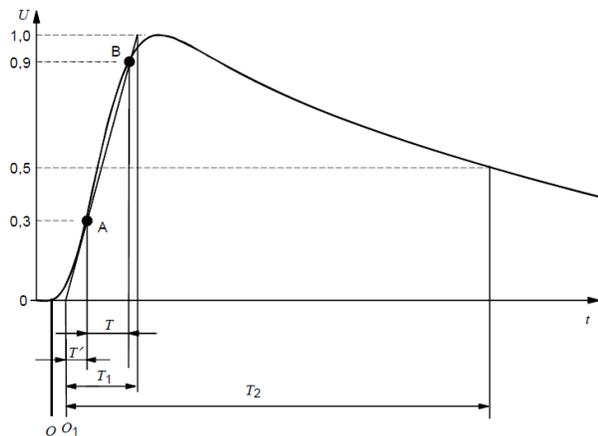


Fig. 1. Full lightning impulse (from [1]).

The Standard defines the front time T_1 as 1.67 times the interval between points A and B (30 % and 90 % of the peak value), and T_2 as the time between the virtual origin O_1 and the point when the waveform decreases to 50 % of its peak value. Another waveform used in these tests is the chopped waveform. It emulates an impulse overvoltage that suddenly turns to zero because of a failure in the insulation of the power system. Figure 2 shows a typical waveform (negative polarity).

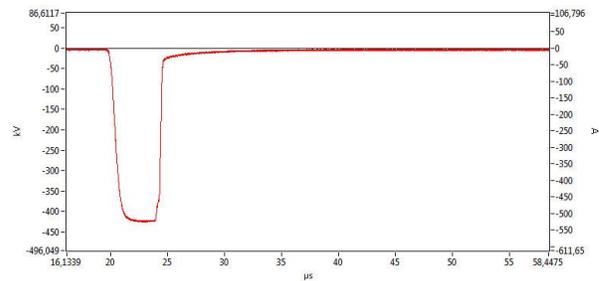


Fig. 2. Chopped impulse voltage waveform.

The chopping time must be between $2 \mu s$ and $6 \mu s$. Most impulse generators are according to Marx type that is summing several stages in a series-parallel configuration. Figure 3 shows an example for five stages. Each stage is charged in parallel and discharged in series when the sphere gaps are discharged.

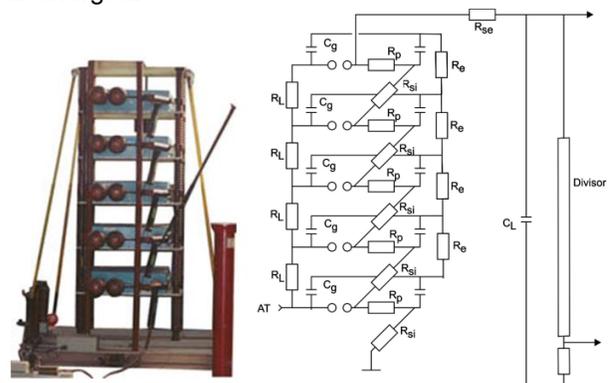


Fig. 3. Five-stage impulse generator according to Marx.

The adjustment of the pulse times is done by modifying the values of the series resistors R_s and parallel resistors R_p (others, remain fixed). However, try and error method is very cumbersome with high number of stages. Each adjust implies, at least,

changing all the parallel resistors, and some of the series ones. To help operators for this task, there are some assistances. One of them, is using theoretical formulas [2]. If the object under test has a capacitive model, of value C , the value of the resistors can be estimated from

$$T_1 = 3R_{st} \frac{C_{gt}C}{C_{gt} + C} \quad T_2 = 0.7R_{pt}(C_{gt} + C) \quad (1)$$

where $C_{gt}=C/n$, $R_{st}=R_s.n$ and $R_{pt}=R_p.n$, being n the number of stages. However, a problem arises when the object under test is a complex one, as a power transformer. It adds a network of inductances, capacitances and resistances that distorts the waveform. In this case, a typical assistance is performed using Recurrent Impulse Generators that produces low voltage impulses whose resistor and capacitor settings can be easily changed.

Digital help has also been proposed [3]. It is based on determining the model of the transformer by testing it with a Frequency Response Analyzer equipment. It measures the impedance against the frequency, and together with the generator circuit information, a software calculates the values of the capacitors and resistances that best fit the standard waveform.

To decide if the transformer passes the test, the voltage as well as the current through the transformer (measured using a shunt) must be recorded. The evaluation is done comparing these pairs of waveforms, between reduced (around 50 %) and full level (100 %) impulse voltages [2]. It is assumed that at reduced voltage the transformer has no failure. So, any difference between those waveforms indicates an internal failure. Large failures produce very large differences in both, voltage and current waveforms. However, minor failures, as turn-to-turn short circuits, are associated with small differences. For this last case, digital techniques are very useful to help the operator to decide on the result of the test.

2. DIGITAL RECORDERS

Impulse generators are equipment that last for many decades, which is good, but there is a problem related to applicable Standards. They change, so different requirements appear, which may not be met with the current equipment. This is the same for recorders and software. The Standard IEC 61083-1 [4] recently changed. Its last version is from 2021,

and the previous one, from 2001. According to the 2001 version, the sampling rate must be, at least, $30/T_x$, where T_x is the time interval to be measured. For lighting impulses, this leads to 60 MS/s of sampling frequency. Regarding resolution, at least 9 bits must be used. However, version 2021 recognizes that the resolution of modern digitizers has been improved and 14-bits resolution are currently available for impulse measurement equipment. Furthermore, this standard takes into account that a great improvement has been achieved in the A/D converters, so it establishes new requirements. It states that this component is not the main concern of measurement accuracy and instrument reliability at the current time. In accordance, the number of type tests for evaluating the performance of A/D converters has been reduced, but new requirements for the linearity of complete system have been added. Requirements for static integral non-linearity and static differential non-linearity have been removed and requirement for impulse scale factor non-linearity has been added. Testing is necessary to verify if the current equipment complies with this new Standard version.

In this work, a dual channel digitizer of 12 bits was used (PICO ADC-212), with additional shielding and filters to reduce electromagnetic interferences. It fulfills the IEC 2001-Standard version, but it has not tested yet for the 2021 one, as most digitizer in use have not. One channel of the digital recorder is connected to the output of the high voltage divider (figure 4). It comprises a low voltage divider, low-pass filter, surge protection and an input resistance to adapt to the cable impedance, avoiding reflections. A current shunt is connected between the tested winding terminal and ground. Its voltage output is measured by the other channel of the recorder.

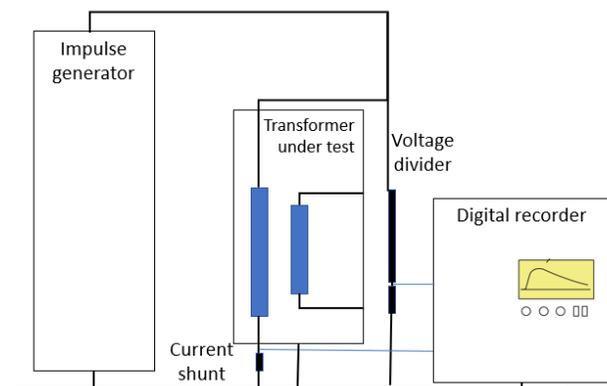


Fig. 4. Connection of the instrumentation.

3. SOFTWARE

The recorded data is processed by appropriate software. Many different versions are in use, designed by impulse generator manufacturers or academic researches. Despite of their differences, there have common aspects to fulfill the Standards [5]. As happens to recorders, Standards change in each revision, which leads to user problems if no software update is available. In the following paragraphs, we will concentrate on discussing general aspects of the Standard requirements on the data processing, based on a specific software developed by these authors [6].

3.1 General characteristics

As conventional oscilloscopes, the software has controls for amplitude and time ranges. Additionally, it allows to set the ratio of the high voltage divider and the value of the current shunt. Figure 5 shows the home screen of the analyzed software. Automatically, it presents the maximum voltage and current for each selected range. The trigger controls include the display of the value, directly in kilovolt, according to the high voltage divider ratio and the voltage range of the digitizer. Other possibilities of the software are smoothing and insertion of filters. The smoothing function is useful to reduce the noise of the records. This signal processing does not introduce any visible variation in the shape of the waves. A bandwidth reduction enables to reject interferences and noise produced by the impulse generator. Transformers have a cutoff frequency of few megahertz, so any part of the spectrum higher than that frequency, generally, does not come from the under-test-transformer.



Fig. 5. Home screen of the software.

3.2 Peak value

The first calculation is the peak value of the applied voltage pulse. The IEC 60060-1 Standard states how to do this calculation. It defines this parameter as the real maximum value of the voltage waveform, only if there are no oscillations near the peak or if they exist, their frequencies are low. If high frequencies oscillations or overshoots are overlapped, then a mean curve must be considered for the computation of the peak value. The 1989-version of the Standard, states that if the frequency of the oscillations is higher than 0.5 MHz or the overshoot interval is less than 1 μs, the peak value is determined by the base curve (average). Otherwise, the peak value is determined by the crest value. The analyzed software includes filters to implement this criterion (IEC Filter), and to verify this calculation, standard waveforms have been analyzed with results inside the tolerances.

However, the current version of this Standard (2010) [1] changes the method of calculating the peak value. This change also affects software and involves updating them. It defines a *k*-factor, depending on the oscillation frequency *f* (in MHz) as

$$k = \frac{1}{1 + 2.2f^2} \tag{2}$$

This factor is applied to the oscillatory amplitude, that can be calculated by some methods [7], and added to the base curve. A comparison between both Standard versions was done in [8]. At 0.5 MHz, *k* value is 0.65. That means that 65 % of the amplitude of the oscillation must be added to the base curve. On the other hand, the old version of the Standard recommended 0 % or 100 %, depending on which side of that frequency limit is located. With an amplitude oscillation of 10 %, the difference in the peak voltage, between both calculations can reach 6.5 %. This shows that there is a significant difference between both Standards, and an up-date is needed in the software. Figure 6 shows a real voltage waveform example analyzed by the developed software. It has

- crest value: -168 kV,
- amplitude oscillation: 5 % of the peak voltage,
- frequency: 200 kHz.

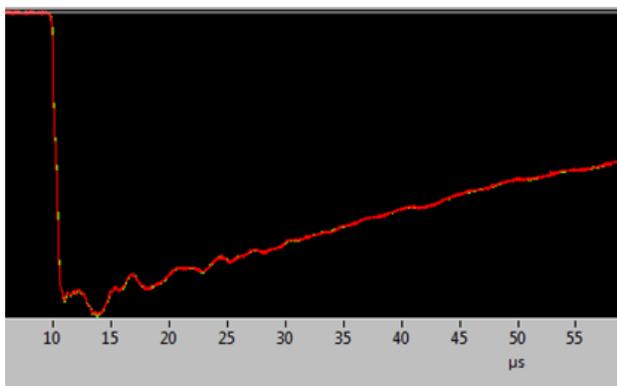


Fig. 6. Example of lightning impulse with oscillations after the peak.

As the oscillation frequency is lower than 0.5 MHz, according to the old Standard version, no correction must be done and the actual peak value must be used. However, according to the new version, $k=0.92$, so the oscillation must be reduced 8 %. It passes from 5 % to 4.6 %. This leads to a reduction in the peak value of 0.4 %. In this example, the difference between both methods is relatively low but, with other oscillations, the difference can be higher. The fractional ratio r_1 between the new and the old Standard peak value calculations are

$$r_1 = \frac{1 + \alpha k}{1 + \alpha} \quad (f < 0.5 \text{ MHz}) \quad (3)$$

$$r_2 = 1 + \alpha k \quad (f > 0,5 \text{ MHz}) \quad (4)$$

where r_1 is valid for low frequencies and r_2 , for higher frequencies. α is the ratio between the oscillation amplitude and the base peak value. Figure 7 shows these calculations for $\alpha=0.1$ (10% of oscillation amplitude). The difference can reach 6.5 % for a frequency slightly higher than 0.5 MHz. It is clear that old software needs to be updated.

3.3 Time values

Software calculates the front and tail times. Also, for this parameter differences exist according to the version of the implemented Standard. The front time of the voltage of figure 6, computed by the software from 30 % and 90 % of the peak voltage, is 3.487 μs , but this waveform has a fast slope, until 86 %.

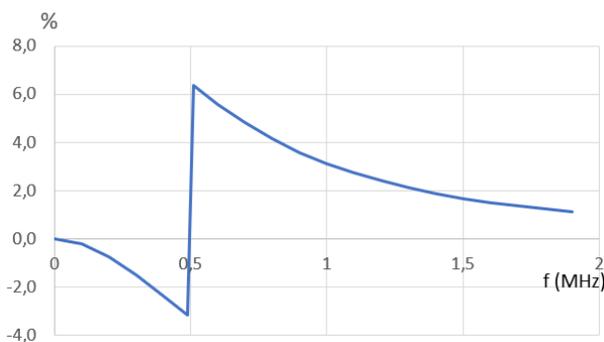


Fig. 7. Difference in calculating peak value of oscillatory impulses, between current and old versions of IEC Standard [1].

So, if 30 % and 86 % were taken for calculating the front time, its value will be 1.1 μs , inside the tolerance of the Standards. The new version proposes a method to avoid this problem, however there are cases that require the intervention of an expert.

3.4 Waveform comparisons

For comparing voltages and current waveforms, the analyzed software permits to select superposition or subtraction of reduced and full-level waveforms (see figure 8).

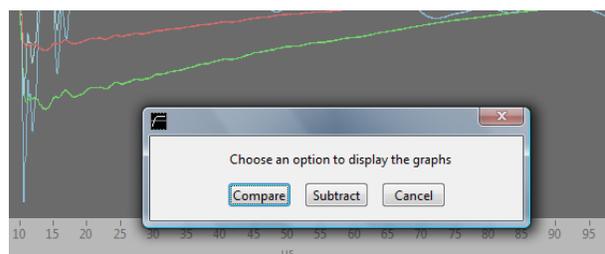


Fig. 8. Selection of comparing method: overlapping or subtraction.

These waveforms have large difference in amplitudes and also some time-shift. As the comparison refers only to the wave shape, the software adjusts amplitudes and time shift to get the lower differences between curves. In this way, the best adjust is obtained. Any residual difference may indicate a failure in the transformer. Figure 9 shows the superposition of the two voltages waveforms (up) and current waveforms (down).

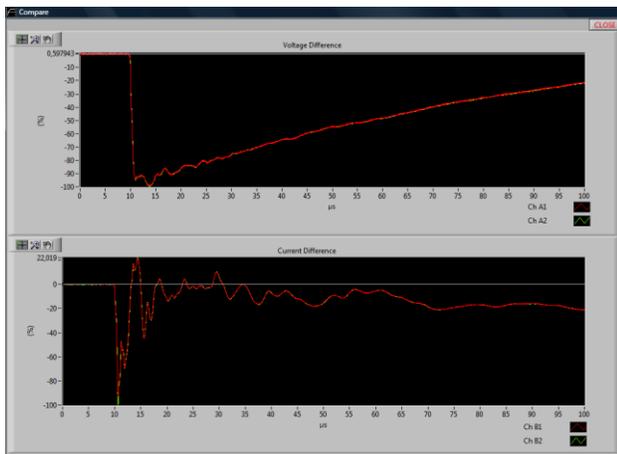


Fig. 9. Voltage and current comparison using superposition.

No significant difference appears in the screen. It indicates a good agreement between full and reduced amplitudes. According to these curves, the transformer passes the test.

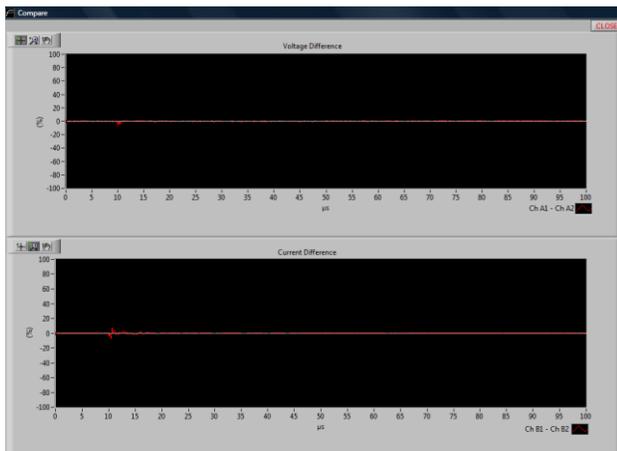


Fig. 10. Subtraction of voltage and current waveforms.

A better inspection can be done by subtracting the two waveforms, as figure 10 shows. The differences are presented in percentage of their maximum amplitudes. As previously, from these results most technicians will conclude that these differences are not significant, and the transformer passes the test. To observe with more details, the software has the possibility to expand these records to full screen (see figures 11 and 12). A clear difference of 5.5 % appears in voltage subtraction, that coincide with front time of the waveforms.

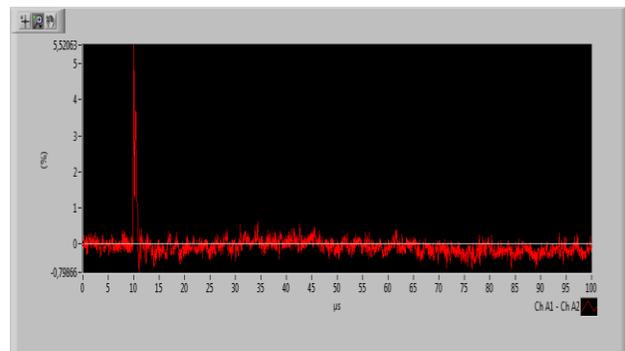


Fig. 11. Voltage comparison expansion using the subtraction method.

What follows, is random noise, inside 0.5 %. IEC Standards accepts that differences in the front may come from changes produced by the generator, and do not imply failures in the transformer.

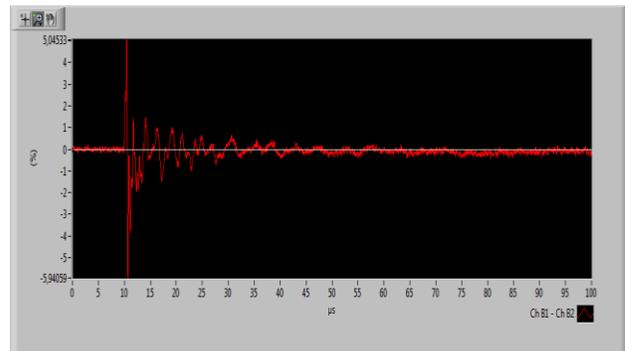


Fig. 12. Current comparison expansion using the subtraction method.

However, current subtraction shows oscillatory differences up to 2 % (discarding the ones in the front time). They are clearly not random noise. The question is if they came or not from failures in the tested transformer. Answer to this question cannot be decided by the software itself, but by experts. In the past, with simple cameras, or even with digital recorders with no subtraction capability, this difference could not be detected, and the conclusion would have been that the test was fulfilled. This example illustrates a risk for using powerful digital analysis. It can improve past comparative methods, but the transformer knowledge must go along with it. Otherwise, good transformers can be rejected.

3.5 Chopped waveforms

A more complex comparison is with chopped waveforms. The main problem is related with the chopping time. Impulse generators stability goes

from some tenth of microsecond to few microseconds, depending on the chopping device. With this difference between reduced and full-level impulses, it is not possible to directly compare these waveforms. Even, few tenth of microseconds can produce large discrepancies in the current, after the chopping time. Figure 13 shows an example with 1.6 μs of difference in the chopping time. Voltage and current waveforms coincide before chopping, but very large differences appear in current records. This has led some Standards to avoid the comparison. However, there are some proposals to do the comparisons, even with significant differences. In [9], a method based on the transfer function of the transformer was proposed. The idea was to compute the frequency response as

$$Y(\omega)=I(\omega)/V(\omega) \quad (5)$$

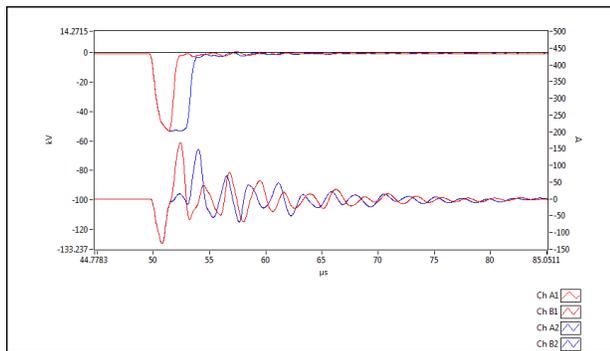


Fig. 13. Chopped waveforms with large chopping time difference.

$I(\omega)$ is the Fourier Transform of $i(t)$ and $V(\omega)$ of $v(t)$. In this way, the result $Y(\omega)$ does not depend on the impulse voltage waveform, but only on the transformer impedance. If the internal R - L - C network of the transformer does not change because of an internal failure, the function $Y(\omega)$ remains the same whatever been the voltage excitation. In principle, this solves the problem caused by differences in the chopping time. Even more, according to the authors, this method could compare chopped waveforms with full ones. However, both excitations must have similar bandwidth, and full waveforms have smaller bandwidth than chopped one. This imposes some restrictions but remains useful for comparing full and reduced level chopped impulses, which is the main goal.

Alternatively, we have proposed another comparison method, implemented digitally, that works even with large chopping time differences [10-12]. The main

idea is to calculate a reduced-level chopped waveform, with the same chopping-time of the full-level chopped test. For that, a couple of reduced-level waveforms are used. One is a full-length (complete) and the other, a chopped one with any chopping time. With the last one, an algorithm computed the time response of the transformer to the voltage collapse, after the chopper acts. Then, the algorithm adds it to the reduced full-length waveform at the same time than the full-level chopped one. In this way, data vectors of voltage and current reduced-level chopped waveforms are generated with the same chopping time than the full-level chopped impulse. Figure 10 shows an example. The large time difference of figure 9 was reduced to less than 0.1 μs . Although voltage comparison shows small differences after the chopping, current waveforms superpose good enough to assure that the transformer passes the test.

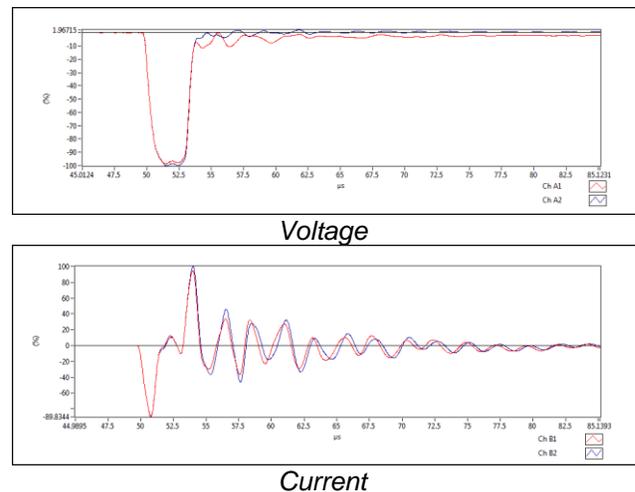


Fig. 10. Comparison between two chopped waveforms with large chopping time differences, adjusted according to the method proposed in [10].

4. CONCLUSIONS

A review of different algorithms and calculation methods, digital implemented, for transformer impulse tests, have been analyzed. They improve the analysis of the results and reduce test time. However, some precautions should be considered. Standards change from time to time and software update is necessary. Current digital aids have limitations, and better AI-based software would be needed to avoid the requirement for experts to decide on edge cases.

REFERENCES

- [1] IEC 60060-1, "High-voltage test techniques - Part 1: General definitions and test requirements," 2010.
- [2] IEC 60076-4, "Power transformers - Part 4: Guide to the lightning impulse and switching impulse testing - Power transformers and reactors," 2002.
- [3] H. R. Mirzaei, "A Simple Fast and Accurate Simulation Method for Power Transformer Lightning Impulse Test," in IEEE Transactions on Power Delivery, vol. 34, no. 3, pp. 1151-1160, June 2019.
- [4] IEC 61083-1, "Instruments and software used for measurements in high-voltage impulse tests – Part 1. Requirements for instruments". 2021.
- [5] IEC 61083-2, "Digital recorders for measurements in high voltage impulse testes – Evaluation of software used for the determination of the parameters of impulse waveforms," 2013.
- [6] G. Slomovitz, D. Slomovitz, "Digital processing of impulse measurements in transformer tests," IX SEMETRO, Natal, Brazil, 23 -30 set. 2011.
- [7] N. Pattanadech, P. Yutthagowith, "Fast Curve Fitting Algorithm for Parameter Evaluation in Lightning Impulse Test Technique," IEEE Trans. on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 22, No. 5; October 2015.
- [8] A. Pfeffer, S. Tenbohlen, "Evaluation of Parameters of Lightning Impulse Voltages from Transformer Tests Using the New k-factor Approach," IEEE Trans. on Dielectrics and Electrical Insulation Vol. 17, No. 3; June 2010.
- [9] R. Malewski and B. Poulin, "Impulse testing of power transformers using the transfer function method," in IEEE Transactions on Power Delivery, vol. 3, no. 2, pp. 476-489, April 1988.
- [10] D. Slomovitz, G. Slomovitz and J. Joskowicz, "New method for comparison of chopped waveforms in impulse transformer tests," VI IEEE/PES Transmission and Distribution: Latin America Conference and Exposition, 2012.
- [11] D. Slomovitz, G. Slomovitz, J. Joskowicz, "Processing methods for comparing chopped waveforms in impulse transformer tests," X-SEMETRO, Buenos Aires, Argentina, 25-27 Sep., 2013.
- [12] J. Joskowicz, G. Slomovitz and D. Slomovitz, "Evaluation of comparing algorithms used in chopped impulse transformer measurements," IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference (I2MTC), pp. 149-152, 2014.

FENÓMENOS FÍSICOS QUE AFECTAN LAS MEDICIONES DE IMPEDANCIA ELÉCTRICA

Aleph H. Pacheco-Estrada, Rene D. Carranza-Lopez-Padilla
 Centro Nacional de Metrología (CENAM), Área de Mediciones Electromagnéticas
 Carretera a Los Cués km 4.5, El Marqués, Qro. 76241 México
 Tel: (442)2110500 Ext. 3428,
 e-mail: apacheco@cenam.mx, rcarranz@cenam.mx

Resumen: En este trabajo se describen técnicas para evitar errores causados por fenómenos que afectan los resultados de las mediciones de impedancia, como los campos electromagnéticos, las impedancias parásitas en el circuito de medición y las corrientes de fuga en los medidores. A partir de este análisis se plantea el diseño propio de un sistema de medición de relaciones de impedancia que toma en cuenta la medición de los fenómenos descritos para llegar a una medición de impedancia con la menor incertidumbre de medición.

1. INTRODUCCIÓN

La impedancia eléctrica es la oposición al flujo de corriente que tiene un conductor eléctrico. Esta oposición involucra varios fenómenos físicos descritos por tres propiedades medibles (magnitudes) denominadas resistencia, capacitancia e inductancia [1 - 4]. Estas están presentes en cualquier circuito eléctrico. En la actualidad existe una gran variedad de sistemas de medición de impedancia, como los conocidos puentes RLC.

Estos sistemas de medición resultan sumamente convenientes para realizar mediciones capacitivas, resistivas o inductivas. Sin embargo, debido a la falta de conocimiento o entendimiento de los fenómenos físicos presentes en una medición, usualmente no se toman en cuenta diversos factores que afectan los resultados de medición.

Por ejemplo, un capacitor tiene una resistencia y una inductancia en serie parásitas y cada inductor una resistencia en serie y una capacitancia en paralelo parásitas [5 - 7]. Además, generalmente no se consideran algunos fenómenos físicos importantes que están presentes en los circuitos eléctricos, como el efecto piel, las corrientes de fuga o las corrientes de Eddy. Esto puede limitar la apreciación de lo que realmente está pasando en un circuito eléctrico, lo cual se verá reflejado en la calidad de las mediciones que se realicen [6].

Si la finalidad es poder realizar mediciones de alta exactitud, es necesario tomar en cuenta todos los fenómenos físicos que afectan a un mensurando. En la actualidad los sistemas de medición de impedancia de mayor exactitud son los puentes coaxiales de relaciones de impedancia [8-12], los cuales se diseñan específicamente para evitar los efectos de

las impedancias parásitas y fenómenos físicos como las corrientes auto-inducidas y corrientes de fuga.

De manera general se puede decir que los efectos de las impedancias parásitas y los fenómenos físicos que afectan una medición de impedancia se pueden disminuir estableciendo tres aspectos importantes:

- Asegurar la coaxialidad del sistema de medición [13].
- Evitar diferencias de potencial entre los conductores y los blindajes [14].
- Desarrollar físicamente las impedancias patrón en configuraciones que minimicen los efectos de las impedancias parásitas [5, 15,16].

Actualmente se conocen referencias en el estado del arte que describen con detalle los fenómenos físicos que afectan las mediciones eléctricas [1 – 5, 7, 13, 14]; sin embargo, estas referencias tienen un enfoque general. Este trabajo tiene la intención de describir los fenómenos físicos que afectan las mediciones de impedancia y describir las técnicas que ayudan a disminuir sus efectos.

Por otro lado, el Centro Nacional de Metrología (CENAM) al ser el laboratorio nacional de referencia en México en materia de mediciones, tiene como objetivo establecer las referencias nacionales con trazabilidad al Sistema Internacional (SI) de unidades, lo que hoy representa tener trazabilidad a la realización de una magnitud en términos de las constantes definitorias [17]. En la actualidad la trazabilidad de las mediciones de capacitancia en México se obtiene mediante la calibración periódica de un conjunto de capacitores patrón en el Bureau International des Poids et Mesures (BIPM) en Paris, Francia. Con la finalidad terminar con la dependencia

tecnológica y evitar el riesgo de daño de los capacitores patrón durante los viajes a Francia, se está trabajando en implementar la cadena de trazabilidad de las mediciones de capacitancia en México hacia el efecto Hall cuántico, el cual realiza la magnitud de resistencia en términos de la constante de Planck h y la carga eléctrica elemental e . Por esta razón, tomando en cuenta las técnicas descritas en este trabajo para disminuir los errores sistemáticos de las mediciones de impedancia, se definió el diseño propio de un puente coaxial de relaciones de impedancia, el cual es uno de los sistemas de medición necesarios para establecer la cadena de trazabilidad de las mediciones de capacitancia [11, 18].

2. FENÓMENOS FÍSICOS PRESENTES EN LAS MEDICIONES DE IMPEDANCIA

2.1. Inducción electromagnética

La impedancia se manifiesta con señales eléctricas alternantes en el tiempo. Si se analiza una rama del circuito que define un lazo cerrado en el sistema de medición (malla), como el expuesto en la figura 1a, se puede decir que existe una fuente de tensión que varía en el tiempo $v(t)$, que el conductor del lazo del circuito tiene una impedancia Z y que fluye una corriente $i(t)$. Por otro lado, como se establece en las ecuaciones de Maxwell [1 - 4], al circular una corriente $i(t)$ por un conductor, se induce un campo magnético que varía en el tiempo y que es proporcional a la distancia r del conductor y a la permeabilidad μ del medio (figura 1b); a su vez, el flujo magnético induce una tensión $v'(t)$ en el circuito que genera un nuevo campo magnético que se opone al campo que las generó inicialmente. Entonces, como lo describe la ecuación 1, la tensión $v'(t)$ inducida es proporcional a la derivada de la corriente con respecto al tiempo $\frac{di(t)}{dt}$, multiplicada por una constante de proporcionalidad L que es precisamente la autoinductancia del circuito de medición y que es parte de la impedancia Z del circuito.

$$v'(t) = -L \frac{di(t)}{dt} \tag{1}$$

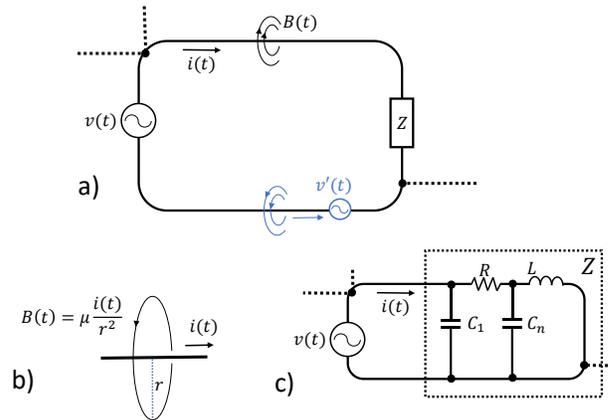


Fig. 1. a) Rama de un circuito en lazo cerrado por el que fluye una corriente que varía en el tiempo; b) campo magnético inducido por un flujo de corriente en un conductor; c) capacitancia formada por una diferencia de potencial del circuito en lazo cerrado.

Este mismo fenómeno físico afecta a los conductores que están cerca de cualquier flujo magnético que varíe en el tiempo. Por lo tanto, es necesario evitar que los circuitos de medición se vean afectados por las propias autoinductancias del sistema y por el ruido proveniente de las variaciones de flujo del medio en el que se encuentra el sistema de medición.

2.2. Corrientes de fuga

Otro fenómeno que afecta considerablemente las mediciones de impedancia son las corrientes de fuga que se producen en presencia de una diferencia de potencial. Por otro lado, sabemos que la capacitancia C es la constante de proporcionalidad que relaciona la corriente $i(t)$ que fluye entre dos terminales debido al cambio de la diferencia de potencial en el tiempo $\frac{dv(t)}{dt}$ presente entre ellas.

$$i(t) = C \frac{dv(t)}{dt} \tag{2}$$

Regresando al ejemplo de la rama del circuito de medición de impedancia, si continuamos analizando a la impedancia Z , que representa la impedancia de la rama del circuito en lazo cerrado, notaremos que también tiene componentes capacitivas las cuales resultan en caídas de potencial que se generan en el trayecto del circuito, las cuales definen diferencias de potencial en los tramos del circuito (figura 1c).

En mediciones eléctricas es muy común el uso de blindajes eléctricos para evitar el efecto de los campos eléctricos del medio ambiente en donde se

realiza la medición. Sin embargo, el blindaje representa un potencial, por lo que existirá una diferencia de potencial entre el blindaje y el circuito de medición y, por lo tanto, se definirá una capacitancia que implicará una corriente de fuga.

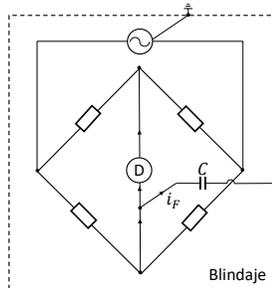


Fig. 2. Ejemplo de corriente de fuga en un sistema de medición con un blindaje eléctrico.

La figura 2, muestra a manera de ejemplo un puente de Wheatstone de corriente alterna, en la que se ejemplifica una corriente de fuga i_F en el conductor del detector, a través del capacitor C que se forma por la diferencia de potencial que hay entre el blindaje y el potencial que existe en la rama del detector. Como es evidente, esta corriente de fuga alterará los resultados de medición.

2.3. Impedancias parásitas

Usualmente, cuando alguien piensa en un resistor patrón, en un capacitor patrón o en un inductor patrón, se comete el error de considerarlos como impedancias puramente resistivas, capacitivas o inductivas respectivamente. Sin embargo, como se mencionó en las secciones 2.1 y 2.2, si por un conductor fluye corriente alterna se produce una autoinductancia y si existe una diferencia de potencial entre conductor y algún otro punto, se genera una capacitancia. Entonces, ningún resistor, capacitor o inductor es puramente resistivo, capacitivo o inductivo. La figura 3a, muestra el ejemplo ideal de una impedancia Z (resistiva, capacitiva o inductiva) dentro de un blindaje. No obstante, como se aprecia en la figura 3b, la realidad es que en los tramos de conductor que conectan las terminales con la impedancia existen resistencias parásitas R_{p1} y R_{p2} e inductancias parásitas L_{p1} y L_{p2} . También, como el blindaje de la impedancia tiene un potencial diferente al de los conductores de las terminales, existen capacitancias parásitas C_{p1} y C_{p2} .

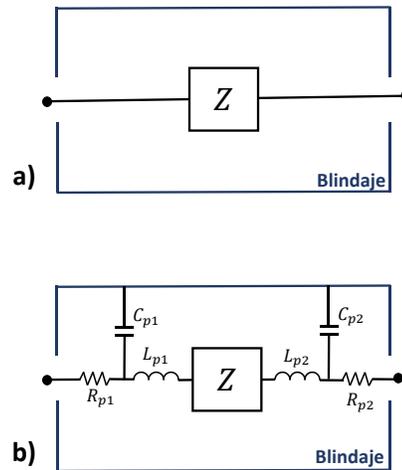


Fig. 3. a) Ideal de Impedancia con blindaje; b) Impedancia con blindaje e impedancias parásitas.

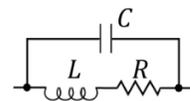


Fig. 4. Modelo de impedancia.

Para ilustrar lo anterior, supongamos que la impedancia Z de un inductor con un valor nominal de 100.000 mH, con resistencias parásitas R_{p1} y R_{p2} de 1 Ω , inductancias parásitas L_{p1} y L_{p2} de 1 μ H y capacitancias parásitas C_{p1} y C_{p2} de 2 pF, podríamos modelar la impedancia como el circuito de la figura 4. En donde el valor de la resistencia sería de 2 Ω , el valor de la inductancia sería de 100.002 mH y el valor de la capacitancia sería de 1 pF. Si este inductor fuera medido con un puente RLC, la lectura de inductancia estaría en función de la ecuación 3, que describe el circuito de la figura 4.

$$Z = \frac{R}{(1 - \omega^2 LC)^2 - (\omega CR)^2} + j\omega \frac{L(1 - \omega^2 LC) - R^2 C}{(1 - \omega^2 LC)^2 - (\omega CR)^2} \quad (3)$$

La componente reactiva de la impedancia descrita por la ecuación 3 representa el valor de inductancia que mostrará el puente RLC. Por lo tanto, si el puente está configurado a una frecuencia de 1 kHz, la lectura de inductancia sería de 100.041 mH, en lugar de la inductancia de 100.000 mH que tiene el elemento inductivo.

3. DESCRIPCIÓN DE TÉCNICAS DE OPTIMIZACIÓN PARA EVITAR LOS ERRORES SISTEMÁTICOS EN LAS MEDICIONES DE IMPEDANCIA.

3.1. Implementación de un sistema de medición coaxial

Como se describió en la sección 2, las corrientes que fluyen a través de los circuitos generan campos eléctricos y magnéticos que provocan interacciones entre diferentes circuitos o entre las diferentes partes del mismo circuito. Awan y Kibble [13] describen detalladamente cómo el diseño de circuitos que no emitan campos eléctricos o magnéticos significativos permite que no respondan a campos externos y por lo tanto sean inmunes a la interferencia electromagnética.

Para lograr este tipo de diseños es necesario implementar un sistema de medición coaxial, lo que implica que todos los conductores tengan un blindaje coaxial y que los elementos que integran al sistema de medición (fuente, patrones de impedancia, detectores, etc) tengan un blindaje completo que permita conectarlos con conectores coaxiales, como conectores BNC. Por el blindaje deberá fluir la misma corriente que por el conductor interno pero en dirección contraria. Esto se logra por medio de ecualizadores de corriente (coaxial chokes) que inducen, mediante un devanado con la mayor cantidad de vueltas posible del cable coaxial en un núcleo toroidal de alta permeabilidad (figura 5a), la misma corriente que fluye por el conductor interno del cable coaxial en el blindaje del mismo (figura 5b) [19]. Como se aprecia en la figura 5c, el ecualizador de corriente funciona como un transformador de corriente 1:1. Por último, es necesario colocar un ecualizador de corriente en la malla del circuito en el que se medirá R, L o C [9, 13, 19].

Para entender el principio físico del fenómeno que describe a los sistemas coaxiales basta con aplicar la ley de Ampere a una trayectoria cerrada concéntrica al eje del cable coaxial. Como se aprecia en la figura 6, la integral del flujo magnético a lo largo de la trayectoria circular es igual a cero ya que la corriente total es igual a cero. Además, el blindaje de todo el sistema es prácticamente una superficie equipotencial, lo que implica que no se genere un campo eléctrico. Esto implica que el par de conductores (conductor interno con su blindaje coaxial) no interactúe con las mallas del propio

circuito de medición o con los campos electromagnéticos del medio ambiente.

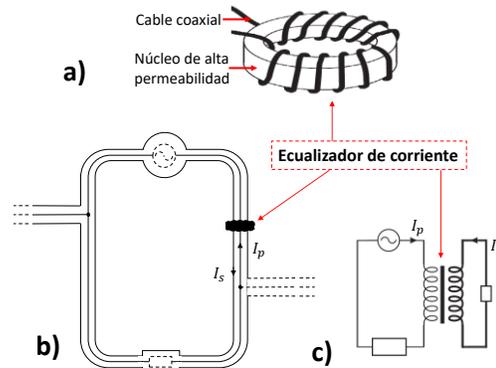
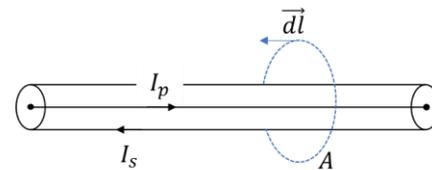


Fig. 5. Ecualizador de corriente para inducir en el blindaje la misma corriente que en el conductor interno.



Ley de Ampere

$$\oint_A \vec{B} \cdot d\vec{l} = \mu_0(I_p - I_s) = 0$$

Fig. 6. Ley de Ampere aplicada a un cable coaxial en donde la corriente en el blindaje es igual y opuesta a la corriente del conductor interno.

Otra manera de analizar el efecto del blindaje coaxial es volviendo al ejemplo de la figura 1, en donde se puede decir que el blindaje coaxial del sistema es el lazo del circuito por donde regresa la corriente a la fuente. Como se aprecia en la figura 7, al analizar los campos magnéticos que se inducen por el flujo de corrientes i_p y i_s , en el conductor central y en el blindaje coaxial, respectivamente, los campos magnéticos B_p y B_s se anulan.

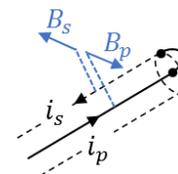


Fig. 7. Anulación de campos magnéticos en un cable coaxial.

3.2. Balance Wagner

Si bien el blindaje coaxial de un sistema de medición permite evitar la interacción electromagnética entre las mallas del propio circuito y con el medio ambiente, no corrige la presencia de corrientes de fuga debidas a la diferencia de potencial entre los puntos de detección del circuito y el blindaje. Para disminuir estas corrientes de fuga es necesario igualar el potencial del detector con el potencial del blindaje. Como se aprecia en la ecuación 2, al no existir diferencia de potencial no hay flujo de corriente por la capacitancia que se forma entre el conductor interno y el blindaje.

Como se aprecia en la figura 8a, que continua el ejemplo de la figura 2, es posible modificar el potencial del blindaje mediante las impedancias Z_S y Z'_S y verificar si este potencial es igual al del detector mediante un nuevo detector de corriente D_I . Otra manera de modificar el potencial se expone en la figura 8b, en donde se utiliza una nueva fuente de tensión A , en serie con una impedancia Z_{SS} , entre el potencial de referencia (blindaje) y el potencial de la fuente de alimentación. Entonces, el balance Wagner se lograría al variar la tensión de A hasta lograr medir una corriente cero en D_I .

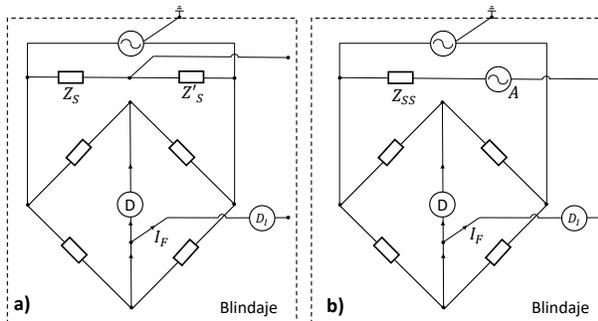


Fig. 8. Ejemplos de implementación de balance Wagner.

3.3. Principios generales de los tipos de impedancias

La figura 9 muestra las diferentes configuraciones que puede tener una impedancia [7], siendo L_a^* la autoinductancia parásita de las conexiones, L_m^* la inductancia mutua parásita entre conexiones, R^* la resistencia parásita de las conexiones, C^* la capacitancia parásita entre conexiones o entre las conexiones y otros potenciales, P_H , P_L , I_H y I_L las terminales altas y bajas de potencial y corriente respectivamente y G la terminal de guarda. Se

observa que cada configuración implica interactuar con diferentes impedancias parásitas. Estas configuraciones fueron establecidas con el objetivo de evitar, en la mayor medida posible, los efectos de las impedancias parásitas para los diferentes valores nominales de capacitores, resistores e inductores patrón. La tabla 1 lista los valores nominales recomendados para utilizar las diferentes configuraciones de impedancia.

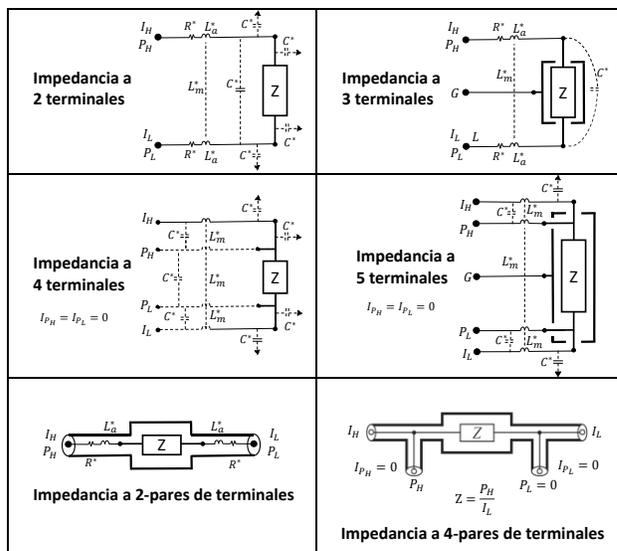


Fig. 9. Tipos de configuraciones de impedancias.

Tabla. 1. Configuraciones de impedancias recomendadas.

Impedancia	Configuración recomendada
Inductores	2 terminales
Capacitores (1 pF a 1 nF)	2-pares de terminales o 4-pares de terminales
Capacitores (10 nF a 1 μF)	3 terminales
Resistores en CA (1 Ω a 100 Ω)	5 terminales o 4-pares de terminales
Resistores en CA (1 kΩ a 100 kΩ)	4-pares de terminales

Es muy importante tener en cuenta que las configuraciones están en función del principio de medición del sistema de medición. Entonces, aunque se cuente con una impedancia definida a 4 pares de terminales, si el principio de medición del sistema que lo medirá no asegura el cumplimiento de las condiciones de la definición de la impedancia, no se

tendrán los beneficios de limitar el efecto de las impedancias parásitas. La figura 10 muestra un ejemplo de la medición de una impedancia definida a 4 pares de terminales usando un medidor de impedancia cuyo principio de medición no asegura las condiciones de la impedancia (figura 10a) y con otro medidor que sí las asegura (figura 10b). En la figura 10b se aprecia como mediante un medidor V, se mide la tensión de entrada de la impedancia (P_H) y mediante un amplificador diferencial se retroalimenta la fuente de corriente para alcanzar una tensión cero en la terminal de tensión de salida de la impedancia (P_L). Además, gracias a la alta impedancia de entrada del medidor y del amplificador, la corriente que fluye por estas terminales es muy cercana a cero.

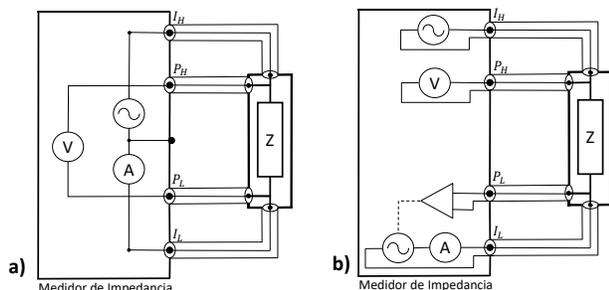


Fig. 10. Sistemas de medición de impedancias.

4. DISEÑO DE UN SISTEMA DE MEDICIÓN DE ALTA EXACTITUD DE RELACIONES DE IMPEDANCIA.

En la actualidad, los sistemas de medición de mayor exactitud son los puentes de relaciones de impedancia [8]. Como se expone en la figura 11, el principio de medición de estos puentes implica tener una relación de tensiones igual a la relación de impedancias. Cuando la tensión $V_D = 0$ y si se conoce el valor de la relación de tensiones y el valor de una de las impedancias, se puede determinar el valor de la impedancia bajo calibración.

Las técnicas expuestas en este trabajo permiten definir la topología del circuito que describe al puente de relaciones de impedancia para lograr mediciones con la mayor exactitud posible.

Primeramente, con la finalidad de evitar el efecto de las impedancias parásitas, las impedancias a medir deben estar definidas a 4-pares de terminales. Esto implica tener corriente cero en las terminales de tensión y tensión cero en la terminal de tensión de salida. Además, el sistema de medición debe ser

coaxial para evitar la interacción electromagnética entre las diferentes mallas del circuito, y entre el circuito y los campos electromagnéticos del medio ambiente. Conjuntamente, se deberá implementar un sistema de balance Wagner para asegurar la inexistencia de corrientes de fuga. Por otra parte, la relación de tensiones deberá definirse con un Divisor de Tensión Inductivo (DTI), el cual permite definir relaciones de tensión con errores menores a $1 \mu V/V$ [20].

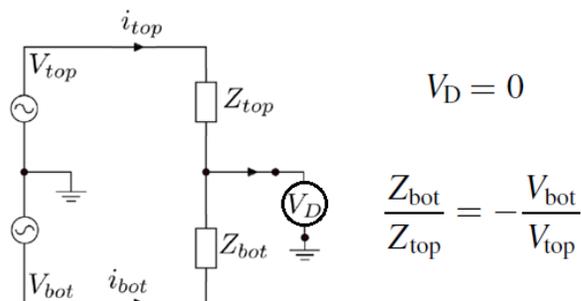


Fig. 11. Principio de funcionamiento de un puente de medición de relaciones de impedancia.

La figura 12 ilustra el circuito de medición del puente de relaciones de impedancia. El puente consiste de un Transformador de Alimentación (T_{AL}) que proporciona la corriente al circuito de potencia del sistema de medición; un DTI que define la relación de tensión del puente; dos impedancias definidas a 4-pares de terminales; un conjunto de fuentes de tensión de amplitud y fase variables ($V_{ao/0}$, $V_{ao/2}$, $V_{ao/3}$, $V_{ao/6}$ y $V_{ao/7}$) que en conjunto con transformadores de inyección (T_1 , T_4 , T_6 y T_7) alimentan al sistema y permiten balancear las mallas del puente para lograr las condiciones de impedancia a 4-pares de terminales y balance Wagner; y un detector de nulos (D) que en conjunto con un multiplexor coaxial y transformares de detección (T_2 , T_3 , y T_5) permitan evaluar que las condiciones de la impedancia y el balance Wagner se cumplan.

En la figura 12 las fuentes $V_{ao/2}$ y $V_{ao/3}$, en conjunto con los transformadores de inyección T_1 y T_6 , permiten la configuración a 4-pares de terminales de las impedancias R_X y R_S ; cuando esto sucede las corrientes medidas mediante los transformadores de detección T_2 y T_3 son cercanas a cero. El balance Wagner se logra introduciendo una tensión entre el Tap 1 del DTI y el Tap 0 del T_{AL} , mediante la fuente $V_{ao/7}$ en serie con una impedancia Z_W , hasta lograr que el punto de detección D_1 sea igual a cero volts. La condición de balance principal del puente se logra

introduciendo una tensión extra mediante la fuente $V_{ao/0}$ en conjunto con el transformador T_7 , que permita que el detector D_5 lea una tensión de cero volts, lo que representa que la relación de tensión del DTI mas la tensión de balance del transformador T_7 es igual a la relación de las impedancias. Además, para evitar la caída de potencial debida al cable que interconecta las terminales de corriente de salida de las impedancias, se introduce una tensión de balance mediante el transformador de inyección T_4 hasta lograr que la tensión eléctrica en el punto de detección D_4 sea cero volts.

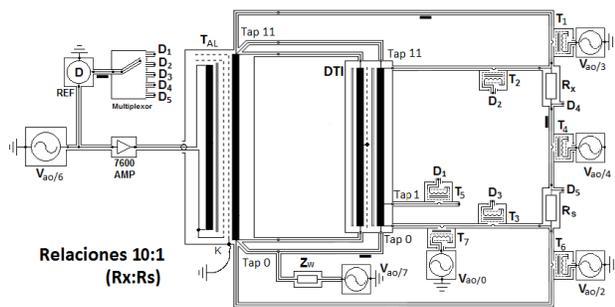


Fig. 12. Circuito de un Puente de Relaciones de Impedancia configurado para medir relaciones 10:1.

Se han reportado resultados de puentes similares al expuesto en la figura 11 con exactitudes de partes en 10^7 [7 - 9], lo cual es mejor en dos órdenes de magnitud que el mejor de los puentes de impedancia comerciales.

5. CONCLUSIONES

Las mediciones de impedancia de alta exactitud implican tomar en cuenta los diversos fenómenos que pueden afectar los resultados de medición. En este trabajo se describen estos fenómenos que dan lugar a errores sistemáticos y se establecen estrategias para poder corregir sus efectos.

Se describió en este artículo técnico el diseño de un puente de medición de relaciones de impedancia, el cual está basado en las técnicas de medición expuestas en este artículo.

Las técnicas de optimización descritas no están limitadas a mediciones de impedancia. Es recomendable hacer uso de ellas en cualquier sistema de medición en el que se busque tener inmunidad electromagnética, evitar los efectos de las

corrientes de fuga y los efectos de las impedancias parásitas.

REFERENCIAS

- [1] R. P. Feynman et al., *Lecciones de física de Feynman II. Electromagnetismo y materia*, 2020, Fondo de Cultura Económica.
- [2] J. D. Jackson, *Classical Electrodynamics*, 1999, (3rd ed.). New York: John Wiley & Sons. ISBN 978-0-471-30932-1. OCLC 925677836.
- [3] D. J. Griffiths, *Introduction to Electrodynamics*, 2017, (4th ed.). Cambridge University Press. doi:10.1017/9781108333511. ISBN 978-1-108-42041-9.
- [4] A. Zangwill, *Modern Electrodynamics*, 2012, Cambridge University Press. ISBN 978-0-521-89697-9 Hardback.
- [5] Cutkosky, R.D. Four-terminal-pair networks as precision admittance and impedance standards. *IEEE Trans. Commun. Electron.* 1964, 83, 19–22.
- [6] S. Pollitt, *A Guide to measuring resistance and impedance below 1 MHz*, Institute of Measurement and Control, 1999.
- [7] L. Callegaro, *Electrical impedance: principles, measurement, and applications*. CRC Press, 2012.
- [8] F. Overney and B. Jeanneret, *Impedance bridges: from Wheatstone to Josephson*, 2018 *Metrologia* 55 S119.
- [9] F. Overney et al., *Broadband fully automated digitally assisted coaxial bridge for high accuracy impedance ratio measurements*, 2016 *Metrologia* 53 918
- [10] F. Overney et al., *Josephson-based full digital bridge for high-accuracy impedance comparisons*, 2016 Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM 2016), 2016, pp. 1-2, doi: 10.1109/CPEM.2016.7540628.
- [11] L. Callegaro, V. D'Elia and B. Trinchera, *Realization of the farad from the dc quantum Hall effect with digitally assisted impedance bridges*, 2010, *Metrologia*, Vol. 47, Number 4.
- [12] J. Kučera and J. Kováč, "A reconfigurable four terminal-pair digitally assisted and fully digital impedance ratio bridge," 2017 IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference (I2MTC), 2017, pp. 1-6, doi: 10.1109/I2MTC.2017.7969769.
- [13] S. Awan, B. Kibble, J. Schurr, *Coaxial Electrical Circuits for Interference-Free Measurements*,

- Institution of Engineering and Technology, London, United Kingdom, 2011.
- [14] R. Morrison, *Grounding and Shielding circuits and interference*, Fifth Edition, John Wiley & Sons, Inc., Publication, 2007.
- [15] A. H. Pacheco-Estrada, F. Hernandez-Marquez, D. Aviés, and L. M. Contreras-Medina, *A Simple Methodology to Develop Bifilar, Quadrifilar, and Octofilar Calculable Resistors*, 2020, Applied Sciences 10(5), DOI: 10.3390/app10051595.
- [16] B. R. Medina, A. P. Estrada and F. H. Marquez, "Improvements in high resistance measurements at CENAM," 2012 Conference on Precision electromagnetic Measurements, 2012, pp. 358-359, doi: 10.1109/CPEM.2012.6250950.
- [17] Bureau International des Poids et Mesures, *SI Brochure: The International System of Units (SI)*, 9th edition 2019.
- [18] Moreno J. A. and Gournay P., *Capacitance metrology at the BIPM to support National Metrology Institutes*, International Congress of Metrology 14001, 2019.
- [19] D. N. Homan, *Applications of Coaxial Chokes to A-C Bridge Circuits*, April-June 1968, Journal of Research of the National Bureau of Standards – C. Engineering and Instrumentation, Vol 72C, No. 2.
- [20] G. Kyriazis, J. A. Moreno and J. Melcher, *A Two-Stage, Guarded Inductive Voltage Divider with Small Ratio Errors for Coaxial Bridge Applications*. ACTA IMEKO. 1. 2012 10.21014/acta_imeko.v1i1.20.

CALIBRACIÓN DE PATRONES DE CAPACITANCIA Y AUTOINDUCTANCIA EN CENAM

Mario G. Alatorre, Alepht H. Pacheco-Estrada, Felipe L. Hernández
Centro Nacional de Metrología (CENAM), Área de Mediciones Electromagnéticas
Carretera a Los Cués km 4.5, El Marqués, Qro. 76241 México
Tel: (442)2110500 Ext. 3428, 3435, 3379
e-mails: malatorr@cenam.mx , apacheco@cenam.mx , fhernand@cenam.mx

Resumen: En este trabajo se describen los métodos y sistemas de medición que son utilizados en la calibración de patrones de capacitancia y autoinductancia, se expone como se realiza el control metrológico de los patrones y se presentan las capacidades de medición y calibración que se tienen para calibrar estos patrones en el Laboratorio de Impedancia del CENAM, mencionando algunos de los fundamentos teóricos-prácticos en los que se basan estas calibraciones y mediciones.

1.- INTRODUCCIÓN

La impedancia, es la oposición al flujo de corriente que presenta un conductor cuando se le conecta a una diferencia de potencial en corriente alterna entre sus terminales e incorpora tres fenómenos físicos que representan a tres magnitudes: la resistencia, la capacitancia y la inductancia. En el nuevo Sistema Internacional de Unidades, las mediciones de impedancia en México son trazables a la carga elemental del electrón (e) y a la constante de Planck (h), a través de la resistencia Hall cuantizada [1].

La capacitancia cuyo símbolo es C , es la propiedad que tienen un par de terminales conductoras para almacenar carga eléctrica en sus superficies debidas a la existencia de una diferencia de potencial entre ellas. El arreglo de terminales, separadas por un dieléctrico, se denomina capacitor y su valor depende de la geometría de las terminales, la separación entre ellas y la permitividad ϵ del dieléctrico existente entre las terminales. En el Sistema Internacional de Unidades, la capacitancia se expresa en farad mediante el símbolo F .

Por otro lado, la autoinductancia, es la propiedad de un conductor a oponerse al cambio de la corriente que circula a través de él, definida como la razón de cambio del flujo magnético con respecto de la corriente. En el Sistema Internacional de Unidades, se expresa en henry (H).

Los servicios de calibración de capacitores e inductores patrón ofrecidos por el CENAM, desde hace 25 años, tienen un gran impacto en diferentes sectores de la industria en México, principalmente en el sector: eléctrico, electrónico y el automotriz, donde se requiere medir capacitancia e inductancia para verificar el cumplimiento de especificaciones de

productos, características de aislamiento o parámetros eléctricos de diversos componentes eléctricos y electrónicos, como son motores, generadores, bobinas, transformadores, etc.

Los servicios de calibración de patrones de capacitancia también tienen un impacto importante en la trazabilidad que se da a otras magnitudes de medida, tales como inductancia, potencia eléctrica, medición de PH de materiales de referencia, aceleración y presión acústica.

2.- PATRONES DE REFERENCIA DE CAPACITANCIA Y AUTOINDUCTANCIA DEL CENAM

La escala de capacitancia en el laboratorio de impedancia del CENAM, está constituida por capacitores con dieléctrico de sílica fundida, gas (nitrógeno seco) y mica, los cuales son usados como patrones de referencia en los servicios de calibración de capacitores patrón. Los capacitores patrón con dieléctrico de sílica fundida se mantienen alojados en hornos con una temperatura controlada, entre 30°C y 34°C, el valor de capacitancia es conocido a una tensión de 50 V y los valores nominales de capacitancia de éstos patrones, se encuentran en el intervalo de 1 pF a 100 pF. Los capacitores patrón con dieléctrico de: gas (nitrógeno seco) y mica, tienen valores nominales de: 1 nF, 10 nF, 100 nF y 1 μ F y su valor es conocido en función de la frecuencia a una tensión máxima de 1 V.

Por otro lado, la escala de autoinductancia está formada por un conjunto de inductores patrón marca General Radio, con valores nominales de 100 μ H, 1 mH, 10 mH, 100 mH, 1 H y 10 H, constituidos por un toroide enrollado uniformemente en un núcleo de cerámica. En los servicios en donde se utilizan estos

patrones, las mediciones se realizan empleando una configuración a 2 terminales, a una frecuencia de 1 kHz y una corriente máxima de 30 mA.

De las escalas de capacitancia y autoinductancia mantenidas en el CENAM, se eligen en base a su estabilidad e incertidumbre de calibración, los patrones de trabajo que serán usados en los servicios de calibración de capacitores e inductores patrón.

3.- MÉTODOS DE CALIBRACIÓN

Para la calibración de capacitores patrón, son utilizados en CENAM dos métodos de calibración: el método por comparación directa y el método por sustitución.

Es importante mencionar que el patrón de impedancia a ser calibrado debe permanecer dentro del laboratorio para su estabilización térmica por al menos 24 horas, bajo las condiciones ambientales del laboratorio, las cuales son:

- Temperatura: $(23 \pm 1)^\circ\text{C}$
- Humedad Relativa: (20 a 60) % H.R.

Para el caso de los capacitores patrón de sílica fundida, se conectan sus hornos con una temperatura controlada y se espera el tiempo que sea necesario para que se establezca la temperatura de los capacitores.

3.1 Método de comparación directa

El método por comparación directa se utiliza para la calibración de capacitores con dieléctrico de sílica fundida con valor nominal de 1 pF, 10 pF y 100 pF, las mediciones se realizan a una frecuencia de 1 kHz y a una tensión eléctrica máxima de 50 V, para realizar las mediciones es utilizado un puente de medición de capacitancia analógico de alta exactitud Z2, el cual funciona en base a divisores de tensión inductivos y como patrones de referencia se emplean capacitores con dieléctrico de sílica fundida. La descripción de los componentes que integran al puente Z2 fue descrita por Gregory A, Kyriazis [2,3], como parte de una estancia de colaboración en México entre el Laboratorio Nacional de Metrología de Brasil, INMETRO y el CENAM. El puente Z2 es utilizado también para determinar el valor del Patrón Nacional de Capacitancia, ya que permite conocer el valor de un capacitor bajo calibración en términos del valor del capacitor de referencia y los elementos de ajuste del puente de capacitancia.

Una fotografía de este puente, el cual fue desarrollado en el CENAM, se presenta en la figura 1.



Fig. 1. Puente de medición de capacitancia analógico de alta exactitud Z2

Como se aprecia en el circuito simplificado del puente Z2 de la figura 2, para realizar la medición de un capacitor patrón C_x , se requiere de un capacitor de referencia (C_s) con valor nominal igual al de C_x y un capacitor de balance (C) con valor nominal de 1 pF. Los capacitores C_s y C se eligen considerando su incertidumbre y el valor de su estabilidad.

El balance principal del puente se realiza mediante un par de conjuntos de Divisores de Tensión Inductivos (DTI) [4]. Como se puede observar en la figura 2, al realizar el balance se obtienen los valores α y β de los DTI de balance, los cuales, en conjunto con el capacitor de balance C y la conductancia G , proporcionan un potencial de balance en fase y cuadratura respectivamente, lo que permite igualar la relación de tensión del DTI principal con la relación de los capacitores C_s y C_x .

El primer balance del puente se realiza conectando los capacitores C_x y C_s al puente, tal como se muestra en la figura 2, usando una tensión eléctrica de 100 V, una frecuencia de 1 kHz y un valor de predivisión $v=100$ preferentemente.

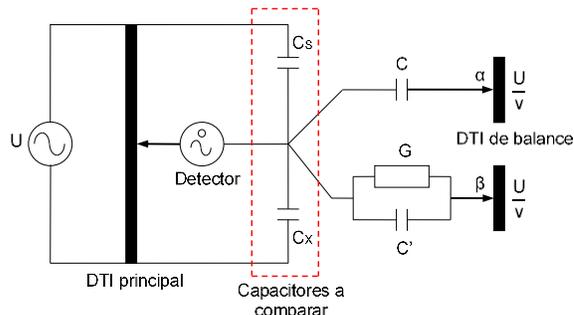


Fig. 2. Circuito simplificado del puente configurado para el primer balance.

Como resultado de este primer balance se obtienen los valores de los DTI de balance, cuyos valores α_1 y β_1 son registrados.

El segundo balance del puente se realiza intercambiando la posición de los capacitores C_X y C_S . Se balancea el puente y se registran los valores α_2 y β_2 .

El valor de C_X se calcula mediante la ecuación 1, donde C' es la capacitancia parásita de la conductancia G del balance del puente, α_S y α_X son los coeficientes de temperatura de los capacitores de referencia y bajo calibración respectivamente, T_{NS} es la temperatura nominal a la cual se conoce el valor de C_S y T_{NX} es la temperatura nominal a la cual se desea conocer C_X

$$C_X = C_S + \frac{C}{v}(\alpha_1 - \alpha_2) + \frac{C'}{v}(\beta_1 - \beta_2) + \alpha_S(T_{NS} - T_{NX}) - \alpha_X(T_X - T_{NX}) \quad (1)$$

Como se muestra en la figura 3, la conductancia G es un circuito equivalente de impedancias con un valor de (93.2 ± 1.2) pS conectada en paralelo con una capacitancia parásita C' de (43.4 ± 1.2) aF. El valor de la conductancia G y la capacitancia C' , así como los cables que los interconectan al puente, son medidas con un puente RLC de alta exactitud y un puente de capacitancia de 8 dígitos.

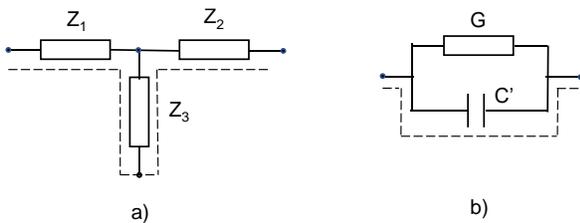


Fig. 3. Conductancia G : a) "T" circuito y b) circuito equivalente

3.2 Método de calibración por sustitución

El método de sustitución, se usa para la calibración de los capacitores con dieléctrico de aire, gas o mica, con valor nominal de 1 pF, 10 pF, 100 pF, 1 nF, 10 nF, 100 nF y 1 μ F, a 2 ó 3 terminales, de acuerdo con lo solicitado por el cliente, a una tensión máxima de 1 V. Los capacitores patrón con valores nominales de 1 pF a 1 nF pueden ser calibrados en el intervalo de frecuencia de 50 Hz a 20 kHz, los patrones con valores nominales de 10 nF y 100 nF se calibran a una frecuencia de 1 kHz y los patrones con valor nominal de 1 μ F se pueden calibrar a frecuencias de

100 Hz y 1 kHz, para realizar las mediciones de capacitancia se utiliza un medidor de alta exactitud de 8 dígitos. El método de sustitución también es empleado para realizar la calibración de inductores patrón con valor nominal de: 100 μ H, 1 mH, 10 mH, 100 mH, 1 H y 10 H, a 2 terminales, a una frecuencia de 1 kHz y haciendo circular una corriente máxima de 30 mA, para las mediciones de inductancia se emplea un puente RLC de alta resolución

Este método consiste en realizar mediciones sucesivas tanto de un patrón conocido Z_S como de un patrón bajo calibración Z_X con igual valor nominal, empleando un mismo medidor, los patrones de referencia son elegidos en base a la incertidumbre de su valor y al valor de su estabilidad (incluyendo su incertidumbre), componentes que preferentemente deben ser las más pequeñas posibles.

Es importante mencionar que la temperatura tiene una gran influencia en las mediciones de capacitancia y por esta razón se mide la temperatura del laboratorio y la temperatura del patrón de referencia Z_S y la del IBC Z_X , llamadas T_S y T_X respectivamente. A partir de estas mediciones se obtiene el valor del IBC Z_X , mediante la ecuación 2

$$Z_X = Z_S + V_{IXT} - V_{IST} + \alpha_S(T_S - T_{NS}) - \alpha_X(T_X - T_{NX}) \quad (2)$$

Donde, T_{NX} es la temperatura nominal de Z_X , α_S y α_X son los coeficientes de temperatura de Z_S y Z_X respectivamente, T_{NS} es la temperatura nominal de Z_S y V_{IXT} y V_{IST} son los valores promedio medidos de las impedancias Z_X y Z_S respectivamente.

En éste método, para realizar las mediciones de patrones de capacitancia se utilizan puentes de capacitancia de alta exactitud Andeen-Hagerling modelos AH 2500A para mediciones a una frecuencia de 1 kHz y el AH 2700A para mediciones a frecuencias en el intervalo de 50 Hz a 20 kHz, mientras que para las mediciones de autoinductancia se utiliza un puente RLC QuadTech 1693. Cuando es requerido utilizar un puente RLC, para realizar las mediciones de autoinductancia, es necesario realizar el ajuste a cero de sus cables, tanto en circuito abierto como en corto circuito. Esto se hace para compensar la capacitancia y la inductancia parásita de los cables y evitar de esta manera errores en los valores determinados.

En los servicios de calibración realizados tanto con el método de comparación como con el método de sustitución, se realizan un con junto de al menos 10 mediciones distribuidas durante 5 días, estas

mediciones son graficadas para poder visualizar posibles comportamientos que impidan una calibración útil, por ejemplo: deriva, oscilaciones, cambios bruscos inesperados en el valor, alta dispersión, etc. Si se visualiza algún problema se analiza y se decide si es necesario realizar mediciones adicionales.

4. CONTROL METROLÓGICO EN LOS SERVICIOS DE CALIBRACIÓN

Para tener un control metrológico en los servicios de calibración de patrones de capacitancia y autoinductancia, se elaboran gráficas en el tiempo con los valores de calibración y sus incertidumbres asociadas. Esto permite observar el cambio en el tiempo del valor del patrón que es calibrado y ver si estos valores corresponden con la estabilidad esperada de este patrón. En la figura 4 se muestra un ejemplo de estas gráficas en el tiempo, para el servicio de calibración de un capacitor patrón con dieléctrico de sílica fundida, con valor nominal de 100 pF medido a una frecuencia de 1 kHz.

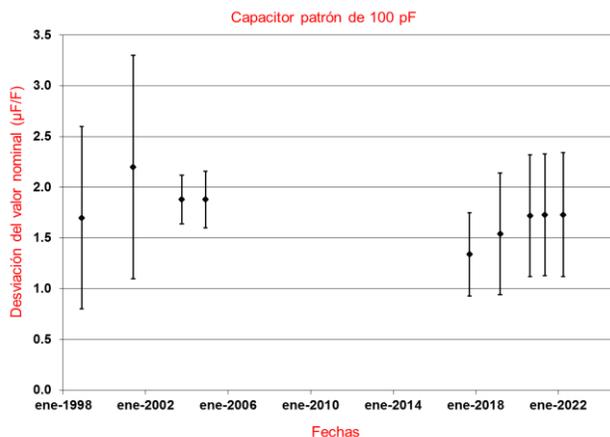


Fig. 4 Gráfica en el tiempo para el servicio de calibración de un capacitor patrón de 100 pF

5.- CONTROL METROLÓGICO DE LOS PATRONES DE REFERENCIA UTILIZADOS EN LOS SERVICIOS DE CALIBRACIÓN

Para lograr tener un control metrológico de los patrones de referencia de capacitancia o autoinductancia, se llevan a cabo las siguientes actividades:

- Establecer la escala de capacitancia y realizar su mantenimiento, de acuerdo con las siguientes etapas [5]:

- Medición de parámetros de los puentes de capacitancia
- Calibración de capacitores
- Estimación de estabilidad

- Establecer la escala de autoinductancia y realizar su mantenimiento, de acuerdo con las siguientes etapas [5]:

- Calibración de los inductores de la escala de autoinductancia,
- Estimación de la estabilidad de los inductores patrón de la escala de autoinductancia.

A continuación, se describen de manera general los procesos de cada una de las etapas del control metrológico, para establecer las escalas de capacitancia y autoinductancia y se explica cómo queda establecida la trazabilidad de las mediciones de cada una de las escalas.

5.1. Medición de los parámetros de los puentes de capacitancia.

Para el mantenimiento metrológico de los patrones de referencia de capacitancia se utiliza un puente de capacitancia de alta exactitud (puente Z2) y un puente de capacitancia comercial, marca General Radio, modelo 1621.

Para realizar el escalamiento del valor de capacitancia en el intervalo de 1 pF a 1 nF, se usa el puente Z2 cuyo esquema básico se muestra en la figura 5. Para poder realizar este escalamiento se requiere primeramente medir los siguientes parámetros del puente Z2:

- la conductancia de balance G del puente,
- la capacitancia parásita C' de la conductancia G,
- la capacitancia de los cables de conexión (C_{CNH} , C_{CNL} , C_{CXL} y C_{CXH}),
- la inductancia de los cables de conexión (L_{CNH} , L_{CNL} , L_{CXL} y L_{CXH}),
- el error de fase k' del divisor inductivo principal del puente.

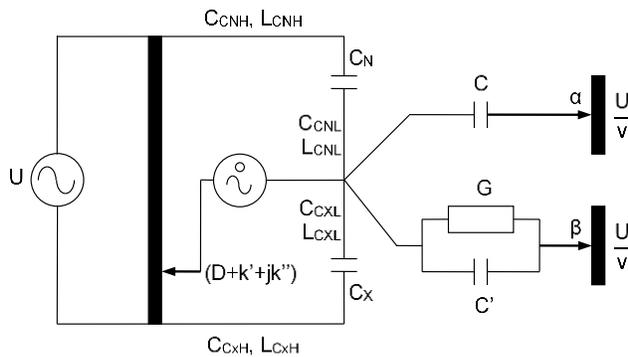


Fig. 5. Parámetros medidos en el puente Z2 para el mantenimiento de la escala de capacitancia

5.2. Trazabilidad de las mediciones de capacitancia y calibración de los capacitores de referencia.

Las mediciones de capacitancia realizadas en los servicios de calibración, son trazables a la carga elemental del electrón (**e**) y a la constante de Planck (**h**), mediante la calibración, en el Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), de un conjunto de capacitores patrón con valores nominales de 10 pF y 100 pF, que forman parte del patrón de referencia de capacitancia (PRC). En el BIPM se determina el valor de capacitancia en función del valor de la constante de von Klitzing R_K , la cual depende únicamente de **e** y **h**, empleando para ello diversos puentes de impedancia, en particular un puente de cuadratura que permite la medición de capacitancia usando como referencia, patrones de resistencia eléctrica, con trazabilidad a la resistencia Hall cuantizada [6].

Para diseminar la trazabilidad a partir de los capacitores de 10 pF calibrados en el BIPM, al resto de los patrones de capacitancia que conforman la escala, se realiza la calibración de los capacitores de la escala usando el puente Z2 y el puente GenRad. La figura 6 muestra cómo se conforma la escala de capacitancia en todos sus niveles y el puente de capacitancia usado para escalar de un nivel a otro con relación 1:10, a partir de un conjunto de PRC con valor nominal 10 pF.

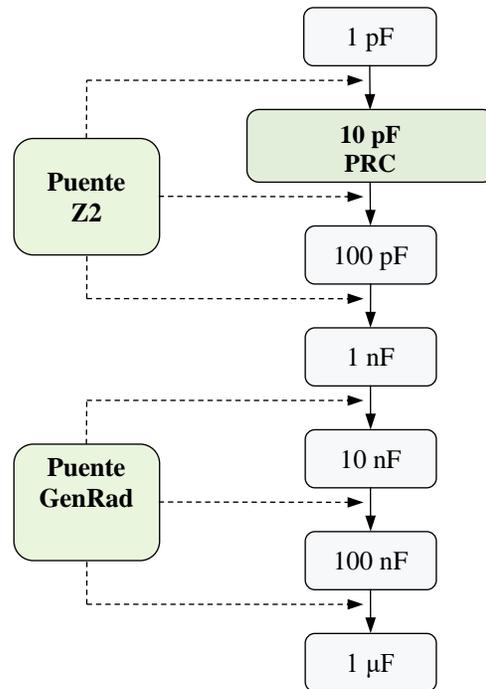


Fig. 6 Establecimiento de la escala de capacitancia

Para realizar el escalamiento del valor de 10 nF a 1 μF se usa el puente comercial General Radio, cuyo esquema básico se muestra en la figura 7. Para poder realizar este escalamiento primero se requiere medir los siguientes parámetros del puente GenRad:

- el efecto de los cables del puente ϵ_{RCX} , ϵ_{RCS} y
- el error promedio de división, del divisor principal del puente, ϵ_P .

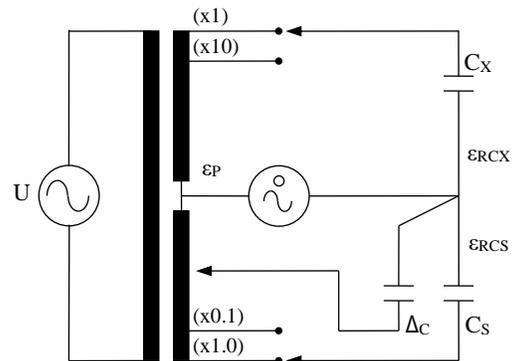


Fig. 7. Puente de capacitancia GenRad

5.3 Trazabilidad de las mediciones de inductancia y calibración de los inductores de referencia

Las mediciones de inductancia realizadas en los servicios de calibración de inductores patrón tienen trazabilidad hacia los Patrones Nacionales de Capacitancia y Resistencia Eléctrica en corriente continua, ambos mantenidos en el CENAM, cuyo valor es conocido en términos del valor de la constante de von Klitzing, R_K .

Lo anterior se consigue mediante la calibración del conjunto de inductores de 10 mH, que constituyen el Patrón Nacional de Inductancia, empleando para realizar las mediciones un puente Maxwell-Wien desarrollado en CENAM, con el cual se puede medir una inductancia desconocida en términos de una capacitancia y dos resistencias conocidas [7].

Como se aprecia en la figura 8, para realizar el escalamiento de autoinductancia a partir de los inductores de 10 mH, que constituyen el Patrón Nacional de Inductancia y lograr la calibración de los inductores de la escala de autoinductancia, con valor nominal de 100 μ H, 1 mH, 100 mH, 1 H y 10 H, se emplea para ello un puente RLC y las características de linealidad de sus intervalos de medición.

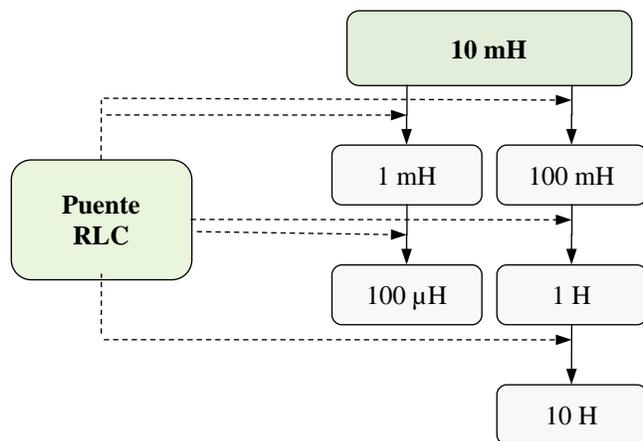


Fig. 8. Escala de autoinductancia y puente RLC usado para su establecimiento.

5.4 Estimación de la estabilidad del valor de los inductores y capacitores de las escalas mantenidas en el CENAM

Una vez que se calibran los inductores y capacitores de las escalas de autoinductancia y capacitancia, la estabilidad se estima usando los datos de las

calibraciones realizadas hasta esa fecha, siempre que existan más de dos datos. Esto se realiza usando el método de mínimos cuadrados, ajustando una línea recta a los datos y calculando el valor estimado de la pendiente de dicha recta.

La estabilidad del valor del inductor o capacitor queda representada por la pendiente de la recta ajustada, es decir, por el parámetro β_1 de una recta con ecuación: $y = \beta_0 + \beta_1 x$, donde x son los valores numéricos de las fechas de calibración y y es el valor de la desviación al valor nominal.

Los inductores y capacitores de la escala mantenida en el CENAM son periódicamente calibrados, lo que permite usarlos como referencias, para proporcionar de manera confiable y con trazabilidad a constantes físicas fundamentales, servicios de calibración a diferentes sectores de la industria y a laboratorios de metrología.

6. RESULTADOS

Actualmente el laboratorio de impedancia del CENAM, tiene dadas de alta sus capacidades de medición y calibración (CMC), para la calibración de patrones de capacitancia y autoinductancia, en la base de datos del BIPM-KCDB, las cuales han sido revisadas y aprobadas dentro del acuerdo de reconocimiento mutuo del Comité Internacional de Pesas y Medidas, CIPM. Esto permite garantizar la confiabilidad de los servicios de calibración realizados en el CENAM. Las CMC de capacitancia e inductancia del CENAM, se encuentran registradas en las páginas de Internet del BIPM-KCDB [8].

A continuación, son mostrados ejemplos de las fuentes de incertidumbre y la contribución de cada una de ellas $u(y)$, que son consideradas en los métodos de calibración, por comparación directa y de sustitución. El primer ejemplo que se muestra hace referencia a la calibración de un capacitor patrón de 100 pF con dieléctrico de gas, usando el método de sustitución (ver tabla 1). El segundo ejemplo hace referencia a la calibración de un capacitor patrón de 100 pF con dieléctrico de sílica fundida, usando el método de comparación directa (ver tabla 2).

Fuentes de incertidumbre	Contribuciones $u(y)$ (μ F/F)
Dispersión de Z_x	0.12
Valor de Z_s	0.19
Estabilidad de Z_s	0.05

Dispersión de V_{IST}	-0.002
Resolución de V_{IST}	-0.003
Dispersión de V_{IXT}	0.12
Resolución de V_{IXT}	0.003
Valor de α_s	0.0008
Valor de T_s	0.002
Valor de α_x	-0.62
Valor de T_x	0.00
Incertidumbre estándar combinada relativa $u(y)$	0.67 $\mu\text{F}/\text{F}$
Factor de cobertura k	2.03
Incertidumbre expandida relativa $U(y)$	1.4 $\mu\text{F}/\text{F}$

Tabla 1. Fuentes de incertidumbre consideradas para la calibración de un capacitor patrón de 100 pF con dieléctrico de gas, método de sustitución.

Fuentes de incertidumbre	Contribuciones $u(y)$ ($\mu\text{F}/\text{F}$)
Dispersión de C_x	0.001
Valor de C_s	0.002
Estabilidad de C_s	0.3
Valor de C	0.000 03
Estabilidad de C	0.000 02
Valor de v	0.002 5
Valor de α_1	0.000 58
Resolución de α_1	0.000 1
Valor de α_2	0.000 6
Resolución de α_2	0.000 1
Valor de C'	0.000 4
Estabilidad de C'	0.000 3
Valor de β_1	0.000 000 1
Resolución de β_1	0.000 001
Valor de β_2	0.000 000 1
Resolución de β_2	0.000 003
Valor de α_s	0.001
Valor de T_s	0.00
Valor de α_x	0.001 3
Valor de T_x	0.00
Incertidumbre estándar combinada relativa $u(y)$	0.30 $\mu\text{F}/\text{F}$
Factor de cobertura k	2.04
Incertidumbre expandida relativa $U(y)$	0.61 $\mu\text{F}/\text{F}$

Tabla 2. Fuentes de incertidumbre consideradas para la calibración de un capacitor patrón de 100 pF con dieléctrico de sílica fundida, método de comparación directa.

La incertidumbre expandida $U(y)$, mostrada en las tablas 1 y 2, se obtuvo multiplicando la incertidumbre estándar combinada $u(y)$ por un factor de cobertura

k , el cual corresponde a un nivel de confianza de aproximadamente 95 % bajo la suposición de que la función de densidad de probabilidad del mensurado es normal.

7. CONCLUSIONES

Mediante los sistemas de medición y los métodos de calibración descritos en este trabajo, es posible realizar servicios de calibración de capacitores e inductores patrón.

El control metroológico de los servicios de calibración y de los patrones de referencia y el establecimiento de las CMC del laboratorio de impedancia, para la calibración de patrones de capacitancia y autoinductancia, ha permitido asegurar la trazabilidad a constantes físicas fundamentales y la confiabilidad de los resultados de medición y con esto ha sido posible atender, algunas de las necesidades metroológicas detectadas en los laboratorios de metrología y en diversos sectores de la industria en nuestro país, en el área de acústica, de vibraciones, en la industria eléctrica, electrónica y automotriz.

8. REFERENCIAS

- [1] F. L. Hernández, Estudio del efecto Hall cuántico en heteroestructuras semiconductoras desarrolladas en México para reproducir la unidad de resistencia eléctrica, Tesis, Instituto Politécnico Nacional, 2006.
- [2] G. A. Kyriazis (INMETRO), J. A. Moreno (CENAM), J. Melcher (PTB), A Two-Stage, Guarded Inductive Voltage Divider with Small Ratio Errors for Coaxial Bridge Applications, Diciembre 2011
- [3] G.A. Kyriazis (INMETRO), J.A. Moreno (CENAM), J. Melcher (PTB) A two-stage inductive voltage divider for coaxial bridges
- [4] S. Awan, B. Kibble and J. Schurr Coaxial Electrical Circuits for Interference-Free Measurements
- [5] A. Pacheco Instrucción de trabajo: Aseguramiento metroológico de los patrones de trabajo para las calibraciones de patrones o medidores de capacitancia o autoinductancia
- [6] J. A. Moreno and P. Gournay, Capacitance metrology at the BIPM to support National

Metrology Institutes, International Congress of Metrology 14001 (2019)

[7] J. A. Moreno Desarrollo de un Puente Maxwell-Wien para el mejoramiento del Patrón Nacional de Inductancia, Área Eléctrica, Área de Mediciones Electromagnéticas, CENAM, Simposio de Metrología 2006

[8] BIPM key comparison database,
<https://www.bipm.org/kcdb/cmc/quick-search>

MODELADO DE UN PATRÓN DE TRANSFERENCIA TÉRMICA CA-CC EN PELÍCULA DELGADA DE 1 AMPERE CON UN ANCHO DE BANDA DE HASTA 100 kHz

Dr. Sergio A. Campos Montiel², Dr. Sergio J. Jiménez Sandoval², Dr. Leonel Lira Cortés¹, Dr. 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.

sergio.campos@cinvestav.mx

Resumen: Este trabajo presenta un modelo termoeléctrico de un patrón de transferencia térmica CA-CC de alta corriente, el cual permitirá conocer su diferencia de transferencia CA-CC intrínseca y la incertidumbre de medición para un alcance de 1 ampere y en un ancho de banda hasta 100 kHz. El modelo termoeléctrico desarrollado considera los errores sistemáticos asociados a su distribución geométrica, cuantifica las pérdidas asociadas a los mecanismos de transferencia de calor por conducción, convección y radiación, y determina la contribución de los efectos termoeléctricos Peltier, Thomson y Seebeck involucrados en los procesos de transformación de la energía eléctrica a energía térmica y de la energía térmica a energía eléctrica.

1. INTRODUCCIÓN

Los patrones de transferencia térmica, conocidos como termoconvertidores, se han utilizado como patrones de medición de tensión y corriente alterna desde 1936 [1]. Tienen como objetivo de determinar, con la menor incertidumbre, la amplitud de una señal de corriente eléctrica alterna (CA) con respecto a la amplitud de una señal de corriente eléctrica continua (CC) de referencia. Actualmente, estos patrones pueden clasificarse con respecto a su tecnología de fabricación y a sus características metrológicas en: Termoconvertidores de Unión Simple (SJTC) [2], Termoconvertidores de Unión Múltiple (MJTC) [3, 4], y Termoconvertidores de Unión Múltiple en Película Delgada (TF-MJTC) [5, 6, 7]. En general, estos patrones de transferencia térmica han sido diseñados para operar a una corriente eléctrica de 10 mA. Para la medición de corriente eléctrica en un alcance mayor, los termoconvertidores se utilizan en conjunto con derivadores de corriente eléctrica, mediante procesos de escalamiento, en los cuales, los patrones de transferencia térmica se combinan con diferentes derivadores de corriente para medir la corriente eléctrica alterna hasta 100 A. La adición de los derivadores de corriente eléctrica al sistema de medición modifica la respuesta en frecuencia de los patrones de transferencia térmica, e incrementa la incertidumbre de transferencia CA-CC (δ_{CA-CC}) [8, 9]. Para evitar incrementar la incertidumbre de transferencia δ_{CA-CC} se han desarrollado patrones de

transferencia térmica capaces de operar a amplitudes de corriente eléctrica de hasta 3 A [10, 11].

2. PRINCIPIO DE OPERACIÓN

Un patrón de transferencia térmica consta de dos procesos fundamentales: primero el proceso de transformación de energía eléctrica a energía térmica usando un calefactor, que es un conductor puramente resistivo; segundo, la energía térmica disipada en el calefactor genera una tensión eléctrica en corriente continua mediante el efecto Seebeck y el gradiente térmico entre el calefactor y el medio circundante. La manifestación de efectos termoeléctricos en el calefactor de una transferencia térmica, entre ellos, Thomson, Peltier, Joule, es debida a la circulación de la corriente eléctrica continua a través de los diferentes materiales que conforman los patrones de transferencia térmica CA-CC. Una forma de minimizar estos efectos es invertir la polaridad de la corriente eléctrica continua, esto es, aplicar alternadamente al patrón de transferencia térmica corriente eléctrica continua con polaridad positiva ($I_{CC(+)}$) y polaridad negativa ($I_{CC(-)}$). La Figura 1 muestra que el valor eficaz de las corrientes eléctricas de CC y CA es el mismo cuando producen la misma potencia promedio en un elemento puramente resistivo. De esta manera, la medición de

corriente eléctrica alterna es trazable a un patrón de corriente eléctrica continua.

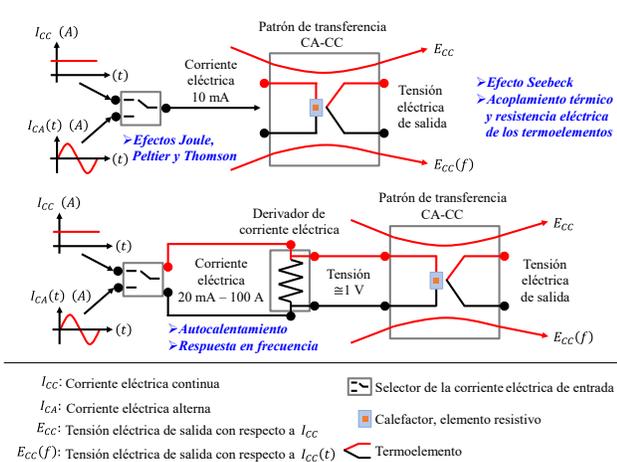


Figura 1. Diagrama de un patrón de transferencia térmica CA-CC.

La Figura 2 muestra la distribución de temperatura en un elemento calefactor unifilar al aplicar alternadamente las señales de $I_{CA} \rightarrow I_{CC(+)} \rightarrow I_{CA} \rightarrow I_{CC(-)}$. Observe que se presenta una asimetría en la distribución de temperatura generada por la circulación de corriente eléctrica continua ($I_{CC(+)}, I_{CC(-)}$) en el calefactor de corriente y los efectos termoelectricos Peltier y Thomson. En el caso de I_{CA} , debido a la frecuencia de los cambios de polaridad en la señal eléctrica, los efectos termoelectricos no se manifiestan plenamente; dicho de otra manera, la rápida inversión de polaridad de la corriente eléctrica minimiza estos efectos [2,12,13]. La diferencia de transferencia CA-CC intrínseca del patrón de transferencia térmica CA-CC diseñado es el mensurando que se desea conocer en este trabajo de investigación.

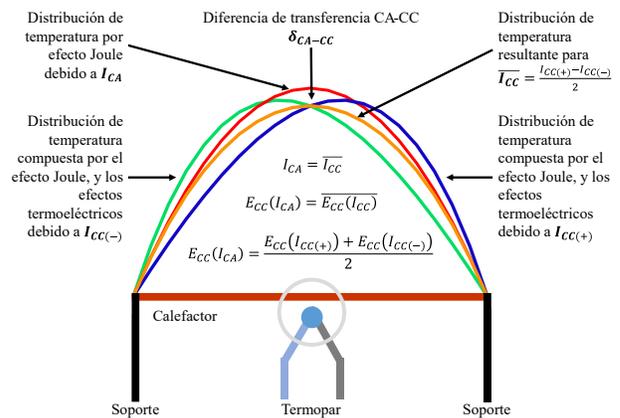


Figura 2. Diferencia de transferencia CA-CC intrínseca de un patrón de transferencia térmica CA-CC.

La respuesta típica en frecuencia de los patrones de transferencia térmica CA-CC en su intervalo de trabajo se muestra en la Figura 3. Esta respuesta está gobernada por los efectos termoelectricos en baja frecuencia, y efectos electromagnéticos en alta frecuencia, los cuales limitan el desempeño de los patrones de transferencia térmica CA-CC, incrementando su diferencia de transferencia CA-CC intrínseca [12,13].

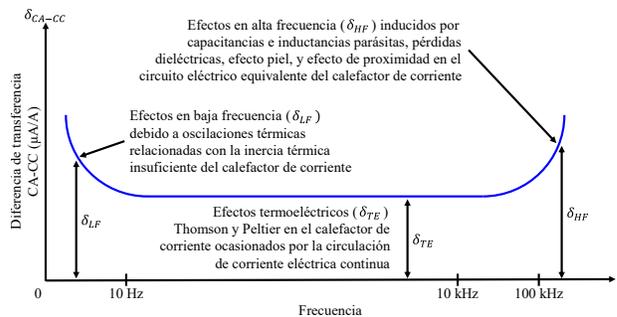


Figura 3. Respuesta típica en frecuencia de un patrón de transferencia térmica CA-CC.

3. DISEÑO DEL PATRÓN DE TRANSFERENCIA TÉRMICA CA-CC DE ALTA CORRIENTE

El diseño del patrón de transferencia térmica CA-CC de alta corriente tiene como objetivos principales: medir corriente eléctrica alterna de 1 A, presentar una respuesta plana en frecuencia desde 20 Hz y hasta 100 kHz, minimizar errores sistemáticos y reducir la incertidumbre de medición por debajo de la incertidumbre de medición reportada en investigaciones internacionales.

El principal criterio de diseño en la presente propuesta de investigación es realizar un proceso de

transformación de energía eléctrica a térmica y de térmica a eléctrica con la mayor eficacia posible; es decir, disminuyendo las causas de pérdidas de energía en estos dos procesos, de manera que se pueda cuantificar la diferencia de transferencia CA-CC intrínseca del patrón de transferencia térmica CA-CC diseñado. La Tabla 1 presenta las especificaciones técnicas del patrón de transferencia térmica CA-CC diseñado.

Tabla 1. Especificaciones técnicas del patrón de transferencia térmica CA-CC.

Corriente eléctrica de trabajo	(0.9 – 1.1) A
Resistencia eléctrica del calefactor de corriente	250 mΩ
Ancho de banda	20 Hz – 100 kHz
Incremento de temperatura en el calefactor de corriente	3 K
Tensión eléctrica continua de salida (Termopila)	36.1 mV
Sensibilidad	2 μV / μA
Constante de tiempo	2 s

3.1. CONTENEDOR DEL PATRÓN DE TRANSFERENCIA TÉRMICA CA-CC DE ALTA CORRIENTE

El contenedor de la transferencia térmica provee al usuario los medios de conexión para la corriente eléctrica de entrada (parte superior) y la tensión eléctrica de salida (parte lateral) y, al mismo tiempo, proporciona un ambiente adiabático que minimiza el intercambio de calor entre el sistema de medición con el entorno, asegurando una constante de tiempo térmica del sistema, concediendo así que la termopila transforme por completo la diferencia de temperatura en una fuerza electromotriz termoeléctrica por medio del efecto Seebeck. La Figura 4 presenta el contenedor para el cual se seleccionó una aleación de latón C2800, que está compuesta básicamente de Cobre y Zinc en una concentración de 60:40 por ciento de cada elemento en peso. Las principales características de la aleación utilizada para el contenedor son: excelente maquinabilidad y ductilidad, alta resistencia a la oxidación y corrosión, resistencia al desgaste, alta conductividad térmica, alta conductividad eléctrica, y la capacidad para soportar altas temperaturas [14]. Adicionalmente, si se alcanzara un excedente de calor en el calefactor de corriente, el diseño proporciona un mecanismo de

transferencia de calor que conduce el excedente de energía al cuerpo del contenedor el cual opera como un “sumidero de calor” del sistema de medición.

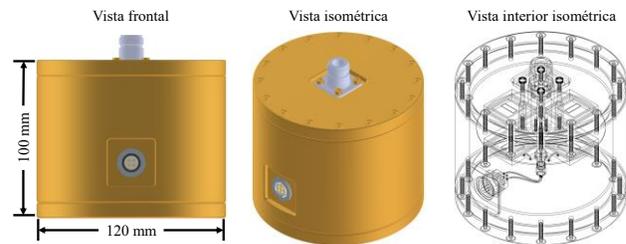


Figura 4. Contenedor del patrón de transferencia térmica CA-CC.

3.2. DIVISIÓN DE LA CORRIENTE ELÉCTRICA DE ENTRADA

Para el manejo de la potencia eléctrica de trabajo y del calor generado, la corriente eléctrica de entrada es dividida en cuatro calefactores de corriente (elementos resistivos) con valor nominal de 1 Ω, los cuales poseen características eléctricas y térmicas similares y están conectados en paralelo a través de conectores planos dispuestos en una tarjeta. La división y distribución de la corriente eléctrica de entrada se realiza por medio de una tarjeta de alta temperatura de transición vítrea que presenta las siguientes características: estabilidad térmica y mecánica, alta resistencia a la corrosión y a la humedad, y permite mantener su constante dieléctrica relativa estable en el intervalo de frecuencia de interés [15].

3.3. TERMOPILA

La tensión eléctrica continua de salida del patrón de transferencia térmica CA-CC se encuentra aislada eléctricamente del circuito de corriente eléctrica de entrada y se genera a través de una termopila. La tensión eléctrica continua de salida (V_{Out}) producida por la termopila se obtiene de la sumatoria de la tensión eléctrica continua producida por cada termoelemento que la conforma (n). El coeficiente relativo Seebeck ($\alpha_{Seebeck: AB}$) de los materiales utilizados para su fabricación y la diferencia de temperatura (ΔT) entre su unión caliente (T_H) y su unión fría (T_C), sirven para generar la tensión eléctrica de salida según se presenta en la Ecuación (1) [10,11].

$$V_{Out} = \sum_i^n \alpha_{Seebeck: AB} \cdot (T_H - T_C) = n \cdot \alpha_{Seebeck: AB} \cdot \Delta T \quad (1)$$

La Tabla 2 presenta las propiedades de los semimetales que conforman la termopila [16].

Tabla 2. Propiedades físicas para los semimetales Sb y Bi a una temperatura de 298.15 K.

Propiedad física		Sb	Bi	Unidad es
Conductividad térmica	k_{Sb}, k_{Bi}	24.3	7.9	$\left(\frac{W}{m \cdot K}\right)$
Calor específico	C_{pSb}, C_{pE}	205	123	$\left(\frac{J}{kg \cdot K}\right)$
Densidad	P_{Sb}, P_{Bi}	6 696	9 747	$\left(\frac{kg}{m^3}\right)$
Coefficiente Seebeck	α_{Sb}, α_{Bi}	+48.9	-73.4	$\left(\frac{\mu V}{K}\right)$
Resistividad eléctrica	ρ_{Sb}, ρ_{Bi}	0.39	1.07	$\left(\frac{\mu\Omega}{m}\right)$

3.4. MODELO ELÉCTRICO.

La respuesta teórica del patrón de transferencia térmica CA-CC para obtener su diferencia CA-CC para una corriente eléctrica de 1 A y con un alcance en frecuencia desde 20 Hz hasta 100 kHz, se estima a partir de la descripción de su modelo eléctrico. Los valores teóricos de cada uno de los parámetros eléctricos que lo describen se obtienen de los materiales utilizados para su fabricación, sus dimensiones y su disposición geométrica. Adicionalmente, se considera el efecto piel y el efecto de proximidad en el circuito eléctrico de entrada, el cual conduce la corriente eléctrica desde la entrada dispuesta en la envolvente hasta el elemento calefactor para la correcta estimación de los valores de la diferencia CA-CC. El diagrama eléctrico que se presenta en la Figura 5 para corriente eléctrica continua y alterna, considera la conexión en paralelo de los cuatro calefactores de corriente. En donde C₁ es la capacitancia del conector tipo N para la señal de la corriente eléctrica de entrada, C₂ es la capacitancia que ocasiona el anillo de nitruro de aluminio al acoplar térmicamente el conductor central de la corriente eléctrica de entrada al chasis que es el sumidero de calor. R₁, L₁, R₂ y L₂ son las resistencias eléctricas y las inductancias de los pilares de cobre para llevar la corriente eléctrica de entrada desde el conector tipo N a la tarjeta electrónica. C₃ es la capacitancia entre los pilares descritos anteriormente. R₃, L₃, R₄ y L₄ son las resistencias eléctricas e inductancias de las pistas de cobre en la cara superior de la tarjeta electrónica que conducen y devuelven la corriente eléctrica que circula a través del calefactor de corriente, respectivamente. C₄ es la capacitancia entre las

pistas descritas anteriormente y G₁ es la conductancia en la tarjeta electrónica. R₅, L₅, C₅ y G₂ son la resistencia eléctrica, la inductancia, la capacitancia, y la conductancia del calefactor de corriente sobre el sustrato de nitruro de aluminio.

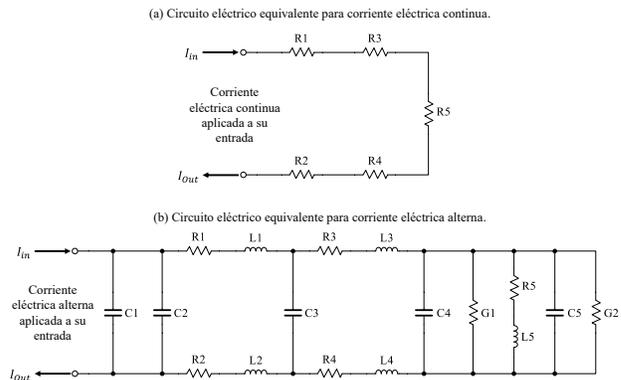


Figura 5. Diagrama eléctrico del patrón de transferencia térmica CA-CC.

La diferencia CA-CC característica del patrón de transferencia térmica CA-CC con respecto de la frecuencia de la señal de corriente eléctrica de entrada, se manifiesta porque la resistencia eléctrica en corriente continua difiere de la parte real de su resistencia eléctrica alterna $R_e(Z)$ [4]. Esta propiedad medible se obtiene al realizar la reducción del circuito eléctrico presentado anteriormente, como lo muestra la Ecuación (2) [4].

$$\delta_{CA-CC}(f) = \sqrt{\frac{R_{CC}}{Re(Z)}} - 1 \quad (2)$$

3.5 INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN.

La estimación de incertidumbre $[U(\delta_{CA-CC}(f))]^2$ considera el efecto de la estabilidad de la frecuencia de la señal de corriente eléctrica alterna aplicada a su entrada $[U\delta_{CA-CC}(\Delta f)]^2$, los cambios en los valores teóricos estimados de los parámetros eléctricos debidos a desviaciones de los valores nominales utilizados, las componentes inductivas $[U\delta_{CA-CC}(\Delta L_5)]^2$, las componentes capacitivas y las pérdidas dieléctricas asociadas $[U\delta_{CA-CC}(\Delta C_4, \Delta G_1)]^2$ y $[U\delta_{CA-CC}(\Delta C_5, \Delta G_2)]^2$ [4, 10, 12, 17].

La Figura 6 muestra de forma gráfica la diferencia CA-CC y la incertidumbre asociada del patrón de transferencia térmica CA-CC en el intervalo de frecuencia desde corriente continua hasta corriente eléctrica alterna con una frecuencia de 100 kHz.

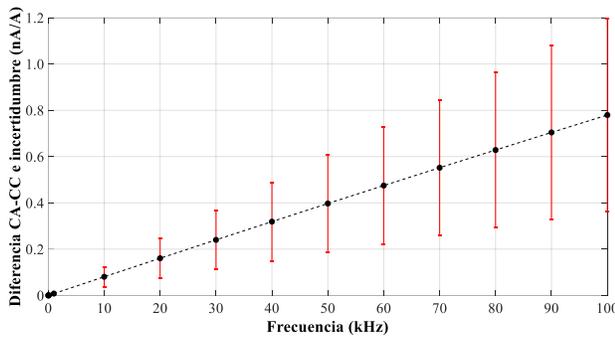


Figura 6. Diferencia CA-CC e incertidumbre asociada del patrón de transferencia CA-CC con respecto a la frecuencia de la señal de entrada.

3.6. MODELO TERMOELÉCTRICO.

El modelo termoeléctrico es resuelto por el método de Elemento Finito (EF). Se consideran la generación de calor por efecto Joule, los efectos termoeléctricos en el calefactor de corriente, la amplitud y frecuencia de la corriente eléctrica aplicada de entrada, las pérdidas de calor a través de los mecanismos de transferencia de calor por conducción, convección, y radiación.

La incertidumbre de medición de la diferencia CA-CC es independiente de la frecuencia $[U(\delta_{CA-CC}(CC))]^2$ considera y cuantifica las componentes que impactan en la transferencia, las cuales son: el cambio del valor de la resistencia eléctrica en el calefactor de corriente debido a su TCR con respecto al incremento de su temperatura durante su operación $U\delta_{CA-CC}(TCR)$; la contribución de la solución obtenida por el modelo termoeléctrico del patrón de transferencia térmica CA-CC por EF, la cual es considerada como un efecto independiente de la frecuencia de la señal de la corriente eléctrica de entrada $U\delta_{CA-CC}(EF)$; los efectos Thomson y Peltier como los Efectos Termoeléctricos (ET) responsables de modificar la distribución de temperatura en el calefactor de corriente $U\delta_{CA-CC}(ET)$. Finalmente, en cuanto a la tensión eléctrica continua de salida generada por la termopila, se cuantifica el efecto del Ruido Térmico (RT) o ruido de Johnson-Nyquist causado por la agitación térmica de los electrones debido a la resistencia eléctrica de la termopila $U\delta_{CA-CC}(RT)$.

La Figura 7 presenta la solución del modelo termoeléctrico para un tiempo de observación de 20 s.

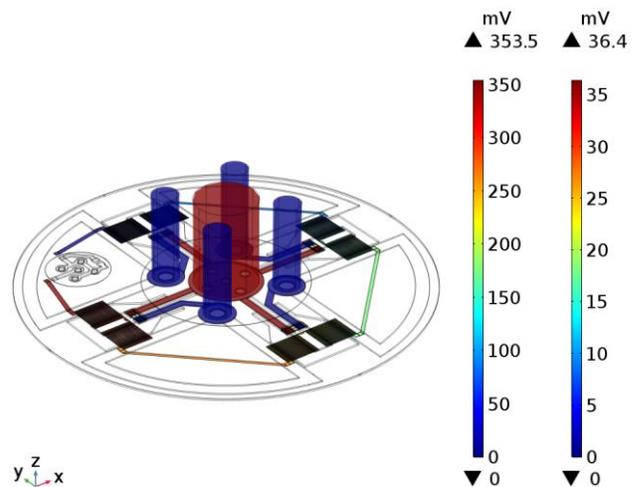


Figura 7. Tensión eléctrica continua generada por la termopila al aplicar a su entrada una corriente eléctrica alterna con una amplitud nominal de 1 A.

Las pérdidas de calor por los mecanismos de transferencia de calor por conducción, convección y radiación son menores al 1% de la energía eléctrica aplicada a la entrada.

4. RESULTADOS.

La diferencia de transferencia CA-CC (δ_{CA-CC}) intrínseca del patrón de transferencia térmica CA-CC se determina de acuerdo con la Ecuación (3) [17]. Esta se determinó en base a que la amplitud de las corrientes eléctricas continua y alterna que se aplican a la entrada tienen un valor raíz cuadrático medio igual a 1.000 000 A. El orden en que las corrientes eléctricas son aplicadas a la entrada del patrón de transferencia térmica CA-CC es $I_{CC(+)}$, $I_{CC(-)}$, e $I_{CA}(f)$ para el intervalo de frecuencia desde 20 Hz hasta 100 kHz en donde, la tensión eléctrica continua de salida obtenida para cada una de las corrientes eléctricas de entrada se identifica como $E_{CC}(I_{CC(+)})$, $E_{CC}(I_{CC(-)})$ y $E_{CC}(I_{CA}(f))$, respectivamente.

$$\delta_{CA-CC} = \frac{E_{CC}(I_{CA}(f)) - \overline{E_{CC}(I_{CC})}}{n \cdot \overline{E_{CC}(I_{CC})}} \Big|_{I_{CA}(f)=\overline{I_{CC}}} \quad (3)$$

La relación normalizada toma un valor de n igual a 2.0. La incertidumbre total de la diferencia de transferencia CA-CC intrínseca del patrón de transferencia térmica CA-CC es la suma de las contribuciones dependientes e independientes de la frecuencia. La Ecuación (4) presenta la raíz cuadrada de la suma de los cuadrados de las contribuciones dependientes e independientes de la frecuencia para

obtener la incertidumbre total de la diferencia de la transferencia CA-CC intrínseca del patrón de transferencia térmica CA-CC:

$$U_{Total}(\delta_{CA-CC}) = \sqrt{[U(\delta_{CA-CC}(f))]^2 + [U(\delta_{CA-CC}(CC))]^2} \quad (4)$$

La Figura 8 presenta el valor de la diferencia de transferencia CA-CC (δ_{CA-CC}) intrínseca del patrón de transferencia térmica CA-CC y su incertidumbre asociada con respecto a la frecuencia de la señal de entrada.

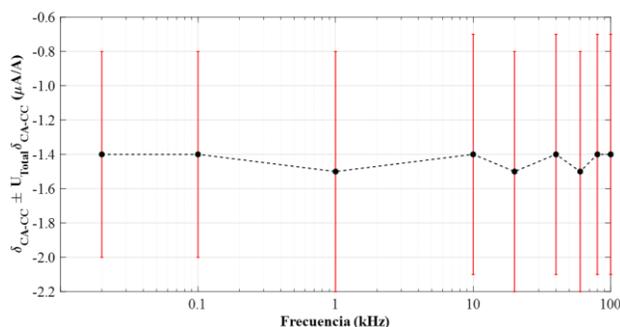


Figura 8. Diferencia de transferencia CA-CC (δ_{CA-CC}) intrínseca del patrón de transferencia térmica CA-CC y su incertidumbre asociada.

5. CONCLUSIONES.

El trabajo presentado muestra la conceptualización del diseño, el proceso de optimización y la evaluación de desempeño, para conocer la diferencia de transferencia CA-CC intrínseca del patrón desarrollado y su incertidumbre de medición asociada. El proceso de transformación de energía eléctrica a térmica y, posteriormente de energía térmica a eléctrica, se realiza de forma altamente eficiente, alcanzado una eficiencia del 99%. Los errores sistemáticos fueron minimizados debido a la alta simetría del diseño presentado, permitiendo así minimizar las no linealidades de la distribución del calor en el patrón de transferencia CA-CC diseñado. La incertidumbre presentada es comparable a la literatura publicada y consultada, y esta fue estimada de acuerdo con los materiales, geometrías, y dimensiones de todos los elementos que conforman el patrón de transferencia CA-CC.

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] Francis L. Hermach, Thermal Converters as AC-DC Transfer Standards for Current and Voltage Measurements at Audio Frequencies, Journal of Research of the National Bureau of Standards, vol. 48, nº 2, pp. 121 - 138, 1952.
 [3] F.J. Wilkins, T.A. Deacon, and R.S. Becker, Multijunction Thermal Converter an Accurate d.c./a.c. Transfer Instrument, Proceedings of the Institution of Electrical Engineers, vol. 112, nº 4, pp. 794 - 805, 1965.
 [4] M. Klonz, AC-DC Transfer Difference of the PTB Multijunction Thermal Converter in the Frequency Range from 10 Hz to 100 kHz, IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 32, nº 2, pp. 320 - 329, 1987.
 [5] M. Klonz, and T. Weimann, Accurate thin film multijunction thermal converter on a silicon chip, IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 38, nº 2, pp. 335 - 337, 1989.
 [6] M. Klonz, and T. Weimann, Increasing the Time Constant of a Thin Film Multijunction Thermal Converter for Low Frequency Application, IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 40, nº 2, pp. 350 - 351, 1991.
 [7] H. Dintner, M. Klonz, A. Lerm, F. Volklein, and T. Weimann, AC-DC-mV-Transfer with Highly Sensitive Thin-Film Multijunction Thermal Converters, IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 42, nº 2, pp. 612 - 614, 1993.
 [8] J. R. Kinard, Thomas. E. Lipe, C. B. Childers, D. B. Novotny, and De-Xiang Huang, High-Current Thin-Film Multijunction Thermal Converters and Multiconverter Modules, IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 46, nº 2, pp. 391 - 394, 1997.
 [9] J. R. Kinard, Thomas. E. Lipe, and T. F. Wunsch, Improved High-Current Thin-Film Multijunction Thermal Converters, Conference Digest Conference on Precision Electromagnetic Measurements, pp. 364 - 365, 2002.
 [10] Hiroyuki Fujiki, Development of Thin-Film Multijunction Thermal Current Converters with Increased Rated Current, IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 62, nº 6, pp. 1853 - 1858, 2013.
 [11] Thomas E. Lipe, A New Generation of Multijunction Thermal Current Converters, IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 66, nº 6, pp. 1232 - 1236, 2017.

- [12] Héctor Manuel Laiz, Low frequency Behavior of Thin-Film Multijunction Thermal Converters, PhD Thesis, PTB-Bericht-E-63, Braunschweig, Germany, 1999.
- [13] Luciana Scarioni, High frequency thin-film thermal converter on a quartz crystal chip, PhD Thesis, PTB-Bericht-E-83, Braunschweig, Germany, 2003.
- [14] J. R. Davis, Alloying Understanding The Basics, Materials Park, OH 44073-0002, United States of America: Alloying Understanding The Basics, 2001.
- [15] Lee W. Ritchey, John Zasio, and Kella J. Knack, Right the First Time: A Practical Handbook on High Speed PCB and System Design, Bodega Bay, California, United States of America: Speeding Edge, 2003.
- [16] François Cardarelli, Materials Handbook A Concise Desktop Reference, Gewerbestrasse 11, 6330 Cham, Switzerland: Springer International Publishing, 2018.
- [17] Hiroyuki Fujiki, New Thin-Film Multijunction Thermal Converter Design for Improved High-Frequency Performance, IEEE Sensors Journal, vol. 7, nº 9, pp. 1243 - 1247, 2007.

TRAZABILIDAD A PATRONES NACIONALES DE LAS MEDICIONES DE POTENCIA EN RADIOFRECUENCIAS

Israel García Ruiz ⁽¹⁾, Mariano Botello Pérez, Susana Padilla Corral ⁽¹⁾,
 (1) Centro Nacional de Metrología
 Carretera a Los Cués km 4.5, El Marqués, Qro, C.P. 76246, México.
 igarcia@cenam.mx, mbotello.mx@gmail.com, spadilla@cenam.mx

Resumen: Este artículo describe la importancia de las mediciones de potencia en radiofrecuencias (RF) en áreas tales como los servicios de telecomunicaciones y la de manufactura de componentes y equipos eléctricos y electrónicos, así como la forma en la que este tipo de mediciones tienen trazabilidad hacia los patrones nacionales de medida de los Estados Unidos Mexicanos que se mantienen en el Centro Nacional de Metrología (CENAM). El artículo expone el enorme esfuerzo científico y tecnológico que representa el garantizar que tales mediciones tengan alto grado de calidad y confiabilidad.

1. INTRODUCCIÓN

La trazabilidad de las mediciones que se realizan en los sectores productivos del país es un elemento indispensable para elevar la calidad y la competitividad de productos y servicios. Mediciones confiables representan una parte importante en el aseguramiento de la calidad a nivel industrial y son un requisito para la producción de bienes y servicios de alta calidad. De conformidad con las normas internacionales para sistemas de gestión de calidad (DIN EN ISO 9000), así como con los requisitos de las áreas de responsabilidad del producto y de protección del medio ambiente, los instrumentos de medición deben calibrarse y ser trazables a las unidades del sistema internacional (SI). Por ejemplo, los resultados de las pruebas de evaluación de la conformidad respecto de normas y regulaciones son confiables sólo si se obtienen mediante el uso de instrumentos de medición calibrados.



Fig. 1. Jerarquía de la trazabilidad en las calibraciones realizadas en México.

En este sentido, el CENAM es la institución del estado mexicano responsable de la metrología primaria en esta magnitud [1], y sus laboratorios se ubican en la parte superior de la jerarquía de calibraciones mostrada en la figura 1.

En el CENAM se realiza un trabajo fundamental de investigación y desarrollo en el campo de la metrología primaria el cual se utiliza como base para todas las tareas que debe cumplir con respecto a la determinación de las constantes definitorias del sistema internacional de unidades (SI) [2], la realización, el mantenimiento y la diseminación de las unidades del SI, figura 2.

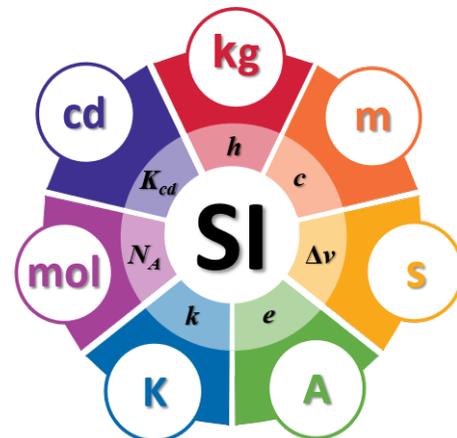


Fig. 2. Unidades del sistema internacional de unidades y las constantes definitorias asociadas.

Con este propósito, el CENAM opera sistemas de medición que permiten materializar las unidades de medida con la máxima exactitud posible (mediante los patrones primarios). El Sistema Nacional de

Infraestructura de la Calidad Mexicano (SNIC), que es operado conjuntamente por el gobierno y la industria, representa el siguiente nivel en la jerarquía de calibración, con más de 600 laboratorios de calibración acreditados, es responsable de calibrar los equipos industriales de prueba y medición (T&M) y, en particular, de calibrar los patrones utilizados por la industria para garantizar la calidad interna. Los patrones de referencia utilizados en los laboratorios acreditados se calibran en CENAM con referencia a los patrones primarios. El CENAM y el SNIC promueven la infraestructura de prueba y medición, mejoran la capacidad de la industria para competir y hacen una contribución esencial a la transferencia y aprovechamiento de la tecnología.

Los laboratorios del SNIC diseminan la trazabilidad, proveniente de los patrones nacionales, hacia una gran cantidad de instrumentos de medición y generación que son relevantes para propósitos de T&M dentro de la industria, figura 3. Estos laboratorios hacen una contribución crítica a los esfuerzos de las empresas por garantizar la calidad de sus productos y servicios.

Magnitudes de c.c.	Tensión, corriente y resistencia Capacitancia
Magnitudes de c.a. de baja frecuencia	Tensión y corriente Transferencia de tensión c.a./c.c. Transferencia de corriente c.a./c.c.
Magnitudes de RF	Potencia, atenuación e impedancia
Tiempo	Intervalo de tiempo y frecuencia

Fig. 3. Magnitudes relevantes para asegurar la trazabilidad de las mediciones de potencia en RF.

La investigación fundamental sobre los aspectos físicos de la metrología juega un papel importante en el trabajo diario del CENAM y es la base de todas sus actividades. Las áreas de enfoque incluyen el desarrollo de patrones nacionales, el aprovechamiento de fenómenos cuánticos para la reproducción de los valores de las constantes definitorias, la creación de materiales de referencia y la determinación de las propiedades de los materiales. Las constantes definitorias son cantidades que no cambian con respecto al tiempo y al espacio [2]. Su inmutabilidad las hace adecuadas para realizar y reproducir las unidades legales del SI. Ejemplos de la trazabilidad de las unidades SI a las constantes fundamentales son la realización de la unidad de tensión por medio del efecto Josephson y de la unidad de resistencia por medio del efecto Hall cuántico. La realización de unidades fundamentales al más alto nivel es la

base de la metrología y es una de las actividades centrales del CENAM. A través de sus actividades de investigación a largo plazo, el CENAM asegura los fundamentos de la metrología, obtiene conocimientos científicos más amplios en el área de la física y contribuye a la innovación tecnológica.

En el área de metrología en radiofrecuencias (RF) del CENAM, se realiza investigación fundamental de magnitudes de RF tales como impedancia, potencia y campo eléctrico. Entre los productos de esta investigación se encuentra la materialización de patrones primarios para medir la eficiencia efectiva (η_{eff}) de detectores de potencia de RF desde 10 MHz hasta 50 GHz [3-4]. El conocimiento de la η_{eff} permite realizar calibraciones de potencia de RF con la más alta exactitud y con trazabilidad a los patrones nacionales.

En las secciones siguientes se describe el principio que permite asegurar la trazabilidad a los patrones nacionales que mantiene el CENAM de la magnitud de potencia de RF desde 10 MHz hasta 18 GHz mediante el uso de termistores y patrones primarios.

2. LA MAGNITUD DE POTENCIA EN RF

En términos generales, la potencia (del latín *potentia*) se define como la cantidad de trabajo W efectuado en un intervalo de tiempo t , es decir trabajo por unidad de tiempo como lo indica la ecuación (1).

$$P = \frac{\text{trabajo}}{\text{tiempo}} = \frac{W}{t} \quad \left[\frac{\text{joule}}{\text{s}} \right] \quad (1)$$

En el sistema internacional de unidades (SI), la potencia se considera una magnitud derivada cuya unidad es el watt [2]. La potencia también puede expresarse en términos de unidades de base del SI y de otras unidades como se muestra en la tabla 1.

Tabla 1. Unidades de la potencia en el sistema internacional de unidades (SI).

Magnitud derivada	Unidad	Símbolo	en términos de las unidades de base del SI	en términos de otras unidades del SI
Potencia	watt	W	$\frac{\text{kg} \cdot \text{m}^2}{\text{s}^3}$	$\frac{\text{J}}{\text{s}}$

La naturaleza del trabajo a considerar depende de la aplicación particular; sin embargo, al involucrar a la unidad de energía (joule), la potencia también se

define como la cantidad de energía que se transfiere, convierte, o disipa, por unidad de tiempo. En el campo de las telecomunicaciones, alámbricas e inalámbricas, es de particular interés cuantificar la energía necesaria para enviar información de un punto a otro empleando como medio de transmisión, por ejemplo, ya sea una línea de transmisión o el mismo espacio. En otras palabras, para transmitir información de un punto se requiere energía o hacer “trabajo” durante el tiempo que dure el enlace; en el caso de los enlaces de radiocomunicación, la energía va en forma de un campo electromagnético.

3. TECNOLOGÍAS PARA LA DETECCIÓN DE POTENCIA EN RADIOFRECUENCIAS

El CENAM proporciona trazabilidad a las mediciones de potencia de RF a laboratorios tanto de calibración, de pruebas y de la industria, mediante la calibración de detectores de potencia que tales laboratorios poseen en varios alcances de frecuencia y potencia. Los detectores que se suelen calibrar en el alcance en frecuencia de 10 MHz a 18 GHz son detectores coaxiales en dos tecnologías, termoeléctricos y de diodo. Otra tecnología existente para la detección de potencia es el termistor; no obstante, su uso se ha limitado a unos cuantos laboratorios acreditados, ya que su uso a nivel industrial fue disminuyendo hasta casi desaparecer a lo largo del tiempo debido a su fragilidad y a la complejidad de su uso. No obstante, este tipo de detectores tienen excelente estabilidad a largo plazo y, sobre todo, permiten establecer la trazabilidad de potencia en RF a potencia en c.c., por lo que son altamente ideales para aplicaciones de calibración con alta exactitud [5].

La trazabilidad metrológica de la potencia en RF hacia la potencia en c.c. se establece a través de un método de sustitución de potencia que se realiza mediante arreglos de circuitos electrónicos conocidos como puentes de sustitución de potencia de RF por potencia de c.c., los cuales son el elemento principal en el que se basan los medidores de potencia basados en termistor [6]. Un puente de sustitución de potencia es básicamente un puente de sustitución tipo Wheatstone con 4 resistencias balanceadas en el que una de ellas, en lugar de tener un valor fijo de resistencia, es una resistencia altamente dependiente de la temperatura, un termistor, el cual cambia su valor conforme se calienta al absorber energía electromagnética (con un coeficiente de temperatura negativo).

En este método, el termistor se calienta inicialmente al aplicar una tensión de c.c., $V_{RF,off}$ provista por los circuitos del medidor de potencia, de manera tal que su valor de resistencia sea suficiente para balancear el puente, con un valor de resistencia muy cercano a 50 Ω . Luego, al aplicar la potencia de RF, se produce un calentamiento adicional que cambia el valor de resistencia provocando un desbalance del puente por lo que el circuito de control de este puente disminuye la tensión de c.c., ahora $V_{RF,on}$, hasta que el termistor recupere su valor de resistencia de balance R_{th} . Con esto, la potencia convertida en calor en el termistor permanece constante. Con base en la diferencia entre las tensiones de c.c. en las dos condiciones de operación, se determina la cantidad de potencia de c.c. que ha sido sustituida por potencia de RF, P_{CC} , ecuación (1). La ecuación 2 muestra en forma matemática la manera en que se determina esta cantidad de potencia que ha sido sustituida:

$$P_{CC} = \frac{V_{RF,off}^2 - V_{RF,on}^2}{R_{th}} \quad (2)$$

En la práctica, una parte de la potencia de RF aplicada al detector, P_{CC} , es en efecto absorbida o disipada en el elemento termistor, P_{abs} . Por lo tanto, la potencia de RF que se registra con un medidor, en este caso P_{med} , sólo es una aproximación del valor real, a menos que se realice una corrección adicional. Por otro lado, parte de la energía absorbida por el detector se convierte en calor a lo largo de su línea de transmisión (LT) de entrada, P_{loss} , debido a fenómenos de pérdida tales como el efecto piel (skin), pérdidas dieléctricas e incluso pérdidas por radiación de energía en la LT.

Cabe destacar que el medidor de potencia no es capaz de compensar estas pérdidas adicionales de potencia, por lo que inicialmente permanece sin corregir. Sin correcciones adicionales, el medidor de potencia mostrará un nivel medido de potencia menor al real, el cual es además función de la frecuencia y que puede alcanzar valores de hasta alrededor de un 10%. Para realizar mediciones de potencia de alta exactitud, se deben tomar en cuenta estos errores, esto es, se deben determinar las pérdidas de potencia en el detector; sin embargo, su determinación no es sencilla y sólo los laboratorios nacionales de metrología desarrollan esta capacidad de medición. En el CENAM, las pérdidas de potencia en un detector de termistor de referencia se determinan mediante el uso de un método primario, específicamente desarrollado para termistores que operan en el alcance en

frecuencia de 10 MHz a 18 GHz. El método primario involucra el uso del principio de sustitución de potencia de RF por potencia de c.c. antes descrito, así como un microcalorímetro para determinar las pérdidas por calentamiento, todo conformando un sistema de medición automatizado.

4. MICROCALORÍMETRO COMO PATRÓN PRIMARIO DE POTENCIA DE RF

En el sentido más amplio, un microcalorímetro de RF es un instrumento que se utiliza para medir el incremento de temperatura de una terminación de RF, en este caso un termistor, al aplicar una potencia de RF [5]. Con esas mediciones es posible estimar la potencia neta absorbida por el termistor y la eficiencia efectiva, η_{eff} , del detector de acuerdo con la ecuación siguiente:

$$\eta_{eff} = \frac{\text{potencia sustituida}}{\text{potencia neta absorbida}} = \frac{P_{CC}}{P_{abs}} \quad (3)$$

El microcalorímetro en LT coaxial con conector tipo-N del CENAM, Figuras 4 y 5, consiste en una LT coaxial térmicamente aislada, un cuerpo de referencia térmica y una termopila con la que se mide el incremento de temperatura relativo de la LT.

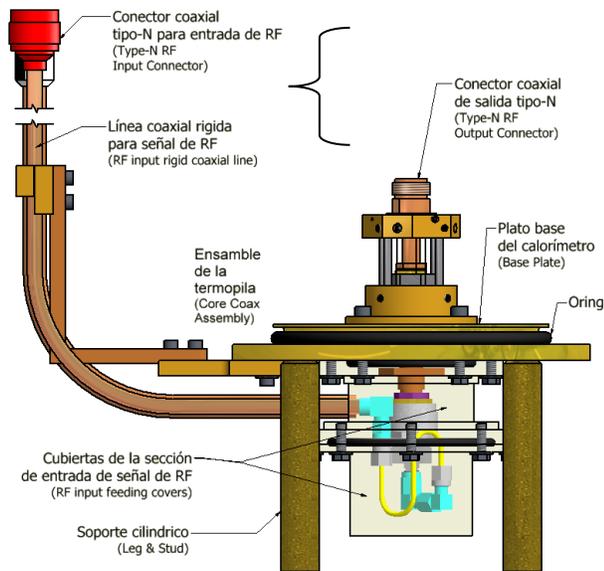


Fig. 4. Esquema del microcalorímetro en LT coaxial tipo N del CENAM para determinar la eficiencia efectiva de un detector de transferencia a termistor.

Con este arreglo y el principio de sustitución de potencia de RF por potencia en c.c., es posible determinar las pérdidas de potencia P_{loss} en un detector de transferencia de tipo termistor, así como su relación con la potencia neta absorbida

P_{abs} . Este detector de transferencia basado en termistor ha sido diseñado expreso para operarse dentro del microcalorímetro; otros detectores de termistor de tipo comercial deben calibrarse contra este detector especial empleando un sistema de calibración adicional.

El proceso de medición con el patrón primario, de manera general, involucra la determinación del aumento de temperatura generado por el detector dentro del microcalorímetro, primero con la señal de RF apagada ($e_{RF,off}$) y luego encendida ($e_{RF,on}$). La medición se realiza con la termopila, la cual consiste en un arreglo de elementos Peltier eléctricamente conectadas en serie, cuya referencia térmica es el cuerpo en forma de anillo que está posicionado de forma concéntrica a la LT.

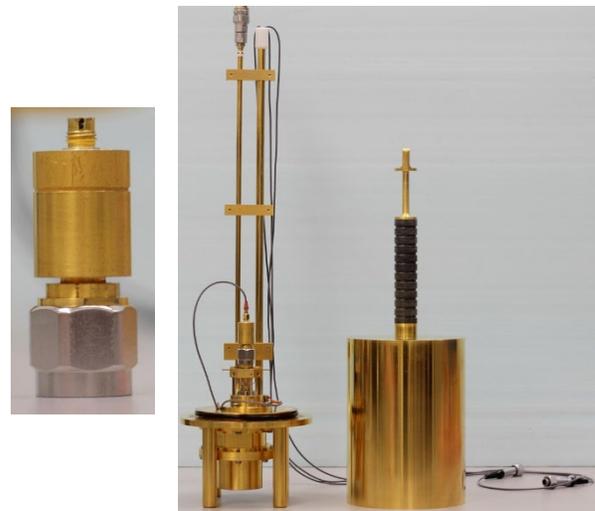


Fig. 5. Fotografía del microcalorímetro en LT coaxial tipo N del CENAM.

Cuando se apaga la energía de RF, el calentamiento de la LT es causado exclusivamente por la potencia de c.c. que polariza al termistor y que lo lleva a una temperatura nominal. Cuando se enciende la señal de RF, la absorción de la potencia de RF provoca un calentamiento adicional. Con los cambios en la temperatura que registra la termopila y en la tensión de polarización de c.c. después de aplicar la potencia de RF, se determina la η_{eff} del detector de transferencia con la ecuación:

$$\eta_{eff} = g\eta'_e = g \frac{1 - (V_{RF,on}/V_{RF,off})^2}{e_{RF,on}/e_{RF,off} - (V_{RF,ON}/V_{RF,OFF})^2} \quad (4)$$

donde g es un factor de corrección por los errores que introduce el patrón primario y la no linealidad de la termopila.

Una vez que se conoce la η_{eff} de un detector de termistor, la indicación del medidor de potencia al cual se conecte ese termistor se puede corregir para cada frecuencia de medición.

En las aplicaciones de T&M, la magnitud que se utiliza para corregir las lecturas de potencia de los medidores es el factor de calibración de los detectores, η_{cal} ; este factor está relacionado con la η_{eff} a través del coeficiente de reflexión del detector, Γ_D , mediante:

$$\eta_{cal} = (1 - |\Gamma_D|^2) \cdot \eta_{eff} \tag{5}$$

El termistor de transferencia que se calibra en el patrón primario tipo-N del CENAM se fabricó especialmente de acuerdo con las especificaciones dadas en [7]. Gracias a que la masa térmica de este termistor está optimizada para su operación dentro del patrón primario, el tiempo promedio para alcanzar el equilibrio termodinámico durante la medición es de aproximadamente 35 minutos por cada valor de frecuencia.

Para minimizar el calentamiento no deseado del detector de transferencia por efecto de las pérdidas de potencia en la LT del patrón primario, la LT del patrón cuenta con un par de secciones de aislamiento térmico tanto en el conductor exterior como en el interior. El flujo de calor que no puede aislarse se determina experimentalmente mediante mediciones auxiliares que dan pie a un factor de corrección del patrón primario, g . Este factor representa la principal fuente de incertidumbre y para el que dedica mucho esfuerzo en su determinación.

Con el método primario de medición de η_{eff} materializado en el CENAM, se realizan calibraciones del termistor de transferencia en el intervalo de frecuencia de 10 MHz a 18 GHz. Esta calibración se encuentra automatizada y típicamente se realiza en 97 puntos de frecuencia, lo cual requiere de varios días para poder realizar varios barridos de frecuencia y asegurar la repetibilidad de las mediciones.

5. PRINCIPALES FUENTES DE LA INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN

Para propósitos del análisis de la incertidumbre, la eficiencia efectiva de la ecuación 4 se puede reescribir como se muestra en 6:

$$\eta_{eff} = g\eta'_{eff} = g \frac{1-(F_V)^2}{f_e-(F_V)^2} \tag{6}$$

en la que F_V es la relación de las tensiones de polarización del termistor y f_e es la relación de tensiones en la termopila del microcalorímetro. En la figura 6 se ilustran las magnitudes de entrada (rectángulos en color verde) en la calibración de η_{eff} y η_{cal} de detectores de potencia, así como las fuentes de incertidumbre de mayor impacto (rectángulos en color naranja) y las fuentes de trazabilidad (rectángulos en color azul). En esta figura se ilustra que la medición de las tensiones de polarización y las de la termopila tienen como fuente de trazabilidad mediciones de tensión en c.c. (magnitud fundamental), la cual se realiza en el CENAM mediante un patrón Josephson.

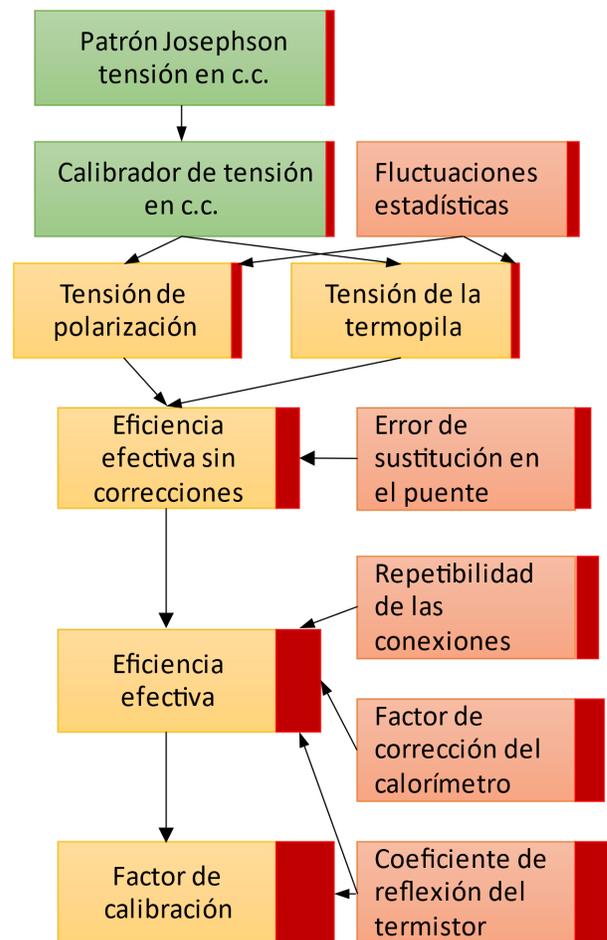


Fig. 6. Contribuciones de trazabilidad e incertidumbre de medición durante la calibración de la eficacia efectiva en el microcalorímetro.

La contribución de cada una de las fuentes de incertidumbre de mayor impacto se indica en forma de barras en color rojo en la figura 6;

adicionalmente, en la tabla 2 se muestran los valores típicos de todas las fuentes que se consideran en la estimación de la incertidumbre de la eficiencia efectiva, $u(\eta_{eff})$ a la frecuencia de 18 GHz.

Cabe señalar que si se compara la incertidumbre de la eficiencia efectiva (4.6×10^{-3}) con la de la tensión en c.c. del patrón Josephson (del orden de 10^{-9}), se puede interpretar como una degradación de 10^6 . Esto se debe a varios efectos y fenómenos característicos de los sistemas que operan en RF, por ejemplo, el desacoplamiento de impedancias, la repetibilidad de las conexiones, la inestabilidad en la generación de la señal de prueba, todos ellos además dependientes de la frecuencia. Desafortunadamente, estos efectos aún no se pueden eliminar con las tecnologías de medición actuales. En todo caso, se requeriría una sustitución de tecnologías y de los métodos para tener una realización de la unidad de potencia de RF con menor incertidumbre.

Tabla 2. Contribuciones a la incertidumbre en la calibración de la eficiencia efectiva de un detector de termistor a 18 GHz.

Fuente de incertidumbre	Tipo	Contribución (k=1)	Distribución
Factor de corrección del microcalorímetro, $u(g)$	B	0.00221	Normal
Tensiones de polarización del termistor, $u(F_V)$	B	0.00001	Rectangular
Tensiones de la termopila del microcalorímetro, $u(f_e)$	A	0.00004	Normal
Potencia de c.c. disipada en el conector de polarización, $u(R_{dc,loss})$	B	0.00035	Rectangular
Error de sustitución de potencia del puente, $u(P_{dc,Type-IV})$	B	0.00003	Rectangular
No linealidad de la termopila, $u(c_n)$	B	0.00010	Rectangular
Fuga de potencia por radiación, $u(L_{RF})$	B	0.00010	Rectangular
Repetibilidad de las conexiones, $u(ran)$	A	0.00060	Normal
$u(\eta_{eff})$		0.0046	Normal

6. CONCLUSIONES

En este artículo se describe cómo se establece el origen de la trazabilidad de las mediciones a partir de una realización primaria en el CENAM de la unidad de potencia eléctrica en RF. El patrón primario y el detector de transferencia basado en termistor son una aplicación tecnológica en el que se combinan un método de sustitución de potencia de RF por potencia de c.c., así como de mediciones

calorimétricas. Esta forma de operar el patrón primario garantiza que la medición de la eficiencia efectiva de un termistor sea completamente trazable a la realización del volt en CENAM; a través de la cadena de trazabilidad metrológica, el resto de todas las mediciones de potencia de RF que se realizan en los laboratorios acreditados en México también lo son. Con esto, se garantiza la confiabilidad de las mediciones y se cumple el requerimiento de trazabilidad a patrones nacionales por parte de los sistemas de gestión de calidad a nivel industrial.

REFERENCIAS

- [1] Ley de Infraestructura de la Calidad (LIC), Diario Oficial de la Federación, 01 de julio, 2020. Disponible en línea en: http://dof.gob.mx/nota_detalle.php?codigo=5596009&fecha=01/07/2020
- [2] SI Brochure: The International System of Units (SI), 9th Edition, Le Bureau international des poids et mesures (BIPM), France, 2019. ISBN 978-92-822-2272-0.
- [3] M. Botello-Pérez, T. P. Crowley, I. García-Ruiz, and H. Jardón-Aguilar, "Characterization of a Type-N Coaxial Microcalorimeter for Use as Microwave Power Standard at CENAM," IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, Vol. 68, No. 2, pp. 558–565, Feb. 2019. DOI: 10.1109/TIM.2018.2843198.
- [4] M. Botello-Perez, J.-Y. Kwon, I. García-Ruiz, and H. Jardón-Aguilar, "2.4 mm Coaxial Microcalorimeter for Use as Millimeter-Wave Power Standard at CENAM," IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, Vol. 68, No. 2, pp. 558–565, Feb. 2019. DOI: 10.1109/TIM.2018.2843198.
- [5] A. Fantom, Radiofrequency and Microwave Power Measurement. London, U.K.: Peter Peregrinus, Ltd., 1990. ISBN: 9780863411205.
- [6] N. T. Larsen, "A new self-balancing DC-substitution RF power meter," in IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. IM-25, no. 4, pp. 343-347, Dec. 1976, doi: 10.1109/TIM.1976.6312239.
- [7] F. R. Clague and R. G. Voris, "Coaxial Reference Standard for Microwave Power," NIST Technical Note 1357, Apr. 1993.

ESTUDIO DE LA HOMOGENEIDAD DEL CAMPO MAGNÉTICO B GENERADO POR UN ELECTROIMÁN

Marco A. Escobar Valderrama, Leonel Lira Cortes, Mario G. Alatorre Moreno
Centro Nacional de Metrología

Carretera a los Cués, km 4.5. El Marqués, Querétaro, 76246, México

Tel. 442-21105-00 al 04

mescobar@cenam.mx ext. 3386, llira@cenam.mx ext. 3414, malatorr@cenam.mx, ext. 3435

Resumen: El aseguramiento metrológico de las mediciones de densidad de flujo magnético o campo magnético \vec{B} , generado por un electroimán, implica conocer entre otros factores, las condiciones bajo las cuales se genera y mide este campo, particularmente su estabilidad y homogeneidad. En este trabajo se presentan los resultados experimentales del estudio realizado de la homogeneidad del campo magnético producido entre los polos del electroimán, para distintos valores de densidad de flujo magnético.

1. INTRODUCCIÓN

La densidad de flujo magnético, llamada también inducción magnética o campo magnético \vec{B} , expresa, como su nombre lo indica, el flujo magnético por unidad de área, que es generado por corrientes eléctricas que circulan a través de circuitos eléctricos. En el Sistema Internacional de Unidades (SI) [1], la unidad de \vec{B} es el tesla (T). La densidad de flujo magnético es una de las propiedades medibles más importantes en metrología magnética para el control de calidad de materia prima y productos acabados en la industria eléctrica, aeronáutica, de autopartes y agroalimentaria, entre otras, así como en el sector salud. Este estudio contribuirá también a otros proyectos más complejos como el de la balanza de Kibble.

La generación de campos magnéticos por corrientes eléctricas fue descubierta por Oersted en 1820, y la descripción matemática de este fenómeno electromagnético se basa en la Ley Circuital de Ampere [2]. Para la generación de un campo magnético \vec{B} se emplean sistemas de generación tales como: solenoides o bobinas de Helmholtz y electroimanes, a través de los cuales se hace circular una corriente eléctrica. La selección del método empleado para la medición del campo \vec{B} depende entre otros factores, del nivel o intensidad del campo \vec{B} a ser medido, la resolución y la incertidumbre de medición requerida. Magnetómetros basados en sensores que detectan tensiones inducidas, como, por ejemplo: bobinas de detección (search coil), sensores de efecto Hall y

sensores con núcleo ferromagnético (fluxgate), así como magnetómetros basados en métodos cuánticos, como teslámetros de resonancia magnética nuclear (RMN), son empleados para medir el campo magnético \vec{B} [3].

Un sistema de generación de campos magnéticos, formado por una fuente de corriente y por un electroimán, genera entre los polos de este último una densidad de flujo magnético dada por:

$$\vec{B} = \mu_0 \vec{H} \quad (1)$$

Donde: $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7}$ H/m, es la permeabilidad magnética del vacío, conocida también como constante magnética [1] y \vec{H} es la intensidad de campo magnético en A/m. En la presente investigación $\mu_{\text{aire}} \cong \mu_0$, por lo que no se necesitan correcciones.

Los campos magnéticos pueden variar en el tiempo y en el espacio, en particular a la variación en el espacio se le denomina homogeneidad del campo magnético, que es la diferencia de valores en distintos puntos en una región del espacio. Por otra parte, la homogeneidad del campo producido entre los polos del electroimán depende entre otros factores de: la geometría de los polos, la no uniformidad de las propiedades magnéticas del material de los polos, de la inclinación de las caras de los polos [3, 4].

En este artículo se evalúa la homogeneidad del campo magnético producido por un electroimán a distintos valores de densidad de flujo magnético, entre 100 mT y 900 mT.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Para este estudio se empleó un electroimán LakeShore-EM7, con polos magnéticos de geometría cilíndrica, con un diámetro de 150 mm, el cual fue alimentado por una fuente de corriente DanFysik. Para la medición de la corriente suministrada al electroimán se midió la caída de tensión en un derivador de corriente Guildline 9211a, empleando un multímetro 3458 y por la ley de Ohm se determinó el valor de la corriente. En la figura siguiente se muestra el diagrama de alimentación y medición correspondientes.

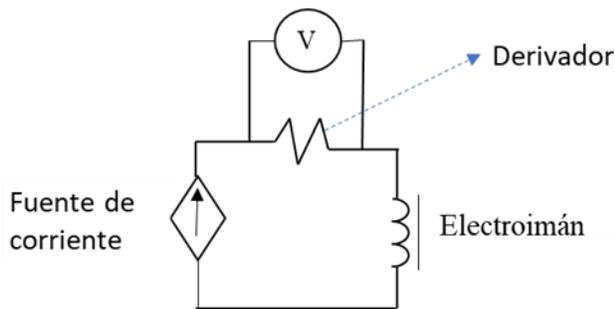


Figura 1. Diagrama de alimentación y medición de la corriente suministrada al electroimán.

El sistema cuenta con dos baños termostáticos de recirculación de agua, para el enfriamiento de la fuente y del electroimán.

Para la medición del campo magnético B, se empleó un teslámetro de efecto Hall, con sonda de flujo transversal, la cual fue colocada entre los polos del electroimán como se ilustra en la siguiente figura:



Figura 2. Sistema empleado para la generación y medición del campo magnético B.

El estudio de la homogeneidad del campo magnético B generado entre los polos del electroimán, se realizó tomando como referencia los ejes cartesianos que se ilustran en la figura siguiente:

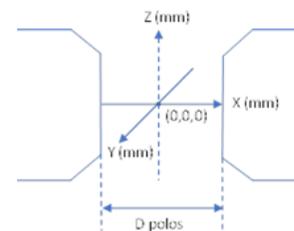


Figura 3. Polos magnéticos y ejes de referencia.

Para el posicionamiento y desplazamiento del sensor entre los polos del electroimán, se empleó un tornillo micrométrico en el eje X y en el eje Y, para el eje Z se adecuó un soporte. Las mediciones se realizaron a diferentes valores de campo magnético, desde 100 mT hasta 900 mT y diferentes separaciones entre los polos. En la tabla 1 se muestra el resumen de las mediciones que se realizaron en el estudio de la homogeneidad del campo B, en los ejes X, Y y Z.

Eje	X		Y		Z		
	± 20 mm	± 10 mm	± 20 mm	± 10 mm	± 20 mm	± 10 mm	
	D_{polos} = separación entre los polos magnéticos, en mm.						
B (mT), nominal	12	18	20	12	18	12	18
100	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
200		✓					
300		✓			✓		✓
400		✓					
500		✓			✓		✓
600		✓					
700		✓			✓		✓
800		✓			✓		✓
900		✓					

Tabla 1. Resumen de los experimentos para determinar la homogeneidad del campo magnético.

3. RESULTADOS

3.1 Eje X

Las mediciones con un valor nominal de campo magnético $B = 100$ mT, se realizaron para diferentes separaciones entre los polos: 12, 18 y 20 mm. El desplazamiento del sensor fue cada 1 mm.

Las mediciones en el eje X se iniciaron con una separación de 12mm, 18mm y 20mm, los resultados del gradiente del campo magnético B, para las separaciones correspondientes, se muestran en la figura 4.

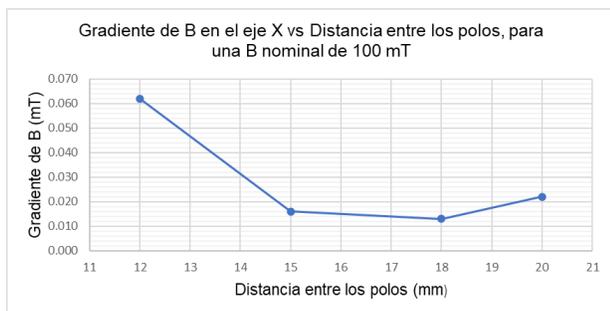


Figura 4. Gradiente del campo magnético para las diferentes distancias de separación

En la figura 4 se muestra el valor del campo magnético al recorrer el sensor desde un extremo del polo al otro extremo (de izquierda a derecha). La corriente eléctrica proporcionada por la fuente fue de 2.627 A para 18 mm y de 2.907 A para 20 mm.

3.2 Eje Y

Comportamiento del campo magnético B en el eje Y, con un valor nominal de campo magnético $B = 100$ mT, con una separación entre los polos de 12 mm. El desplazamiento del sensor fue cada 1 mm, en un intervalo de 40 mm. Los resultados se muestran en la siguiente gráfica.



Figura 5. Gráfica del Campo magnético en función de la distancia, en el eje Y.

En la figura 5 se observa el campo magnético al recorrer el sensor desde un extremo al otro extremo del intervalo de 40 mm. El centro geométrico entre los polos se ubica en 7.5 mm

3.3 Eje Z

Para la coordenada Z se realizó la medición con un valor nominal de campo magnético $B = 100$ mT, con una separación entre los polos de 12 mm. El desplazamiento del sensor fue cada 5 mm, en un intervalo de 40 mm. Los resultados se muestran en la siguiente figura

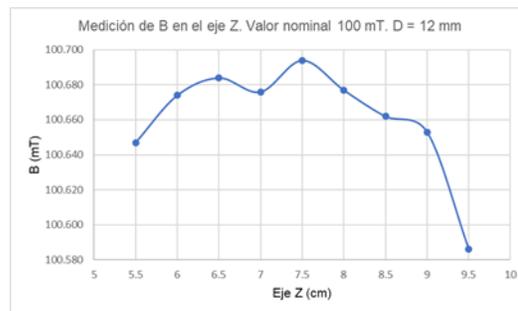


Figura 6. Campo magnético en el eje Z.

En la figura 6 se observa el campo magnético al recorrer el sensor desde un extremo al otro extremo del intervalo de 40 mm.

Con estos resultados se determinaron los parámetros a utilizar en el estudio de la homogeneidad del campo magnético B y experimentalmente se enfrentaron las dificultades al realizar los desplazamientos del sensor en el eje Y y principalmente en el eje Z, ya que para este último no se cuenta con un soporte o base adecuado donde fijar el sensor y después realizar los desplazamientos de éste. Se definió una separación entre los polos de 18 mm, que es una distancia adecuada para alojar la sonda del medidor de resonancia magnética nuclear y algún otro sensor de efecto Hall para calibrar.

Las mediciones se realizaron en un intervalo de campo magnético B de 100 mT a 900 mT, que es el mayor valor en el que se puede operar el sistema de generación de manera segura.

3.4 Estudio de la homogeneidad del campo magnético B en el eje X.

En las figuras siguientes se presentan los resultados de las mediciones para los valores nominales del

campo magnético B: 100, 500 y 900 mT, con una separación entre los polos de 18 mm

a) B = 100 mT

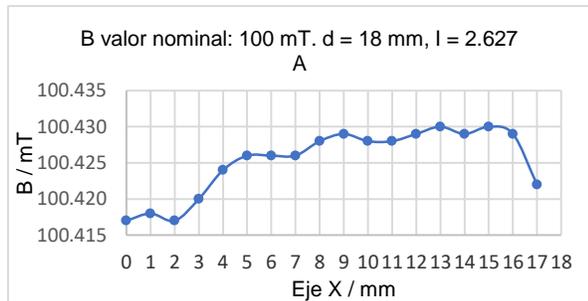


Figura 7. Gráfica del Campo magnético en función de la distancia, para 18 mm de separación

En la figura 7 se observa el campo magnético B al recorrer el sensor desde un extremo del polo al otro extremo (de izquierda a derecha), donde el gradiente de B, en todo el intervalo (B máx. – B mín.) es de 0.013 mT

b) B = 500 mT

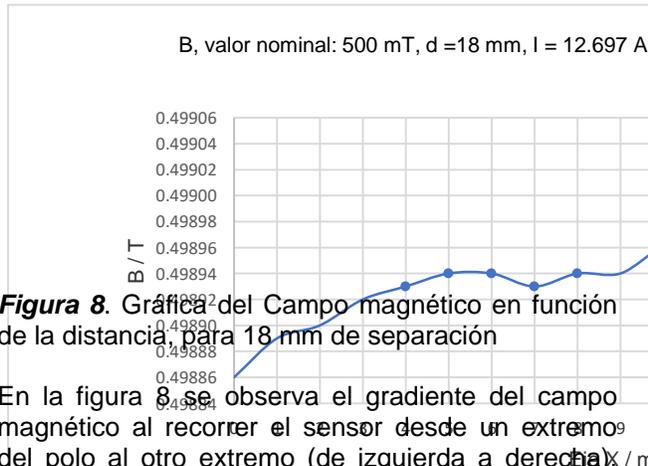


Figura 8. Gráfica del Campo magnético en función de la distancia, para 18 mm de separación

En la figura 8 se observa el gradiente del campo magnético al recorrer el sensor desde un extremo del polo al otro extremo (de izquierda a derecha), para 500 mT, el gradiente de B, en todo el intervalo (B máx. – B mín.) es de 0.18 mT

c) B = 900 mT

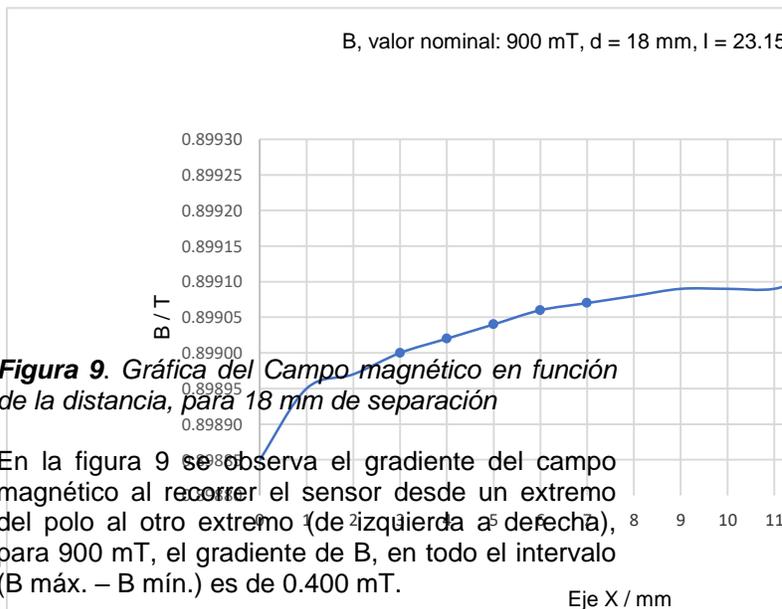


Figura 9. Gráfica del Campo magnético en función de la distancia, para 18 mm de separación

En la figura 9 se observa el gradiente del campo magnético al recorrer el sensor desde un extremo del polo al otro extremo (de izquierda a derecha), para 900 mT, el gradiente de B, en todo el intervalo (B máx. – B mín.) es de 0.400 mT.

En la tabla y gráficas siguientes se muestra el resumen de los resultados que se obtienen para la homogeneidad en el eje X, para una separación entre polos de 18 mm.

Tabla 2. Gradiente de B/ mT, en el eje X, con respecto del centro, para diferentes valores de campo magnético B.

B nominal /mT	En 18 mm	En 12 mm	En 10 mm
100	0.013	0.010	0.005
200	0.042	0.016	0.014
300	0.070	0.040	0.030
400	0.120	0.030	0.020
500	0.180	0.060	0.040
600	0.180	0.090	0.060
700	0.220	0.110	0.070
800	0.330	0.130	0.090
900	0.400	0.120	0.080

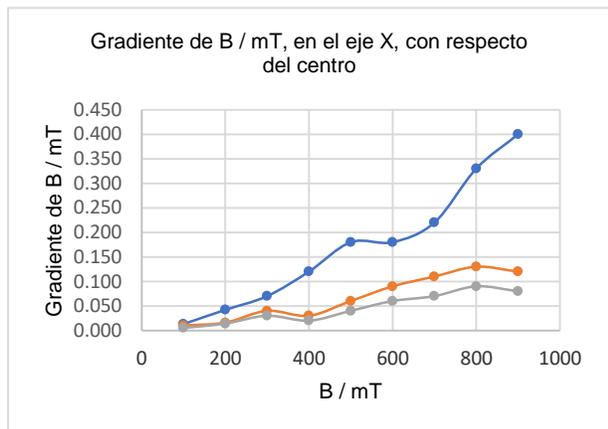
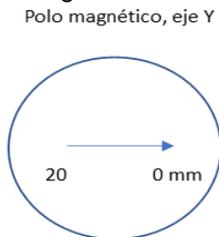


Figura 10. Gráfica del campo magnético en función de la distancia, para 18 mm azul, 12 mm amarillo y 10 mm gris de separación.

3.5 Estudio de la homogeneidad del campo magnético B en el eje Y.

Se midió el gradiente del campo magnético en el eje Y, en los valores de campo magnético de 100, 300, 500, 700 y 800 mT, con una separación entre los polos de 18 mm. El sensor de efecto Hall se colocó en el centro geométrico entre los polos del electroimán.

En una primera medición se midió en un intervalo de 20 mm. El barrido del sensor en el eje Y, se muestra en la siguiente figura:



→ Desplazamiento del sensor Hall, con tornillo milimétrico.

Figura 11. Desplazamiento del sensor Hall

A continuación, se muestran los resultados obtenidos para los valores de campo B = 100 y 800 mT.

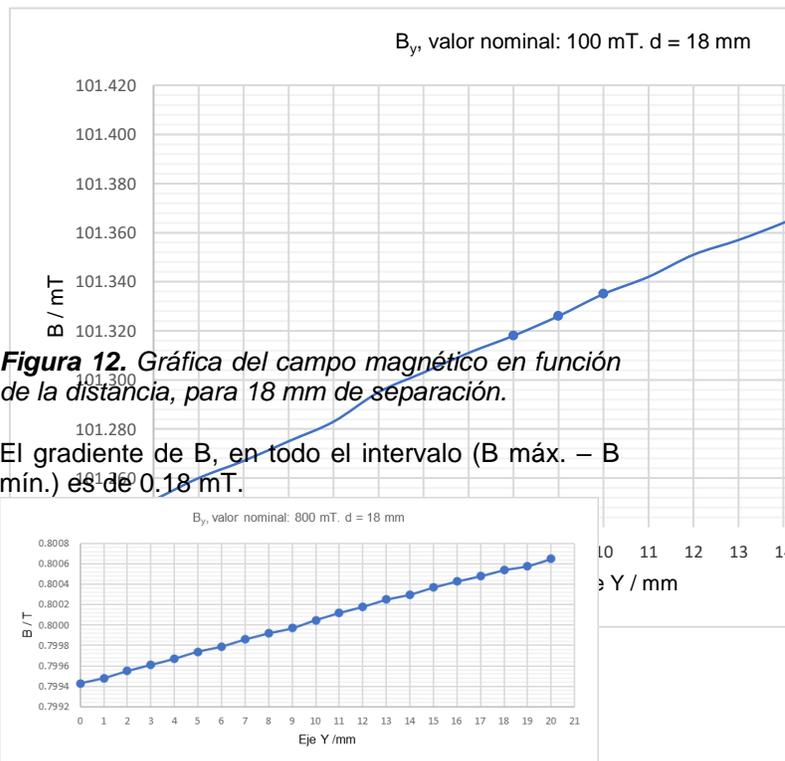


Figura 12. Gráfica del campo magnético en función de la distancia, para 18 mm de separación.

El gradiente de B, en todo el intervalo (B máx. – B mín.) es de 0.18 mT.

Figura 13. Gráfica del campo magnético en función de la distancia, para 18 mm de separación.

El gradiente de B, en todo el intervalo (B máx. – B mín.) es de 1.22 mT.

En la tabla y gráficas siguientes se muestra el resumen de los resultados que se obtienen para el estudio de la homogeneidad en el eje Y, para una separación entre polos de 18 mm.

Tabla 3. Gradiente de B /mT, en el eje Y, con respecto del centro, para diferentes valores de campo magnético B

B nominal /mT	En 20 mm	En 12 mm	En 10 mm
100	0.15	0.10	0.08
300	0.47	0.28	0.23
500	0.71	0.43	0.36
700	1.12	0.68	0.56
800	1.22	0.76	0.63

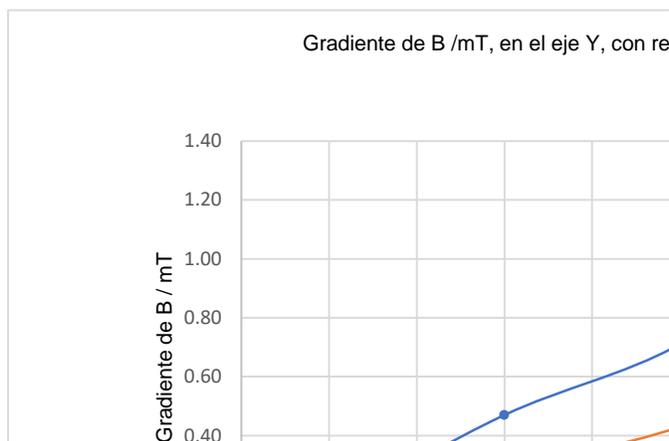
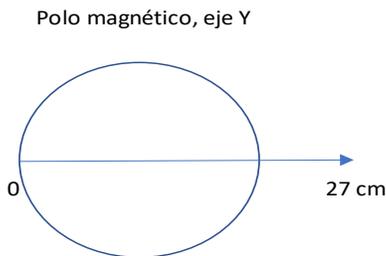


Figura 14. Gráfica del campo magnético en función de la distancia, para 18 mm de separación

En estos experimentos se observó un incremento en el gradiente conforme nos alejamos del centro, por lo que se realizaron dos experimentos más para comprobar si esta no homogeneidad era real o un efecto de borde.

Los experimentos consistieron en medir el campo magnético en el eje Y, hasta una distancia de 27 cm, es decir 25 centímetros más que en los casos anteriores, solo para comprobar nuestra hipótesis. El barrido del sensor en el eje Y, se ilustra en la siguiente figura:



→ Desplazamiento del sensor Hall, cada cm sin tornillo mm.

Figura 15. Desplazamiento del sensor Hall.

Los experimentos se realizaron a 500 mT y a 800 mT, el campo magnético se midió cada centímetro, la separación entre los polos es de 18mm.

Los resultados para 500 mT se muestran en las gráficas siguientes, se empleó una intensidad de corriente de 12.407 A.

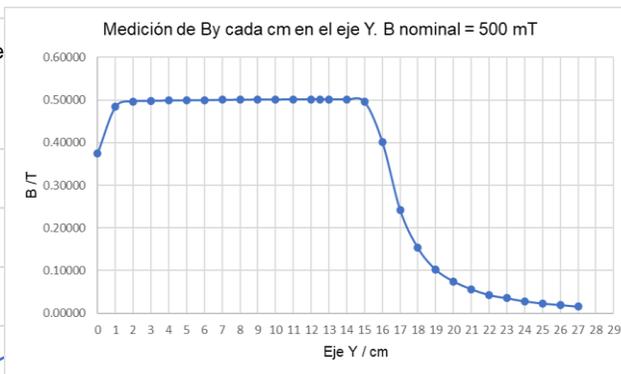


Figura 16. Gráfica del campo magnético en función de la distancia, para 18 mm de separación

Los resultados para 800 mT, se muestran en las gráficas siguientes, se empleó una intensidad de corriente de 20.357 A.

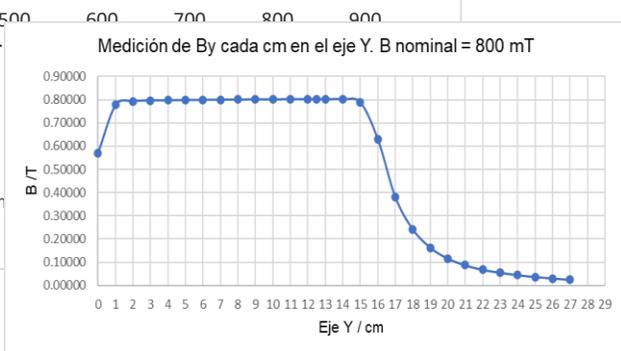


Figura 17. Gráfica del campo magnético en función de la distancia, para 18 mm de separación

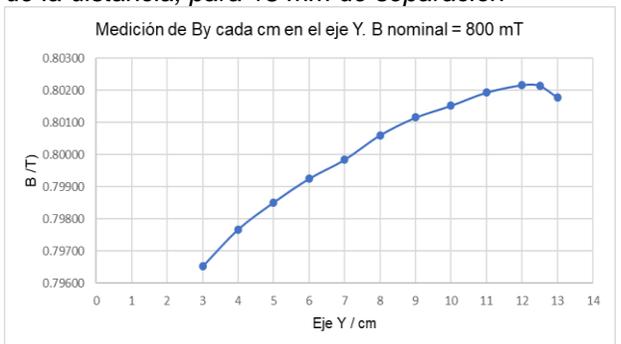


Figura 18. Gráfica del campo magnético en función de la distancia, para 18 mm de separación

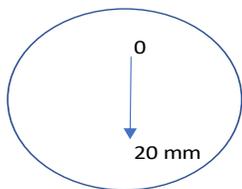
Se observa que el decaimiento del campo fuera del diámetro del electroimán es muy pronunciado, en el interior es similar al comportamiento en el eje x.

3.6 Estudio de la homogeneidad del campo magnético B en el eje Z.

Se midió el gradiente del campo magnético en el eje Z, para los siguientes valores nominales de campo magnético: 100, 300, 500, 700 y 800 mT, con una separación entre los polos de 18 mm. El sensor de efecto Hall se colocó en el centro geométrico entre los polos del electroimán.

El posicionamiento y desplazamiento del sensor en el eje Z representó un reto y se tuvo que adecuar un soporte, los desplazamientos se midieron mediante una regla impresa. El barrido del sensor en el eje Z, se muestra en la siguiente figura:

Polo magnético, eje Z



→ Desplazamiento del sensor Hall, cada 5 mm, sin tornillo mm.

Figura 19. Desplazamiento del sensor Hall en el eje Z.

Las mediciones se realizaron en un intervalo de 20 mm, con respecto del centro geométrico de los polos. A continuación, se muestran los resultados obtenidos para los valores de campo indicados.

La medición del campo magnético B = 100 mT, se realizó cada 5 mm, con una separación entre los polos de 18 mm, con una intensidad de corriente de 2.497. El sensor se desplaza de abajo hacia arriba. El punto marcado en el eje Z como 10 es el centro del electroimán. En la figura se muestran los resultados:

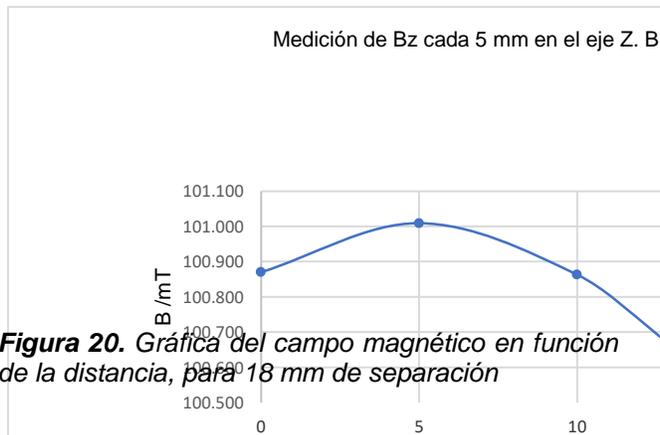


Figura 20. Gráfica del campo magnético en función de la distancia, para 18 mm de separación

En la gráfica siguiente se presentan los resultados obtenidos al desplazar el sensor de arriba hacia abajo, con una intensidad de corriente de 2.577 A:

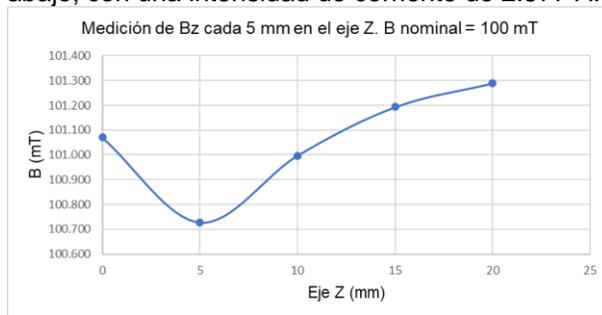


Figura 21. Gráfica del Campo magnético en función de la distancia, para 18 mm de separación.

La medición del campo magnético B = 500 mT se realizó cada 5 mm, con una separación entre los polos de 18 mm, con una intensidad de corriente de 12.427 A. El sensor se desplaza de arriba hacia abajo. En la gráfica siguiente se presentan los resultados obtenidos:

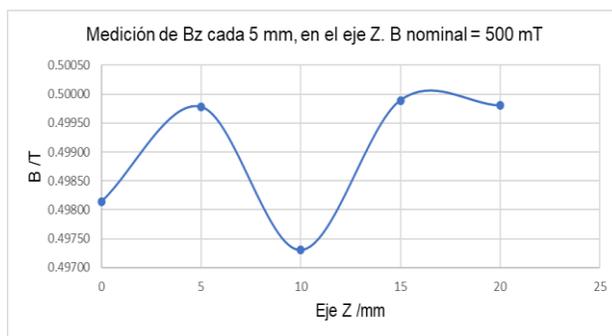


Figura 22. Gráfica del campo magnético en función de la distancia, para 18 mm de separación

Con el propósito de mejorar los resultados obtenidos se cambió la técnica de posicionamiento del sensor Hall. En lugar de desplazar solamente el sensor, éste se saca de su soporte y se ajusta en cada medición. En la gráfica siguiente se presentan los resultados obtenidos:



Figura 23. Gráfica del campo magnético en función de la distancia, para 18 mm de separación.

El gradiente en 20 mm, (B máx - B mín) es de 0.6 T

Para el campo magnético B = 700 mT se realizó con una intensidad de corriente de 17.627 A. El sensor se desplaza de abajo hacia arriba, se saca de su soporte y se ajusta en cada medición. En la gráfica siguiente se presentan los resultados obtenidos:



Figura 24. Gráfica del campo magnético en función de la distancia, para 18 mm de separación

El gradiente en 20 mm, (B máx - B mín) es de 0.7 T

Para el campo magnético B = 800 mT se realizó con una intensidad de corriente de 20.377 A. El sensor se desplaza de abajo hacia arriba, se saca de su soporte y se ajusta en cada medición. En la gráfica siguiente se presentan los resultados obtenidos:



Figura 25. Gráfica del campo magnético en función de la distancia, para 18 mm de separación

El gradiente en 20 mm, (B máx - B mín) es de 0.4 T

4. DISCUSIÓN

Los resultados muestran un comportamiento muy uniforme en la dirección X, en la dirección Y los resultados muestran cierta uniformidad, sin embargo, en la dirección Z se presentó un comportamiento no uniforme, la razón principal de este comportamiento es la forma de desplazar el sensor hall con el que se realizaron las mediciones. Mientras en el eje X se tienen soportes fijos y el desplazamiento se pudo determinar con un

micrómetro que está fijo en los soportes, en la dirección Y se tiene un soporte semifijo y se pudo adaptar el micrómetro para medir los desplazamientos en esta dirección. En la dirección Z la medición se realizó con un soporte improvisado y los desplazamientos se midieron mediante una regla impresa, por lo que estos desplazamientos fueron menos precisos. Dado que el objetivo del experimento fue obtener un mapa de los gradientes en las tres direcciones espaciales en esta primera serie de experimentos, se realizarán las correspondientes correcciones necesarias para mejorar la repetitividad de las mediciones.

5. CONCLUSIONES

Observaciones y conclusiones:

De los resultados se observa una tendencia creciente del gradiente del campo, de un extremo del polo al otro extremo, de izquierda a derecha, para cada valor de campo magnético B. El gradiente del campo puede deberse a diversos factores, como: la inhomogeneidad de la composición química de los materiales de fabricación de los polos magnéticos del electroimán y la planicidad de las superficies de los polos.

Se observa también que los gradientes del campo B disminuyen para distancias menores a 18 mm, con respecto del centro geométrico entre los polos.

La figura 10 muestra el comportamiento del gradiente del campo B, para cada valor nominal del campo. Para todo el intervalo de 18 mm se observa que el gradiente del campo B crece conforme el valor del campo se incrementa de 100 a 900 mT. Se observa también que el gradiente del campo disminuye para distancias menores a 18 mm, con respecto del centro geométrico entre los polos.

Derivado de los resultados obtenidos en el eje X, se puede concluir que la mejor homogeneidad del campo B se tiene en la proximidad del centro geométrico entre los polos del electroimán. Conforme nos alejamos de éste, el gradiente del campo crece.

Para obtener mejores resultados es necesario fabricar distintos dispositivos que permitan asegurar el posicionamiento de la sonda Hall en las tres direcciones.

Es necesario repetir algunos experimentos para poder declarar la uniformidad del campo en el espacio entre los polos del electroimán y asegurar las mediciones de densidad de flujo magnético.

6. REFERENCIAS

- [1] The International System of Units (SI). 9th edition, 2019.
- [2] C. T. A. Johnk. Teoría Electromagnética, Campos y Ondas. Editorial LIMUSA. 1996.
- [3] F. Fiorillo. Measurement and characterization of magnetic materials. ELSEVIER Series in Electromagnetism. 2004.
- [4] K Tsuno, A method for analyzing inhomogeneities of magnetic field in electromagnet. Japanese Journal of Applied Physics. Vol. 17, No 2, February 1978.

CALIBRACIÓN DE FORMAS DE ONDA PARA PRUEBAS DE EMC DE INMUNIDAD DE TIPO CONDUCIDO

Miguel Angel Muñoz Sancén, Israel García Ruíz
Centro Nacional de Metrología

Carretera a Los Cues km 4.5, El Marqués Querétaro C.P. 76246, México
52-442-2110500 ext. 3433 y 3471. e-mail: mmunoz@cenam.mx

Resumen: La calibración de las formas de onda, tienen como objetivo dar trazabilidad metrológica a las mediciones que se realizan en laboratorios de la industria y laboratorios acreditados para realizar ensayos o pruebas de EMC de aparatos electrotécnicos, los cuales evalúan su conformidad con las normas de compatibilidad electromagnética. De esta manera se determina la inmunidad de los dispositivos que se introducen al mercado, brindando confiabilidad a los usuarios e incrementando la calidad de los productos.

1. INTRODUCCIÓN

La Compatibilidad Electromagnética (EMC) es la rama de la tecnología electrónica y de telecomunicaciones que se ocupa de las interferencias entre equipos eléctricos y electrónicos. Se define según la norma de la IEC [1] como: "La habilidad de cualquier dispositivo, aparato, equipo o sistema que funciona con energía eléctrica de forma satisfactoria en su entorno electromagnético y sin producir perturbaciones electromagnéticas intolerables.

Básicamente, en el área de la Compatibilidad Electromagnética se analizan las perturbaciones electromagnéticas que generan o que afectan a los dispositivos, aparatos, equipos o sistemas que funcionan con energía eléctrica para que estos puedan coexistir.

Desde el punto de vista de EMC la perturbación electromagnética degrada el funcionamiento de cualquier dispositivo, aparato, equipo o sistema que funciona con energía eléctrica, la cual produce el fenómeno que se conoce como Interferencia Electromagnética (EMI) [2]. Para que exista un fenómeno de EMI se deben de presentar tres elementos: una fuente generadora de la perturbación, un medio donde este se propaga y un elemento víctima que es afectado por la perturbación y que como consecuencia es interferido.

2. TIPOS DE PRUEBAS DE EMC

Existen pruebas o ensayos de EMC que deben aplicarse a los artículos eléctricos y electrónicos que salen al mercado, las cuales pueden ser del tipo radiado o conducido, pruebas de emisiones o de inmunidad.

En las pruebas de inmunidad conducida existen gran variedad de formas de onda que deben aplicarse a los productos electrónicos, estas formas de onda están especificadas por normas internacionales de la serie IEC 61000, tales como ráfagas de pulsos eléctricos rápidos, pulsos por maniobra o descarga atmosférica, variaciones o interrupciones de tensión eléctrica, onda senoidal amortiguada, descargas electrostáticas, entre otras.

Para la realización de las pruebas en laboratorio, se utiliza un generador de formas de onda de tipo conducido, que emite la forma de onda para que esta se aplique al equipo bajo prueba. Para llevar a cabo pruebas confiables de inmunidad, es necesario conocer el valor de la tensión de la descarga aplicada, la corriente que circula, así como el comportamiento temporal del pulso (su tiempo de subida además de su descenso). De aquí se desprende la importancia de los sistemas de calibración de referencia en el Laboratorio de Compatibilidad Electromagnética del CENAM. En la figura 1 se muestra un ejemplo de configuración de un laboratorio de pruebas.

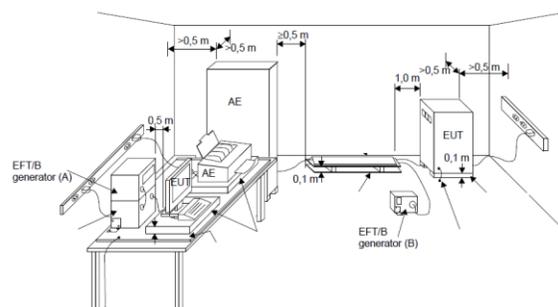


Figura 1. Ejemplo de configuración de un laboratorio de pruebas [3].

3. CARACTERISTICAS DE LAS FORMAS DE ONDA

3.1 Impulsos por maniobra o descarga atmosférica

Las características que debe tener la forma de onda obtenida del generador dependen del tipo de onda prueba que se desee realizar, por ejemplo, los impulsos por maniobra o descarga atmosférica para pruebas de conformidad con la norma internacional IEC 61000 4-5 [3] deben poseer las características indicadas en las tablas 1 y 2.

Tabla 1. Definición de los parámetros de forma de onda 1.2 / 50 μs – 8 / 20 μs [3].

Definiciones	En conformidad con IEC 60060-1		En conformidad con IEC 60469-1	
	Tiempo frontal μs	Tiempo a valor medio μs	Tiempo de subida (10% - 90%) μs	Tiempo de duración (50% - 50%) μs
Circuito abierto Tensión	1.2 \pm 30 %	50 \pm 20 %	1 \pm 30 %	50 \pm 20 %
Circuito cerrado Corriente	8 \pm 20 %	20 \pm 20 %	6.4 \pm 20 %	16 \pm 20 %

Tabla 2. Relación entre tensión pico en circuito abierto y corriente pico en corto circuito [3].

Tensión pico en circuito abierto \pm 10 %	Corriente pico en circuito cerrado \pm 10 %
0.5 kV	0.25 kA
1.0 kV	0.5 kA
2.0 kV	1.0 kA
4.0 kV	2.0 kA

Las formas de onda que corresponden a las pruebas en circuito abierto y circuito en corto de la norma internacional IEC 61000 4-5 [3] se muestran en las figuras 2 y 3, respectivamente.

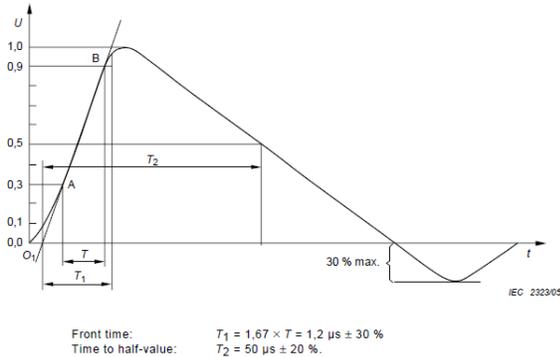


Figura 2. Forma de onda de tensión en circuito abierto 1.2/50 μs a la salida del generador [3].

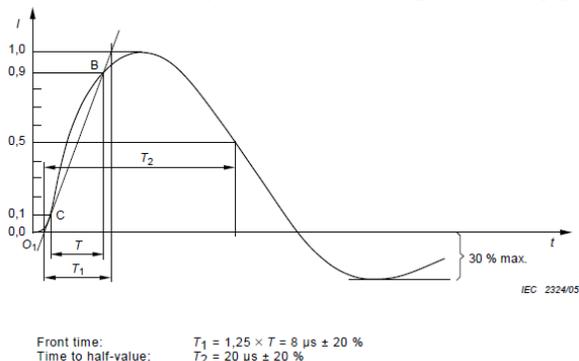


Figura 3. Forma de onda de corriente en circuito cerrado 8 / 20 μs a la salida del generador [3].

3.2 Onda sinusoidal amortiguada

Las formas de la onda sinusoidal amortiguada para pruebas de conformidad con la norma internacional IEC 61000 4-12 [4] deben poseer las características mencionadas en las tablas 3 y 4.

Tabla 3. Definición de los parámetros de forma de onda 0.5 / 10 μs – 1 / 6 μs [4].

Definiciones	Tiempo de subida (10% - 90%) μs	Tiempo de duración del ciclo posterior al primer pico de descarga μs
Circuito abierto Tensión	0.5 \pm 30 %	10 \pm 20 %
Circuito cerrado Corriente	\leq 1	10 \pm 20 %

Tabla 4. Relación entre tensión pico en circuito abierto y corriente pico en corto circuito y del impulso menor en tensión eléctrica y corriente [4].

Tensión pico en circuito abierto \pm 10 %	Amplitud del impulso menor de los niveles de tensión (110% - 40%)	Corriente pico en circuito cerrado \pm 10 %	Amplitud de corriente del impulso menor (110% - 40%)
0.5 kV	0.5 kV	41.7 A	41.7 A
1.0 kV	1.0 kV	83.3 A	83.3 A
2.0 kV	2.0 kV	166.7 A	166.7 A
4.0 kV	4.0 kV	333.3 A	333.3 A

En tanto que la figura 4 ilustra la forma de onda que corresponde a la condición de circuito abierto y circuito en corto de las pruebas indicadas en la norma internacional IEC 61000 4-12 [4].

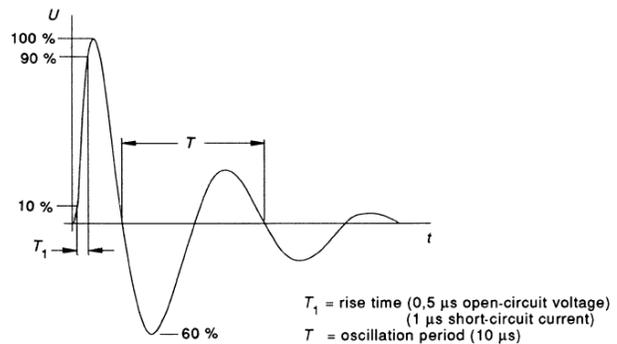


Figura 4. Forma de onda en tensión y corriente del impulso sinusoidal amortiguado según la norma IEC 61000-4-12 [4].

4. CALIBRACIÓN DE LA TENSIÓN ELÉCTRICA

Los parámetros críticos de las formas de onda descritas y que se utilizan en los laboratorios de pruebas se calibran en el laboratorio utilizando un osciloscopio cuyos valores medidos tienen trazabilidad metrológica a los patrones nacionales correspondientes. Los niveles de tensión a medir con el osciloscopio dependen de los niveles que entrega el generador de formas de onda una vez que pasa a través del sistema de medición. En el laboratorio de EMC del CENAM se calibra el osciloscopio periódicamente con base en las tensiones eléctricas

requeridas en las formas de onda que se generan. Con este propósito, se realizó la calibración de los niveles de tensión eléctrica que se muestra en la tabla 5.

Tabla 5. Calibración del osciloscopio en tensión eléctrica continua.

Tensión del Calibrador V	Promedio V	Error directo del osciloscopio V	Error relativo del osciloscopio V/V	Error relativo del calibrador V/V	Incertidumbre del error relativo del calibrador K=2 V/V	Incertidumbre relativa del osciloscopio K=2 mV/V
0.04	0.03958889	0.00037431	0.009446134	0.0009210	0.0000857	28.7
0.05	0.04968525	0.000276048	0.005551619	0.0007750	0.0000720	23.8
0.06	0.05921162	0.000748378	0.012630506	0.0006640	0.0000480	19.6
0.07	0.07030978	-8.08764E-05	-0.00154043	0.0005870	0.0000457	16.5
0.08	0.08022955	-0.000271054	-0.003376738	0.0005190	0.0000300	15.4
0.09	0.08982174	0.000134956	0.001501763	0.0004810	0.0000220	13.4
0.1	0.09925334	0.000705059	0.007100658	0.0004160	0.0000220	9.1
0.2	0.20024562	-0.000293618	-0.00146594	0.0002401	0.0000080	8.3
0.3	0.29554919	0.004369312	0.014779628	0.0002717	0.0000116	0.8
0.4	0.39475511	0.005157086	0.013061107	0.0002195	0.0000120	0.8
0.5	0.4965543	0.003349004	0.006743174	0.0001934	0.0000116	1.0
0.8	0.79286481	0.007017194	0.008849112	0.0001475	0.0000110	0.3
0.9	0.8939782	0.005914798	0.006615475	0.0001189	0.0000062	1.6
1.1	1.09373743	0.006167473	0.005638407	0.0000865	0.0000046	0.4
1.2	1.19457203	0.005296968	0.004433711	0.0001092	0.0000108	0.2
1.4	1.3901611	0.009724903	0.006994949	0.0000814	0.0000046	0.2
1.5	1.49098727	0.008856734	0.005939559	0.0001040	0.0000106	1.5
1.6	1.59228505	0.007552951	0.004742984	0.0001013	0.0000106	0.1
1.8	1.79339898	0.006457021	0.003600148	0.0000800	0.0000046	0.4
2.4	2.39977071	-8.71089E-06	-3.62952E-06	0.0000992	0.0000108	0.2
2.8	2.79494772	0.004834284	0.001729516	0.0000779	0.0000046	0.2
3.0	2.99702854	0.002692463	0.000898294	0.0000930	0.0000110	0.2
3.2	3.19874909	0.000692907	0.000300999	0.0000900	0.0000110	0.1
4.5	4.49506322	0.004564783	0.001015426	0.0000827	0.0000108	1.7
6	6.00030491	-0.00078891	-0.000131468	0.0000807	0.0000106	0.2

5. CALIBRACIÓN DEL TIEMPO

La calibración de los valores de tiempo que se miden con el osciloscopio está dirigida a cubrir los parámetros temporales de las formas de onda, estas formas de onda se reproducen por medio de un generador. En el laboratorio de EMC del CENAM se generan señales que posean los parámetros temporales necesarios para la calibración de formas de onda.

Se realizó la calibración de los valores de tiempo requeridos por las características de la forma de onda, así como si éstas son en circuito abierto o corto circuito, todo conforme a lineamientos indicados en las normas internacionales IEC 61000 4-5 [3] e IEC 61000 4-12 [4].

Se calibraron los valores de tiempo de la forma de onda de impulso por maniobra o descarga atmosférica en circuito abierto y circuito cerrado 1.2 / 50 μ s – 8 / 20 μ s respectivamente en conformidad con la norma IEC 61000 4-5 [3]. Los resultados se muestran en la tabla 6.

Tabla 6. Calibración del osciloscopio en la función de tiempo para medición del impulso por maniobras o descargas atmosféricas en circuito abierto y corto circuito.

Modalidad	Duración del pico inicial del 30 % al 90 % en circuito abierto y del 10 % al 90 % en circuito cerrado μ s	Incertidumbre de la duración del intervalo de tiempo del pico inicial μ s	Duración al 50 % del descenso μ s	Incertidumbre de la duración al 50 % del descenso μ s
Circuito abierto	1.2	2×10^{-3}	49.9	2×10^{-3}
Circuito cerrado	8	6×10^{-3}	19.9	2×10^{-3}

Se calibraron los valores de tiempo de la forma de onda sinusoidal amortiguada en circuito abierto y circuito cerrado .5 / 10 μ s – 1 / 6 μ s respectivamente conforme se indica en la norma IEC 61000 4-12 [4]. Los resultados se muestran en la tabla 7.

Tabla 7. Calibración del osciloscopio en la función de tiempo para medir la onda sinusoidal amortiguada en circuito abierto y corto circuito.

Modalidad	Duración del pico inicial del 10 % al 90 % en circuito abierto y circuito cerrado μ s	Incertidumbre de la duración del pico inicial del 10 % al 90 % μ s	Duración del ciclo μ s	Incertidumbre de la duración del ciclo μ s
Circuito abierto	0.5	2×10^{-3}	10	2×10^{-3}
Circuito cerrado	1	2×10^{-3}	6	2×10^{-3}

6. CONCLUSIONES

La calibración de los parámetros críticos de las formas de onda utilizadas en pruebas de inmunidad de Compatibilidad Electromagnética de tipo conducido permite dar trazabilidad metrológica a mediciones realizadas en la industria mexicana y contribuir a incrementar la confiabilidad de pruebas o ensayos en conformidad con normas internacionales de la serie IEC 61000. Con esto se impulsa la competitividad e inclusión de productos tecnológicos de mejor calidad en mercados globales, obteniendo resultados y emprendiendo acciones que promueven la mejora tecnológica a nivel global y el incremento de la calidad en productos eléctrico-electrónicos que recibe el usuario final.

REFERENCIAS

- [1] Norma IEC 61000-1: More on EMC Terminology, IEEE transactions on electromagnetic compatibility.
- [2] H. Schantz, Introduction to ultra-wideband antennas. Ultra-Wideband Systems and Technologies, 2003 IEEE Conference on. 16-19 Nov. 2003.
- [3] Norma IEC 61000-4-5, Testing and measurement techniques, surge immunity test edition 2.0 2005-11.
- [4] Norma IEC 61000-4-12, Electromagnetic compatibility (EMC) – Part 4-12: “Testing and measurement techniques – Ring wave immunity test”, edition 3.0, 2017-07.
- [5] The International System of Units (SI), Bureau International de Poids et Mesures, 8th Edición 2006.
- [6] JCGM 100:2008 (GUM 1995 with minor corrections) Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement, BIPM. First edition September 2008.

ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL PATRÓN DE TENSIÓN ELÉCTRICA CONTINÚA BASADO EN EL EFECTO JOSEPHSON PROGRAMABLE

Jesús Medina Mejía, Marco Antonio Rodríguez Guerrero
 Centro Nacional de Metrología, CENAM
 Carretera a Los Cués km 4,5. El Marqués, Qro. C.P. 76241
 Tel.: (442) 211-0500, Fax: (442) 215-3904
 correo electrónico: jemedina@cenam.mx, mrodrigu@cenam.mx

Resumen: Se presenta la metodología para estimar la incertidumbre del patrón de tensión eléctrica continua basado en el Patrón del Efecto Josephson Programable (PEJP) mantenido en el CENAM. Se identifican las contribuciones de incertidumbre debidas a efectos sistemáticos dependientes de la tensión eléctrica y aquellos de naturaleza independiente. Se realiza una evaluación de los valores de incertidumbre que son significativos para el mensurando definido a partir de los valores de tensión eléctrica que se generan con el PEJP. Se presentan siete componentes de incertidumbre de propiedades medibles asociadas al PEJP, obteniendo una incertidumbre en tensión eléctrica de $\pm 4.8 \text{ nV}$ a 1σ , para un valor de referencia de 10 V , lo cual representa 4.8 partes en 10^{-10} .

1. INTRODUCCIÓN

El volt y el ohm son actualmente las unidades eléctricas a partir de las cuales se derivan muchas otras unidades eléctricas del Sistema Internacional de Unidades (SI). De ambas se obtienen las unidades de tensión en corriente alterna, intensidad de corriente continua y alterna, potencia, energía, entre otras. En México, desde 2019 se reproduce el volt mediante el patrón de tensión eléctrica en corriente continua, el cual basa su funcionamiento en el efecto Josephson programable. La primera estimación de la incertidumbre de este patrón se muestra en el presente trabajo, se realizó en 2021 en base a un método general [1] que cumple con la GUM [2].

1.2. Principio físico del Patrón de Efecto Josephson Programable y su mensurando asociado

El patrón de tensión eléctrica en corriente continua se basa en el efecto Josephson, Este fenómeno cuántico predicho por Brian Josephson en 1962 [3] se presenta cuando dos superconductores separados por un aislante delgado (conjunto llamado unión Josephson), se irradian con una señal de microonda tal como lo muestra la figura 1.

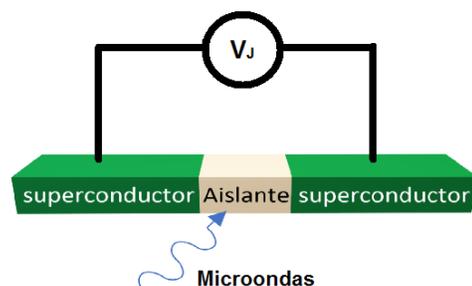


Figura 1. Efecto Josephson

En un estado de superconductividad a temperatura de 4 K se genera una tensión continua cuantizada definida por

$$V_J = \frac{nf}{K_J} \quad (1)$$

donde n es un número entero, K_J es la constante Josephson cuyo valor es exactamente $483597.848416984 \text{ GHz / V}$, este valor se estableció el 20 de mayo del 2019 en la redefinición del SI, y f es la frecuencia de la microonda. El mensurando permite simplificar el concepto de la unión Josephson a un convertidor de frecuencia a tensión. La relación que establece el mensurando entre la tensión eléctrica y la frecuencia permite la realización de la unidad de tensión eléctrica con un alto nivel de

exactitud basados en el hecho de que la frecuencia es una propiedad física medible con niveles de incertidumbre de algunas partes en 10^{-15} [4]. Al irradiar una unión Josephson en estado superconductor con una señal de microondas de 18.3 GHz se generan niveles de tensión eléctrica de 37.8 μ V. Para disponer de niveles de tensiones eléctricas de mayor amplitud, es posible agrupar uniones Josephson en arreglos serie en un solo circuito integrado, dicho agrupamiento es conocido como arreglo Josephson. Particularmente, el arreglo con el que cuenta el CENAM para el Patrón del Efecto Josephson Programable (PEJP) contiene 265,116 uniones Josephson, con lo que es posible generar tensiones de referencia en niveles discretos dentro del intervalo de ± 10 V.

El PEJP del CENAM es un sistema híbrido compuesto por instrumentación comercial y por tecnología de medición hecha a medida y desarrollada en el CENAM [5]:

- *Chip* semiconductor que contiene los arreglos de efecto Josephson Programable fabricado por el NIST para tensión eléctrica con alcance de ± 10 V
- Generador de microondas Agilent E8257D con sincronía de tiempo externa (amarrado en fase con un reloj atómico de cesio)
- Amplificador de microondas Agilent 83020A
- Guía de microondas y criostato
- Fuente de polarización basada en 23 canales de corriente continua desarrollada por el por CENAM
- Detector de nulos basado en un multímetro digital de 8½ dígitos Hewlett-Packard 3458A

1.3. Descripción del mensurando y el método de calibración implementado para patrones de tensión eléctrica basados en diodos zener

Una de las aplicaciones que el patrón nacional de tensión eléctrica continua atiende de manera directa es la calibración de referencias electrónicas en base al diodo Zener. Para explorar las capacidades del patrón nacional de tensión eléctrica continua es necesario determinar el valor de su incertidumbre asociada en el uso del patrón en un servicio de calibración de tensión eléctrica continua.

El método de medición seleccionado es a partir de mediciones diferenciales que permite determinar con la menor incertidumbre la tensión V_{DUT} del instrumento bajo calibración a partir de una comparación directa contra la tensión eléctrica de

referencia del PEJP, V_J , a partir de la diferencia de tensión V_{DVM} medida con un detector de nulos basado en un voltmetro de muestreo digital de 8 ½ dígitos [6]. El método de medición considera la minimización de fenómenos termoeléctricos espurios a través de un método de inversión, ver figura 2.

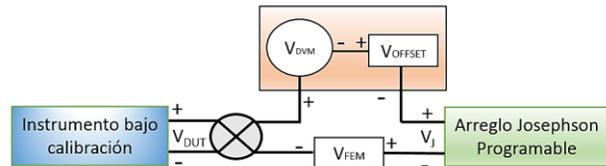


Figura 2. Medición diferencial con inversión de polaridad.

El primer grupo de mediciones del instrumento bajo calibración está dado por:

$$V_{DUT} = V_{J+} + V_{DVM1} + V_{FEM1} + V_{OFFSET1} \quad (2)$$

A continuación, se invierte la polaridad del instrumento bajo calibración mediante un inversor de polaridad automático, se aplica una tensión inversa en el arreglo Josephson, y se realiza una segunda medición dada por:

$$-V_{DUT} = -V_{J-} + V_{DVM2} + V_{FEM2} + V_{OFFSET2} \quad (3)$$

En condiciones estables se considera que los efectos termoeléctricos y el offset del voltmetro son aproximadamente del mismo valor, por lo que se estima que $V_{FEM1} = V_{FEM2}$, y $V_{OFFSET1} = V_{OFFSET2}$. Haciendo un promedio aritmético y combinando las ecuaciones (2) y (3) para V_{DUT} se obtiene el mensurando para la tensión eléctrica de salida del instrumento bajo calibración que es independiente de V_{FEM} y $V_{OFFSET2}$. La ecuación (5) muestra la definición del mensurando ligado directamente a los valores de referencia del PEJP establecido en el CENAM. En la ecuación (5) se aprecian las propiedades medibles de entrada para la determinación del valor de un patrón de tensión eléctrica continua basado en un diodo Zener. Estas variables de entrada definen las componentes de incertidumbres del sistema de medición de referencia basado en el PEJP.

$$V_{DUT} = \frac{V_{J+} + V_{J-} + V_{DVM1} - V_{DVM2}}{2} \quad (4)$$

$$V_{DUT} = \frac{n \cdot f}{K_J} + \frac{V_{DVM1} - V_{DVM2}}{2} \quad (5)$$

2. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE

2.1. Identificación de fuentes de incertidumbre

A partir de la ecuación (5) y de las propiedades medibles de entradas se presentan las componentes de incertidumbre significativas para un sistema de medición de referencia de tensión eléctrica continua basado en el PEJP en la Tabla 1

1. Corriente de polarización, Offset, impedancia, no linealidad y ruido del Vóltmetro.
2. Potenciales termoeléctricos sistemáticos
3. Error en la ganancia del Vóltmetro
4. Estabilidad de la frecuencia de referencia del PEJP
5. Corriente de fuga en el lazo de medición

Tabla 1. Componentes significativas de incertidumbre en un PEJP

Los componentes 4 y 5 en la tabla 1 dependen de la tensión de referencia provista por el PEJP y se evalúan considerando efectos de sensibilidad en el mensurando a partir de cambios extremos en dichas componentes, se presenta el caso de generación y medición de 10 V con el PEJP. Las componentes del 1 al 3 son conocidas como componentes de incertidumbre por compensación de cero y se consideran como incertidumbre tipo A.

2.2 Estimación componentes de incertidumbre

2.2.1. Incertidumbre tipo A

Considérese el caso hipotético en el cual se usa el PEJP para obtener N mediciones V_i de la tensión de salida de una referencia de tensión (instrumento bajo calibración) ideal, invariante en el tiempo y que tiene un valor exacto definido V_r . Tal referencia de tensión no existe en la realidad, sin embargo, una referencia de tensión cercana a esta definición es un valor de tensión cero $V_r=0$. Dicho valor se implementa mediante un cortocircuito a temperatura de cuarto con mínima variación termodinámica. Cuando se usa un valor de tensión eléctrica de cortocircuito, cualquier valor no nulo de V_i que se obtenga representa un error del sistema de medición, y la incertidumbre estándar combinada U_z de las mediciones del cortocircuito está dada rigurosamente por la raíz media cuadrática del conjunto de errores de V_i respecto a V_r .

El mejor estimador posible para la determinación de la estabilidad del valor de tensión eléctrica de corto circuito es a partir de la desviación de Allan del detector de nulos utilizando el método descrito en [7] para tiempos de muestreo de 1 s en una ventana de medición de 30 minutos.

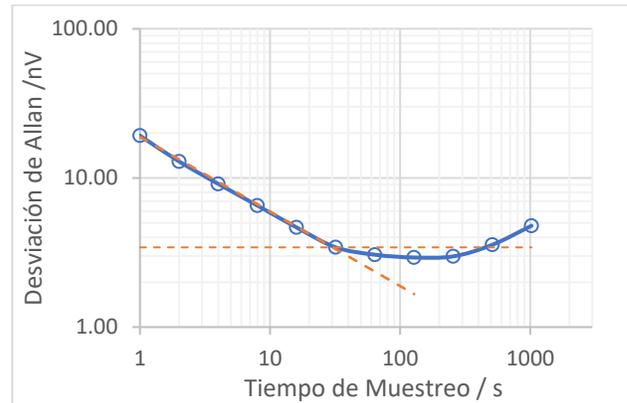


Figura 3. Desviación de Allan para valor de referencia cero, con un tiempo de muestreo de 1 segundo.

La desviación de Allan en el régimen de ruido blanco es equivalente a la desviación estándar de la media como se muestra en la figura 3.

El ruido de fondo 1/f se estima como la desviación media de Allan para el tiempo de muestreo de 30 s y superior, este representa la incertidumbre tipo A obtenida con del vóltmetro de 8 ½ dígitos usado como detector de nulo y es de $u_z = 3.4 \text{ nV}$.

2.2.2 Incertidumbre por error de Ganancia del Vóltmetro-Tipo A

Para la calibración de la ganancia del detector se utilizó el PEJP conectado de manera directa al Vóltmetro. Se usa la escala de 100 mV del detector con incrementos escalonados de 1 mV usando valores de referencia del PEJP, obteniendo los resultados como se muestran figura 4.

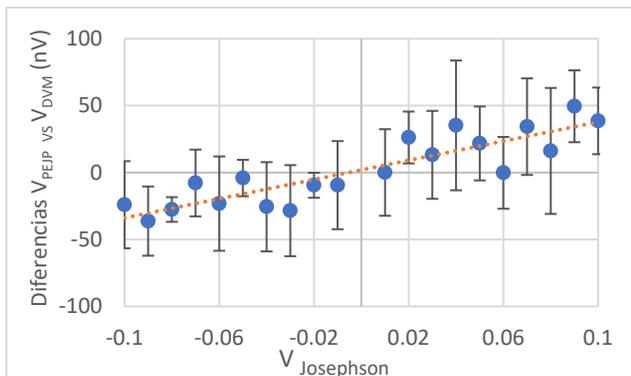


Figura 4. Ganancia del Voltmetro en la escala de 100 mV medido con el Patrón Josephson Programable.

La aproximación lineal de la ganancia se realizó diez veces, siendo el valor medio de la ganancia y su correspondiente incertidumbre tipo A es de $\alpha = 1.000\ 000\ 358 \pm 0.000\ 012$.

La incertidumbre en la corrección de la ganancia se estima como

$$u_D = \frac{u_\alpha \times \Delta U}{\sqrt{3}} \tag{6}$$

Donde ΔU es la mayor diferencia de tensión medida entre el PEJP y una referencia Zener, si se asume una distribución estadística rectangular ($U = 490\ \mu V$), se obtiene una incertidumbre por desviaciones en la ganancia del intervalo 100 mV del detector de nulos como:

$$u_D = \frac{u_\alpha \times \Delta U}{\sqrt{3}} = \frac{0.000012 \times 490\ \mu V}{\sqrt{3}} = 3.4\ nV \tag{7}$$

Esta estimación representa la estimación de la desviación de la ganancia en relación con el valor lineal del intervalo seleccionado.

2.2.3. Incertidumbre por desviaciones en frecuencia de referencia (para señal de microondas)- Tipo B

El patrón de PEJP del CENAM genera una tensión de referencia a partir de una señal de microondas de aproximadamente 18.3 GHz, esta señal de microondas está gobernada y sincronizada a una señal de referencia de $f_0 = 10\ MHz$ que se obtiene de un reloj atómico de cesio trazable al patrón nacional de tiempo y frecuencia. La desviación fraccional de la

frecuencia de referencia de 10 MHz respecto a su valor nominal está caracterizada por:

$$\begin{aligned} \Delta f_{ref} &= (5.46 \times 10^{-14} \pm \sigma_y(\tau))f_0 \tag{8} \\ &= (5.46 \times 10^{-7} \pm 1.75 \times 10^{-5})\ Hz \end{aligned}$$

La frecuencia de microondas que polariza al PEJP para generar 10 V es de 18.837855840 GHz con una potencia de -11.3 dBm esta es producida por el Generador de Microondas E8257D, la medición de la estabilidad de este generador de microondas se realizó con un analizador/contador CNT-91 el cual se configuro con un tiempo de apertura de 1.6 segundos que equivale al tiempo de 1 lectura con el voltmetro a NPLC 100, el diagrama de medición se muestra en la figura 5.

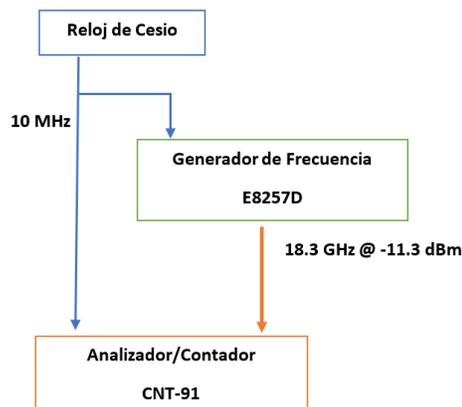


Figura 5. Diagrama de medición de la generación de microondas (18.3 GHz) para obtener 10 V con el Patrón de Efecto Josephson Programable.

La incertidumbre asignada a la precisión de la frecuencia se deriva del gráfico de desviación de Allan (Figura 6) para un tiempo de observación de $\tau = 100\ s$, que corresponde al intervalo de tiempo requerido para obtener un punto de medición.

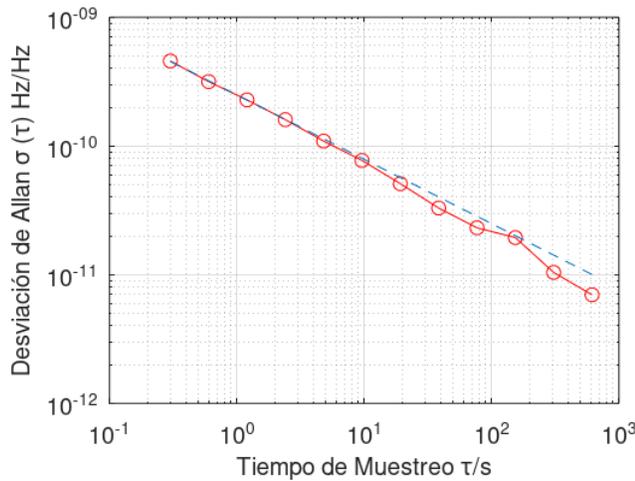


Figura 6. Desviación de Allan de la frecuencia de microondas que polariza el Patrón de Efecto Josephson Programable.

La incertidumbre correspondiente que contribuye a la generación de voltaje del PEJP relacionado con la precisión de frecuencia del generador de microondas es de

$$u_F = 2.8 \times 10^{-11} \times 10 \text{ V} = 0.3 \text{ nV} \quad (9)$$

Dado que $u_F \gg \Delta f_{ref}$ para la medición de una tensión eléctrica de $V_r = 10 \text{ V}$, la incertidumbre de la frecuencia está dominada por el generador de microondas y no por la señal de referencia de 10 MHz como es de esperarse.

2.2.4. Incertidumbre por corriente de fuga- Tipo B

La corriente de fuga del PEJP se define como la corriente eléctrica que se conduce a través de los aislantes de los conductores a tierra en relación con el valor de tensión eléctrica generado. En principio entre los conductores que definen las tensiones eléctricas del circuito de medición y la tierra física no debiese conducir corriente en las siguientes condiciones: 1) los conductores tienen resistencia infinita, y 2) el sistema se encuentra aterrizado en un único punto físico. Bajo ciertas condiciones de medición, esta resistencia puede producir un error sistemático de tensión en la salida del PEJP. En particular, si la tensión de valor menor en el arreglo Josephson está conectada a tierra, por ejemplo, en una medición de comparación directa con otro PEJP, entonces la resistencia de fuga reducirá la tensión de salida del PEJP, U , por un error de voltaje sistemático, e , basado en la siguiente fórmula:

$$e = \frac{U \cdot r_m}{R_L} \quad (10)$$

donde r_m es la resistencia de los aislantes de los cables de salida y R_L es la resistencia de fuga del PEJP (figura 3).

La fuente de polarización y la fuente de alimentación del PEJP, por definición, siempre contribuirán al error de la resistencia de fuga. La corriente de fuga a tierra de un PEJP es muy difícil de determinar ya que las corrientes a tierra dependen de una combinación de tensiones eléctricas y resistencias a lo largo y ancho del sistema de medición. En el caso del PEJP, el lazo a tierra a través de la fuente de polarización y su fuente de alimentación deben tenerse en cuenta en el presupuesto de incertidumbre. Por el contrario, esta ruta no existe para un patrón Josephson convencional, porque la fuente de polarización se desconecta físicamente del arreglo Josephson durante el proceso de medición. La fuente de polarización del PEJP debe estar operando de manera continua durante la generación de valores de referencia del PEJP.

Se midió la resistencia de fuga a tierra del PEJP utilizando una configuración de medición (figura 7) previamente desarrollada y probada en BIPM [8,9].

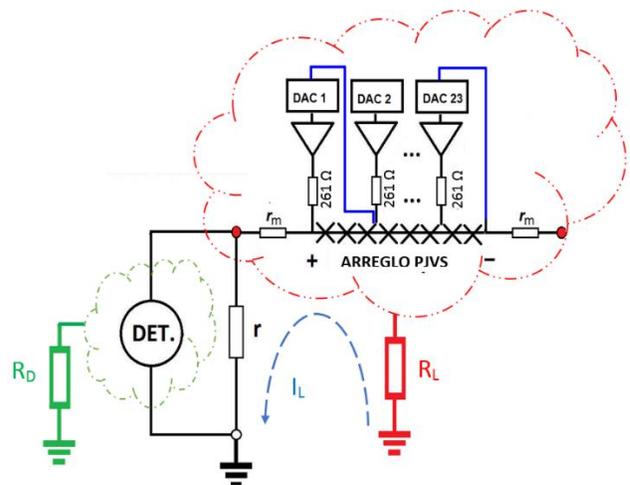


Figura 7. Diagrama del experimento para la determinación de la resistencia de fuga del PEJP

Un resistor físico r de 1 kΩ está conectada desde la salida positiva del arreglo Josephson a tierra y la salida negativa del arreglo Josephson, a un potencial U , dejándola abierta para forzar a que el único camino eléctrico a tierra sea a través de una de las resistencias de fuga R_i , donde R_i representa no solo

la resistencia de aislamiento de los cables de medición R_L , sino también la resistencia de fuga a tierra de la fuente de polarización a través de las tarjetas de tensión DAC de polarización del chip del PEJP y la fuente de alimentación de estas. R_D corresponde a la resistencia de fuga del detector y r_m a la resistencia de uno de los cables de par trenzado de la salida de voltaje.

Un nanovoltmetro con una alta impedancia de entrada mide la dependencia voltaje-tiempo a través de la resistencia r mientras que el voltaje de salida del PEJP cambia alternativamente de $+U$ a $-U$ y de $-U$ a $+U$. En la figura 8 se presenta un ejemplo registrado para cada polaridad.

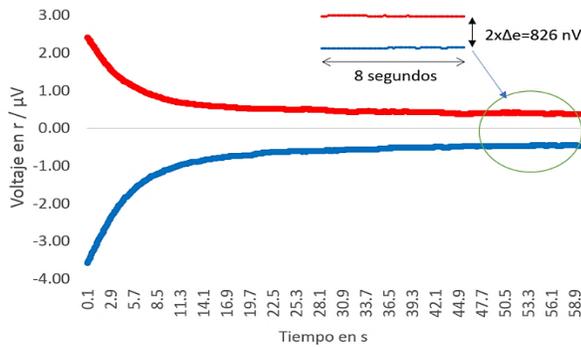


Figura 8. Ejemplo del voltaje registrado a través de la resistencia r de $1\text{ k}\Omega$ cuando cambia de polaridad positiva (+10 V) y negativa (-10 V).

Las formas de las curvas se deben a la descarga de la capacitancia eléctrica presente en el circuito y al almacenamiento dieléctrico en los capacitores. En un tiempo de 60 segundos después de una inversión de polaridad, la corriente de fuga alcanza un valor asintótico correspondiente a la resistencia aparente a tierra del aislamiento del PEJP. Dentro de este supuesto, la diferencia de tensión restante entre ambas polaridades ($2 \times \Delta e$) permite estimar la corriente de fuga (i_L) según la fórmula $i_L = \Delta e / r$. Para un voltaje de salida PEJP de U , la resistencia de aislamiento correspondiente R_i está definida por

$$R_i = \frac{U}{i_L} = \frac{(U \cdot r)}{\Delta e} \tag{11}$$

$$R_i = \frac{(10\text{ V} \cdot 1\text{ k}\Omega)}{430.5\text{ nV}} = 23.26\text{ G}\Omega \tag{12}$$

La correspondiente incertidumbre por la corriente de fuga del PEJP con un $r_m = 1.24\ \Omega$ y una resistencia de fuga de $23.26\text{ G}\Omega$ a 10 V es de

$$U_r = \frac{U \cdot r_m}{R_L \sqrt{3}} \tag{13}$$

$$U_r = \frac{10\text{ V} \cdot 1.24\ \Omega}{23.26\text{ G}\Omega \sqrt{3}} = 0.31\text{ nV} \tag{14}$$

suponiendo una distribución estadística rectangular.

3. RESULTADOS

Finalmente, para estimar la incertidumbre del patrón PEJP consiste en combinar las contribuciones y expresar el resultado. La combinación de las contribuciones de incertidumbre se realiza por suma cuadrática [2]

$$u_c = \sqrt{U_z^2 + U_D^2 + U_f^2 + U_r^2} \tag{15}$$

$$u_c = \sqrt{(3.4\text{ nV})^2 + (3.4\text{ nV})^2 + (0.32\text{ nV})^2 + (0.31\text{ nV})^2} \tag{16}$$

La incertidumbre del patrón de tensión eléctrica en corriente continua, basado en el efecto Josephson Programable, es, por lo tanto

$$u_c = 4.83\text{ nV} \tag{17}$$

4. DISCUSIÓN

Se muestra a continuación una tabla con los resultados de las incertidumbres del patrón Josephson Programable.

Componente/Tipo	Distribución	PEJP
		Incertidumbre nV
U_z / A	Rectangular	3.4
U_G / A	Rectangular	3.4
U_f / B	Gaussiana	0.32
U_r / B	Rectangular	0.31
$U_c (1\ \sigma)$		4.8

Tabla 2. Resultados del cálculo de incertidumbre del Patrón de tensión Josephson Programable

En el CENAM se cuenta desde 1999 con un Patrón Josephson Convencional (CJVS) comprado en su totalidad al NIST, a este Patrón anteriormente se le

realizaron las mediciones de sus incertidumbres obteniendo como resultado una incertidumbre combinada (1σ) de 7.0 nV [10], y como se muestra en la tabla 2, el Patrón de Efecto Josephson Programable del CENAM tiene una menor incertidumbre debido a que el conocimiento de la fuente de polarización permite estimar las propiedades medibles de entrada directamente en el CENAM incluyendo: fuente de polarización, la selección cuidadosa de materiales, conexiones, cableado, y blindaje.

5. CONCLUSIONES

Se presenta la estimación de incertidumbre del patrón nacional de tensión eléctrica continua basado en el Patrón de Efecto Josephson Programable del CENAM. El valor de incertidumbre se validó a partir de un estudio piloto entre el CENAM y el BIPM con PEJP obteniendo diferencias de $0.03 \text{ nV} \pm 0.03 \text{ nV}$ (Incertidumbre tipo A) en 10 V [11], dichas diferencias se encuentran dentro del valor de incertidumbre presentado en este trabajo.

REFERENCIAS

- [1] C.A Hamilton and Y.H Tang, "Evaluating the uncertainty of Josephson voltage standards", *Metrologia*,36,1999, 53-58.
- [2] Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement. BIPM. First edition – September 2008.
- [3] B.D. Josephson, "Possible new effects in superconductive tunneling", *Physics Letters*,1,1962, 251-253.
- [4] https://cenam.mx/dme/pdf/cnm-pne-1_Tiempo.pdf
- [5] C. D. Avilés, J. Medina and E. Navarrete, "The CENAM Programmable Josephson Voltage Standard," 29th Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM 2014), 2014,pp.528-529,doi: 10.1109/CPEM.2014.6898492.
- [6] R.Chayramy, S Yang, O Power and S Solve *Metrology of Zener-Based secondary voltage standards.Measurement Science and Technology*, Volume 32, Number 10
- [7] Witt T J 2001 Using the Allan variance and power spectral density to characterize dc nanovoltmeters *IEEE Trans.Instrum. Meas.* 50 445–8 *Metrologia*,
- [8] Solve S, Chayramy R, Stock M, Zhou Y, Lee J and Chua S W2011 Comparison of the Josephson voltage standards of the NMC, A*STAR and the BIPM (BIPM.EM-K10.a and BIPM.EM-K10.b) *Metrologia* 48 (Tech. Suppl.) 01006
- [9] Solve S, Chayramy R, Stock M, Tang Y and Sims J 2009 Comparison of the Josephson voltage standards of the NIST and the BIPM (BIPM.EM-K10.b.) *Metrologia* 46 (Tech. Suppl.) 01010.
- [10] Enrique Navarrete, Dionisio Hernández, David Avilés "ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL PATRÓN NACIONAL DE TENSIÓN ELÉCTRICA EN CORRIENTE CONTINUA BASADO EN EL EFECTO JOSEPHSON" *Simposio de Metrología 2006*
- [11] D. Avilés, S. Solve, J. Medina, R. Chayramy and E. Navarrete, "Programmable Josephson Voltage Standards Comparisons at 10 V-DC, 1 V and 7 V RMS, 50 Hz Between BIPM and CENAM," 2018 Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM 2018), 2018,pp.1-2,doi:10.1109/CPEM.2018.8501101

DESEMPEÑO Y PERSPECTIVAS DEL TIEMPO UNIVERSAL COORDINADO DEL CENAM, UTC(CNM)

Eduardo de Carlos López, Nérida Díaz Muñoz, Francisco J. Jiménez Tapia, Carlos A. Ortiz Cardona, Andrés Medina Herrera, Ricardo Gutierrez Gómez
Dirección de Tiempo y Frecuencia del Centro Nacional de Metrología, CENAM
km 4.5 Carretera a los Cués, Municipio El Marqués, Querétaro, México
Tel. 442 2110500, e-mail edlopez@cenam.mx

Resumen: Desde 1996, el Centro Nacional de Metrología comenzó la realización de la predicción del Tiempo Universal Coordinado, el UTC(CNM), basado en un solo reloj de cesio de tipo industrial. Desde entonces se han realizado diversas mejoras para su generación, entre ellas la implementación de una escala de tiempo promediada con la finalidad de aumentar su estabilidad, exactitud y robustez. En este trabajo se reporta la evolución del UTC(CNM) y se analiza su desempeño, las mejoras que se han implementado y los resultados de los avances que hasta el momento se tienen en la predicción del UTC en el CENAM.

1. INTRODUCCIÓN

Una de las principales tareas de los laboratorios de tiempo y frecuencia de los Institutos Nacionales de Metrología (NMIs) de todo el mundo es generar los horarios oficiales de sus respectivos países, basados precisamente en el Tiempo Universal Coordinado (UTC). De esta manera, la predicción de UTC ha ganado gran relevancia en estos laboratorios para mantener una referencia temporal de alta calidad, dando soporte a sectores estratégicos que dependen en gran medida de los sistemas de sincronización (telecomunicaciones, redes financieras, eléctricas, entre otros). Más aún, la implementación de las nuevas tecnologías altamente dependientes de la sincronía, como el 5G, requieren de niveles de sincronía aún más exigentes que las actuales.

En el presente trabajo se muestran los resultados de la generación del UTC(CNM) durante poco más de 25 años, analizando las diferentes etapas desde su inicio y las mejoras que se han llevado a cabo, así como las nuevas propuestas para incrementar su estabilidad y exactitud respecto al UTC.

2. EL TIEMPO UNIVERSAL COORDINADO (UTC)

Las zonas horarias internacionales se basan en la escala de tiempo UTC, la cual es generada por el *Bureau International des Poids et Mesures* (BIPM) [1]. La escala de tiempo UTC es una escala virtual, esto es, no tiene asociada una señal física útil para efecto de sincronía. El tiempo UTC es el resultado de un algoritmo matemático que combina las mediciones de cientos de relojes atómicos de diferentes laboratorios de metrología en el mundo. Por lo anterior, se requiere la “materialización” del

UTC en cada nación, a fin de utilizar dicho patrón como referencia para la generación de la hora oficial. Los Institutos Nacionales de Metrología son los encargados de materializar dicha escala, las cuales son denotadas como UTC(*k*), donde *k* es un acrónimo especialmente designado para cada laboratorio. En México, el Centro Nacional de Metrología, CENAM, materializa la escala UTC. Esta escala es reconocida a nivel internacional como UTC(CNM).

La escala de tiempo UTC se relaciona con otras dos escalas de tiempo, el Tiempo Atómico Internacional (TAI) y el tiempo astronómico UT1. La escala de tiempo TAI es generada exclusivamente por relojes atómicos, mientras que la escala de tiempo UT1 se basa en la rotación de la tierra [2]. El UTC se relaciona con el TAI y con el UT1 de la siguiente manera:

$$\begin{aligned} \text{UTC} - \text{TAI} &= n, & (1) \\ |\text{UTC} - \text{UT1}| &\leq 0.9 \text{ s.} & (2) \end{aligned}$$

Donde *n* es un número entero de segundos. La ecuación (1) establece que las diferencias entre el tiempo UTC y el TAI son siempre iguales a un número entero de segundos, mientras que la ecuación (2) restringe al tiempo UTC para que éste no difiera del UT1 más allá de 0.9 segundos. De esta forma, el tamaño de la unidad básica del tiempo UTC (el segundo) es igual al de la unidad del TAI, mientras que el número de segundos del año depende de las condiciones de rotación de la tierra. Para asegurar el cumplimiento de la condición (2) se requiere introducir periódicamente segundos intercalares al tiempo UTC. En caso de ser necesario, estos segundos son introducidos a las 24h00 UTC el 31 de

diciembre o el 30 de junio, en ese orden de preferencias. Desde 1972 hasta el 31 de diciembre del 2016 se han acumulado una diferencia de 36 segundos entre el tiempo UTC y el TAI, esto es $n = -36$ s. A partir del 1 de enero del 2017, y hasta nuevo aviso, la diferencia es de -37 s. El BIPM es responsable de la generación del TAI, mientras que el organismo internacional encargado asegurar la condición (2), y por lo tanto de tomar la decisión de la inserción, o no, de los segundos intercalares en el UTC, es el *International Earth Rotation and Reference Systems Service* (IERS) [2].

3. EVOLUCIÓN DEL UTC(CNM)

El CENAM genera la escala de tiempo que constituye la predicción nacional del UTC, el UTC(CNM). La figura 1 muestra la comparación histórica del UTC(CNM) respecto al UTC desde sus inicios. Durante los primeros 12 años, el UTC(CNM) se generó a partir de un solo reloj de cesio de tipo industrial de alto desempeño, denominado reloj maestro, respaldado por comparaciones internas con otros relojes, así como la comparación con el propio UTC publicado en la Circular T [1]. Se puede observar un periodo de aprendizaje para ajustar el UTC(CNM) al UTC, donde corrimientos manuales a la frecuencia del reloj maestro se realizaban entre periodos de varios meses hasta un año, lo que ocasionaba que se acumularan diferencias de tiempo respecto al UTC hasta por varios microsegundos. Posteriormente, las correcciones se comenzaron a realizar cada mes una vez publicada la Circular T, mejorando significativamente su desempeño. En la figura 2 se presentan las mediciones del UTC – UTC(CNM) a partir de ese momento y hasta la fecha para una mejor apreciación.

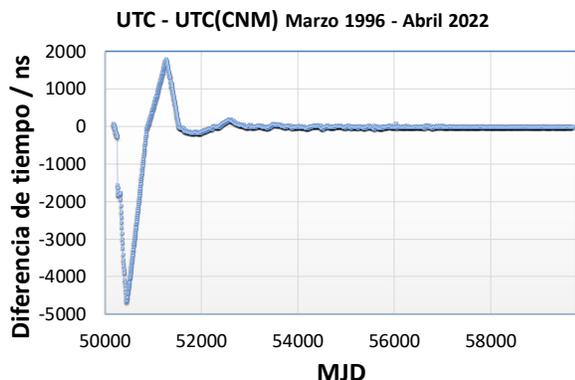


Fig. 1. Diferencias de tiempo del UTC(CNM) respecto al UTC durante más de 25 años continuos. MJD se refiere al Día Juliano Modificado.

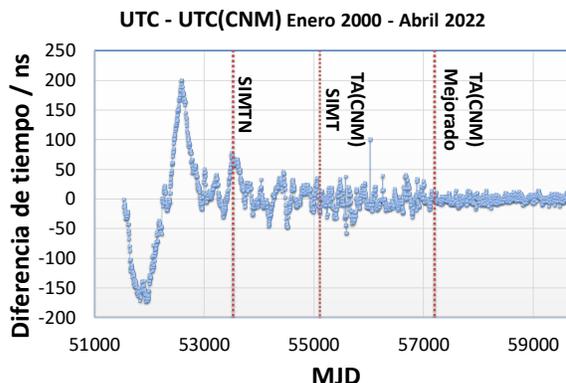


Fig. 2. Diferencias de tiempo del UTC(CNM) respecto al UTC a partir del año 2000. MJD se refiere al Día Juliano Modificado.

Por otro lado, a mediados del 2005, dio inicio la red de tiempo del Sistema Interamericano de Metrología (SIM), el SIMTN [3], el cual es una red de comparación en casi tiempo real de los patrones de tiempo de los laboratorios de tiempo y frecuencia miembros del SIM. Gracias a esta comparación en casi tiempo real, fue posible hacer ajustes en tiempos menores al periodo de publicación de la Circular T, lo que ayudó a disminuir la dispersión en las diferencias de tiempo del UTC(CNM) respecto al UTC. Otro avance importante fue el desarrollo de la escala de tiempo promediada en tiempo real para generar el UTC(CNM) [4], en base a un conjunto de relojes atómicos de cesio tipo industrial y un máser activo de hidrógeno, así como la incorporación de un MPS para realizar correcciones automáticas. De manera paralela, se desarrolló la escala de tiempo del SIM (SIMT) [5], la cual es una escala de tiempo promediada basada en las comparaciones realizadas por la red de tiempo del SIM. En base a esto, se logró mejorar la estabilidad del UTC(CNM) para periodos largos (meses), no obstante, para periodos cortos, la estabilidad se degradó un poco debido a las correcciones automáticas a corto tiempo sobre el MPS. Durante los últimos siete años, se han realizado mejoras justamente en el sistema de corrección y el ajuste del UTC(CNM) al UTC, compensando el ruido a corto tiempo y mejorando la estabilidad del UTC(CNM) en general.

En la figura 3 se muestran las inestabilidades del UTC(CNM) correspondientes a todas las mediciones desde su inicio. Se tomaron ventanas con grupos continuos de un año de mediciones, calculando las inestabilidades (desviación de Allan) para diferentes tiempos de promediación, a lo largo de todos los años de medición (MJD). De esta manera, se puede construir una gráfica de inestabilidad en 3D que

incluye todo el historial de la comparación, donde se puede visualizar el comportamiento de la inestabilidad del UTC(CNM) a lo largo del tiempo, pudiendo distinguir las mejoras que se han implementado.

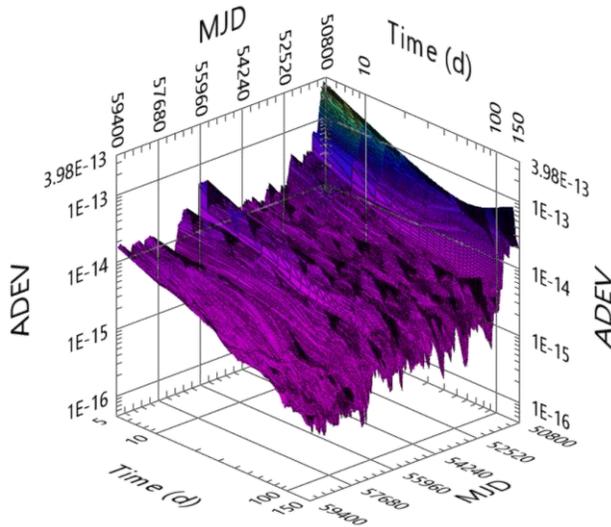


Fig. 3. Desviación de Allan (inestabilidades) para todo el historial de comparación UTC – UTC(CNM), mostrados en la figura 1.

4. GENERACIÓN ACTUAL DEL UTC(CNM)

La actual generación del UTC(CNM) se basa en una escala de tiempo promediada, la cual consiste en un conjunto de relojes y un algoritmo matemático que combinan de manera óptima sus características metrológicas. El resultado del algoritmo matemático es un “reloj virtual”. Las escalas de tiempo generadas en términos de relojes virtuales tienen mejor desempeño en confiabilidad, estabilidad y exactitud que cualquiera de los relojes participantes en el ensamble.

El algoritmo de la escala de tiempo promediada del CENAM, denominada también ETP-1 [4], es similar al algoritmo de la escala de tiempo promediada AT1 del NIST. La ETP-1 es una escala de tiempo procesada en tiempo real. El algoritmo genera en tiempo real las diferencias de cada uno de los relojes miembros del ensamble respecto al reloj virtual. El algoritmo de la ETP-1 realiza estimaciones de la

diferencia de tiempo y diferencia de frecuencia entre cada uno de los miembros del ensamble y el reloj virtual en cada ciclo de medición.

Con el objeto de transformar el reloj virtual en un reloj real, se introdujo, con peso cero, un variador de micro-fase o *Microphase Steper* (MPS) al ensamble de relojes cuya entrada es la frecuencia de uno de los relojes del conjunto. El algoritmo de la ETP-1 mide las diferencias fraccionales, con tiempos de promediación que van desde una hora hasta 1 día, entre la salida del MPS y el reloj virtual y utiliza dicha información para corregir de manera automática la frecuencia del MPS. De esta forma la ETP-1 incorpora un control automático para igualar la frecuencia de la salida del MPS a la frecuencia del reloj virtual.

Las ecuaciones de la ETP-1 son las siguientes [4]:

$$\hat{X}_i(t + \tau) = X_i(t) + \left[Y_i(t) + \frac{D_i \tau}{2} \right] \tau \quad (1)$$

$$X_i(t + \tau) = \sum_{j=1}^N w_j [\hat{X}_j(t + \tau) - X_{ji}(t + \tau)] \quad (2)$$

$$\hat{Y}_i(t + \tau) = \frac{X_i(t + \tau) - X_i(t)}{\tau} \quad (3)$$

$$Y_i(t + \tau) = \frac{\hat{Y}_i(t + \tau) + m_i Y_i(t)}{1 + m_i} \quad (4)$$

Donde:

$\hat{X}_i(t + \tau)$ es la predicción de la diferencia de tiempo del reloj i -ésimo respecto al reloj virtual para el tiempo $t + \tau$.

$X_i(t)$ es la diferencia de tiempo del reloj i -ésimo respecto al reloj virtual al tiempo t .

$Y_i(t)$ es la frecuencia del reloj i -ésimo al tiempo t .

$\hat{Y}_i(t + \tau)$ es la predicción de la diferencia de frecuencia promedio del reloj i -ésimo.

La constante D_i es el corrimiento de frecuencia del reloj i -ésimo respecto al reloj virtual, τ es el ciclo de iteración. w_j es el peso del reloj j -ésimo, siendo éstos normalizados. La constante m_i es estimada en función de la mejor estabilidad para cada reloj.

La figura 4 muestra de manera esquemática la implementación del UTC(CNM).

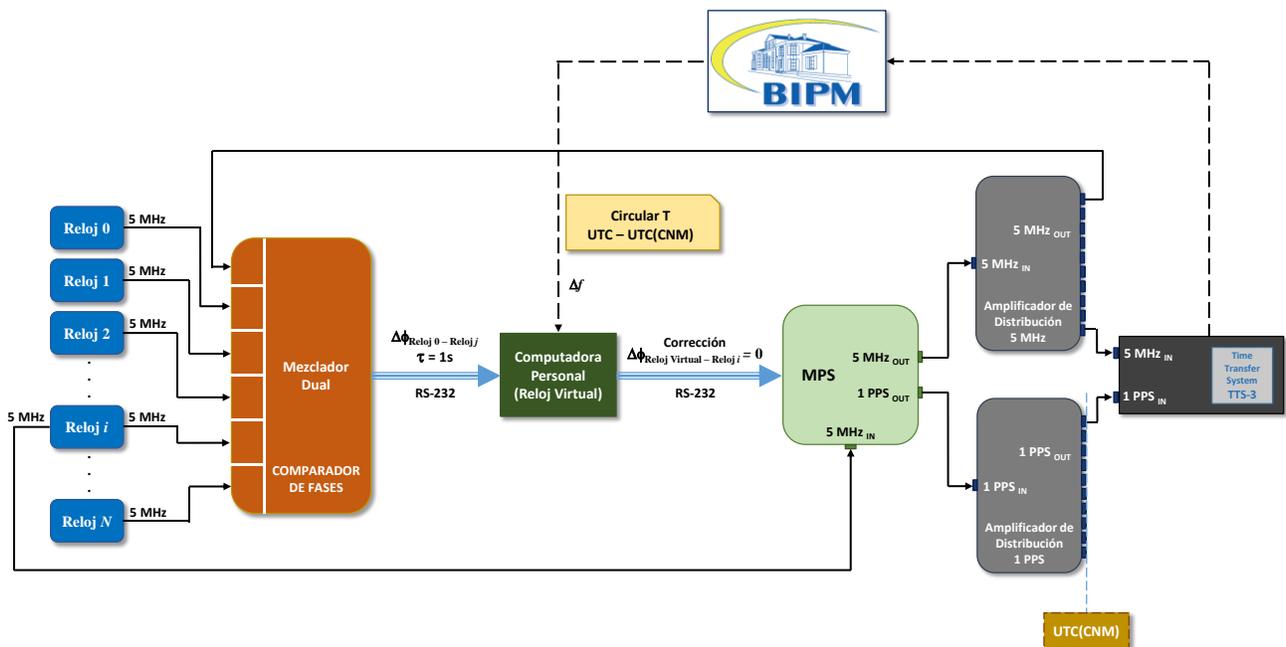


Fig. 4. Implementación actual del UTC(CNM).

5. NUEVA APROXIMACIÓN PARA CALCULAR EL TA(CNM)

La ecuación 2 es la parte principal del algoritmo de escala de tiempo actual, donde se promedian las diferencias de tiempo medidas entre los relojes del conjunto, dando la diferencia de tiempo del *i*-ésimo reloj, X_i , con respecto a la escala de tiempo promediada. Las ecuaciones 1, 3 y 4 se usan juntas para obtener la mejor predicción de estas diferencias (\hat{X}_i) para usar en la ecuación (1). Si bien el reloj virtual así obtenido representa el reloj más estable del conjunto, no se tiene información sobre su diferencia con respecto al UTC. La nueva propuesta consiste en predecir las diferencias de tiempo \hat{X}_i incorporando el historial de comparación UTC - CLK*i*, obtenido a través de las mediciones UTC(CNM). De esta forma, el nuevo algoritmo de la escala de tiempo TA(CNM) se reduce a las siguientes ecuaciones:

$$\hat{X}_i(t) = x_{0i} + y_{0i}t + \frac{1}{2}D_i t^2 \tag{5}$$

$$X_i(t) = \sum_{j=1}^N w_j [\hat{X}_j(t) - X_{ji}(t)]. \tag{6}$$

Donde las constantes x_{0i} , y_{0i} , y D_i se obtienen ajustando a un polinomio de segundo orden las medidas UTC - CLK*i*.

Se realizó un cálculo preliminar (simulación) usando datos reales, los cuales se muestran en la figura 5.

Los datos corresponden a comparaciones de cuatro relojes de cesio de alto desempeño y dos máseres de hidrógeno, comparados con el UTC por poco menos de un año.

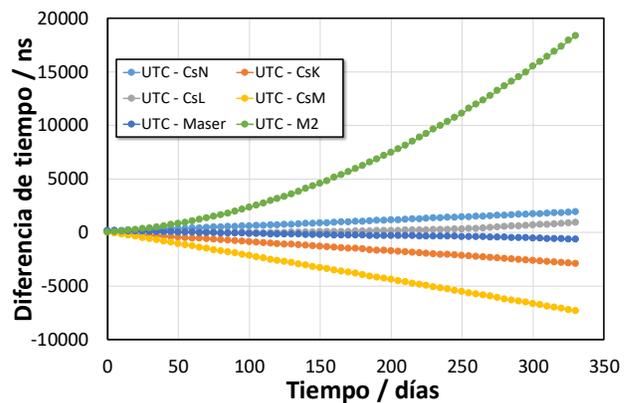


Fig. 5. Mediciones de diferencias de tiempo UTC - CLK*i*.

Para inicializar el cálculo de TA(CNM), se usaron los primeros 7 datos (mes 1) de las mediciones UTC - CLK*i* para calcular los parámetros iniciales x_{0i} , y_{0i} , y D_i . Con esta información, se calcula TA(CNM) (\hat{X}_i) para el mes 2. Para obtener los siguientes valores de x_{0i} , y_{0i} , y D_i , se utilizan los datos acumulados de las mediciones UTC - CLK*i* (p. ej., para el principio del mes 3 ya están disponibles los datos del mes 1 y 2, es decir, ya han sido publicados en la Circular T). En

otras palabras, los parámetros de la ecuación 5 se actualizan cada mes de acuerdo con la publicación de la Circular T. Además, se incorporan pesos dinámicos según el comportamiento individual de cada reloj para mejorar la estabilidad.

El resultado de esta simulación se presenta en la Figura 6, donde se contrasta con UTC(CNM) utilizando el esquema actual. Finalmente, en la Figura 7 se muestran las inestabilidades (desviación de Allan) de estos datos. De acuerdo con el resultado de esta simulación, hay una mejora significativa en la predicción del UTC incorporando el historial de comparación UTC – CLK_i para calcular la escala de tiempo del CENAM, mejorando su estabilidad en un orden de magnitud. Cabe señalar que el TA(CNM) estaría siguiendo automáticamente al UTC, ya que la información de la diferencia con UTC ya está contenida en las medidas que alimentan el algoritmo, a diferencia del esquema actual.

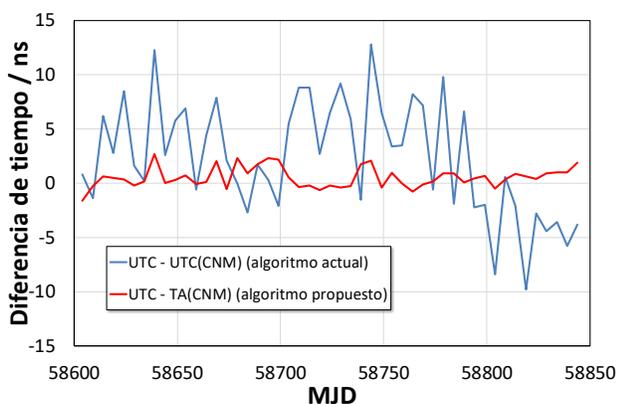


Fig. 6. Comparación del UTC contra el UTC(CNM) y el TA(CNM) con el nuevo algoritmo propuesto.

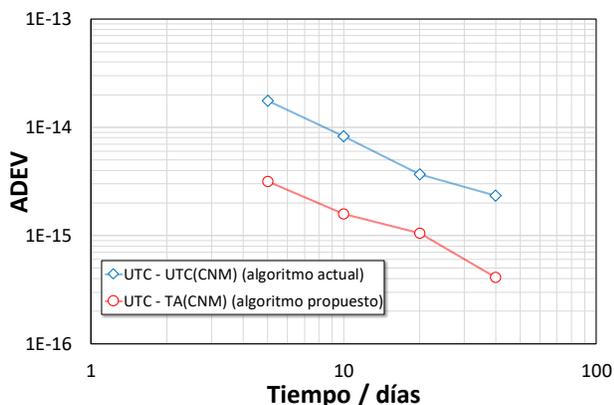


Fig. 7. Inestabilidades correspondientes a los datos de la figura 6.

6. CONCLUSIONES

Se presentaron los resultados de la generación del UTC(CNM) desde sus inicios hasta la fecha. Se realizó un análisis de las diferentes etapas en su evolución, haciendo énfasis en las mejoras que se han realizado. Se mostró una nueva propuesta para calcular la escala de tiempo promediada del CENAM considerando la evolución de los relojes individuales respecto al UTC, a través de los resultados de la comparación clave permanente del UTC(CNM) respecto al UTC. De acuerdo con resultados preliminares utilizando datos experimentales para realizar una simulación, la expectativa es mejorar alrededor de un orden de magnitud la estabilidad del UTC(CNM) implementando este nuevo esquema.

REFERENCIAS

- [1] www.bipm.org/en/time-ftp/circular-t
- [2] www.iers.org
- [3] Michael A. Lombardi, Andrew N. Novick, J. Mauricio López Romero, Francisco Jiménez, Eduardo de Carlos López, et. al., “The SIM Time Network”, Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology, Vol. 116, Núm. 2, 2011, p. 557.
- [4] J M López-Romero and N Díaz-Muñoz, “Progress in the generation of the UTC(CNM) in terms of a virtual clock”, Metrologia. Vol. 45, Núm. 6, 2008.
- [5] José Mauricio López-Romero, Michael A. Lombardi, Nérida Díaz-Muñoz, and Eduardo de Carlos-Lopez, “SIM Time Scale”, IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, Vol. 62, No. 12, 2013, p. 3343.

PRIMERA EVALUACIÓN DEL PRESUPUESTO DE INCERTIDUMBRE DE LA FUENTE ATÓMICA CENAM-CsF₁

A. Medina*, C. A. Ortiz, N. Díaz, F. J. Jiménez, R. Gutiérrez, E. de Carlos
 Dirección de Tiempo y Frecuencia, Centro Nacional de Metrología, CENAM
 km 4.5 Carretera a los Cués, Municipio El Marqués, Querétaro, México
 *andres.medina@cinvestav.mx

Resumen: En este trabajo se reporta la primera evaluación de los efectos sistemáticos con mayor contribución al presupuesto de incertidumbre de la fuente atómica CENAM-CsF₁ del Centro Nacional de Metrología en México. En la fuente los átomos de ¹³³Cs se enfrían en una trampa magneto óptica, normalmente se lanzan a una altura de 50 cm por encima de la zona de interacción con las microondas. La señal de resonancia Ramsey resultante tiene un ancho de línea a la altura media (FWHM) de 2.1 Hz. Finalmente, con las características y condiciones de la fuente CENAM-CsF₁, se obtiene una estabilidad de frecuencia del orden $2.20 \times 10^{-13} \tau^{-1/2}$ y una incertidumbre de frecuencia de 1.8×10^{-15} .

1 INTRODUCCIÓN

Durante más de dos décadas los estándares de frecuencia de cesio materializan con alta precisión la definición del segundo en el Sistema Internacional (“*International System of Units-SI*”), y contribuyen de manera significativa en la generación del Tiempo Atómico Internacional (“*International Atomic Time-TAI*”). Actualmente, la Oficina Internacional de Pesas y Medidas (“*Bureau International des Poids et Mesures-BIPM*”) reporta en los informes mensuales de generación del TAI (circular T) la contribución de varios patrones primarios de frecuencia (“*Primary Frequency Standards-PFS*”) [1]. Desde 2016, esta calibración se realiza gracias a la contribución de once PFS y cinco relojes ópticos de ocho institutos de metrología diferentes en Europa [2-7] EE.UU. [8-10] y Asia [11,12]. Los relojes ópticos a pesar de que tienen mejor precisión que los estándares de frecuencia son representaciones secundarias del segundo en el SI. Los PFS actuales reportan incertidumbres relativas muy por debajo del nivel 10^{-15} [13-15] e inestabilidades en el rango bajo $10^{-14} (\tau/s)^{-1/2}$ [13]. El avance de la tecnología ha hecho posible el desarrollo de nuevas formas de alcanzar el límite cuántico de sus inestabilidades [13, 16,17] y de controlar mejor los cambios debido a las colisiones en frío [18,19]. También se han implementado fuentes criogénicas con una contribución de incertidumbre reducida debido al cambio de radiación del cuerpo negro [20].

La frecuencia a la salida de un PFS no coincide con la frecuencia de la transición hiperfina del átomo de cesio-133 (¹³³Cs) sin perturbar, ya que se encuentra perturbada por ruidos y sesgos de naturaleza tanto

técnica como fundamental. Estos ruidos y sesgos determinan dos características principales de un estándar de frecuencia atómica dado. Los ruidos limitan la incertidumbre con la que se puede realizar una medida de frecuencia con este patrón en una duración determinada, además se caracteriza por la inestabilidad de frecuencia fraccionaria, determinada por la varianza de Allan $\sigma_y(\tau)$, que es una función de la duración de la medición τ . Los sesgos compensan la frecuencia de salida media con respecto a la frecuencia atómica no perturbada.

En noviembre de 2018, la 26^o CGPM [21, 22] adoptó una importante re-definición del sistema internacional de unidades. La re-definición se refiere a las unidades de masa, de temperatura, de corriente eléctrica y de cantidad de sustancia. El nuevo sistema se define adoptando valores convencionales para la constante h de Planck, para la constante k_B de Boltzmann, para la carga elemental e y para la constante N_A de Avogadro. Debido a la nueva re-definición la unidad del tiempo (segundo) toma un papel importante en el nuevo SI, ya que a excepción del mol todas las otras unidades dependen directamente del segundo [23]. Por esta razón, es de vital relevancia determinar el presupuesto de incertidumbre de la fuente desarrollada en el CENAM (CENAM-CsF₁) y mejorar la estabilidad de esta, con el objetivo de alcanzar una operación continua.

El diseño de la fuente CENAM-CsF₁ se describe brevemente en la Sección 2, mientras que en la Sección 3 se presenta una descripción detallada de los algunos de los efectos que tiene una mayor contribución al presupuesto de incertidumbre. La

inestabilidad de frecuencia se presenta en la Sección 4, finalmente, las conclusiones y perspectivas futuras se dan en las Sección 5.

2. DISEÑO Y CONFIGURACIÓN ÓPTICA DE LA FUENTE CENAM-CsF₁

La fuente CENAM-CsF₁ que se muestra en la Figura 1, está conformada en su parte inferior por una región de enfriamiento, en la que se encuentra el reservorio de ¹³³Cs (*Spectrum Cs ultrapuro CAS 7440-46-2*), una región de detección y una región de vuelo hecha de cobre. La presión promedio en el sistema se mantiene en 10⁻⁷ Pa, mediante un par de bombas iónicas que se encuentran en los extremos opuestos de la fuente. Los átomos se atrapan y se enfrían en una trampa magneto óptica (*"magneto-optical trap-MOT"*) que consta de cuatro haces en el plano horizontal, dos haces verticales y un campo cuadrupolar magnético con un gradiente de densidad de flujo de 0.75 mT·cm⁻¹ en el centro de la trampa. Por lo general, el número de átomos de cesio que se recolectan en la MOT es del orden de 10⁷ durante un tiempo de carga de 3 s, alcanzando una presión de aproximadamente 10⁻⁶ Pa debido al gas de cesio. Después de apagar los campos magnéticos de la MOT, los átomos se enfrían aún más en una fase de melaza óptica de 100 ms, alcanzando temperaturas del orden de los μK. Los átomos fríos, que son bombeados durante el ciclo de enfriamiento al nivel del estado fundamental $F = 4$, se lanzan verticalmente hacia arriba (velocidad típica de 3.2 m·s⁻¹) utilizando la técnica de la melaza en movimiento [24, 25], pasando a través de la región de detección y entrando a la región de vuelo, la cual está protegida magnéticamente por tres cilindros concéntricos de mu-metal. En esta última región se encuentra el tubo de vuelo hecho de cobre, en su interior hay dos cavidades de microondas cilíndricas diseñadas en el CENAM y basadas en las cavidades de la fuente atómica del Instituto Nacional de Metrología de Alemania, PTB (*Physikalisch-Technische Bundesanstalt*, por sus siglas en alemán). A lo largo del eje axial del tubo de vuelo se tiene una bobina que genera un campo magnético (campo-C) constante y muy controlado, el cual rompe la degeneración de los estados hiperfinos (m_F) del átomo de cesio. Después de que los átomos ingresan a la región de campo-C, pasan a través de la primera cavidad de microondas, utilizada para transferir los átomos del estado $|4,0\rangle$ al estado $|3,0\rangle$ (transición de reloj). Posteriormente, los átomos llegan a la segunda cavidad (cavidad de excitación) y son excitados de manera que están en

un estado de superposición; luego de haber pasado la cavidad continúan desacelerándose bajo la influencia de la gravedad hasta alcanzar su apogeo e iniciar su descenso. Una fracción de los átomos vuelven a entrar en la cavidad de excitación, donde interactúan nuevamente con las microondas. La separación temporal entre los dos pasos a través de la cavidad de excitación tiene el mismo efecto sobre los átomos que el método de campos oscilatorios separados (espacialmente) de Ramsey [8]. Los átomos continúan en su trayectoria de descenso dejando finalmente la región de vuelo y entrando en la región de detección, donde se miden sus poblaciones relativas de los niveles hiperfinos $F = 3$ y $F = 4$. Cuando los átomos que caen pasan por el primer fotodiodo interactúan con un haz de luz en la dirección vertical, que está sintonizada a la transición $|F = 4\rangle \rightarrow |F' = 5\rangle$, este haz se enciende durante 10 ms interactuando con los átomos del estado $F = 4$, N_4 , y removiéndolos de la nube. Posteriormente el haz se apaga durante 4 ms, mientras se enciende el haz de rebombeo 2 ms para pasar los átomos restantes del estado $F = 3$ al estado $F = 4$. Después de bombear los átomos al estado $F = 4$ se enciende nuevamente el haz de detección para determinar la población de átomos que se encontraba en el estado $F = 3$, N_3 . La fracción $N_{(3,4)} = N_{(3,4)}/(N_3+N_4)$, indica la fracción de átomos excitados por el campo de microondas.

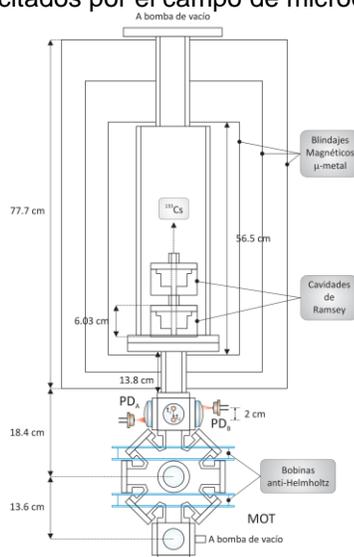


Fig. 1. Diagrama esquemático del reloj de fuente atómica del CENAM-CsF₁. El sistema está conformado por la combinación de la MOT, la zona de detección y la región de vuelo.

El sistema láser utilizado para enfriar, lanzar y detectar los átomos está conformado por un diodo

láser de cavidad extendida (“*Extended-Cavity Diode Lasers*, ECDL”) y un láser tipo DFB (*Eagleyard EYP-DFB-0852-00150-1500-TOC03-0000*). Ambos láseres son estabilizados en frecuencia mediante un lazo de amarre (“*Servo Loop Filter – SLF*”). La frecuencia de emisión del EDCL se estabiliza a la transición $|F = 4\rangle \rightarrow |F' = 5\rangle$ mediante la técnica de espectroscopia de transferencia de modulación, (“*Modulation Transfer spectroscopy-MT*”) a las señales de absorción saturada de la celda de ^{133}Cs a temperatura ambiente. Por otro lado, el láser DFB se estabiliza a la transición $|F = 3\rangle \rightarrow |F' = 3\rangle$ por una señal proveniente de un experimento de espectroscopia de polarización. En la Figura 2 se presenta el esquema óptico simplificado. El láser estabilizado a la transición $|F = 4\rangle \rightarrow |F' = 5\rangle$ es el oscilador maestro y se encarga de proporcionar los haces de enfriamiento y detección; mientras que el láser sintonizado a la transición $|F = 3\rangle \rightarrow |F' = 3\rangle$ se utiliza para bombear los átomos. Las frecuencias e intensidades de los haces están controlados de manera independiente, ya que cada uno de los haces de luz es enviado a la MOT utilizando enlaces de fibra óptica independientes. Para dichos enlaces, se utilizan acopladores ópticos de cinco grados de libertad y fibras ópticas mono-nodales que mantienen el estado de polarización de la luz incidente.

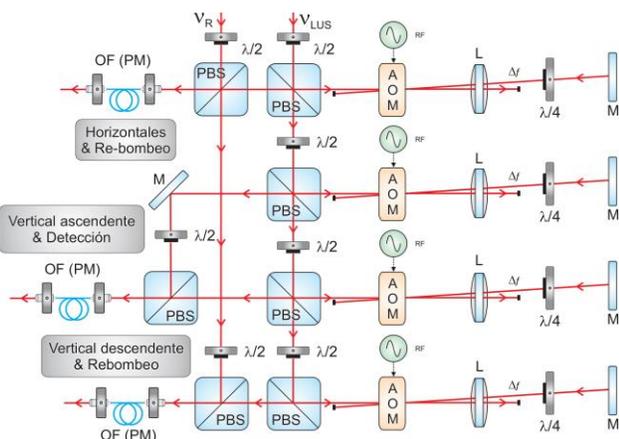


Fig. 2. Diagrama esquemático del arreglo experimental de los distintos haces de luz que son enviados a la MOT para la manipulación de átomos de cesio.

La cavidad de microondas se diseñó teniendo en cuenta las siguientes necesidades, una pequeña dependencia de la fase del campo de microondas y una apertura grande que permita el paso de los átomos cuando la nube se expande en su

descenso. Para minimizar el efecto de las variaciones de fase transversales en la frecuencia de la transición atómica, en los relojes de fuente se utilizan cavidades de microondas cilíndricas en las que el campo magnético oscila en el modo TEM_{011} . Este modo exhibe bajas pérdidas (alto factor de calidad intrínseco Q), lo que implica una pequeña variación de la fase del campo con la posición radial en la cavidad. Para lograr una reducción adicional de la dependencia de la posición, es necesario alimentar la potencia de microondas simétricamente a la cavidad de modo que los gradientes de fase son cancelados a primer orden. La señal que alimenta la cavidad de microondas es sintetizada por un oscilador de cuarzo BVA (“*Boitiers à Vieillessement Amélioré*”) de bajo ruido controlado por voltaje (“*Voltaje-controlled quartz oscillator – VCXO*”). La señal de referencia que utiliza las fuentes atómicas es de un máser de hidrógeno [26], estos dispositivos tienen la particularidad que presentan alta estabilidad a cortos tiempos. Teniendo en cuenta esta característica del máser es que en las fuentes se utiliza para atar en fase el VCXO del oscilador de cuarzo. Mediante de una multiplicación y mezcla adecuada de la frecuencia del VCXO con la frecuencia de un sintetizador de 9.2 GHz se genera la señal de microondas para interrogar los átomos. A partir de la técnica modulación de onda cuadrada a la salida de frecuencia del sintetizador, los átomos son interrogados alternadamente en lados opuestos (derecha e izquierda) de la franja central de Ramsey. Después, las dos probabilidades de transición correspondiente a cada lado son comparadas y si no son iguales, se corrige la frecuencia del sintetizador. En este caso, los valores correspondientes de las correcciones blindan información de la diferencia relativa de frecuencia entre la fuente y la frecuencia de referencia usada. En la operación rutinaria, esta diferencia se encuentra alrededor de los 2.1 Hz, y su determinación es el tema que se presenta en la siguiente sección.

3. CORRECCIONES EN LA FRECUENCIA DE LA FUENTE CENAM-CsF₁

Para realizar la definición del segundo con incertidumbre al nivel de 10^{-15} , todos los sesgos de frecuencia deben ser corregidos en la fuente CENAM-CsF₁. Las principales correcciones de frecuencia y las contribuciones correspondientes a la incertidumbre se analizan en esta sección

3.1. Efecto Zeeman

La corrección de frecuencia dominante en los patrones de frecuencia de cesio por lo general está atribuido al cambio de frecuencia generado por un campo magnético estático, conocido por razones históricas como campo-C. Este campo magnético externo genera un desdoblamiento de los estados hiperfinos del átomo de ^{133}Cs , con este rompimiento de la degeneración existe la posibilidad de que el átomo se encuentre en cualquiera de los estados m_F permitidos. Cuando se tienen campos muy pequeños los estados $|F, m_F = 0\rangle$ no cambian significativamente, mientras que los estados $|F, m_F \neq 0\rangle$ si lo hacen, por esta condición es que el segundo se encuentra definido en el sistema internacional en términos de los sub-estados magnéticos $|F = 3, m_F = 0\rangle \rightarrow |F = 4, m_F = 0\rangle$, a la frecuencia asociada a esta transición se le conoce como frecuencia de reloj.

El campo-C se encuentra a lo largo de la región de vuelo de la fuente atómica (ver Figura 1), el cual es casi constante justo en la región de las cavidades de microondas, gracias a un par de bobinas compensadoras que se encuentran en los extremos. Este campo causa un corrimiento Zeeman de la transición de reloj. Para determinar este corrimiento y su incertidumbre es necesario tener datos experimentales de la densidad de flujo magnético B_c , su homogeneidad en la región de vuelo y su estabilidad temporal.

Mediante el mapeo del campo-C a lo largo de la trayectoria balística de los átomos, se logra determinar su homogeneidad en la región de vuelo. Para conseguir medir las pequeñas fluctuaciones espaciales que presenta el campo, se monitorea alguno de los estados $|F, m_F \neq 0\rangle$, ya que estos tienen una dependencia lineal. A dichos estados se les conoce como bandas laterales. La separación en frecuencia de estas bandas en relación con la frecuencia de reloj se determina mediante la ecuación de Breit-Rabi [27], y su dependencia con el campo-C se encuentra dada por:

$$\Delta v_{1,-1} = \left(\frac{g_s + g_I}{4h} \right) \mu_B \langle B_0 \rangle. \quad (1)$$

Por otro lado, la dependencia de los subestados $|F, m_F = 0\rangle$ con el campo-C está representada por:

$$\Delta v_z = \frac{1}{2v_0} \left(\frac{g_s + g_I}{4h} \right)^2 \mu_B^2 \langle B_0^2 \rangle, \quad (2)$$

donde g_s y g_I son los factores de Lande del electrón y del núcleo respectivamente, μ_B es el magnetón de Bohr, v_0 es la frecuencia de reloj y $\langle B_0 \rangle$ es el valor medio temporal del campo magnético. En condiciones normales la fuente atómica CENAM-CsF₁ tiene un campo-C de 195 nT, generado por una referencia de voltaje DC (FLUKE 732B) que alimenta las bobinas de la región de vuelo. Bajo estas condiciones en primera aproximación se espera, que la separación entre los estados $|F = 3, m_F = 1\rangle \rightarrow |F = 4, m_F = 1\rangle$ se encuentren alrededor de 1.3 kHz corrida al azul en relación con la frecuencia de reloj. En una fuente atómica es posible hacer el mapeo del campo-C mediante el lanzamiento de los átomos a diferentes alturas. Las fluctuaciones del campo-C se encuentran determinadas por la siguiente ecuación:

$$\langle B^2 \rangle = \langle B \rangle^2 + \sigma^2, \quad (3)$$

donde σ^2 es la varianza de B a lo largo de la trayectoria descrita por los átomos y $\langle B \rangle$ es la inestabilidad temporal que presenta el campo. Usando las ecuaciones (1) y (2) se calcula el corrimiento Zeeman cuadrático dado por:

$$\frac{\Delta v_z}{v_0} = 8 \left(\frac{v_{1,-1}}{v_0} \right)^2 + 427.02 \times 10^8 \frac{\sigma^2}{v_0} \text{ T}^{-2} \text{ Hz}. \quad (4)$$

En la operación practica para medir la inhomogeneidad del campo magnético y determinar la frecuencia en que se encuentra la banda lateral $v_{1,-1}$, se monitorea la frecuencia central de la transición $|F = 3, m_F = 1\rangle \rightarrow |F = 4, m_F = 1\rangle$ y se cambia la altura de lanzamiento. Las bandas adyacentes a la central también se miden para asegurar su continuidad. El corrimiento en frecuencia de la banda lateral es 1.3 kHz y una fluctuación espacial del campo-C de 10 nT, generando un corrimiento en frecuencia debido al efecto Zeeman cuadrático de 16.0×10^{-14} , donde el segundo término de la ecuación (4) es del orden de 10^{-16} , en el caso de la fuente CENAM-CsF₁ no es apreciable. Por otro lado, las fluctuaciones temporales del campo están dadas por [3,28]:

$$\delta \left(\frac{\Delta v_z}{v_0} \right) = \delta \left[8 \left(\frac{v_{1,-1}}{v_0} \right)^2 \right] = 16 \frac{v_{1,-1}}{v_0^2} \delta(v_{1,-1}), \quad (5)$$

donde $\delta(v_{1,-1})$ es la variación temporal del corrimiento $v_{1,-1}$. El monitoreo de esta variación evidencia una fluctuación de aproximadamente 1 Hz, lo que conlleva a una corrección a la incertidumbre por efecto Zeeman cuadrático de 2.46×10^{-16} .

3.2. Colisiones

El cambio de frecuencia generado por efecto de colisiones entre átomos de cesio en el rango de temperatura de micro kelvin, se espera que aumente linealmente con la densidad atómica [29-32]. Bajo estas consideraciones la fuente CENAM-CsF₁ se opera con parámetros constantes como son: la altura de lanzamiento, la temperatura tanto de los átomos como la del laboratorio, el campo-C, entre otros y se varía el número de átomos (densidad) que conforman la nube atómica. La intersección de la densidad atómica a cero en un gráfico del número de átomos en función de la frecuencia corresponde a la frecuencia con la que operaría la fuente en ausencia de colisiones. El cambio de frecuencia se estima mediante [33].

$$\frac{\Delta v_{col}}{v_0} = \frac{nv\lambda(v)}{v_0}, \quad (6)$$

donde n es la densidad atómica, v es la velocidad relativa y $\lambda(v)$ es la sección transversal de colisión. En primer lugar, se debe confirmar la linealidad entre los cambios de frecuencia y las densidades de números atómicos. La manera que se puede variar la densidad atómica si cambiar el tamaño inicial de la nube es mantener los parámetros de la MOT y lanzamientos constantes y solo cambiando la intensidad de las microondas que bombea los átomos al estado $|F=3, m_F=0\rangle$ mediante la cavidad de selección. En la fuente atómica CENAM-CsF₁ se espera determinar mediante las señales de tiempo de vuelo que la velocidad relativa y la sección transversal de colisión no están influenciadas por el control del número de átomos y de esta manera se puede confirmar que el cambio de frecuencia depende linealmente de n .

3.3. Radiación de Cuerpo Negro

La fuente atómica CENAM-CsF₁, no tiene control de temperatura en la región de vuelo con el ánimo de evitar la generación de campos magnéticos extras que se producen por el control de corriente. En el laboratorio en donde se encuentra la fuente hay un mini-split y aire acondicionado del edificio que se encargan de controlar la temperatura del ambiente y mantenerla en un valor alrededor de 291.1 K, con variaciones pico a pico de ± 1.0 K durante el 90 % del tiempo. En la trayectoria balística de los átomos, la luz ambiental del laboratorio y la luz parásita de la mesa óptica se suprimen, por lo tanto, están solo sujetos a la radiación térmica del recinto de vacío. De esta forma se garantiza una estabilidad en la temperatura durante el funcionamiento de la fuente.

Suponiendo que la radiación da lugar a una distribución de densidad de potencia espectral equivalente a la de un cuerpo negro, es posible calcular el corrimiento en la frecuencia de reloj debido a la radiación de cuerpo negro mediante la siguiente expresión [34]:

$$\frac{\Delta v}{v_0} = -1.711 \times 10^{-14} \left(\frac{T}{300} \right)^4 \times \left[1 + 0.014 \left(\frac{T}{300} \right)^2 \right], \quad (7)$$

donde T es la temperatura (en kelvin) de un cuerpo negro perfecto que produce la radiación. Por lo tanto, teniendo en cuenta que la temperatura en la cavidad de microondas y en la región de vuelo de la fuente CENAM-CsF₁ es de aproximadamente 292.0 K \pm 0.5 K, se aplica una corrección de frecuencia relativa de -15.6×10^{-15} . Considerando los gradientes de temperatura radial y las posibles desviaciones de una característica ideal de cuerpo negro debido a la emisividad desconocida del tubo de cobre utilizado en la región de vuelo, se asume una contribución a la incertidumbre de la frecuencia relativa de -0.32×10^{-15} , que corresponde a una incertidumbre de la temperatura de alrededor de 1.5 K.

3.4. Efecto gravitacional

En la fuente CENAM-CsF₁ los átomos se encuentran a una altura media sobre el geoide de 1939 m. Por lo tanto, se aplica una corrección de frecuencia relativa debido al efecto gravitacional de -211.00×10^{-15} , de manera que la frecuencia de reloj se realiza como si CENAM-CsF₁ funcionara en el geoide en rotación. La incertidumbre relativa asociada es del orden de 10^{-16} , lo que corresponde a una incertidumbre para una altura de 1.2 m. Este corrimiento no es significativo para la realización local del segundo, por lo tanto, no es necesario incluirlo en el presupuesto de incertidumbre total. Sin embargo, el conocimiento de su valor es importante conocerlo para comparar los relojes de manera remota y de esta manera contribuir al tiempo atómico internacional TAI.

3.5. Transiciones Majorana

Las transiciones Majorana ocurren cuando el campo magnético visto por una partícula que posee un momento magnético cambia su orientación rápidamente. Cuando un átomo entra en la región de un campo magnético cero o que cambia rápidamente, puede experimentar transiciones de Majorana que lo transferirán a una nueva superposición de estados atómicos [35]. En el caso de una fuente atómica, los cambios en el campo

magnético durante el vuelo balístico de los átomos pueden transferir un átomo preparado en el estado $|F, m_F = 0\rangle$ a una superposición de estados $|F, m_F\rangle$. La curvatura de las líneas de campo en la cavidad de microondas TEM₀₁₁, los átomos que no viajan exactamente a lo largo del eje de la cavidad tienen una probabilidad finita de experimentar transiciones $m_F = \pm 1$, incluso en el caso que el campo magnético y el eje de la cavidad se encuentren perfectamente alineado. Majorana estableció una fórmula relevante para el cálculo de la probabilidad de transiciones entre subniveles magnéticos de un espín, con número de espín $l > 1/2$. La probabilidad de la transición de Majorana se estima aproximadamente mediante [27]:

$$P_{maj} \sim \left(\frac{\delta_{mag} v}{\delta v_{0,1}} \right)^2, \tag{8}$$

donde δ_{mag} es el gradiente del campo magnético, v es la velocidad de los átomos y $\delta v_{0,1}$ es la frecuencia de transición de $\Delta F = 0, \Delta m_F = \pm 1$. Si el gradiente de campo magnético dentro de la región de vuelo (campo-C) satisface la condición adiabática, la probabilidad de que ocurra una transición Majorana es muy pequeña; de esta manera para garantizar que este efecto no tenga una contribución significativa, es importante que en la trayectoria atómica no exista un gradiente magnético [36]. Para fuente atómica se estima que el cambio de frecuencia máximo posible debido a las transiciones de Majorana es inferior a 10^{-16} .

3.6. Efecto Doppler relativista

La relatividad especial predice que, debido a la dilatación del tiempo, la frecuencia del reloj observada en el marco del laboratorio se reduce y, por lo tanto, se debe aplicar una corrección dada por la siguiente expresión:

$$F_d = \frac{v^2}{2c^2}, \tag{9}$$

donde v es la velocidad de los átomos. Una ventaja de la fuente sobre los patrones de haz tradicionales es que los átomos en un patrón de fuente se mueven muy lentamente. El efecto Doppler de segundo orden para átomos con un tiempo de Ramsey de 1 s es de orden 3×10^{-17} y no se corrige, aunque podría corregirse fácilmente si fuera necesario [8].

En primera aproximación se estiman los efectos que tienen una mayor contribución al presupuesto de incertidumbre de la fuente atómica CENAM-CsF₁, ya que existen otros efectos que generan un

desplazamiento en la frecuencia de reloj como son: los corrimientos por el efecto Stark DC y Bloch-Siegert [33], todos los efectos relacionados con la cavidad de microondas, las colisiones generadas por gases de fondo, entre otros. Se estima que los efectos mencionados anteriormente para la fuente atómica CENAM-CsF₁ son menores de 10^{-17} , lo que hace posible despreciarlas. En conclusión, se puede afirmar que las principales contribuciones a la incertidumbre CENAM-CsF₁ son del orden de 1×10^{-15} Hz/Hz y que son linealmente independientes. Por lo tanto, la incertidumbre típica resultante es la raíz cuadrada de la suma de los cuadrados de los componentes individuales enumerados en la Tabla I y asciende a 1.8×10^{-15} Hz/Hz (1σ).

Tabla I: Evaluación del presupuesto de incertidumbre de la fuente CENAM-CsF₁

Efecto	Corrección x10 ⁻¹⁴ Hz/Hz	Incertidumbre x10 ⁻¹⁴ Hz/Hz
Zeeman	-16.0	0.02
Colisiones	1.04	0.15
Radiación de cuerpo negro	1.56	0.03
Transición Majorana	0.0	< 0.01
Doppler relativista	< 0.1	< 0.1
gravitacional	21.10	0.01
Incertidumbre total 1 σ		0.18

4. ANÁLISIS DE ESTABILIDAD DE LA FUENTE CENAM-CsF₁

Como se mencionó anteriormente, en la fuente atómica CENAM-CsF₁ aún no se está utilizando la cavidad de microondas inferior para hacer la preselección de átomos en el subestado $m_F = 0$. Por lo que la inestabilidad de la frecuencia está determinada por una contribución de ruido en la separación de subestados que refleja la evolución estadística de lanzamiento a lanzamiento del número de átomos en los subestados respectivos. La inestabilidad a corto plazo está determinada principalmente por la combinación de ruido de proyección cuántica y el efecto Dick [37]. En ausencia de ruido del oscilador de microondas, la inestabilidad a corto plazo de una fuente atómica puede ser calculada mediante la siguiente expresión:

$$\sigma_y(\tau) = \frac{1}{\pi Q_{at} S/N} \sqrt{\frac{T_c}{\tau}}, \quad (10)$$

donde $Q_{at} = f_0/\Delta f$ es la desviación fraccional de frecuencia de la transición de reloj, $f_0 = 9,192,631,770$ Hz es la frecuencia de la transición de reloj, Δf es el ancho de franja de Ramsey (en general se utiliza FWHM), τ es el tiempo de la medición y T_c es el tiempo por ciclo. Para determinar la estabilidad de la fuente atómica CENAM-CsF₁ es necesario calcular la razón señal a ruido S/N , el tiempo del ciclo y el ancho de la franja de Ramsey. En el caso de la fuente CENAM-CsF₁ la estabilidad en frecuencia es del orden de $10^{-13} \tau^{-1/2}$.

5. CONCLUSIONES Y PERSPECTIVAS

Se ha realizado la primera evaluación de las contribuciones a la incertidumbre de un patrón de frecuencia de fuente atómica desarrollado en el CENAM. Hasta el momento se están identificando algunas de las condiciones de operación que ofrecen un compromiso ventajoso entre baja incertidumbre e inestabilidad. Por otro lado, existen varias oportunidades de mejora al experimento que se pueden ir completando progresivamente. Una de ellas, es el tiempo de operación del experimento que puede ser extendido, por medio de la sustitución de algunos elementos ópticos por otros fabricados con materiales de baja expansión térmica, evitando pérdidas de alineación por cambios de temperatura. Otra oportunidad de mejora es reducir las contribuciones por efectos sistemáticos, por ejemplo, las colisiones, pueden ser reducidas utilizando la cavidad de selección que se encuentra justo antes de la cavidad de interrogación, la cual filtra los estados con los que puede interactuar efectivamente el campo de microondas, reduciendo la densidad de átomos en la nube y en consecuencia las colisiones durante toda la trayectoria balística. Adicionalmente, se pretende aumentar el factor de blindaje de los cilindros de μ -metal y de esta manera tener una mejor estabilidad del campo magnético utilizado para el desdoblamiento de los niveles Zeeman. Una vez se implementen las mejoras, es posible actualizar la incertidumbre del Patrón Nacional de Tiempo e iniciar el procedimiento de reconocimiento ante el BIPM, con el objetivo de participar en la calibración del Tiempo Atómico Internacional (TAI) y mejorar las capacidades de medición del CENAM.

AGRADECIMIENTOS

A. Medina-Herrera quisiera agradecer a CONACYT por su beca de doctorado y Cinvestav/CENAM por el apoyo científico y técnico.

REFERENCIAS

- [1] Weyers, S., Gerginov, V., Kazda, M., Rahm, J., Lipphardt, B., Dobrev, G., and Gibble, K. "Advances in the accuracy, stability, and reliability of the PTB primary fountain clocks". *Metrologia*, vol. 55, pag. 789-805, 2018.
- [2] Weyers, S., Hübner, U., Schröder, R., Tamm, C., and Bauch, A. "Uncertainty evaluation of the atomic caesium fountain CSF1 of the PTB". *Metrologia*, vol. 38, pag. 343-352, 2001.
- [3] Gerginov, V., Nemitz, N., Weyers, S., Schröder, R., Griebisch, D., and Wynands, R. "Uncertainty evaluation of the caesium fountain clock PTB-CSF2". *Metrologia*, vol. 47, pag. 65-79, 2009.
- [4] Szymaniec, K., Park, S. E., Marra, G., and Chalupczak, W. "First accuracy evaluation of the NPL-CsF2 primary frequency standard". *Metrologia*, vol. 47, pag. 363-376, 2010.
- [5] Guéna, J., Abgrall, M., Rovera, D., Laurent, P., Chupin, B., Lours, M., and Bize, S. "Progress in atomic fountains at LNE-SYRTE". *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, vol. 59, pag. 391-409, 2012.
- [6] Domnin, Y. S., Baryshev, V. N., Boyko, A. I., Elkin, G. A., Novoselov, A. V., Kopylov, L. N., and Kupalov, D. S. "The MTsR-F2 fountain-type cesium frequency standard". *Measurement Techniques*, vol. 55, pag. 1155-1162, 2013.
- [7] Levi, F., Calonico, D., Calosso, C. E., Godone, A., Micalizio, S., and Costanzo, G. A. "Accuracy evaluation of ITCsF2: a nitrogen cooled caesium fountain". *Metrologia*, vol. 51, 270-284, 2014.
- [8] Jefferts, S. R., Shirley, J., Parker, T. E., Heavner, T. P., Meekhof, D. M., Nelson, C., and Walls, F. L. "Accuracy evaluation of NIST-F1". *Metrologia*, vol. 39, pag. 321-336, 2002.
- [9] Heavner, T. P., Donley, E. A., Levi, F., Costanzo, G., Parker, T. E., Shirley, J. H., ... & Jefferts, S. R. "First accuracy evaluation of NIST-F2". *Metrologia*, vol. 51, pag.174-182, 2014.
- [10] Gibble, K. "Comment on 'First accuracy evaluation of NIST-F2'". *Metrologia*, vol. 52, pag. 163-166, 2015.
- [11] Fang, F., Li, M., Lin, P., Chen, W., Liu, N., Lin, Y., and Li, T. "NIM5 Cs fountain clock and its evaluation". *Metrologia*, vol. 52, pag. 454-468, 2015.

- [12] Acharya, A., Bharath, V., Arora, P., Yadav, S., Agarwal, A., and Gupta, A. S. "Systematic uncertainty evaluation of the cesium fountain primary frequency standard at NPL India". *Mapan*, vol. 32, pag. 67-76, 2017.
- [13] Vian, C., Rosenbusch, P., Marion, H. B. N. M., Bize, S., Cacciapuoti, L., Zhang, S., and Salomon, C. "BNM-SYRTE fountains: Recent results". *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, vol. 54, pag. 833-836, 2005.
- [14] Heavner, T. P., Jefferts, S. R., Donley, E. A., Shirley, J. H., and Parker, T. E. "NIST-F1: recent improvements and accuracy evaluations". *Metrologia*, vol. 42, pag. 411-422, 2005.
- [15] Levi, F., Calonico, D., Lorini, L., and Godone, A. "IEN-CsF1 primary frequency standard at INRIM: accuracy evaluation and TAI calibrations". *Metrologia*, vol. 43, pag. 545-555, 2006.
- [16] Weyers, S., Lipphardt, B., and Schnatz, H. "Reaching the quantum limit in a fountain clock using a microwave oscillator phase locked to an ultrastable laser". *Physical Review A*, vol. 79, pag. 031803, 2009.
- [17] Millo, J., Abgrall, M., Lours, M., English, E. M. L., Jiang, H., Guéna, J., and Santarelli, G. "Ultralow noise microwave generation with fiber-based optical frequency comb and application to atomic fountain clock". *Applied Physics Letters*, vol. 94, 141105, 2009.
- [18] Dos Santos, F. P., Marion, H., Bize, S., Sortais, Y., Clairon, A., and Salomon, C. "Controlling the cold collision shift in high precision atomic interferometry". *Physical review letters*, vol. 89, pag. 233004, 2002.
- [19] Szymaniec, K., Chalupczak, W., Tiesinga, E., Williams, C. J., Weyers, S., and Wynands, R. "Cancellation of the collisional frequency shift in caesium fountain clocks". *Physical Review Letters*, vol. 98, pag. 153002, 2007.
- [20] Jefferts, S. R., Heavner, T. P., Parker, T. E., and Shirley, J. H. "NIST cesium fountains: current status and future prospects". In *Time and Frequency Metrology*, vol. 6673, pag. 63-71, SPIE, 2007.
- [21] Yadav, S., and Aswal, D. K. "Redefined SI units and their implications". *MAPAN*, vol. 35, pag. 1-9, 2020.
- [22] Resolution 1 of the 26th CGPM, (2018). <https://www.bipm.org>
- [23] Bize, S. "The unit of time: Present and future directions". *Comptes Rendus Physique*, vol. 20, pag. 153-168, 2019.
- [24] Ren, W., Li, T., Qu, Q., Wang, B., Li, L., Lü, D., and Liu, L. "Development of a space cold atom clock". *National Science Review*, vol. 7, pag. 1828-1836, 2020.
- [25] Gardner, Jamie Ryan, Cooling and Pumping, "Neutral Atom Imaging Using a Pulsed Electromagnetic Lens" (Springer Science Business Media), pag. 19-27, 2018.
- [26] C. A. Ortiz-Cardona, Ph. D. thesis, CINVESTAV, IPN, Qro., 2018.
- [27] Kumagai, M., Ito, H., Kajita, M., and Hosokawa, M. "Evaluation of caesium atomic fountain NICT-CsF1". *Metrologia*, vol. 45, pag. 139-148, 2008.
- [28] Szymaniec, K., Chalupczak, W., Whibberley, P. B., Lea, S. N., and Henderson, D. "Evaluation of the primary frequency standard NPL-CsF1". *Metrologia*, vol. 42, pag. 49-57, 2005.
- [29] Gibble, K., and Chu, S. "Laser-cooled Cs frequency standard and a measurement of the frequency shift due to ultracold collisions". *Physical review letters*, vol. 70, pag. 1771-1774, 1993.
- [30] Ghezali, S., Laurent, P., Lea, S. N., and Clairon, A. "An experimental study of the spin-exchange frequency shift in a laser-cooled cesium fountain frequency standard". *Europhysics Letters*, vol. 36, pag. 25-30, 1996.
- [31] Leo, P. J., Julienne, P. S., Mies, F. H., and Williams, C. J. "Collisional frequency shifts in 133 Cs fountain clocks". *Physical Review Letters*, vol. 86, pag. 3743-3746, 2001.
- [32] Gibble, K., Chang, S., and Legere, R. "Direct observation of s-wave atomic collisions". *Physical review letters*, vol. 75, pag. 2666-2669, 1995.
- [33] Vanier J and Audoin C. "The Quantum Physics of Atomic Frequency Standards" (Bristol: Hilger). Pag. 800, 1989.
- [34] Pal'chikov, V. G., Domnin, Y. S., and Novoselov, A. V. "Black-body radiation effects and light shifts in atomic frequency standards". *Journal of Optics B: Quantum and Semiclassical Optics*, vol. 5, pag. S131, 2003.
- [35] Majorana, E. "Atomi orientati in campo magnetico variabile". *Il Nuovo Cimento*, vol. 9, pag. 43-50, 1932.
- [36] Shirley, J. H., and Jefferts, S. R. "PARCS magnetic field measurement: low frequency Majorana transitions and magnetic field inhomogeneity". In *IEEE International Frequency Control Symposium and PDA Exhibition Jointly with the 17th European Frequency and Time Forum, 2003*, pp. 1072-1075, 2003.

- [37] Quessada, A., Kovacich, R. P., Courtillot, I., Clairon, A., Santarelli, G., and Lemonde, P. "The Dick effect for an optical frequency standard". *Journal of Optics B: Quantum and Semiclassical Optics*, vol. 5, pag. S150, 2003.

EL ROL DEL MÁSER DE HIDRÓGENO EN EL ENSAMBLE DE RELOJES ATÓMICOS UTILIZADOS EN LA GENERACIÓN DE LA HORA OFICIAL DE MÉXICO, UTC(CNM)

C. A. Ortiz*, A. Medina, N. Díaz, F. J. Jiménez, R. Gutierrez, E. de Carlos
Dirección de Tiempo y Frecuencia, Centro Nacional de Metrología, CENAM
km 4.5 Carretera a los Cués, Municipio El Marqués, Querétaro, México
*cortiz@cenam.mx

Resumen: Desde 1996, el CENAM inició las actividades tendientes a la predicción (realización) del Tiempo Universal Coordinado, reconocido internacionalmente como UTC(CNM), basado en un único oscilador atómico comercial. Desde entonces distintas mejoras se han implementado, entre ellas la inclusión de máseres de hidrógeno. Todo lo anterior, con el propósito de mejorar la estabilidad, exactitud y robustez del UTC(CNM). En este artículo se presentará el rol que desempeña el máser de hidrógeno en la infraestructura del UTC(CNM), iniciando con la descripción del principio de funcionamiento, las razones para utilizar este oscilador y concluyendo con el impacto del máser en el ensamble.

1. INTRODUCCIÓN

Una de las principales tareas de los laboratorios de tiempo y frecuencia de los Institutos Nacionales de Metrología (NMI por sus siglas en inglés) de todo el mundo es generar los horarios oficiales de sus respectivos países, basados precisamente en el Tiempo Universal Coordinado (UTC). De esta manera, la predicción del UTC ha ganado gran relevancia en estos laboratorios para mantener una referencia temporal de alta calidad, dando soporte a sectores estratégicos que dependen en gran medida de los sistemas de sincronización (telecomunicaciones, redes financieras, eléctricas, entre otros). Más aún, la implementación de las nuevas tecnologías altamente dependientes de la sincronía, como las redes móviles 5G, requieren de niveles de sincronía aún más exigentes que las actuales.

Los máseres de Hidrógeno son piezas tecnológicas muy sofisticadas con desempeños metrológicos únicos a tiempos cortos en comparación con otros relojes atómicos disponibles. En particular, este tipo de relojes pueden alcanzar inestabilidades de 8×10^{-14} en mediciones realizadas en intervalos de 1 s (tiempo de promediación) [1, 2]. Lo anterior implica que pueden ser empleados en aplicaciones con frecuencias de muestreo altas sin comprometer la precisión de las mediciones de tiempo. En ese sentido, son utilizados en radio astronomía (VLBI and VLBA) [3, 4], navegación [5] y escaneo del espacio profundo [6], monitoreo de sistemas de posicionamiento satelital [7], servicios de hora oficial [8], entre otras.

En el contexto de la generación de horas oficiales, estos artefactos son utilizados para mejorar la estabilidad a tiempos cortos y atender aplicaciones que demandan altos niveles de sincronía a una frecuencia alta. Sin embargo, son equipos costosos cuya adquisición resulta ser generalmente compleja. Según lo anterior, es importante justificar la necesidad de usar este tipo de osciladores como parte fundamental de la infraestructura de la calidad de una nación.

En este trabajo, se presenta una descripción general del principio de funcionamiento del máser de hidrógeno, sus aplicaciones en la generación de escalas de tiempo y el impacto de este oscilador en el ensamble utilizado para generar la Hora Oficial de México, reconocida internacionalmente como UTC(CNM).

2. MÁSERES DE HIDRÓGENO

El máser de hidrógeno es la referencia de frecuencia más precisa, elaborada y costosa disponible comercialmente. La palabra máser es un acrónimo en inglés (*Microwave Amplification by Stimulated Emission of Radiation*) que significa amplificación de microondas por emisión estimulada de radiación electromagnética [9, 10].

En términos sencillos, fotones de microondas son “copiados” utilizando como referencia a un fotón semilla, hasta alcanzar señales que pueden ser

utilizadas en aplicaciones prácticas. El efecto máser fue el antecesor del efecto láser [11, 12] en el que la frecuencia de los fotones es mayor.

Un máser de hidrógeno utiliza para su funcionamiento las propiedades intrínsecas del átomo de hidrógeno. En particular, la alineación del espín del protón y del electrón de este átomo. El estado de mínima energía de este sistema corresponde con los espines de ambas partículas apuntando en direcciones opuestas y la cantidad de energía requerida para que los espines estén alineados en la misma dirección es de $5.87 \mu\text{eV}$, valor que de acuerdo con la ecuación de Planck [13, 14] corresponde a una frecuencia de $1,420,405,751.786 \text{ Hz}$.

En este artefacto cuyo diagrama es presentado en la Fig. 1, un reservorio de hidrógeno molecular, H_2 , deja escapar una cantidad controlada de gas a una lámpara de descarga, en donde las moléculas son disociadas utilizando un arco eléctrico. Los átomos de hidrógeno pasan entonces a través de un colimador y un selector de estados magnéticos y son almacenados finalmente en una ampolla de cuarzo recubierta internamente con politetrafluoroetileno (PTFE) a efecto de reducir la absorción, la interacción química y las perturbaciones provocadas por el contenedor. Esta ampolla está a su vez dentro de una cavidad resonante de microondas cilíndrica hecha de cobre precisamente maquinado o cerámica recubierta de plata, la cual está sintonizada a la frecuencia de resonancia de los átomos tal que, los espines del protón y el electrón estén alineados en la misma dirección (1.420 GHz). Una vez que los átomos están dentro de la cavidad, algunos decaen a un nivel de energía menor, emitiendo fotones de una frecuencia correspondiente a microondas. Dichos fotones estimulan a otros átomos a decaer en su nivel de energía y en consecuencia emitir fotones adicionales. De esta manera un campo de microondas auto sostenido se genera en la ampolla. La cavidad sintonizada alrededor de la ampolla ayuda a redirigir fotones de vuelta al sistema para mantener las oscilaciones. El resultado es una señal de microondas con alta pureza espectral que se sintoniza a la frecuencia de resonancia del átomo de hidrógeno y es continuamente emitida a medida que ingresan nuevos átomos al sistema. Esta señal es utilizada como referencia de frecuencia para un oscilador de cuarzo.

Así mismo, un campo magnético de baja intensidad es aplicado en la dirección axial para romper la degeneración de los subniveles magnéticos (niveles Zeeman) con la intención de utilizar los apropiados. Adicionalmente y dada la sensibilidad magnética, la cavidad está rodeada por blindajes magnéticos que minimizan el efecto provocado por campos magnéticos externos.

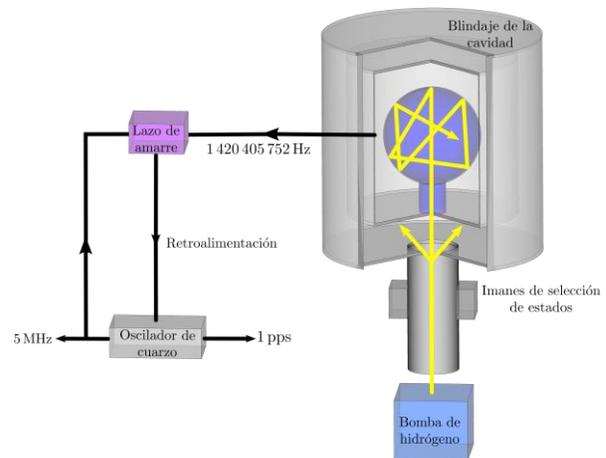


Fig. 1. Diagrama general de un máser de hidrógeno.

La frecuencia de resonancia del hidrógeno es mucho más baja que la del cesio ($9,192,631,770 \text{ Hz}$), pero el ancho de la resonancia del hidrógeno es usualmente de unos pocos hertz. Por lo tanto, el factor de calidad, Q , está alrededor de 10^9 , o al menos un orden de magnitud mejor que un reloj de cesio comercial. En consecuencia, la estabilidad a corto plazo es mejor que un estándar de cesio para períodos de unos pocos días, por lo general $<1 \times 10^{-12}$ y alcanza un ruido base de aproximadamente 1×10^{-15} . Sin embargo, al hacer mediciones por días o semanas, el desempeño metrológico de un máser de hidrógeno está por debajo en comparación con un oscilador de cesio. La estabilidad disminuye debido a los cambios en la frecuencia de la resonancia de la cavidad en el tiempo, la cual evoluciona cuadráticamente en función del tiempo. No obstante, los modelos más recientes incluyen la auto sintonización de la cavidad para contrarrestar la deriva en frecuencia (*drift*) y de esta manera, alcanzan estabilidades mejores que las de los osciladores de cesio en tiempos de observación largos (meses).

Existen dos tipos de máseres de hidrógeno, activos y pasivos. En el primer caso, la cavidad de microondas es el oscilador en si mismo, lo que requiere de una alta densidad de átomos de

hidrógeno y que la cavidad tenga un factor de calidad (Q) [15, 16] alto. Entre tanto, en un máser pasivo de hidrógeno, la cavidad es alimentada por una referencia externa de frecuencia de 1.420 GHz, la cual es sintonizada para maximizar la respuesta de la cavidad. Los máseres activos son típicamente cuatro veces más estables que los pasivos y cien veces más estables que los relojes atómicos de cesio de alto desempeño [17].

2. INESTABILIDAD

Como se mencionó anteriormente, los máseres de hidrógeno son los osciladores atómicos con la menor inestabilidad para periodos de observación cortos, es decir son relojes con precisiones altas, incluso cuando son utilizados para realizar mediciones en intervalos de tiempo cortos (menores o iguales a 1 segundo). En la Fig. 2, se presentan los valores de inestabilidad (asociados con el cálculo de la desviación de Allan) reportados por los fabricantes en la hoja de datos de los productos más recientes de las 2 compañías que fabrican y comercializan estos artefactos (MHM 2010 y VCH1003M) en el mundo. Así mismo, se presentan las inestabilidades de los relojes de cesio de alto desempeño (5071A), los cuales son utilizados por la mayoría de los NMIs como parte de la infraestructura para la generación de la hora oficial. Existen poco más de 200 de estos relojes en el mundo operando de manera continua, de acuerdo con datos publicados por la Oficina Internacional de Pesas y Medidas (BIPM por sus siglas en inglés).

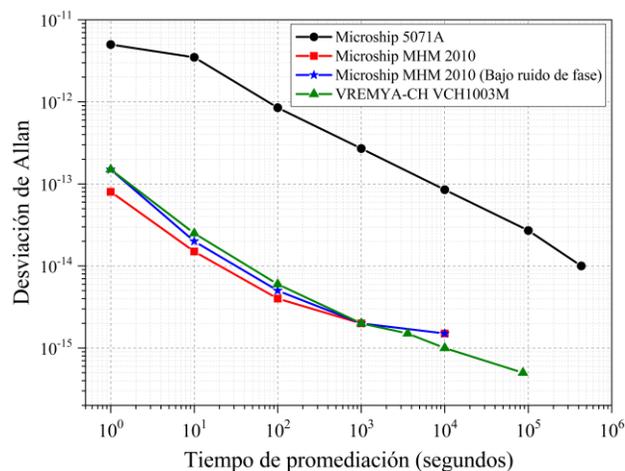


Fig. 2. Valores de inestabilidad (desviación de Allan) de máseres de hidrógeno comerciales y relojes de cesio de alto desempeño. Nota: Datos correspondientes a valores publicados por los fabricantes.

Como se aprecia en la figura 2, la inestabilidad correspondiente a los máseres de hidrógeno es menor que la de los relojes atómicos de cesio de alto desempeño, particularmente para tiempos de promediación cortos. Sin embargo y gracias a la función de auto sintonización de la cavidad (incluida en los modelos presentados), estos artefactos superan en cualquier ventana de promediación a los relojes atómicos de cesio, incluso los de alto desempeño. Según lo anterior y teniendo en cuenta que las escalas promediadas de tiempo se calculan con base a un conjunto de relojes atómicos de cesio de alto desempeño, los máseres de hidrógeno impactan en la estabilidad de la realización local del UTC, principalmente en periodos de tiempo cortos.

De acuerdo con lo anterior, es importante utilizar este tipo de osciladores para mejorar la estabilidad de la realización local del UTC y atender aplicaciones que demandan niveles de sincronía altos, tales como las nuevas redes 5G [18].

3. ROL EN LA INFRAESTRUCTURA DEL UTC(CNM)

Históricamente el CENAM ha contado con dos máseres activos de hidrógeno, denominados M1 (CH1-75A) y M2 (MHM2010), los cuales se muestran en la Fig. 3. En el caso del primero, se incorporó al ensamble del UTC(CNM) en el año 2000 y operó por 15 años. Durante este tiempo, solo presentó un fallo menor por el daño de una tarjeta lógica que fue reemplazada sin novedades hasta el final de su operación, asociado con la terminación del hidrógeno molecular en el tiempo previsto. Entre tanto el M2, se incorporó al ensamble en el 2013 y se tiene previsto que opere durante al menos 15 años. El M2 ha presentado un par de fallas asociadas al sistema de vacío que han sido resueltas de manera exitosa por el equipo de la Dirección de Tiempo y Frecuencia, en comunicación cercana con el fabricante.

En el CENAM, los máseres de hidrógeno han sido adquiridos para apoyar tres objetivos fundamentales del grupo de trabajo:

1. La generación del UTC(CNM).
2. La operación de la fuente de átomos fríos (CENAM-CsF₁).
3. La realización de comparaciones con osciladores atómicos de alto desempeño y receptores de sistemas de posicionamiento satelital (GNSS).



Fig. 3. Fotografías de los máseres de hidrógeno del CENAM (M1: izquierda y M2:derecha). Nota: La regla en la parte superior de ambas fotografías tiene una longitud de 30 cm.

El desempeño metrológico superior de estos artefactos los hace de extremo valor en comparaciones, ya que, dada su alta estabilidad en tiempos de observación cortos, es posible en general, considerar los resultados de la comparación con otros osciladores como absolutos y en consecuencia determinar su inestabilidad de manera directa.

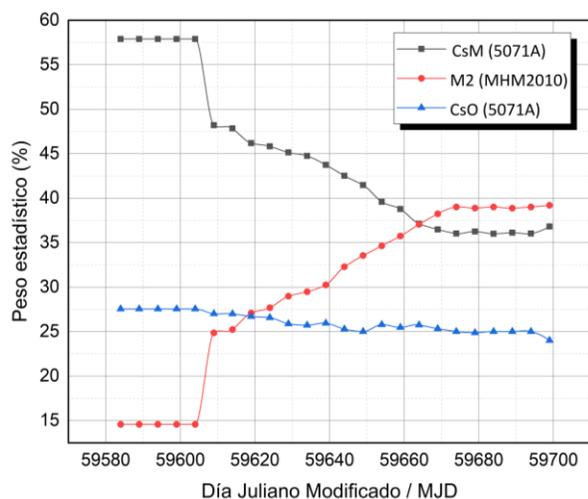


Fig. 4. Pesos estadísticos de los relojes atómicos participantes en la generación de la escala de tiempo promediada (enero a abril de 2022).

En el caso de la generación del UTC(CNM), al participar el máser en el ensamble, la escala de tiempo tiene un desempeño metrológico superior. Lo anterior se evidencia entre otras cosas, en el peso estadístico que asigna el algoritmo de generación de la escala al máser, el cual ha alcanzado valores cercanos al 40 % [19] en un periodo de tiempo

corto, como se aprecia en la Fig. 4. Dicho periodo corresponde con la estabilización del máser, proceso que tarda alrededor de 2 meses. Históricamente, el M1 alcanzó pesos cercanos al 50 %. De acuerdo con esto, el uso de máseres agrega una mejora significativa a la estabilidad de la realización del UTC.

En la Fig. 5 se presenta una gráfica de inestabilidad del tiempo atómico generado en el CENAM / TA(CNM) respecto al UTC para los casos en los que el máser hace parte del ensamble y cuando se utilizan únicamente relojes atómicos de cesio de alto desempeño (5071A).

Vale la pena aclarar que el TA(CNM) es el resultado obtenido por el algoritmo que combina estadísticamente los relojes del ensamble. Entre tanto, el UTC(CNM) resulta de la corrección al TA(CNM) de acuerdo con información de comparaciones con otras referencias de tiempo. Principalmente los resultados de la comparación clave CCTF-K001.UTC [20], cuyos resultados son publicados mensualmente por el BIPM en la circular T. También se utilizan los resultados de comparaciones con el UTCr [21], la escala de tiempo del Sistema Interamericano de Metrología (SIM Time / SIMT) [22] y la fuente de átomos fríos (CENAM-CsF₁) [23]. Los resultados evidencian el argumento presentado y dejan entrever la necesidad del uso de este tipo de artefactos.

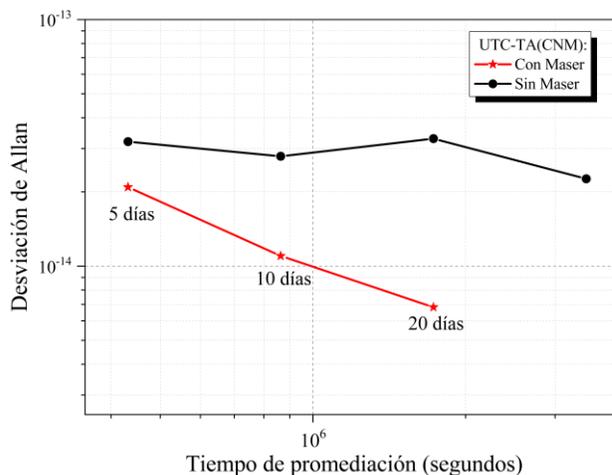


Fig. 5. Valores de inestabilidad (desviación de Allan) del tiempo atómico generado en el CENAM / TA(CNM) respecto al UTC, utilizando un máser en el ensamble (enero a abril de 2022) y sin utilizarlo (julio a noviembre de 2021).

5. CONCLUSIONES

De acuerdo con los resultados presentados en este trabajo, los máseres de hidrógeno son piezas claves para el desarrollo de distintas actividades de la metrología de tiempo y frecuencia. En particular, para la realización de la predicción del UTC local, mejorando la estabilidad de esta, posibilitando el soporte a aplicaciones que demandan niveles de sincronía altos. Como se aprecia en la Fig. 5, la inestabilidad del TA(CNM) cuando se utiliza un máser de hidrógeno en el ensamble presenta inestabilidades de 2.09×10^{-14} para tiempos de promediación (observación) de 5 días.

Adicionalmente, es posible llevar a cabo otras actividades que requieren de referencias muy precisas (estables), como la operación de la fuente atómica, en la que un sintetizador de microondas es anclado en frecuencia al máser de hidrógeno y se realizan correcciones de acuerdo con la información obtenido por los átomos de cesio después de interrogar la frecuencia de reloj (9,192,631,770 Hz). En este esquema, se hacen dos interrogaciones, una a la derecha (mayor frecuencia) de la transición de reloj y otra a la izquierda. De acuerdo con la diferencia entre estos valores, se realiza una corrección a la frecuencia del sintetizador.

Finalmente, es importante resaltar la necesidad de adquirir un tercer máser de hidrógeno a partir de 2026 o antes, debido al final de operaciones del M2 que se espera ocurra en el 2028. Lo anterior garantizará el desempeño metrológico del UTC(CNM).

AGRADECIMIENTOS

A. Medina y R. Gutierrez agradecen al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) el estímulo económico recibido para los estudios de posgrado. Así mismo agradecen al CINVESTAV Unidad Querétaro y al CENAM por el apoyo económico, técnico y científico.

REFERENCIAS

- [1] Microsemi, "MHM 2010 Active Hydrogen Maser", <https://www.microsemi.com/product-directory/clocks-frequency-references/3833-active-hydrogen-maser>, 25/05/2022.
- [2] VREMYA-CH, "Active Hydrogen Maser VCH-1003M", https://www.vremya-ch.com/english/support/supp_docs/index.html#1003M_en, 25/05/2022.
- [3] Bolli, P., Orfei, A., Zanichelli, A., Prestage, R., Tingay, S. J., Beltrán, M., and Zacchiroli, G. "An international survey of front-end receivers and observing performance of telescopes for radio astronomy." Publications of the Astronomical Society of the Pacific, vol. 131, pag. 085002-24, 2019.
- [4] Fiori, F., Tortora, P., Zannoni, M., Ardito, A., Menapace, M., Bellei, G., and Orosei, R. "Deep space orbit determination via Delta-DOR using VLBI antennas". CEAS Space Journal, vol. 14, pag. 421-430, 2022.
- [5] Krawinkel, T., and Schön, S. "Improved high-precision GNSS navigation with a passive hydrogen maser". NAVIGATION, Journal of the Institute of Navigation, vol. 68, pag. 799-814, 2021.
- [6] Ely, T. A., Burt, E. A., Prestage, J. D., Seubert, J. M., and Tjoelker, R. L. "Using the deep space atomic clock for navigation and science." IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control, vol. 65, pag. 950-961, 2018.
- [7] Wu, Z., Zhou, S., Hu, X., Liu, L., Shuai, T., Xie, Y., and Chang, Z. "Performance of the BDS3 experimental satellite passive hydrogen maser". GPS Solutions, vol. 22, pag. 1-13, 2018.
- [8] Jiang, M., Dong, S., and Wu, W. "Research on time scale algorithm based on hydrogen masers". IEEE Instrumentation & Measurement Magazine, vol. 23, pag. 35-40, 2020.
- [9] Townes, C. H. "Production of Coherent Radiation by Atoms and Molecules". Science, vol. 149, pag. 831-841, 1965.
- [10] Kekez, M. M. "Laser and microwave generations in nitrogen". IEEE Transactions on Plasma Science, vol. 46, pag. 545-555, 2018.
- [11] Schawlow, A. L., and Townes, C. H. "Infrared and optical masers". Physical Review, vol 112, pag. 1940-1949, 1958.
- [12] Kronenberg, P., and Traxer, O. "The laser of the future: reality and expectations about the new thulium fiber laser a systematic review." Translational andrology and urology, vol. 8, pag. S398-S417, 2019.
- [13] French, A. P., and Taylor, E. F. *An introduction to quantum physics*. W. Norton & Company, Cap. 1, pag. 17-19, 1978.
- [14] Cohen-Tannoudji, C., Diu, B., and Laloe, F. *Quantum Mechanics, Volume 1* Wiley-VCH, 898, 1986.
- [15] Bai, S. S., Dong, S. W., Zhao, S. H., and Zhang, J. H. "Research on the method of performance monitoring and evaluation for

- active hydrogen maser*". Chinese Astronomy and Astrophysics, vol. 59, pag. 292-304, 2018.
- [16] Wang, X., Zhang, C., Cao, C., Liu, Y., Wang, L., and Gao, L. "New Research Progress in Active Hydrogen Maser in BIRMM". In China Satellite Navigation Conference (CSNC) 2020 Proceedings Volume II, vol. 651, pag. 463-471. Springer Nature, 2020.
- [17] Lombardi, M. *Encyclopedia of Physical Science and Technology (Third Edition)*. Academic Press, pag. 783-801, 2003.
- [18] H. Li, L. Han, R. Duan and G. M. Garner, "Analysis of the Synchronization Requirements of 5g and Corresponding Solutions," in IEEE Communications Standards Magazine, vol. 1, no. 1, pp. 52-58, March 2017.
- [19] J M López-Romero and N Díaz-Muñoz, "Progress in the generation of the UTC(CNM) in terms of a virtual clock", Metrologia, Vol. 45, 2008.
- [20] <https://www.bipm.org/kcdb/comparison?id=735>, 31/05/2022.
- [21] <https://www.bipm.org/en/time-ftp/utcr>, 31/05/2022.
- [22] <https://tf.nist.gov/sim/index.htm>, 31/05/2022.
- [23] C. A. Ortiz, E. De Carlos López and J. M. López, "Progress in Mexican Atomic Fountain Using an Ultra-Stable Laser". 2018 Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM 2018), 2018, pp. 1-2, doi: 10.1109/CPEM.2018.8501173.

SISTEMA DE MONITOREO DEL NIVEL DE SINCRONÍA MEDIANTE EL PROTOCOLO NTP

Francisco J. Jiménez, Eduardo de Carlos L.
Dirección de Tiempo y Frecuencia, Centro Nacional de Metrología, CENAM
km 4.5 Carretera a Los Cués, El Marqués, Querétaro, México
442-211-05-00 ext.:3207 fjimenez@cenam.mx

Resumen: En este trabajo se presenta un sistema de monitoreo desarrollado en el CENAM que permite visualizar, en tiempo real e histórico, el nivel de sincronía que tienen distintos servidores de tiempo que usuarios mantienen como referencia de tiempo. Por ejemplo empresas que de acuerdo al tipo de servicio que brindan necesitan demostrar cierto nivel de sincronización respecto al Patrón Nacional de Escalas de Tiempo. Algunas de estas empresas son prestadores de servicios de certificación de tiempo, Autoridades de Sellado de Tiempo, TSA (Time Stamping Authority), que proporcionan certeza sobre el instante en el que se procesan determinados documentos electrónicos, este es uno de los servicios más importantes en relación con las firmas electrónicas. En estos procesos es vital que la fecha y hora que mantiene el servidor monitoreado esté dentro del nivel de sincronía establecido en la norma Oficial Mexicana NOM-151-SCFI-2016.

1. INTRODUCCIÓN

Una de las funciones del Centro Nacional de Metrología, CENAM, es diseminar las exactitudes de sus patrones por medio de servicios tecnológicos de la más alta calidad, para incrementar la competitividad del país, contribuir al desarrollo sustentable y mejorar la calidad de vida de la población.

El CENAM cuenta con el laboratorio de Tiempo y Frecuencia, que es un laboratorio especializado en el desarrollo de investigación enfocada en la generación de escalas de tiempo, tecnologías relacionadas con la sincronía, calibración de osciladores y relojes atómicos, así como la generación y diseminación de la Hora Oficial de los Estados Unidos Mexicanos definida por el Tiempo Universal Coordinado del CENAM, UTC(CNM), y los husos horarios establecidos en la Ley del Sistema de Horario en los Estados Unidos Mexicanos.

El CENAM ha puesto a disposición de toda la población diversos servicios cuyo principal objetivo es el de transferir la Hora Oficial del País, el UTC(CNM), mediante:

- Vía telefónica (servidor de tiempo por voz).
- Página web del CENAM (https://www.cenam.mx/hora_oficial/).
- Transferencia segura por internet (tiempo encriptado).
- Protocolo de tiempo de red, NTP (cronos.cenam.mx).

En la actualidad, conocer la hora del día es de suma importancia ya que tiene un alto impacto económico a nivel global, la calidad de múltiples bienes y servicios utilizados cotidianamente dependen en buena manera de la medición del tiempo, tal es el caso de la telefonía, la televisión, la radio y el internet, entre muchos otros [1].

En particular, el tiempo se ha convertido en un protagonista en procesos asociados a la firma electrónica y a la facturación en los que el sello de tiempo garantiza la no alteración de documentos asociándoles la fecha y la hora proporcionando así integridad a cierto conjunto de datos. Actualmente se emiten alrededor de 18 millones de facturas cada día.

Para proporcionar certeza en la determinación de la hora del día, existen prestadores de servicios de certificación llamados Autoridades de sellado de tiempo (del inglés Timestamping Authority, TSA) cuya tarea es proporcionar sellos de tiempo digitales. Las TSA's toman la Hora Oficial del CENAM mediante el servicio de transferencia segura por internet.

2. SISTEMA DE MONITOREO

La sincronización de las TSA's se realiza utilizando el protocolo de comunicación NTP, mediante

canales seguros, encriptando las estampas de tiempo y asegurando su integridad.

El protocolo NTP es un protocolo que revela el desajuste del reloj local del cliente en comparación con el reloj de referencia del servidor de tiempo intercambiando estampas de tiempo.

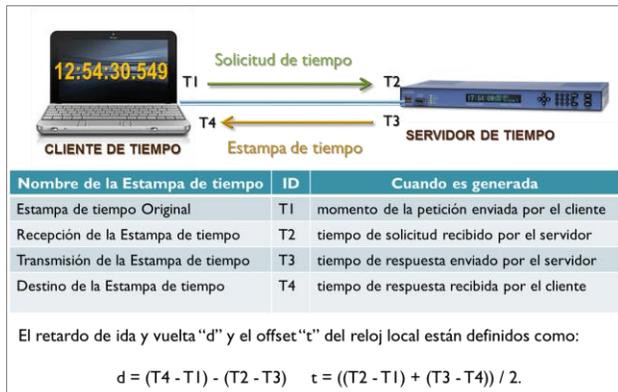


Fig. 1. Protocolo NTP.

Las estampas de tiempo T1, T2, T3 y T4 son procesadas de acuerdo al RFC 2030 [2] para determinar la corrección del reloj local del cliente. De esta manera el reloj cliente se sincroniza al reloj de referencia, el servidor de tiempo del CENAM, y es capaz de proporcionar sellos de tiempo.

Para asegurar la confiabilidad del sellado de tiempo realizado por las TSA's, el CENAM a través de la Dirección de Tiempo y Frecuencia ha desarrollado un sistema de monitoreo por internet que permite conocer el nivel de sincronía que mantiene cada TSA.

El sistema de monitoreo está formado a su vez por un sistema de medición implementado en una computadora personal, PC, con recursos suficientes para operar como un servidor web. La PC aloja una tarjeta electrónica de marca comercial disciplinada al Patrón Nacional de Escalas de Tiempo, PNET y conectada a internet, también se desarrolló un software en lenguaje de programación C++ que compara el tiempo del oscilador local de diversas TSA's con el tiempo del PNET obteniendo la diferencia de tiempo entre el tiempo mantenido por cada TSA y el tiempo del PNET. Este software también utiliza el protocolo NTP [3].



Fig. 2. Sistema de medición.

Para completar el sistema de monitoreo se desarrolló un servidor web en lenguaje de programación Python que administra las mediciones y permite el acceso a cada cliente para revisar su nivel de sincronía.

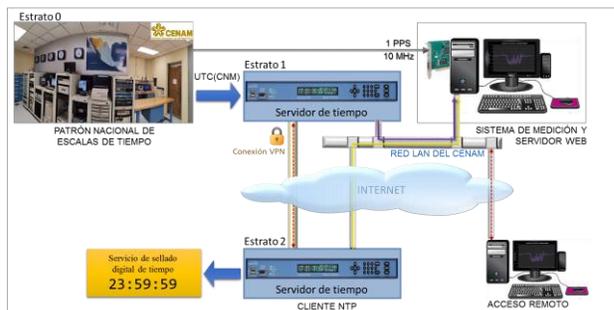


Fig. 3. Esquema general de monitoreo.

La interfaz de usuario fue implementada mediante un acceso web protegido por contraseña. Se han definido dos tipos de acceso, uno como administrador el cual tiene acceso a todos los registros de todos los clientes, este está asignado al personal del CENAM; el segundo tipo de acceso está asignado por cliente, es decir cada cliente tiene acceso solo a sus registros.

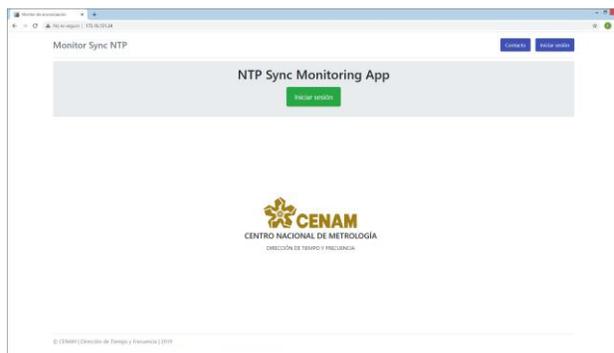


Fig. 4. Pantalla principal de la interfaz de usuario.

En la siguiente figura se muestra la pantalla de bienvenida al administrador. Las conexiones mostradas corresponden a algunos Institutos Nacionales de Metrología, NMI's, cuya información es pública y han permitido realizar las pruebas de funcionamiento. A medida que se incorporen las diferentes TSA's al monitoreo se agregarán al panel de conexiones.



Fig. 5. Menú del administrador.

El ícono de cada IMN o TSA es un link de acceso a los datos de cada cliente.

3. RESULTADOS

El sistema de medición registra una medición de cada TSA a intervalos de 60 segundos, esto es 1440 mediciones cada día. Las mediciones son almacenadas en archivos binarios para cada TSA por día, o sea que en un año se tendrán 365 archivos por cada TSA. Cuando se accesa a los datos de alguna TSA, dando clic en su ícono, el sistema muestra por default los datos de medición del último día contado a partir de las 00h00 UTC.

En la Figura 6, se muestran las mediciones para el NMI CENAM, UTC(CENAM) respecto al PNET, UTC(CNM). El UTC(CENAM) se refiere a la referencia de tiempo mantenida en el sistema de medición con el cual se comparan los distintos servidores, estrictamente no es el UTC(CNM) ya que existe de por medio una tarjeta electrónica, sin embargo se espera que las diferencias entre UTC(CNM) y UTC(CENAM) sean muy pequeñas. El gráfico color gris corresponde a las mediciones originales registradas cada 60 segundos, mientras que el gráfico color azul corresponde al promedio de cada 10 minutos de medición, representado en la

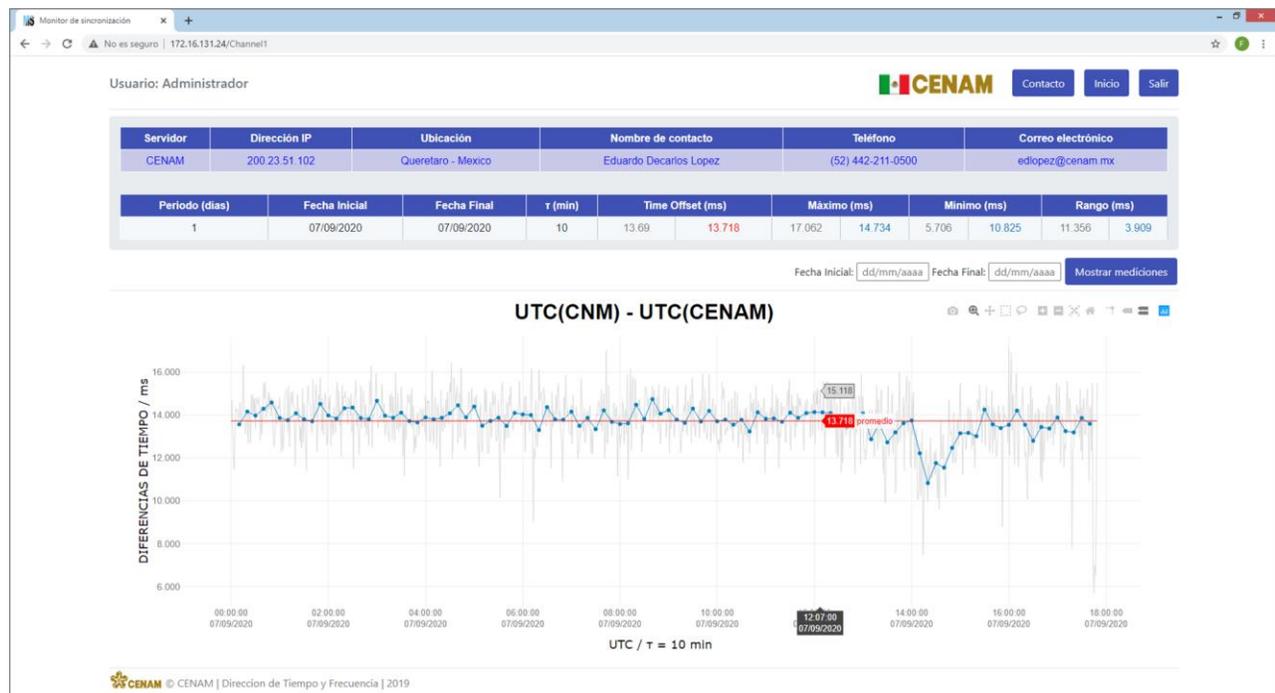


Fig. 6. Mediciones día actual

tabla como $\tau(\text{min}) = 10$, este valor de τ se ajusta automáticamente de acuerdo al número de datos que se muestran en pantalla, finalmente el gráfico

en color rojo representa el valor promedio de todo el intervalo mostrado.

Al desplazar el puntero del mouse sobre el gráfico aparecen etiquetas mostrando el valor original de la medición, el valor promedio cada τ minutos y la fecha y hora en la que se registró la medición. La información mostrada en la tabla se divide en dos: la parte superior da información sobre el NMI o TSA

que estamos monitoreando, en este caso corresponde al servidor de tiempo del CENAM. En la parte inferior se muestra información sobre las mediciones tales como fechas, valores mínimos y máximos, etc.

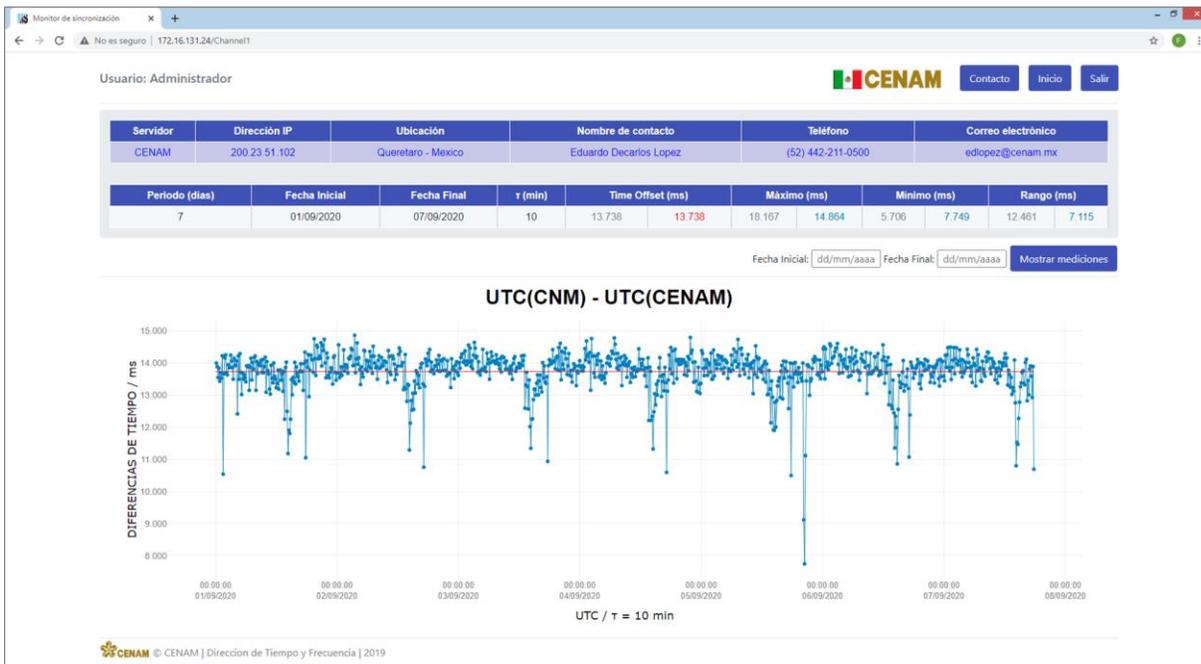


Fig. 7. Una semana de mediciones.

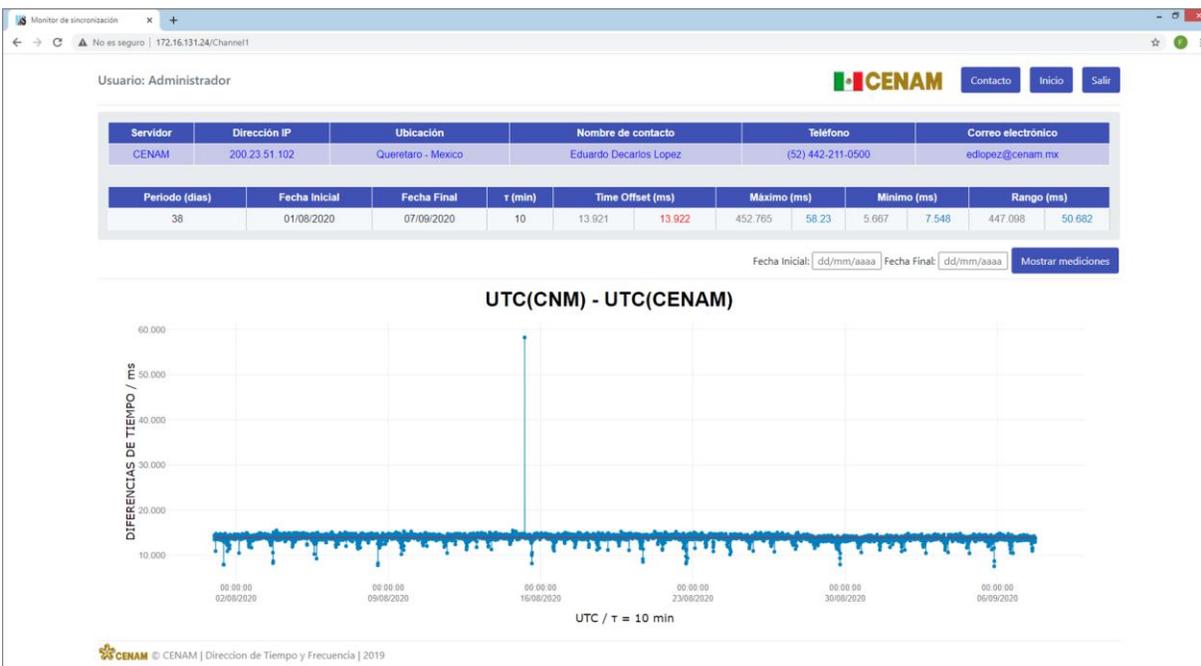


Fig. 8. Un mes de mediciones.

Debajo de la tabla se colocaron controles para modificar el intervalo de tiempo a explorar. Cabe mencionar que la visualización de las mediciones originales, cada 60 segundos, solo es posible en intervalos de 24 horas.

En las figuras 7, 8 y 9 se muestran las mediciones de la misma comparación pero ahora durante una semana, un mes y ocho meses de medición, respectivamente.

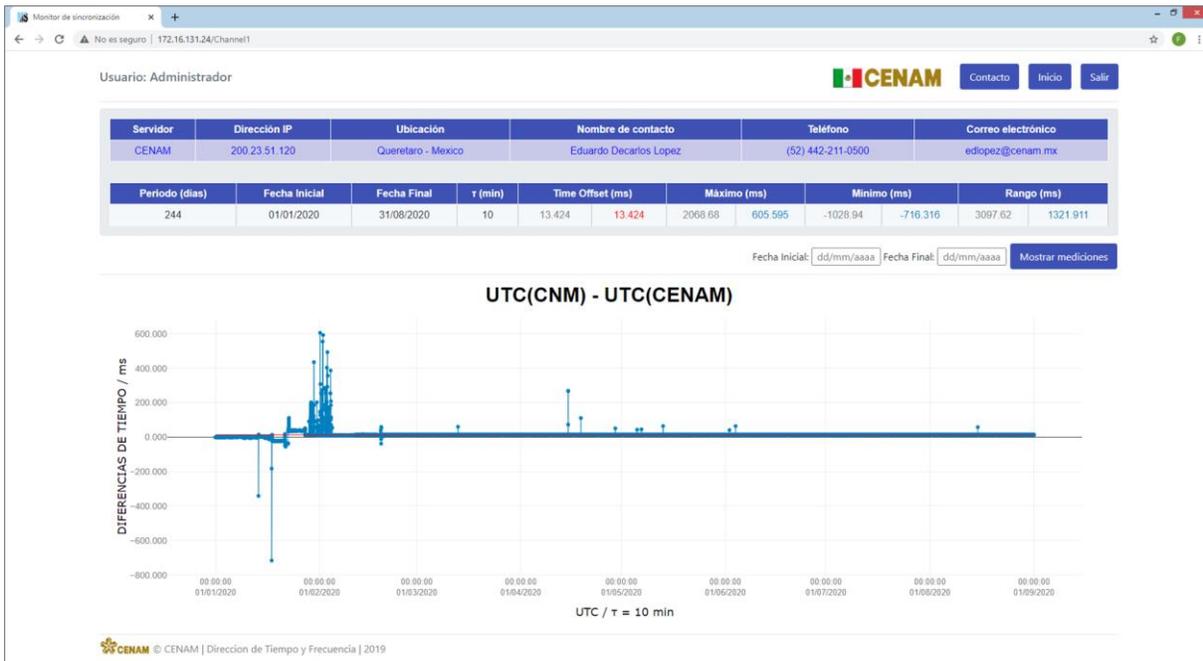


Fig. 9. Ocho meses de mediciones.

El sistema de monitoreo solo ha permanecido operando durante 8 meses continuos, sin embargo, su diseño se ha realizado de forma que pueda operar por mucho más tiempo. La única limitante a mediano plazo es el tamaño de la memoria de almacenamiento o disco duro de la PC.

3.1. Resultados metrológicos

Los niveles de sincronía registrados para todos los NMI's son del mismo orden, esto es porque en la realidad las diferencias del tiempo entre cada uno de ellos, incluyendo al CENAM es mucho más pequeña y lo que observamos es prácticamente el ruido del sistema que está limitado por el NTP. Para el caso de las TSA's, los niveles de sincronía obtenidos satisfacen a los establecidos en la norma Oficial Mexicana NOM-151-SCFI-2016.

4. CONCLUSIONES

El sistema de monitoreo de sincronía desarrollado muestra ser de gran utilidad ya que permite comprobar en todo momento las diferencias de tiempo entre un reloj de referencia remoto y el Patrón Nacional de Escalas de Tiempo, dando mayor certeza a los usuarios de estampillado de tiempo digital. Por otro lado, también permite analizar el desempeño tanto de la referencia remota como del enlace de comunicación de internet.

AGRADECIMIENTOS

A los Institutos Nacionales de Metrología de Canadá (NRC), Costa Rica (ICE), Colombia (INM), Brasil (ONRJ), Estados Unidos (NIST), Ecuador (CMEE), Argentina (INTI) y Guatemala (CENAME) por mantener públicos sus servidores de tiempo ya que esto facilitó el desarrollo del sistema de monitoreo.

REFERENCIAS

- [1] J. M. López Romero, Simposio de metrología 2006, Tiempo Universal Coordinado del CENAM, Evaluación de desempeño.
- [2] D. Mills, RFC 2030 Simple Network Time Protocol (SNTP), version 4. 1996.
- [3] F.J. Jiménez Tapia, J. M. López Romero, Simposio de metrología 2012, Sincronización de la Hora Oficial con servidor NTP cronos del CENAM.

LA IMPORTANCIA DE LA UTILIZACIÓN DE UN BARÓMETRO EN LA CALIBRACIÓN DE MANÓMETROS DE PRESIÓN NEGATIVA UTILIZANDO UNA BALANZA DE PRESIÓN COMO PATRÓN DE REFERENCIA

Francisco Flores, Jorge Torres
 Centro Nacional De Metrología CENAM
 km 4.5 Carretera a los Cués, Mpio. El Marqués, Querétaro.
 + [52] 442.211.0500 fflores@cenam.mx, jtorres@cenam.mx

Resumen: Es común que en la calibración de manómetros de presión relativa negativa se comentan errores comunes al no realizar correcciones adecuadas, conforme a la presión atmosférica. A continuación, se presenta la importancia de realizar las calibraciones de manómetros de presión negativa contra una balanza de presión como patrón de referencia utilizando un barómetro auxiliar externo para realizar las correcciones por presión atmosférica.

1. INTRODUCCIÓN

Los manómetros son el instrumento de medición secundaria más difundido y utilizado como patrón de referencia tanto para calibraciones, como para mediciones, en procesos de alimentos o medicamentos, pasando por la medición de presión atmosférica en el campo de la meteorología y en la aeronáutica, la medición de la presión diferencial en cuartos limpios y medición de flujo de fluidos en una tubería, entre otros.

En la calibración de instrumentos de presión relativa negativa con una balanza de presión como patrón de referencia, hay que tomar en cuenta varios aspectos a corregir en el modelo de medición.

Uno de ellos, es la correcta toma de indicaciones de la presión atmosférica, ya que ésta es de suma importancia para las correcciones internas de la balanza de presión patrón.

En caso de no corregirla, se pueden generar errores que pudieran generar desviaciones en los resultados de medida.

En el presente, se comenta cómo se tienen que realizar esas correcciones de presión atmosférica en este tipo de calibraciones de manómetros de presión relativa negativa.

2. DIAGRAMA DE CONEXIONES PARA CALIBRACIÓN DE MANÓMETROS DE PRESIÓN RELATIVA NEGATIVA CON BALANZA DE PRESIÓN COMO PATRÓN DE REFERENCIA

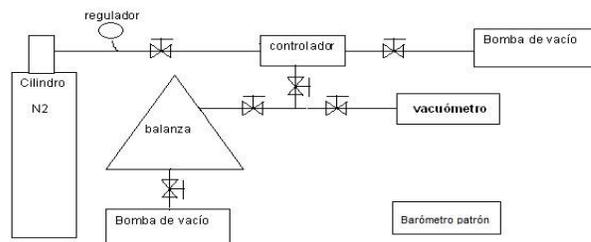


Fig. 1. Diagrama de calibración de manómetros de presión relativa negativa.

El fluido utilizado en la calibración fue nitrógeno de ultra alta pureza.

En este tipo de sistema, **Fig. 1**, se realiza vacío en la campana de la balanza, ver **Fig. 2**, por medio de una bomba de vacío, y la presión residual interna de la campana, se debe de medir (en este caso con un sensor tipo Pirani) para corregir la presión interna de la balanza. También por medio de otra bomba de vacío, conectada al sistema de calibración, se puede bajar la presión hasta el punto deseado o solicitado, en CENAM, normalmente, calibramos hasta -78 kPa. Eso debido que la presión atmosférica en nuestro laboratorio se encuentra alrededor de 81 kPa y a una altitud de 1 917 m sobre el nivel del mar.

Si se deseara bajar a una menor presión, digamos a -100 kPa, tendríamos que estar a una altitud respecto al nivel del mar, cercana a 0 m.

Además de que se debe de medir la presión atmosférica, por medio de un barómetro patrón, el cual es externo al sistema. Donde este, debe de estar colocado a la misma altura que el nivel de referencia del pistón cilindro de la balanza patrón de referencia, como se muestra en la **Fig. 2**.

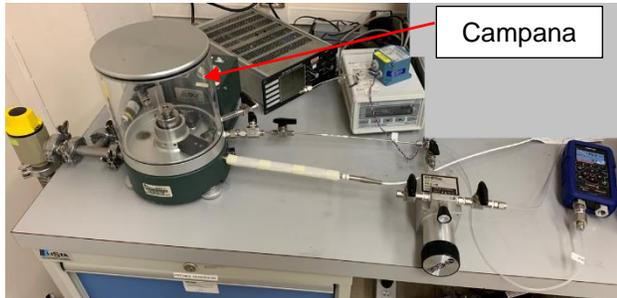


Fig. 2. Sistema de calibración de manómetros de presión relativa negativa.

Recordando un poco, la presión relativa, es el valor de una presión medida respecto a la presión atmosférica. Como se muestra a continuación en la **Fig. 3**.

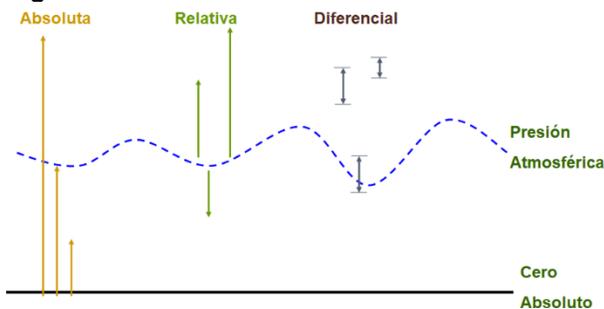


Fig. 3. Diagrama de diferentes tipos de presiones

Y se mide a partir de la presión atmosférica. Por lo cual, si tenemos una presión absoluta obtenida por la balanza patrón de referencia, debemos sumarle la presión residual contenida dentro de la campana y restarle la presión atmosférica y así poder obtener la presión relativa negativa.

$$P_{rel. neg.} = P_{abs. bal.} + P_{res. bal.} - P_{atm} \quad (1)$$

donde

- $P_{rel. neg.}$ es la presión relativa negativa,
- $P_{abs. bal.}$ es la presión absoluta de la balanza patrón,
- $P_{res. bal.}$ es la presión residual de la campana, y
- P_{atm} es la presión atmosférica.

Debido a que debemos de corregir las indicaciones por la presión atmosférica y si existe una diferencia de alturas entre el barómetro patrón y la balanza patrón de referencia, tenemos una columna de aire, que se ve representada por una pérdida o aumento en la presión resultante.

Por ejemplo, si el barómetro patrón estuviera por arriba a una diferencia de alturas de 3 m del nivel de referencia de la balanza patrón de referencia, resultaría de la siguiente ecuación, una presión atmosférica con diferente resultado.

$$P_{atm. corr.} = P_{atm} - \rho \cdot g \cdot h$$

donde

- $P_{atm. corr.}$ es la presión atmosférica corregida,
- $P_{atm.}$ es la presión atmosférica, 81 000 Pa
- ρ es la densidad del aire, utilizando 1.2 kg/m³,
- g es la aceleración gravitacional, utilizando 9.780 842 20 m/s², y
- h es la diferencia de alturas, 3 m.

$$P_{atm. corr.} = 81\,000\text{ Pa} - \left(1.225 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}\right) \cdot \left(9.780\,842\,20 \frac{\text{m}}{\text{s}^2}\right) \cdot (3\text{ m})$$

$$P_{atm. corr.} = 81\,000\text{ Pa} - 35.21\text{ Pa}$$

$$P_{atm. corr.} = 80\,964.79\text{ Pa}$$

Lo cual, representaría a tener errores de 35.21 Pa en todas las indicaciones de presión relativa negativa.

3. RESULTADOS

Se realizó una comparación entre una calibración de un manómetro de presión relativa negativa, utilizando un barómetro patrón externo, a la misma altura de la balanza patrón de referencia, **Fig 4** y otra utilizando otro barómetro a diferente altura, **Fig 5**.

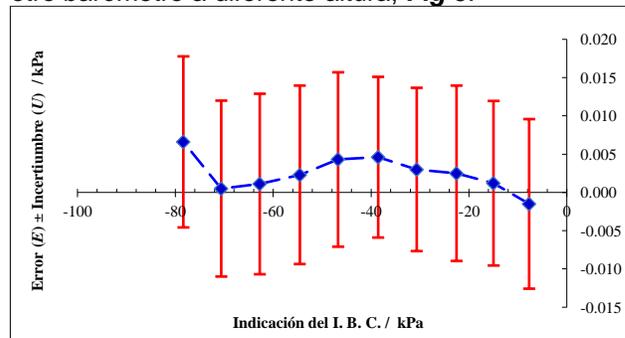


Fig. 4. Resultados de calibración, utilizando un barómetro patrón externo, a la misma altura.

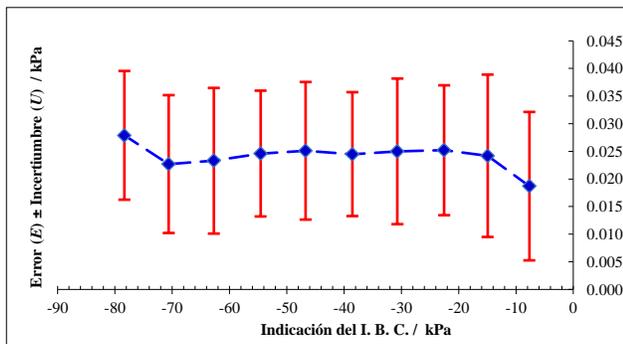


Fig. 4. Resultados de calibración, utilizando un barómetro patrón externo, a diferente altura.

3.1. Criterio de evaluación de resultados

El criterio que se utilizó para la evaluación de los resultados es:

El error normalizado (E_n), el cual se puede calcular con el siguiente modelo,

$$E_n = \frac{x_{bP} - x_{be}}{\sqrt{U_{bP}^2 + U_{be}^2}} \quad (2)$$

donde:

x_{bP} es el error obtenido utilizando un barómetro patrón externo, a la misma altura,

x_{be} es el error obtenido utilizando un barómetro patrón externo, a diferente altura,

U_{bP} es la incertidumbre expandida estimada utilizando un barómetro patrón externo, a la misma altura y

U_{be} es la incertidumbre expandida obtenida utilizando un barómetro patrón externo, a diferente altura.

De acuerdo con el modelo del error normalizado, si $|E_n| \leq 1$ los resultados son aceptables, si $|E_n| > 1$ los resultados no son aceptables.

A continuación, se muestran los errores e incertidumbres expandidas obtenidos tanto en la comparación entre una calibración de un manómetro de presión relativa negativa, utilizando un barómetro patrón externo, a la misma altura de la balanza patrón de referencia, y utilizando otro barómetro a diferente altura. **Tabla 1.**

Presión Nominal kPa	Error Misma altura kPa	U kPa	Error Diferente altura kPa	U kPa
-7.666 5	-0.001 5	0.011	0.018 7	0.013
-14.952 2	0.001 2	0.011	0.024 2	0.015
-22.527 5	0.002 5	0.011	0.025 2	0.012
-30.687 0	0.003 0	0.011	0.025 0	0.013
-38.554 6	0.004 6	0.010	0.024 5	0.011
-46.714 3	0.004 3	0.011	0.025 1	0.012
-54.580 3	0.002 3	0.012	0.024 6	0.011
-62.739 1	0.001 1	0.012	0.023 3	0.013
-70.605 5	0.000 5	0.011	0.022 7	0.012
-78.355 6	0.006 6	0.011	0.027 9	0.012

El error normalizado obtenido entre las dos calibraciones es el siguiente. **Tabla 2.**

Presión Nominal kPa	E_n
-7.666 5	1.2
-14.952 2	1.3
-22.527 5	1.4
-30.687 0	1.3
-38.554 6	1.3
-46.714 3	1.2
-54.580 3	1.4
-62.739 1	1.3
-70.605 5	1.3
-78.355 6	1.3

Observando la **Tabla 2**, todos los puntos están fuera del criterio del E_n , es decir, los resultados no son aceptables.

3.2. Corrigiendo las indicaciones del barómetro patrón externo a diferente altura

Si corregimos las indicaciones del barómetro patrón externo a diferente altura y suponiendo valores constantes de densidad del aire de 1.2 kg/m³, una aceleración de la gravedad de 9.780 842 20 m/s², y una diferencia de alturas, 1 m. Obtenemos los siguientes resultados. **Fig. 5**

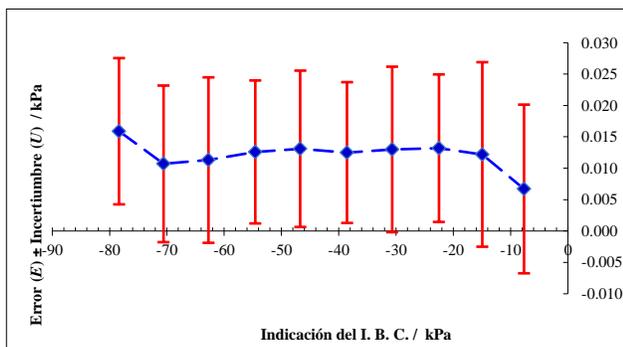


Fig. 5. Resultados de calibración, utilizando un barómetro patrón externo corregido, a diferente altura.

Donde los resultados de errores e incertidumbres expandidas obtenidos tanto en la comparación entre una calibración de un manómetro de presión relativa negativa, utilizando un barómetro patrón externo, a la misma altura de la balanza patrón de referencia, y utilizando otro barómetro a diferente altura, con valores constantes. **Tabla 3.**

Presión Nominal kPa	Error Misma altura kPa	<i>U</i> kPa	Error Diferente altura kPa	<i>U</i> kPa
-7.666 5	-0.001 5	0.011	0.006 7	0.013
-14.952 2	0.001 2	0.011	0.012 2	0.015
-22.527 5	0.002 5	0.011	0.013 2	0.012
-30.687 0	0.003 0	0.011	0.013 0	0.013
-38.554 6	0.004 6	0.010	0.012 5	0.011
-46.714 3	0.004 3	0.011	0.013 1	0.012
-54.580 3	0.002 3	0.012	0.012 6	0.011
-62.739 1	0.001 1	0.012	0.011 3	0.013
-70.605 5	0.000 5	0.011	0.010 7	0.012
-78.355 6	0.006 6	0.011	0.015 9	0.012

Si comparamos los resultados corrigiendo las indicaciones del barómetro patrón externo a diferente altura y suponiendo valores constantes con la calibración utilizando un barómetro patrón externo, a la misma altura, obtenemos el siguiente error normalizado. **Tabla 4.**

Presión Nominal kPa	<i>E_n</i>
-7.666 5	0.47
-14.952 2	0.60
-22.527 5	0.65
-30.687 0	0.59
-38.554 6	0.51
-46.714 3	0.52
-54.580 3	0.63
-62.739 1	0.58
-70.605 5	0.60
-78.355 6	0.58

Y observando la **Tabla 4**, todos los puntos están dentro del criterio del *E_n*, es decir, los resultados son aceptables.

4. DISCUSIÓN

Aunque, en la segunda comparación, los resultados en todos los puntos resultaron aceptables y debido a la diferencia de resultados obtenidos en las dos comparaciones, podemos seguir recomendando que el barómetro patrón externo sea colocado al mismo nivel de referencia que la balanza patrón de referencia.

5. CONCLUSIONES

Debido a la diferencia de resultados obtenidos en las dos comparaciones; utilizando un barómetro patrón externo, a la misma altura y utilizando un barómetro patrón externo, a diferente altura (alejado del nivel de referencia del patrón); es conveniente siempre corregir también la diferencia de alturas entre el barómetro patrón externo y la balanza patrón de referencia, es decir, colocarlos a la misma altura de sus niveles de referencia.

Esto es, para no entregar resultados erróneos a los clientes y dar una trazabilidad inadecuada.

6. TRABAJO A FUTURO

Las principales fuentes de incertidumbre o de error en este tipo de calibraciones son: la presión residual, la presión por columna (diferencia a de alturas) y por presión atmosférica.

Se recomienda realizar calibraciones utilizando una cámara barométrica, donde se pueda introducir el instrumento bajo calibración y se pueda conectar la balanza patrón de referencia, con la idea de poder calibrar hasta -100 kPa.

Además de que se logre una mejor estabilidad de la presión atmosférica, tanto del instrumento bajo calibración, como de la balanza patrón de referencia.

También se podría conectar un volumen externo para estabilizar mejor la presión residual, dentro de la campana de la balanza patrón de referencia.

REFERENCIAS

- [1] Norma NMX-EC-17043-IMNC.
- [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] CENAM, Especialidad de Presión y Vacío, "Curso de Metrología Básica de Presión".
- [4] Djilali Bentouati et al 2018 Meas. Sci. Technol. 29 035007, "Djilali Bentouati et al 2018 Meas. Sci. Technol. 29 035007".

ASEGURAMIENTO DE LA VALIDEZ DE RESULTADOS EN EL LABORATORIO DE FUERZA, PAR TORSIONAL Y PRESIÓN DE LA DIRECCIÓN DE METROLOGÍA DE INACAL - PERÚ

Sánchez Avilés R. A., De la cruz García L.
 Instituto Nacional de Calidad - Inacal
 Calle De La Prosa 150, San Borja – Lima 15034, Perú
 (511) 640 8820 – Anex. 1517 y rsanchez@inacal.gob.pe

Resumen: El presente trabajo explica el aseguramiento de la validez de resultados aplicado en el laboratorio de fuerza, par torsional y presión de Inacal a través de un instructivo técnico el cual detalla la aplicación de las diferentes opciones de aseguramiento brindados por la ISO/IEC 17025. Además se describe el instructivo y su aplicación, se muestra ejemplos de aseguramiento aplicados al laboratorio. Luego se discute por qué y a quiénes puede aplicar el presente trabajo y por último se detalla la conclusión de su aplicación.

1. INTRODUCCIÓN

El Laboratorio de Fuerza, Par torsional y Presión de la Dirección de Metrología del Instituto Nacional de Calidad, brinda servicios de calibración de diferentes instrumentos de medición de acuerdo a la ISO/IEC 17025 para lo cual se cumplen todos los requisitos dados en dicha norma teniendo en cuenta el aseguramiento de la validez de resultados como punto clave para demostrar la calidad y confiabilidad de los resultados obtenidos.

El aseguramiento de la validez de resultados en el Laboratorio de Fuerza, Par torsional y Presión es aplicado de acuerdo al instructivo técnico interno IT-LFP-001; en el cual se detalla la aplicación de las comprobaciones intermedias, comparaciones intralaboratorio, se realizan las comprobaciones funcionales del patrón o patrones de medición a utilizar, se utilizan patrones de medición con sus respectivas cartas de control, repetición de calibración, así como el uso de instrumentos alternativos calibrados.

Por lo cual, la intención del presente trabajo es mostrar algunas formas de aplicación del aseguramiento de la validez de resultados específicamente en las magnitudes de fuerza, par torsional y presión; sin embargo, puede ser utilizado como una base para su aplicación en diferentes magnitudes de medición.

2. INSTRUCTIVO PARA EL ASEGURAMIENTO DE LA VALIDEZ DE RESULTADOS

El aseguramiento para la validez de los resultados en el Laboratorio de Fuerza, Par torsional y Presión de la Dirección de Metrología del Instituto Nacional de Calidad se realiza de acuerdo a un “Programa de aseguramiento de la validez de los resultados” con código F-LFP-019, en el cual para cada procedimiento de calibración aplicado, se programa según el tipo de aseguramiento y la frecuencia dado en el manual de calidad de la Dirección de Metrología de Inacal. Por ejemplo para el procedimiento de calibración de balanzas de presión mediante la determinación del área efectiva:

Tabla 1: Tipo de aseguramiento de la validez de resultado según lo requerido por la ISO/IEC 17025 y su frecuencia aplicada en el laboratorio de Fuerza, Par torsional y Presión de Inacal.

Aseguramiento de la validez de los resultados	
Tipo	Frecuencia
Uso de MRC	No aplica
Revisión de los resultados informados	Siempre
Comprobaciones intermedias	Según F-DM-13
Comprobaciones funcionales	Según F-DM-13
Uso de instrumentos alternativos	No aplica
Uso de patrones con gráficas de control	Siempre
Comparaciones intralaboratorio	Cuando aplique máximo 24 meses

Y se realiza la revisión de cumplimiento de cada tipo de aseguramiento, según lo indicado en el programa, por ejemplo de la siguiente manera:

Tabla 2: Revisión del cumplimiento de cada tipo de aseguramiento de la validez de resultados dados en la tabla 1, en meses.

Revisión de cumplimiento												
Revisión	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
No aplica	[Color Negro]											
Mensual	[Verde]	[Verde]	[Verde]	[Verde]	[Verde]	[Verde]	[Verde]	[Verde]	[Verde]	[Verde]	[Verde]	[Verde]
Anual	[Verde]											
Anual	[Verde]											
No aplica	[Color Negro]											
Mensual	[Verde]	[Verde]	[Verde]	[Verde]	[Verde]	[Verde]	[Verde]	[Verde]	[Verde]	[Verde]	[Verde]	[Verde]
Anual	[Amarillo]											
No aplica	[Color Negro]											

Cuya leyenda para la revisión de cumplimiento es la siguiente:

Tabla 3: Leyenda de colores para la revisión del cumplimiento de los tipos de aseguramiento de la validez de resultados.

[Verde]	Cumplido
[Amarillo]	No cumplido
[Rojo]	No se logró realizar por distintos motivos y justificaciones, los cuales serán colocados en las observaciones
[Negro]	No aplica

2.1. Tipos de aseguramiento de la validez de resultados aplicado en el Laboratorio de Fuerza, Par torsional y Presión de Incal

2.1.1. Revisión de los resultados informados

Antes de emitir los documentos de calibración, los cuales contienen los resultados de las mediciones, son revisados por el personal correspondiente siguiendo el procedimiento con código PE-DM-03 “Procedimiento para la emisión de Certificados- Informes de Calibración y Certificados de MRC” y se utiliza para la revisión el formato interno del laboratorio con código F-LFP-021 “Revisión de documentos de calibración”, el cual consta de un formato en Excel en el que se da el visto, si corresponde, de cada ítem dado en el documento de calibración como la descripción del instrumento calibrado, la trazabilidad metrológica, condiciones ambientales, observaciones, tabla de resultados y gráfica de errores de medición.

Si se encuentra algún error, se registra en el formato de trabajo no conforme y dependiendo de la gravedad y la frecuencia del error se decide si merece un análisis de causa registrándolo en el formato de registro y seguimiento de Hallazgos.

2.1.2. Comprobaciones intermedias

Las comprobaciones intermedias en el Laboratorio de Fuerza, Par torsional y Presión de la Dirección de Metrología de Incal de los patrones de medición se realizan según el instructivo técnico interno IT-LFP-002 “Comprobaciones intermedias de los patrones de medición”.

Dicho instructivo detalla cómo realizar las comprobaciones intermedias de los patrones de medición:

Para balanzas de presión: El instructivo señala que debe realizarse pruebas de movilidad del pistón, con una frecuencia de 6 meses, para lo cual se determina la velocidad de caída del pistón con el 100 % de la carga y el tiempo de rotación libre del pistón con el 20 % de la carga para luego comprobar que dicha velocidad de caída y tiempo de rotación del pistón se encuentren dentro de lo máximo permitido según su clase de exactitud de acuerdo a lo indicado en las tablas 3 y 2, respectivamente, de la Recomendación Internacional OIML R 110 [1].

Para transductores de fuerza utilizados para la calibración de máquinas de ensayo: El instructivo señala que para la comprobación intermedia de los patrones de medición utilizados para brindar el servicio de calibración de máquinas de ensayo debe utilizarse 2 patrones para lo cual por lo menos deben traslaparse en un punto escogido para la calibración de la máquina de ensayo, luego el valor de la diferencia entre los errores relativos de indicación obtenidos con cada uno de los instrumentos no debe exceder el valor de la repetibilidad correspondiente a la clase de exactitud de la máquina de ensayo dado en la tabla 2 de la ISO 7500-1 [2]. Su frecuencia de aplicación máxima debe ser de 6 meses, según lo indicado en el instructivo IT-LFP-002.

Para transductores de par torsional utilizados para la calibración de torquímetros: El instructivo señala que utilizando un torquímetro de transferencia con el cual se realiza una medición en valores escogidos y se determina el error de cada medición (la diferencia entre la indicación del instrumento a verificar y la indicación corregida del torquímetro de transferencia); para lo cual, estos errores de medición deben estar dentro del intervalo dado en la ecuación 1:

$$E_{ucv} \pm 2 \times \sqrt{u_{ucv}^2 + u_{uctt}^2 + u_{dv}^2 + u_{dtt}^2} \tag{1}$$

Donde:

E_{ucv}	: Error de medición dado en el último certificado de calibración del instrumento a verificar
u_{ucv}	: Incertidumbre estándar dada en el último certificado de calibración del instrumento a verificar
u_{uctt}	: Incertidumbre estándar dada en el último certificado de calibración del torquímetro de transferencia
u_{dv}	: Incertidumbre estándar por la deriva del instrumento a verificar
u_{dt}	: Incertidumbre estándar por deriva del torquímetro de transferencia.

Su frecuencia de aplicación según el instructivo IT-LFP-002, es de 6 meses como máximo.

2.1.3. Comprobaciones funcionales de los patrones de medición

En el Laboratorio de Fuerza, Par torsional y Presión de la Dirección de Metrología de Inacal se comprueba la funcionalidad de los siguientes patrones de medición:

Balanzas de presión: Antes de cada calibración, se debe comprobar la velocidad de caída y el tiempo de rotación de sus pistones. La regla de decisión para esta prueba es la siguiente, tomando como referencia la recomendación OIML R 110:

- La velocidad de caída del pistón es menor a 1 mm/min.
- El tiempo de rotación del pistón es mayor a 6 min.

Transductores de fuerza: La calibración de máquinas de ensayo se realiza in situ, para lo cual se utilizan como patrones de medición transductores de fuerza. Por lo cual para la comprobación funcional de éstos patrones de medición, se registra en un formato establecido con código interno F-LFP-012 la indicación del cero en mV/V antes y a su retorno del traslado para el servicio de calibración de máquinas de ensayo uniaxiales, con lo cual se controla la variación del cero de cada transductor de fuerza en el tiempo.

2.1.4. Uso de instrumentos alternativos que han sido calibrados para obtener resultados trazables

Después de realizar la calibración de un instrumento de medición utilizando uno de los procedimientos del Laboratorio de Fuerza, Par torsional y Presión, se debe realizar una repetición, tomando una sola vez la lectura de los valores escogidos, utilizando otro patrón de medición el cual debe contar con su respectiva trazabilidad metrológica y debe ser de igual o mejor clase de exactitud que el utilizado para

calibrar el instrumento de medición. Este patrón alternativo, si bien es cierto, lo ideal es que pueda medir el 100 % de los puntos, se recomienda que por lo menos permita realizar la medición en el 30 % de los puntos seleccionados inicialmente.

Luego para validar los resultados obtenidos en la calibración, los valores obtenidos deben respetar lo indicado en la ecuación 2:

$$E_{Cal} - U \leq E_{Asg} \leq E_{Cal} + U \quad (2)$$

Donde:

E_{Cal}	: Error de medición estimado en la calibración
E_{Asg}	: Error de medición para el aseguramiento con el patrón alternativo
U	: Incertidumbre de medición estimada en la calibración

Si el error de medición para el aseguramiento con el patrón alternativo no cumpliera la ecuación 2, se debe repetir la prueba. Si persiste el incumplimiento, se debe registrar como trabajo no conforme y realizar el análisis de causa respetivo.

2.1.5. Uso de patrones de verificación o patrones de trabajo con gráfica de control

El Laboratorio de Fuerza, Presión y Par torsional de Inacal cuenta con patrones de verificación de presión y par torsional los cuales son de las características y especificaciones igual o mejor al de los instrumentos de medición a los que se realiza el servicio de calibración para los cuales se viene generando sus respectivas cartas de control (en proceso hasta obtener como mínimo 30 datos) con el fin de controlar el proceso de calibración y/o verificación teniendo en cuenta los límites dados en las respectivas cartas de control.

Además de lo detallado en el párrafo anterior, luego de cada calibración de los patrones de medición del Laboratorio de Fuerza, Par torsional y Presión de Inacal se registran los resultados dados en sus documentos de calibración en el formato con código interno F-LFP-020 "Control de patrones". Esta carta de control brinda información tales como la deriva, resultados dentro o fuera de los límites de tolerancia o errores máximos permitidos, etc.

2.1.6. Comparaciones intralaboratorio

En la calibración de instrumentos de medición, se obtiene como resultado el promedio de errores de una cierta cantidad de mediciones realizadas en

condiciones de repetibilidad además de su respectiva incertidumbre de medición, la cual está basada en datos observados, evaluados estadísticamente.

Es importante variar las magnitudes de entrada, pero poco práctico variar todas; debido a limitaciones de tiempo y recursos; teniendo en cuenta que en la mayoría de las mediciones solo es posible evaluar algunas componentes de la incertidumbre de medición utilizando métodos estadísticos (estimadas a partir de evaluaciones tipo A).

Entonces, considerando que las componentes estimadas a partir de evaluaciones tipo B de la incertidumbre permanecen constantes entre el personal que realizan las mediciones, se comparará sus mediciones teniendo en cuenta solo la componente de repetibilidad (evaluación de tipo A). Además de esto, se deben tener en cuenta las siguientes consideraciones:

- Las calibraciones serán realizadas al mismo instrumento de medición.
- El personal bajo comparación, utilizará el mismo patrón de medición así como el mismo equipamiento para realizar las mediciones.
- Utilizar el mismo procedimiento de calibración (vigente).
- Asegurar que las mediciones se den en las mismas condiciones.
- El personal debe realizar por lo menos 5 repeticiones por punto de calibración, a pesar que el procedimiento de calibración indique realizar una menor cantidad de repeticiones.
- La regla de decisión es dada por el p_{value} donde: Si el $p_{value} < 0,05$, la hipótesis nula se rechaza con un nivel de significancia del 5 %.

La evaluación de los resultados presentados por el personal se realiza con el software R, el cual es un entorno y lenguaje de programación abierto, libre y gratis que proporciona una variedad de técnicas estadísticas y gráficas [4].

La evaluación de los resultados consiste en:

- a) Verificar si los datos obtenidos siguen una distribución normal utilizando la prueba de Shapiro – Wilk para menos de 7 repeticiones y para 7 o más repeticiones utilizar la prueba de Anderson – Darling.

En R: utilizar para la prueba de Shapiro – Wilk la función **shapiro.test**(datos).

En R: utilizar para la prueba de Anderson – Darling la función **ad.test**(datos) del paquete **nortest**.

NOTA: En caso los datos de alguno de ellos o de ambos no sigan distribución normal debe repetirse la calibración, en caso la prueba insista que los datos no siguen distribución normal, continuar con las pruebas no paramétricas para verificar la igualdad de los parámetros de dispersión y de posición.

- b) Si los resultados del personal siguen distribución normal, para 2 metrologos verificar la igualdad de varianzas utilizando la prueba F de Fisher y para 3 o más metrologos utilizando la prueba de Bartlett. Si al menos los datos de un metrologo no siguieran distribución normal aplicar una prueba no paramétrica para comparar las medidas de dispersión; para 2 metrologos aplicar la prueba de Mood y para 3 o más metrologos aplicar la prueba de Levene.

En R: Para la prueba F de Fisher utilizar la función **var.test**(datos1,datos2) del paquete **stats**

En R: Para la prueba de Mood utilizar la función **mood.test**(x,y,alternativa) del paquete **stats**

En R: Para la prueba de Bartlett utilizar la función **Bartlett.test**(datos, grupos) del paquete **stats**

En R: Para la prueba de Levene utilizar la función **levene.test**(datos,grupos) del paquete **lawstat**

- c) Para verificar la igualdad de medidas de posición (media o mediana), de 2 metrologos cuyos datos siguen una distribución normal, utilizar la t de student para varianzas homogéneas (en caso la prueba de Fisher demuestre igualdad de varianzas) o la t de student para varianzas heterogéneas (en caso la prueba de Fisher demuestre que la varianzas son diferentes) y para 3 o más metrologos aplicar la prueba de ANOVA. Si al menos los datos de un metrologo no siguieran distribución normal aplicar una prueba no paramétrica para comparar las medidas de

posición, para el caso de 2 metrólogos aplicar la prueba de Mann Whitney y para 3 metrólogos o más aplicar la prueba de Kruskal Wallis.

En R: Para la prueba t de student para varianzas homogéneas utilizar la función `t.test(x,y, mu=0,var.equal=T,paired=F)` del paquete `stats`

En R: Para la prueba t de student para varianzas heterogéneas utilizar la función `t.test(x,y,mu=0,var.equal=F,paired=F)` del paquete `stats`

En R: Para la prueba de ANOVA utilizar la función `summary(anova)` donde `anova<-aov(mod)` y `mod<-lm(Y~X)`

En R: Para la prueba de Mann Whitney utilizar la función `wilcox.exact` del paquete `exactRankTests`

En R: Para la prueba de Kruskal Wallis utilizar la función `kruskal.test(Y,X)` del paquete `stats`

- d) Si la comparación de las medidas de posición resultan no satisfactorias, para verificar cuál de los metrólogos obtuvo resultados diferentes al resto o a la referencia; en el caso se haya aplicado ANOVA, realizar las comparaciones múltiples aplicando la prueba de Tukey; de lo contrario si se utilizó la prueba de Kruskal Wallis, aplicar la prueba de Wilcoxon con ajuste de Holm para las comparaciones múltiples.

En R: Para la prueba de Tukey utilizar la función `TukeyHSD(anova)` del paquete `stats`

En R: Para la prueba de Wilcoxon con ajuste de Holm utilizar la función `pairwise.wilcox.test(datos, grupos, p.adjust.method = "holm")` del paquete `stats`

- e) Al culminar las pruebas, se prepara un reporte o informe técnico en el cual se concluye si los metrólogos obtienen valores iguales o diferentes estadísticamente con un nivel de significancia del 5 % .

En caso se concluya que los resultados son diferentes estadísticamente, se debe realizar un análisis de causa, para luego aplicar la acción

correctiva y finalmente realizar una nueva comparación intralaboratorio.

3. RESULTADOS

Ejemplo de cartas de control de las balanzas de presión del Laboratorio de Fuerza, Par torsional y Presión de Inacal son las siguientes, en las cuales el objetivo es monitorear, a través de las cartas de Shewhart, las constantes de las curvas de regresión estimadas en cada calibración:

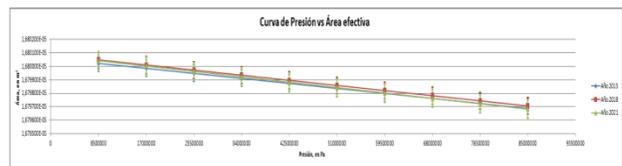


Fig. 1. Curvas de Presión vs Área efectiva para los años 2015, 2018 y 2021.

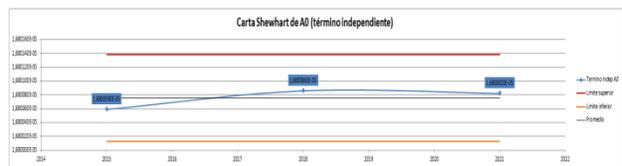


Fig. 2. Carta de Shewhart de A0, el cual es el término independiente de la curva del área efectiva.



Fig. 3. Carta de Shewhart para la pendiente de la curva del área efectiva.

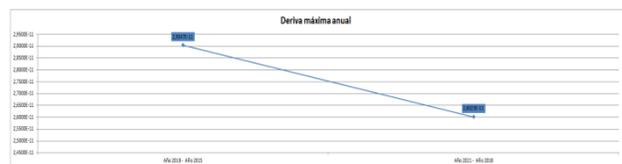


Fig. 4. Gráfica de deriva máxima anual, en la cual aún no se estima los límites de control; ya que, se debe tener mínimo 3 datos. La estimación de la deriva es cero, sin embargo, su aporte a la incertidumbre de medición es la deriva máxima con una distribución de probabilidad rectangular.

Ejemplo de comprobación intermedia a través del registro del tiempo de rotación y velocidad de caída de una balanza de presión neumática de 350 kPa del Laboratorio de Fuerza, Par torsional y Presión de Inacal:

INACAL		REGISTRO DE VERIFICACIÓN DE MOVILIDAD Y CAÍDA DEL PISTÓN DE BALANZAS DE PRESIÓN		Código:	F-LFP-012		
				Versión:	1		
				Fecha:	2021-04-11		
				Página:	1 de 1		
IDENTIFICACIÓN DE LA BALANZA		LFP 01 008					
VELOCIDAD DE CAÍDA DEL PISTÓN							
Instalación 350 kPa							
Fecha	Velocidad de giro (rpm)	Longitud (mm)	Tiempo de caída (min)	Velocidad de caída (mm/min)	Velocidad promedio de caída (mm/min)	Regla de decisión	Conclusión
2021-09-09	30	0,2	1,28 1,52 1,5	0,16 0,13 0,13	0,14	Según OIML R110 Tiempo de caída es menor a Típicos o cumple Cláusula 6.05	Cumple
MOVILIDAD DEL PISTÓN							
Instalación 350 kPa							
Fecha	Velocidad de giro (rpm)	Tiempo de giro (min)	Tiempo promedio de giro (min)	Regla de decisión	Conclusión		
2021-09-09	60	18 20 17	18,3	Según OIML R110 Tiempo de giro es menor a Típicos o cumple Cláusula 6.05	Cumple		

Fig. 5. Registro de comprobación de la velocidad de caída y tiempo de rotación de pistón de balanza de presión.

Ejemplo de comprobación funcional de patrón de medición de fuerza a través del registro de la indicación de cero en mV/V, a la salida y retorno de su calibración:

INACAL		REGISTRO DE VERIFICACIÓN DE INDICACIÓN CERO		Código:	F-LFP-012		
				Versión:	2		
				Fecha:	2021-03-11		
				Página:	1 de 1		
IDENTIFICACIÓN DEL TRANSDUCTOR		LFP 02 036					
IDENTIFICACIÓN DEL AMPLIFICADOR		LFP 02 018					
DATOS							
Fecha	Indicación Inicial		Indicación Final		Fuerza Aplicada	Error en Cero	Observaciones
	(mV/V)	F ₀ (kN)	(mV/V)	F ₀ (kN)	F _a	f ₀	
2022-01-04	0,00164	0,00	0,00170	0,00	500 kN	0,00	Retorno de calibración en el Cenam

Fig. 6. Registro de indicación de cero de transductor de fuerza.

4. DISCUSIÓN

Aplicando diferentes opciones de aseguramiento de la validez de resultados que nos brinda en su ítem 7.7.1 la Norma ISO/IEC 17025 [3], se asegura la confiabilidad de los resultados obtenidos durante el servicio de calibración en todas las magnitudes.

Quizá la aplicación del aseguramiento de la validez de resultados aumente el tiempo hombre del servicio; sin embargo, es de altísima importancia para la calidad del servicio, ya que de esta manera se asegura que el método o procedimiento de calibración aplicado, el patrón de medición y el personal siguen manteniendo su calidad, confianza y competencia en las mediciones; en consecuencia, se brinda la confianza de los resultados emitidos en los documentos de calibración a nuestros clientes.

5. CONCLUSIONES

El instructivo técnico para el aseguramiento de la validez de resultados dado en el presente trabajo puede ser utilizado específicamente por laboratorios de calibración en las magnitudes de fuerza, par torsional y presión; sin embargo, también puede ser utilizado como base para la aplicación del aseguramiento de la validez de resultados en otras magnitudes.

El Laboratorio de Fuerza, Par torsional y Presión de la Dirección de Metrología de Inacal con la aplicación del aseguramiento de la validez de resultados a través del instructivo técnico IT-LFP-001 ha logrado asegurar la calidad y confianza de los resultados de calibración emitidos a sus clientes, así como obtener resultados satisfactorios en comparaciones interlaboratorios.

REFERENCIAS

- [1] Organisation Internationale de Métrologie Légale, OIML R 110 Pressure balances, pag. 09-10, 1994.
- [2] Materiales metálicos. Calibración y verificación de máquinas de ensayos uniaxiales estáticos Parte 1: Máquinas de ensayo de tracción/compresión. Calibración y verificación del sistema de medida de fuerza (UNE-EN ISO 7500-1), Edition 5, pag. 19, 2018.
- [3] Norma Técnica Peruana NTP-ISO/IEC 17025 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración, pag. 23-24, 2017.
- [4] R project versión 4.2.1, The R Foundation, 2022.

MANTENIMIENTO CORRECTIVO DE PISTÓN CILINDRO 108 A

Verdejo Guerrero Y. C., Aranzolo Suárez J., Torres Guzmán J. C.
 Centro Nacional de Metrología, CENAM
 km 4.5 carretera a Los Cués. El Marqués. Querétaro.
 +52 442 211 0572, jorge.torres@cenam.mx

Resumen: Las mediciones de presión están constantemente en uso en nuestra vida cotidiana. En el uso de patrones conocidos como balanzas de presión, la parte más importante de estas es conocida como ensamble pistón cilindro (PC) y son necesarios para brindar la trazabilidad en esta Magnitud. Debido al uso continuo de este patrón se presentan comportamientos inusuales que no son adecuados y por lo tanto no es factible su utilización. En este trabajo se presenta el proceso para realizar el mantenimiento correctivo de un pistón cilindro en el intervalo de 350 kPa, presentando el resultado final en una comparativa en cuanto a las características metrológicas respecto al tiempo.

1. INTRODUCCIÓN

El Mantenimiento Correctivo consiste en localizar averías o defectos en el PC para posteriormente repararlos. Este mantenimiento se realiza luego de presentar un comportamiento anormal en la utilización del patrón (PC 108A), la naturaleza de este mantenimiento no puede planificarse en el tiempo, presenta costos por reparación y repuestos no presupuestados, puede implicar el cambio de algunas piezas del equipo en caso de ser necesario, siendo muy común en caso de desgaste de las mismas en el sistema. Actualmente no se está utilizando el PC.

El objetivo de este trabajo es tratar de recuperar el ensamble pistón cilindro mediante el mantenimiento correctivo del mismo.

Las diferentes actividades de mantenimiento se realizan en las instalaciones de CENAM en el laboratorio del Patrón Nacional de Presión (F002). Desde el punto de vista de confirmación metrológica se determinará si cumple con las mejores características metrológicas y pueda seguir siendo considerado este PC 108A como patrón de referencia en su intervalo.

2. PATRÓN DE PRESIÓN EN CENAM

En CENAM se brinda trazabilidad metrológica en la magnitud de presión por medio de Balanzas de Presión, la medición de estos instrumentos se determina de forma primaria ya que miden la presión en términos de unidades base: masa, longitud y

tiempo; está compuesto por un ensamble pistón - cilindro, porta masas y un juego de masas.

La composición del Pistón Cilindro 108A (PC); es de Carburo de Tungsteno y Cerámica, en el intervalo de 350 kPa.

Presión es la fuerza ejercida sobre un área, de acuerdo con la siguiente expresión matemática:

$$\frac{m \cdot g}{A}$$

Donde:

m = masa en (kg)

g = aceleración de la gravedad $\frac{m}{s^2}$

A = área (m^2)



Imagen 1.- PC 108A Referencia de Presión en el intervalo de 350 kPa (Fuera de uso).

3. DETERMINACIÓN DE MANTENIMIENTO CORRECTIVO

Como antecedente se tiene la siguiente información:

1.- Cuando estaba en funcionamiento la balanza de presión, el PC no se mantenía flotando en el Nivel de Referencia, debido a fugas de gas, y caía

inmediatamente. La balanza es neumática, utiliza gas para su operación.



Imagen 2.- Guante de látex.

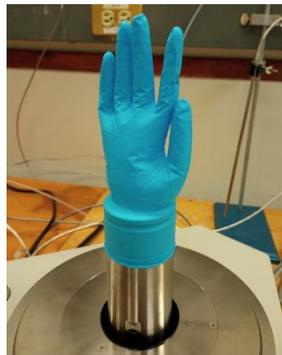


Imagen 3.- PC 108A, base de balanza de presión, guante de látex.

Se realizó una prueba utilizando un guante de látex colocado en el PC, se presurizó la línea de la balanza con nitrógeno y el resultado fue que el guante se infló con el gas que fugaba del PC 108A.

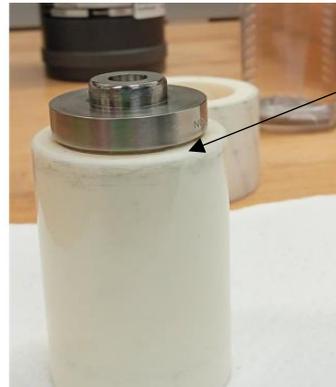
2.- Inspección visual del PC.



Imagen 4.- Inspección visual del PC 108A.

Durante la revisión e inspección del PC se realizan las siguientes actividades: limpieza, inspección visual del pistón y del cilindro fisuras, grietas; en presión absoluta se revisó que no hubiera opresión en una de las partes del PC por el momento de realizar las pruebas.

3.- Se identificó un espacio entre la parte metálica y la cerámica del pistón por lo que se consideró que ésta era la localización de la fuga.



Parte desplazada en el PC108A.

Imagen 5.- Identificación del lugar de fuga del PC 108A.

Pruebas de medición en PC, al generar una presión mínima introduciendo el fluido manométrico utilizado por el sistema (Nitrógeno de ultra alta pureza grado 5.0), pasaba el gas a través del lugar señalado en la imagen 5.

Por medio de incremento en la temperatura (intervalo de temperatura de 25 °C a 300 °C), usando cintas calefactoras directamente aplicadas en la parte de cerámica y frío en la parte metálica, los componentes del Pistón (cerámica - Tungsteno), como se observa a continuación en la imagen, se unieron.

4.- Disminución de la separación entre la parte metálica y la cerámica del pistón.



Imagen 6.- Área desplazada del PC 108A reducida.

Coeficiente de expansión termica del PC 108A [certificado de fabricante]:

$$\alpha = 10 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$$

5.- Pruebas realizadas.

Se realizaron las siguientes pruebas después de la reducción de área de fuga por choque térmico de PC 108A:



Imagen 7.- Medición por el método de flotación cruzada.

Se utilizó la referencia de directrices normativas usadas en Balanzas de Presión de alta exactitud, estas directrices se utilizan como recomendaciones en la realización de procedimientos de calibración, por lo cual se utilizó como referencia para este proyecto. Una de las pruebas es la medición de caída del pistón debe cumplir con las especificaciones del fabricante. En la ausencia de especificaciones, no debe de exceder los valores recomendados en la tabla siguiente ya que indica que cumple con las características metrológicas de acuerdo con su clase de exactitud, en caso de que no cumpla con esa recomendación se concluye que se debe de revisar el sistema, condiciones de operación, fabricante – proveedor, etc. (Artículo basado en comparaciones de normas en calibración de balanzas).

Norma	Clase de exactitud	Intervalo de medición	VELOCIDAD DE CAÍDA DEL PISTÓN						
			Límite superior medición (MPa)	Máxima velocidad de caída del pistón para la clase de exactitud (mm/min)					
OIML R110	0.005, 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2	1*10 ⁰ , 1.6*10 ⁰ , 2.5*10 ⁰ , 4*10 ⁰ , 6*10 ⁰	0.005	0.01	0.02	0.05	0.1	0.2	
			0.1 a 1 GAS	1	1	1	2	2	-
			>1 GAS	2	2	2	3	3	-
			0.6 a 6 LIQ.	0.4	0.4	0.4	1	2	3
			6 a 500 LIQ.	1.5	1.5	1.5	1.5	3	3
	TIEMPO DE LIBRE ROTACIÓN			giro = fabricante					
	1*10 ⁰ , 2*10 ⁰ , 5*10 ⁰	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	4	4	3	2	2	2	
		6 a 500	6	6	5	3	3	3	
Número de puntos			10%, 20%, 30%, 40%, 50%			10%, 20%, 40%, 60%, 80%, 100%			

Tabla 1.- Normas utilizadas en la calibración de balanzas de presión [2].

Verificando la velocidad de caída, se obtuvo como resultado 0.2 mm/min.

Hasta este punto se considera que el pistón sí se podría utilizar y se concluye que se van a hacer más pruebas.

Se realizó una prueba de 3 puntos de medición, con esto se verificó su funcionamiento (el PC estaba sin

fuga); se observó que, aunque el pistón mantenía la flotación: la velocidad de caída y la rotación del mismo podían ser mejoradas aplicando un adhesivo.

Para la aplicación de adhesivo se revisó el área interna – externa de aplicación, la parte superior del pistón y por dentro donde se une la parte metálica y la parte cerámica, así como el área de ensamble de Pistón y Cilindro para su rotación. Es importante mencionar que se cuenta con el valor de masa del PC 108A antes de la prueba y después de la aplicación del adhesivo se volvió a medir la masa del PC al área de Metrología de Masa, valor que se actualiza en la hoja de cálculo de medición de Área del PC 108A con pegamento y sin pegamento y ver el comportamiento del Pistón Cilindro en comparativa.

Descripción y recomendaciones del fabricante del adhesivo utilizado: LOCTITE® 495 es un adhesivo de cianoacrilato, instantáneo, para uso general. Permitir que el producto desarrolle la resistencia total antes de someterlo a cargas operativas (normalmente de 24 a 72 horas después del montaje, dependiente de la holgura de unión, materiales y condiciones ambientales) [4].



Imagen 11.- PC 108A sellado.

Para el resultado de adhesión, el valor de masa cambió por lo cual se solicita el servicio de calibración en masa, también se realizan mediciones de Área con el valor de la masa actual del PC 108A ya con adhesivo y se compara el comportamiento.

4. RESULTADOS

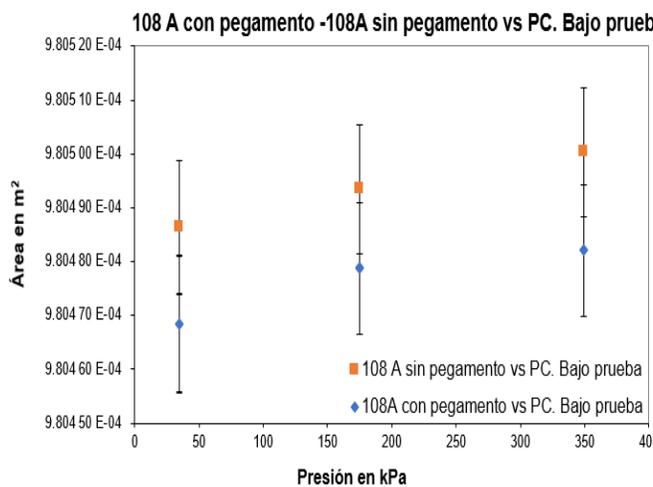
Para la evaluación de resultados se consideró las siguientes variables, 1.- Realizar la medición de 3 puntos (35 kPa, 175 kPa y 350 kPa), 2.- Comparación de mediciones del PC 108A (mediciones actuales) y PC 805 (mediciones de año anterior), 3.- Base de balanza diferente. Se utilizó el PC 805 como referencia ya que actualmente es un patrón conocido que tiene un historial de su comportamiento en el intervalo que se necesita para esta prueba, por lo cual se utilizó como referencia. 4.- La indicación de la

temperatura del termómetro del PC durante los puntos de medición se considera para el cálculo de la medición de Área.

Cabe mencionar que las variables que se mencionan que variaron dan el siguiente resultado: Verificando velocidad de caída al 100 % del intervalo se obtuvo como resultado 0.15 mm/min; en recomendación de la norma da como referencia 1 mm/min. Tiempo de libre rotación fue de 14.7 min al 20 % del intervalo; en recomendación de la norma da como referencia 4 min.

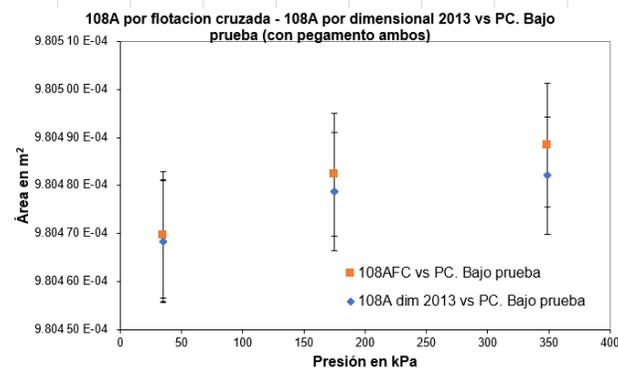
5. CONCLUSIONES

A continuación, se obtuvo la gráfica 1 donde se muestra el comportamiento del área obtenida en un PC bajo prueba utilizando como patrón el PC 108 A primero sin pegamento y después con pegamento.



Gráfica 1.- Comportamiento del PC 108A con termómetro diferente.

Como resultado se obtiene una diferencia en el área debido al termómetro y corrección de temperatura utilizado.



Gráfica 2.- Comportamiento del PC 108A termómetro exterior en ambos.

En esta gráfica 2 se presenta un comportamiento donde se obtiene un valor de área esperado, se comprueba que el PC con diferentes métodos de medición utilizado (por flotación cruzada y por medio de la obtención del área por medición dimensional). El termómetro utilizado fue el mismo en ambos casos. Se tomó el valor de referencia del año 2013 ya que no ha tenido cambios físicos.

Como aseguramiento de calidad de las mediciones se utiliza el criterio del error normalizado que nos indica que el valor absoluto del error normalizado E_n , debe ser menor a uno para considerar que existe compatibilidad de mediciones. Si el valor del E_n es mayor a 1 nos indica que los valores son incompatibles.

El aseguramiento de la calidad de las mediciones se hará de la siguiente manera:

$$E_n = \frac{E_{Test} - E_{IBC}}{\sqrt{U_{Test}^2 + U_{IBC}^2}}$$

Donde:

E_{Test} : es el error calculado del punto a evaluar medido con el Patrón Referencia, área PC 108A dimensional.

E_{IBC} : es el error calculado con el Instrumento Bajo Calibración (IBC) del punto a evaluar, área PC 108A vs 805 obtenida por flotación cruzada.

U_{Test} : es la incertidumbre del punto a evaluar medido con el Patrón Referencia, área PC 108A dimensional.

U_{IBC} : es la incertidumbre del punto a evaluar con el Instrumento Bajo Calibración (IBC), área PC 108A vs 805 obtenida por flotación cruzada.

Método de calibración de Área efectiva	Ao (20 °C)	incertidumbre	E_n	Observación
Área PC 108A obtenida por dimensional 2013	9.804 89 E-04	± 1.0 E-08		
Área PC 108A vs 805 obtenida por flotación cruzada	9.804 90 E-04	± 1.1 E-08	0.05	SATISFACTORIO

Tabla 2.- Aseguramiento de las mediciones se utiliza la ecuación del Error Normalizado.

El resultado obtenido usando la ecuación del Error Normalizado nos da un valor de 0.05 lo cual nos indica que existe compatibilidad de resultados, por lo que es SATISFACTORIO la utilización del PC 108A.

Pregunta 1.- Pistón Cilindro 108A adecuado para seguirse utilizando como instrumento.

Conclusión: Sí, se puede seguir utilizando.

Pregunta 2.- Pistón Cilindro 108A adecuado para ser patrón de referencia o de verificación.

Conclusión: Ser patrón de referencia.

Pregunta 3.- Hubo necesidad de recurso para mantenimiento correctivo o compra de nuevo PC en el intervalo de 350 kPa.

Conclusión: No, Se logró con este proyecto el restablecimiento de un instrumento fuera de uso (PC 108A) en el laboratorio del patrón nacional de presión (F002) sin recurso solicitado; puede ser usado como patrón de referencia en todo su intervalo.

Se logra un ahorro en mantenimiento y/o compra de un PC para sustituir el PC 108A.

Se logra un restablecimiento de servicios de calibración en el laboratorio del Patrón Nacional de Presión F002 generando un ingreso aproximadamente de \$ 450 000.00, más I. V. A. por año.

6. AGRADECIMIENTOS

Se agradece la colaboración de Luis Manuel Ramírez Muñoz de la Dirección de Metrología de Masa y Densidad.

REFERENCIAS

- [1] Handbook of Materials and Techniques for Vacuum Devices, Kohl, Walter H. (Walter Heinrich), American Vacuum Society Classics, 1995.
- [2] 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, 2016.
- [3] Certificado del Fabricante PC 108A, 1193.
- [4] Hoja de Datos del Fabricante, HDT de la nueva formulación de Loctite 495, febrero 2012.
- [5] Publicación Técnica, CNM-MMF-PT-003; Balanzas de Presión; Jorge C. Torres Guzmán, Luis A. Santander Romero, Pablo Olvera Arana; 2ª Edición, Los Cués, Querétaro, México, septiembre 2005.

ENSAYO DE APTITUD DE CALIBRACIÓN DE BALANZA DE PRESIÓN RELATIVA HIDRÁULICA DE 7 MPa A 70 MPa

Francisco Flores, Jorge Torres
 Centro Nacional de Metrología CENAM
 km 4.5 Carretera a los Cués, Mpio. El Marqués, Querétaro.
 + [52] 442.211.0500 fflores@cenam.mx, jtorres@cenam.mx

Resumen: Se presentan los resultados del ensayo de aptitud de calibración de balanzas de presión relativas hidráulicas industriales con un intervalo de indicaciones de 7 MPa a 70 MPa. En el presente ensayo participaron 5 laboratorios secundarios acreditados.

1. INTRODUCCIÓN

Los ensayos de aptitud entre laboratorios de calibración acreditados del Sistema Nacional de Calibración son utilizados para demostrar el desempeño y la confiabilidad de los laboratorios en la realización de mediciones o servicios de calibración acreditados de acuerdo con sus capacidades de medición y calibración declaradas.

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 balanzas de presión relativas hidráulicas industriales, determinación de error y su incertidumbre, en el intervalo de 7 MPa a 70 MPa. En este ensayo de aptitud el CENAM es el laboratorio piloto y establece los valores de referencia. Este ensayo de aptitud es coordinado y piloteado por el CENAM.

Las mediciones para este ensayo de aptitud se realizaron de septiembre a noviembre de 2019, participando un total de 5 laboratorios. El patrón de transferencia se calibró dos veces por el laboratorio piloto, al inicio y al final del ensayo.

2. OBJETIVO

Determinar la proximidad de concordancia de los resultados de calibración de un pistón cilindro de balanza de presión relativa hidráulica, en error, entre los laboratorios participantes (acreditados, en proceso de acreditación o no acreditados), con respecto a los valores establecidos por el CENAM. El mensurando es el error e incertidumbre en la presión.

3. PROCEDIMIENTO DE MEDICIÓN

Se realizaron las mediciones de acuerdo con el documento "Protocolo para el ensayo de aptitud de calibración de balanza de presión relativa hidráulica de 7 MPa a 70 MPa. CNM-EA-720-0010/2019".

Principales puntos considerados en el método de medición:

- Los puntos de medición de presión relativa hidráulica fueron: (7, 14, 21, 35, 49, 63, 70) MPa.
- 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 2 veces, al inicio y al final del ensayo.

4. PATRÓN DE TRANSFERENCIA

Sensor de presión / Indicador			
Marca	Modelo	Número de Serie	Intervalo de indicaciones
FLUKE / FLUKE	P3124-1 / WG-92	68240 / X4649	7 MPa a 70 MPa

Tabla 1. Datos del patrón de transferencia (PT).



Fig. 1. Patrón de transferencia.

5. COMPORTAMIENTO DEL PATRÓN DE TRANSFERENCIA.

El patrón de transferencia (PT) utilizado por el CENAM, fue una Balanza de presión hidráulica, DH, PC 1504, utilizando un juego de masas DH Instruments 3498. Y el cual tuvo un desempeño

adecuado durante la ronda de mediciones. La **Fig. 2** muestra el comportamiento del patrón de transferencia, se observa buena reproducibilidad entre las dos calibraciones, la máxima diferencia (entre mediciones) en el mensurando que se encontró fue de 1.3 kPa. También se muestra el promedio de las dos mediciones.

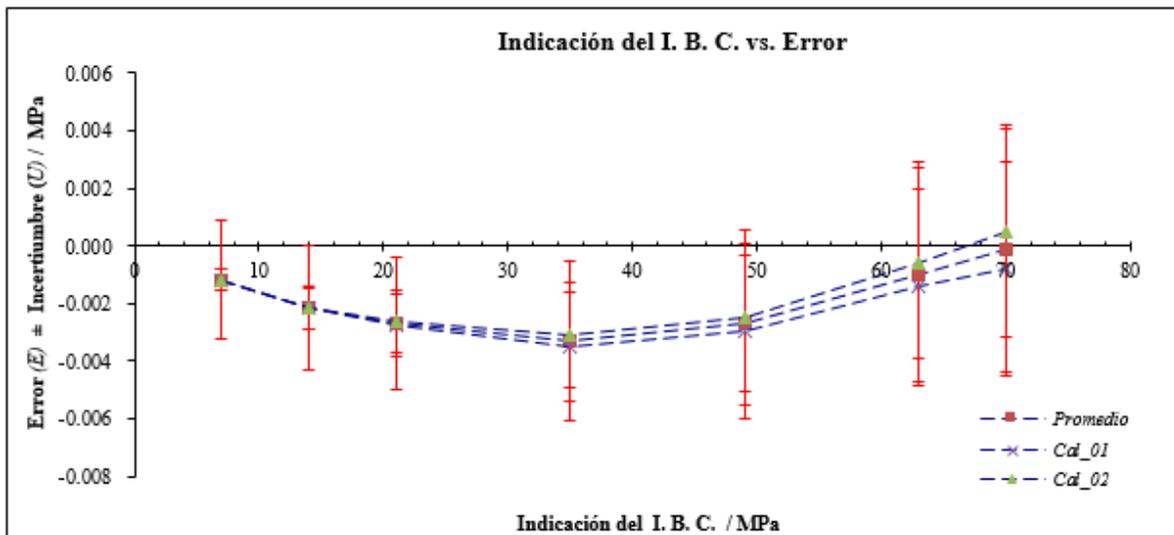


Fig. 2. Comportamiento del patrón de transferencia. Calibraciones realizadas por el CENAM.

6. LABORATORIOS PARTICIPANTES.

No.	Nombre del Laboratorio
1	CIATEQ, A. C.
2	Comisión Federal de Electricidad
3	CENTRO DE INGENIERIA Y DESARROLLO INDUSTRIAL
4	Laboratorio de Calibración y Pruebas SIMCA, S. de R. L. de C. V.

Tabla 2. Laboratorios participantes.

No.	Nombre del Laboratorio
5	Metrotecnia S.A. de C.V.

Tabla 2 a. Laboratorio que se dio de alta después de que se envió el protocolo.

7. DESEMPEÑO DE LOS LABORATORIOS.

La evaluación de desempeño de los laboratorios se calculó en base al error normalizado. Valores absolutos de error normalizado menores a la unidad indican buena compatibilidad con las mediciones de referencia. Si el resultado del valor absoluto de error normalizado es mayor a 1 indica que el sistema de medición del laboratorio requiere hacer mejoras.

$$E_n = \frac{x_{lab} - x_{ref}}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}} \tag{1}$$

Donde:

- E_n Error normalizado, ($k = 2$).
- x_{lab} Error obtenido por el laboratorio participante.
- x_{ref} Error de referencia obtenido por el laboratorio piloto.
- U_{lab} Incertidumbre expandida, ($k = 2$), estimada por el laboratorio.
- U_{ref} Incertidumbre de referencia. Incertidumbre más grande de las calibraciones realizadas por el CENAM combinada con la deriva del patrón, ($k = 2$).

8. CRITERIO DE APLICACIÓN DEL ERROR NORMALIZADO.

Satisfactorio: Laboratorios que obtengan un valor absoluto de error normalizado menor o igual a 1, $|E_n| \leq 1$.

No satisfactorio: Laboratorios que obtengan un valor absoluto de error normalizado mayor a 1, $|E_n| > 1$.

9. RESULTADOS.

Los valores de referencia considerados para este ensayo fueron:

- A. Para el error, el promedio de los errores obtenidos en las dos calibraciones realizadas por CENAM.
- B. Para la incertidumbre de la medición, la máxima incertidumbre expandida estimada para cada punto de medición de las dos calibraciones, combinada con la máxima dispersión de valores del Patrón de Transferencia (en todo el periodo del ensayo).

La **Fig. 3** presenta las diferencias de cada laboratorio respecto al valor de referencia, del error asignado al patrón de transferencia.

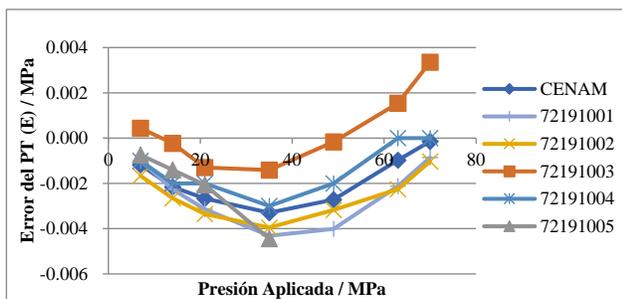


Fig. 3. Errores del PT asignados por los laboratorios participantes.

En la **Fig. 4** se presentan las incertidumbres expandidas asignadas al patrón de transferencia por los diferentes laboratorios participantes.

La **Tabla 3** presenta las incertidumbres expandidas ($k = 2$) asignadas por cada laboratorio participante al patrón de transferencia para cada uno de los puntos de presión.

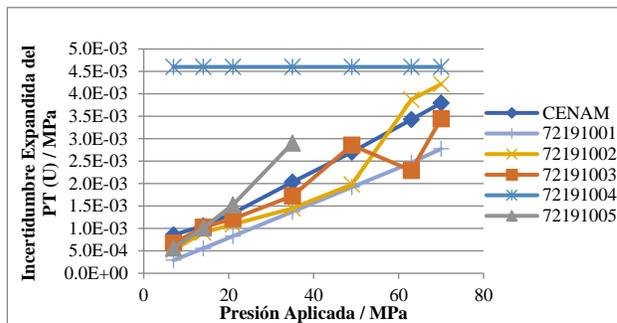


Fig. 4. Incertidumbre expandida asignada al PT por todos los laboratorios participantes.

Presión Nominal	CENAM	7219 1001	7219 1002	7219 1003	7219 1004	7219 1005
MPa	MPa	MPa	MPa	MPa	MPa	MPa
7	0.000 86	0.000 29	0.000 52	0.000 67	0.004 6	5.6E-04
14	0.001 1	0.000 55	0.000 91	0.001 0	0.004 6	1.0E-03
21	0.001 3	0.000 83	0.001 09	0.001 2	0.004 6	1.5E-03
35	0.002 0	0.001 4	0.001 45	0.001 7	0.004 6	2.9E-03
49	0.002 7	0.001 9	0.001 98	0.002 9	0.004 6	-----
63	0.003 4	0.002 5	0.003 87	0.002 3	0.004 6	-----
70	0.003 8	0.002 8	0.004 22	0.003 4	0.004 6	-----

Tabla 3. Incertidumbre expandida asignada al PT por los laboratorios participantes

10. DESEMPEÑO DE LOS LABORATORIOS.

Los resultados de los laboratorios se muestran en la **Tabla 4**, **Fig. 5** y **Fig. 6**, donde se presenta el error normalizado para cada punto de medición de los laboratorios participantes.

Presión Nominal	72191001	72191002	72191003	72191004	72191005
MPa	E_n	E_n	E_n	E_n	E_n
7	0.20	-0.49	1.5	0.037	0.42
14	-0.087	-0.36	1.3	0.033	0.52
21	-0.30	-0.40	0.76	0.140	0.30
35	-0.42	-0.26	0.71	0.059	-0.32
49	-0.39	-0.14	0.65	0.130	-----
63	-0.27	-0.25	0.61	0.170	-----
70	-0.15	-0.16	0.68	0.024	-----

Tabla 4. Resultados del error normalizado.

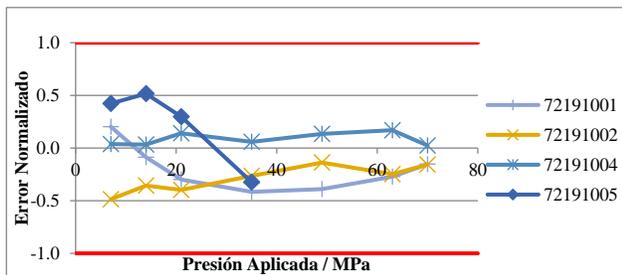


Fig. 5. Error normalizado de los laboratorios participantes. Valores satisfactorios de E_n .

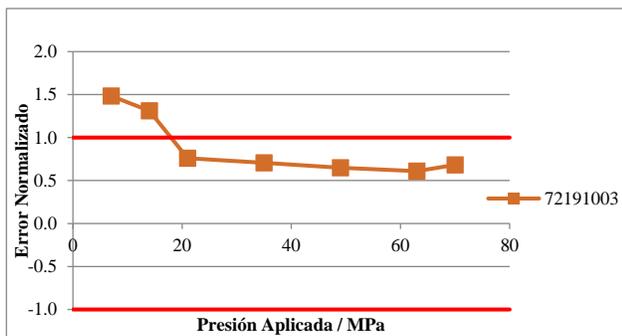


Fig. 6. Error normalizado del laboratorio participante, con valores NO satisfactorios de E_n .

11. DISCUSIÓN.

Durante el desarrollo del ensayo de aptitud, el patrón de transferencia tuvo muy buena estabilidad y una baja desviación 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 incertidumbre por deriva asegurando que la incertidumbre de referencia sea confiable.

En cuanto a la revisión de las CMC: Los laboratorios 72191001 y 72191003, presentan incertidumbres mayores en los primeros puntos que la de sus CMC, se recomienda revisarlas y en su caso modificar los CMC.

De los laboratorios 72191002 y 72191005, no hay comentarios de sus CMC. El laboratorio 72191004, presenta incertidumbres mayores en todos los puntos que la de su CMC, se recomienda revisarlas y en su caso cambiar su CMC.

El laboratorio 72191005, realizó solo calibró hasta 35 MPa, debido a que su CMC es hasta esa amplitud.

12. CONCLUSIONES.

Podemos concluir que este ensayo de aptitud tuvo una participación buena, ya que 5 laboratorios se inscribieron en el ensayo.

De los laboratorios participantes el 80% (4 laboratorios) obtuvieron resultados satisfactorios. La **Tabla 5** muestra el resultado final de este ensayo de aptitud.

Código del laboratorio	Resultado del ensayo de aptitud	Observación
72191001	SATISFACTORIO	----
72191002	SATISFACTORIO	----
72191003	NO SATISFACTORIO	----
72191004	SATISFACTORIO	----
72191005	SATISFACTORIO	----

Tabla 5. Resultado final para el ensayo de aptitud.

13. AGRADECIMIENTOS.

Se agradece especialmente a la empresa DOMINION GLOBAL México por haber facilitado en préstamo el patrón de transferencia.

REFERENCIAS

- [1] Norma NMX-EC-17043-IMNC. Evaluación de la conformidad – Requisitos generales para los ensayos de aptitud.
- [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] CENAM, Especialidad de Presión y Vacío, “Curso de Metrología Básica de Presión”.

DESARROLLO Y PRINCIPIOS DE VALIDACIÓN DE UN MODELO MATEMÁTICO PARA EL CONTACTO PESA - RECEPTOR DE CARGA DE UNA BALANZA DE COMPENSACIÓN ELECTROMAGNÉTICA

Amilcar Gilber Machaca Ancasi
Laboratorio de Calibración LO JUSTO S.A.C.
Cerro Colorado, Arequipa - Perú
+51 054 445500 machacafs@gmail.com

Resumen: Se presenta el desarrollo de un modelo matemático propuesto para el contacto pesa y receptor de carga de una balanza de compensación electromagnética, sustentándose en la validación experimental midiendo la variabilidad de las indicaciones de dos balanzas con capacidades máximas de pesaje de 5 g; 10 g y un $d = 0,001$ mg cuando contactan con pesas de clase de exactitud E_2 de 100 mg, 500 mg, 1 g, 2 g, 5 g y 10 g. Los resultados muestran que el modelo desarrollado converge a los resultados experimentales en el primer nodo de vibración del sistema.

1. INTRODUCCIÓN

El desarrollo tecnológico de los instrumentos de pesaje cada vez es más creciente en torno a ciertos procesos que demandan un alto grado de exactitud en la determinación de masa de cargas que cada vez son más pequeñas, algunos de estos procesos ocurren en laboratorios de calibración, laboratorios de ensayo, centros de investigación, entre otros. En la actualidad los instrumentos que son comúnmente utilizados para cubrir estos procesos son las balanzas electrónicas con funcionamiento basado en el principio de compensación electromagnética; en las cuales se pueden obtener resoluciones de hasta $1 \mu\text{g}$ o más. Debido a muchas aplicaciones de estos instrumentos en la industria e investigación, hay un gran interés en mejorar el rendimiento en términos de tiempo de respuesta y precisión, por tanto hay necesidad de contar con modelos precisos que describan el comportamiento del sistema complejo para que estos puedan ser optimizados [1].

En la actualidad existen distintos modelos mecatrónicos que pueden describir el comportamiento de este tipo de instrumentos; tal como el modelo de cuerpo rígido, modelo analítico del sistema magnético y modelo discreto del controlador digital [2]. En tal sentido el presente artículo se enfoca en el análisis de la interacción durante el contacto de una carga (Pecsa) y el receptor de carga de una balanza de compensación electromagnética; ya que esta es la etapa que normalmente todo usuario de un instrumento de pesaje de alta exactitud percibe los tiempos de respuesta de estabilización de carga de pesaje a través de las indicaciones y simbología de los parámetros propios de la configuración electrónica del instrumento.

Para ello se parte de la hipótesis que esta interacción genera un movimiento que puede ser analizado empleando un modelo matemático de cuerpo rígido con un solo grado de libertad; el cual a su vez puede ser validado experimentalmente si se considera que los movimientos del sistema acoplado carga-receptor de carga; convergen a un estado estacionario en el mismo tiempo en el que las indicaciones de un instrumento de compensación electromagnética se estabilizan.

El objeto de la presente investigación es desarrollar y plantear los principios de validación para un modelo matemático desarrollado para describir el contacto pesa-receptor de carga de una balanza de compensación electromagnética, considerando que las principales magnitudes de influencia que afectan a este tipo de instrumentos [3] se encuentran controladas en torno a condiciones de referencia propias del uso del instrumento y de las condiciones que pueden indicarse en el método u procedimiento de ensayo que se emplee. La validación del modelo desarrollado principia en un arreglo experimental empleando dos balanzas de compensación electromagnética con capacidades máximas de pesaje de 5 g; 10 g y una resolución de $0,001$ mg; a través de las cuales se registraron las indicaciones durante la etapa de estabilización de las lecturas de carga luego que se colocaron pesas de distintos valores nominales de pesaje en el alcance desde 100 mg hasta 5 g y 10 g sobre el receptor de carga de cada balanza, calibrando previamente cada carga de ensayo en masa convencional.

2. DESARROLLO DEL MODELO MATEMÁTICO

2.1 Análisis del contacto de una pesa y receptor de carga

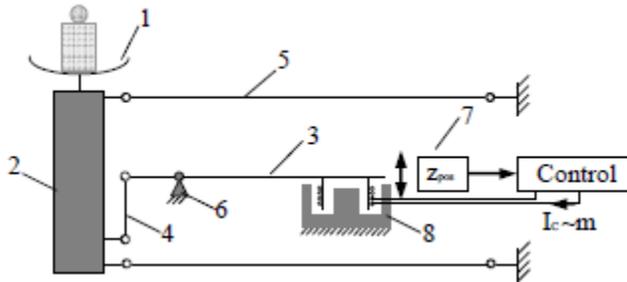


Fig. 01: Estructura esquemática de una balanza de compensación electromagnética; con receptor de carga 1, pieza de acoplamiento 2, palanca de equilibrio 3, correa de acoplamiento con juntas de resorte 4, enlace paralelo con juntas de resorte 5, cojinete de palanca 6, sensor de posición 7 y sistema de bobina de imán permanente 8.

La configuración esquemática de una balanza de compensación electromagnética y sus componentes se representan en la Fig. 01 [1]. Cuando se aplica una carga al receptor de carga (1), se baja, guiado por el sistema de palanca paralela (5). El movimiento es transferido por la palanca de transmisión (3) con una proporción específica. Un sensor de posición (7) detecta el desplazamiento de la palanca de transmisión. La señal resultante de posición se usa como entrada para un controlador, que emite una corriente a la bobina (8). La fuerza de Lorentz resultante compensa la fuerza de peso. La corriente en estado estacionario (La palanca devuelta a la posición cero) se puede usar como medida precisa de la masa/fuerza a determinar [1].

En una balanza de este tipo se distinguen tres elementos básicos: mecanismo de transferencia, celda de carga y el procesador de señal y pantalla [4]. Para nuestro análisis estamos interesados en el elemento de mecanismo de transferencia ya que es en este donde sucede la de interacción mecánica de contacto entre la carga y el receptor, para tal efecto consideraremos un instrumento de pesaje de compensación electromagnética inmerso en un fluido de densidad constante ρ_a , sometido a una aceleración local de gravedad g , así como a fuerzas magnéticas F_{mag} que compensarán el desplazamiento debido al objeto colocado en el receptor de carga de la balanza, fuerzas externas $f(t)$ con la que el operador coloca el objeto, fuerzas de contacto N y a fuerzas debidas al empuje de aire F_B ; las cuales interaccionarán para mantener la

plataforma de pesaje en un nivel de referencia, asimismo consideraremos que todas las sustancias de los materiales que interaccionan son isotropas y que tanto la temperatura de la plataforma como la del objeto a ser pesado se encuentran en equilibrio térmico. La Fig. 02 muestra el planteamiento del modelo de cuerpo rígido con un solo grado de libertad del instrumento de pesaje que se empleará para analizar la interacción mecánica de contacto.

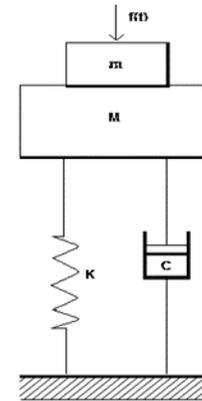


Fig. 02. Modelo de la interacción mecánica de contacto de una balanza de fuerza electromagnética.

Cuando el cuerpo de masa m y densidad ρ_m contacta con el receptor de carga de masa M y de densidad ρ_M sucede una interacción mecánica que produce un movimiento. La dinámica de este sistema puede modelarse como un sistema de dos masas soportadas por un muelle de constante de elasticidad k , y un amortiguador con coeficiente de amortiguamiento c , todo el sistema se encuentra sometido a las fuerzas anteriormente mencionadas. La fuerza externa $f(t)$ es modelada como una tipo impulso unitario modulada por una factor a dada en unidades de newton, esta fuerza será con la que el operador deposita la muestra m sobre el receptor de carga, el muelle y el amortiguador representan la elasticidad y el amortiguamiento magnético del sistema cuando sucede la interacción. De acuerdo a esto dividiremos nuestro análisis en dos etapas, uno es estado estático y otro en estado dinámico. Las ecuaciones para el estado estático del sistema descrito por la Fig. 02 masas m y M sometidos a las fuerzas antes mencionadas serán:

$$mg - F_{magm} - N_{Mm} - F_{Bm} = 0 \quad (1)$$

$$Mg - F_{magM} + N_{mM} - F_{BM} - k\Delta y = 0 \quad (2)$$

Sumando (1) y (2) y considerando que Δy es el desplazamiento vertical del resorte en el instante en el que se coloca la masa m sobre el receptor de carga; se tendrá que la fuerza magnética de compensación total F_{mag} es:

$$F_{mag} = (m + M)g - \left(\frac{m\rho_a}{\rho_m} + \frac{M\rho_a}{\rho_M}\right)g - k\Delta y \quad (3)$$

La ecuación (3) describe la fuerza magnética de compensación total necesaria para que el sistema alcance el nivel de referencia que es elongado un Δy . En el estado dinámico la ecuación que describe el comportamiento del sistema para que se alcance el nivel de referencia será:

$$(m + M)\frac{d^2y}{dt^2} = (m + M)g + af(t) - k(y + \Delta y) - c\frac{dy}{dt} - g\rho_a\left(\frac{m}{\rho_m} + \frac{M}{\rho_M}\right) - F_{mag} \quad (4)$$

Resolviendo (3) y (4) se obtendrá una ecuación diferencial no homogénea de segundo orden:

$$\frac{d^2y}{dt^2} + 2\zeta\omega_n\frac{dy}{dt} + \omega_n^2y = \frac{a}{m+M}\delta(t) \quad (5)$$

Donde ζ es el factor de amortiguamiento:

$$\zeta = \frac{c}{2\omega_n(m+M)} \quad (6)$$

y ω_n es la frecuencia natural angular:

$$\omega_n^2 = \frac{k}{m+M} \quad (7)$$

Las condiciones iniciales de este sistema serán:

$$\frac{dy(0)}{dt} = 0 \quad (8)$$

$$y(0) = 0 \quad (9)$$

Aplicando transformadas de Laplace; la solución de este sistema será:

$$y(t) = \frac{a\omega_n}{k\sqrt{1-\zeta^2}}e^{-\zeta\omega_n t}sen(\omega_n\sqrt{1-\zeta^2}t) \quad (10)$$

Si $\zeta \geq 1$, la solución real de $y(t)$ puede ser expresada como:

$$y(t) = -\frac{a\omega_n}{2k\sqrt{\zeta^2-1}}e^{-\zeta\omega_n t}senh(\omega_n\sqrt{\zeta^2-1}t) \quad (11)$$

Si $\zeta = 0$, la solución de $y(t)$ puede ser expresada como:

$$y(t) = \frac{a\omega_n}{k\sqrt{1-\zeta^2}}e^{-\zeta\omega_n t}sen(t) \quad (12)$$

Es importante notar que las ecuaciones (10), (11) y (12) no dependen directamente de las fuerzas debidas al empuje del aire, al peso de los objetos, ni a las fuerzas magnéticas de recuperación; esto es algo que esperábamos ya que el análisis mostrado corresponde a las mejores condiciones en las que podríamos encontrar a un instrumento de este tipo; lo cual es coherente con el cuidado que se tiene en la práctica y uso de este tipo de instrumentos.

Las ecuaciones (10), (11) y (12) describen un movimiento vertical vibratorio, la ecuación (10) representa el modelo matemático que se esperaba encontrar. El amortiguamiento en un sistema vibratorio siempre retardará el movimiento y causará la desaparición eventual de la oscilación [5]. Si seguimos la hipótesis inicial para la validación del modelo matemático de contacto la cual es descrito por (10); deberíamos considerar que los movimientos del sistema acoplado carga-receptor de carga, convergen a un estado estacionario en un tiempo t , para ello bastará con hacer que $y(t) = 0$. De acuerdo a esto se tendrá:

$$t = \frac{n\pi}{\omega_n\sqrt{1-\zeta^2}} \quad (13)$$

Donde $n = 1; 2; 3 \dots$ son los valores enteros para los que el argumento del seno de la ecuación (10) se hace cero y por tanto para los cuales los desplazamientos verticales se hacen cero.

La ecuación (13) puede expresarse como una serie de Maclaurin, la cual es convergente para todo $|\zeta| < 1$. Para continuar nuestro análisis acotaremos la expresión (13) a los tres primeros términos de esta serie

$$t = \frac{n\pi}{\omega_n} \left(1 + \frac{1}{2}\zeta^2 + \frac{3}{8}\zeta^4 + \dots\right) \quad (14)$$

3. MEDICIONES Y RESULTADOS

3.1 Procedimiento de medición e instrumentos empleados

Tomando nuevamente como referencia nuestra hipótesis inicial para la validación experimental del modelo matemático descrito por la ecuación (10); se requirió medir la variabilidad de las indicaciones de balanzas de compensación electromagnética luego del contacto de una carga con el receptor de carga hasta el momento en el que las indicaciones se estabilizaron.

Los instrumentos empleados para los ensayos fueron una micro balanza marca Mettler Toledo, modelo MT5 con capacidad máxima de 5 g y una micro balanza marca Citizen, modelo CM11/1 con capacidad máxima de 10 g y división de escala de 0,001 mg para ambas balanzas; tal como muestra las Fig. 03 y Fig. 04. Como cargas se emplearon pesas E_2 con valores nominales de: 100 mg, 500 mg, 1 g, 2 g, 5 g y 10 g; mostradas en la Fig. 05, las pesas cuentan con certificados de calibración: LM-C-035-2019 y LM-C-011-2018 emitidos por la Dirección de Metrología del Instituto Nacional de Calidad de Perú (DM-INACAL). Un cronómetro con certificado de calibración LTF-010-2018 emitido por la DM-INACAL, un barómetro y termohigrómetro con certificados de calibración LFP-177-2018 y TE-1663-2018 emitidos por la DM-INACAL y el laboratorio de calibración LO JUSTO S.A.C.

Para la medición de la variabilidad de las indicaciones de una balanza de compensación electromagnética durante el contacto con cargas de ensayo se empleó el diagrama de bloques mostrado en la Fig. 06 que resume el diseño experimental aplicado así como la secuencia del análisis de datos.



Fig. 03. Micro balanza Citizen capacidad máxima 10 g, $d = 0,001$ mg.



Fig. 04. Micro balanza Mettler Toledo capacidad 5 g, $d = 1 \mu\text{g}$

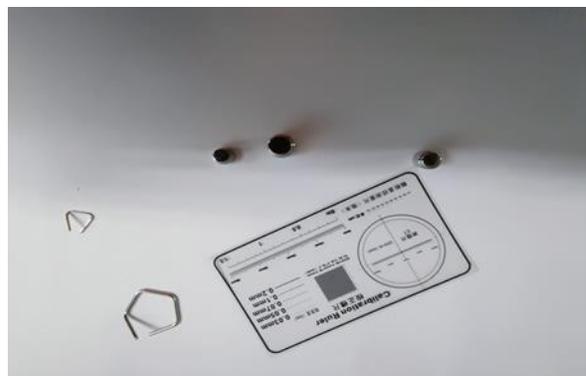


Fig. 05. Pesas empleadas como cargas de ensayo, de izquierda a derecha 100 mg, 500 mg, 1 g, 2 g, 5 g y 10 g. La regla con resolución de 0,2 mm que se muestra fue inicialmente pensada para medir directamente el desplazamiento vertical del receptor de carga durante el contacto con las muestras de ensayo, la idea fue descartada luego del planteamiento de la hipótesis de validación del modelo propuesto.

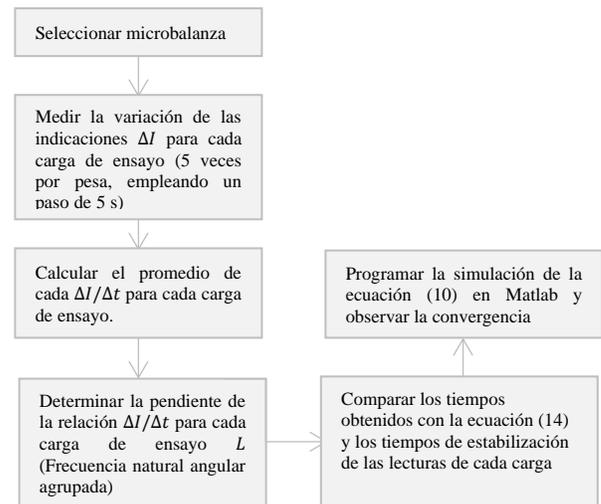
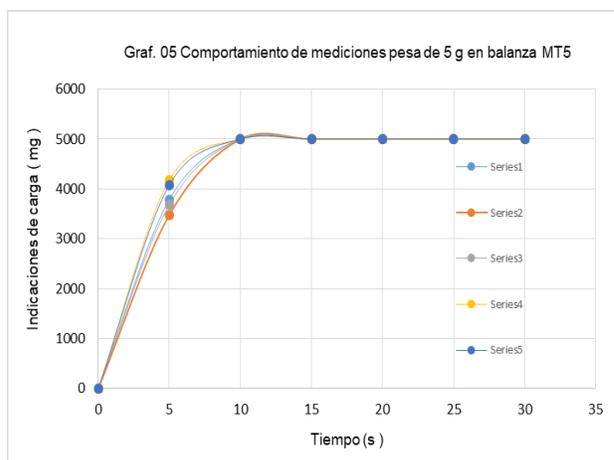
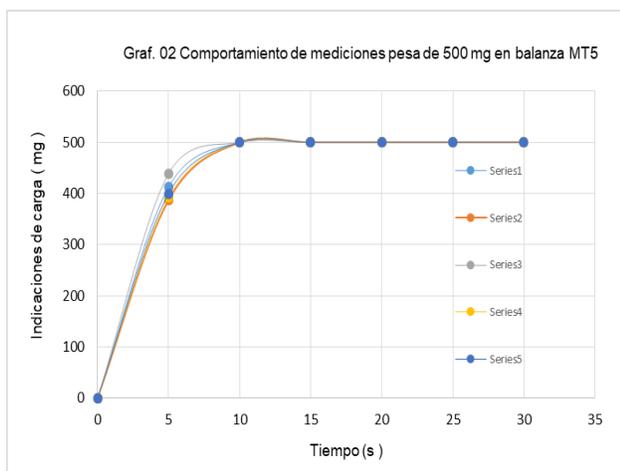
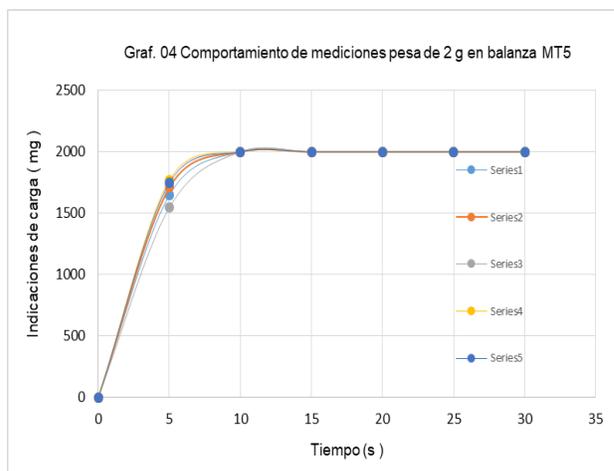
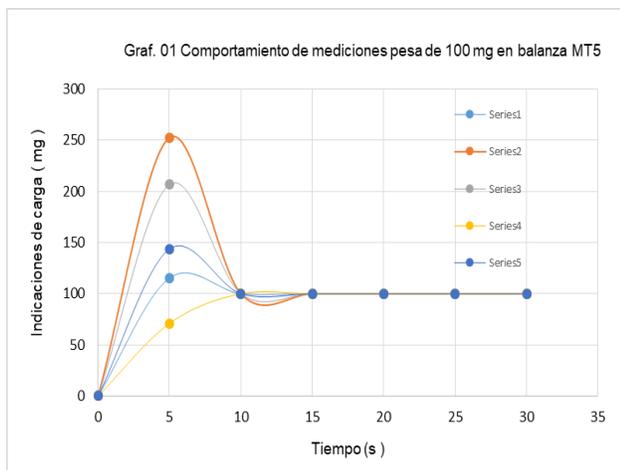
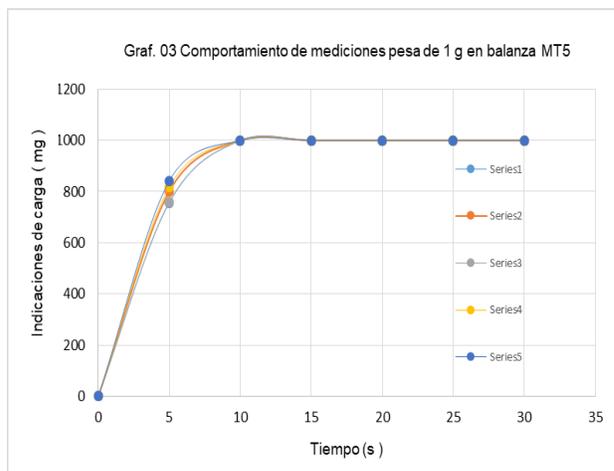
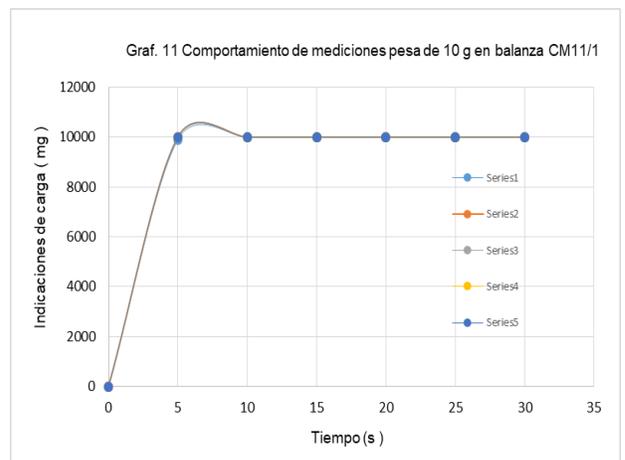
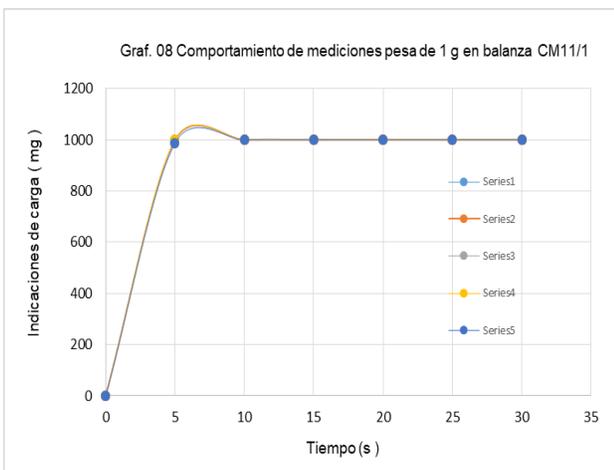
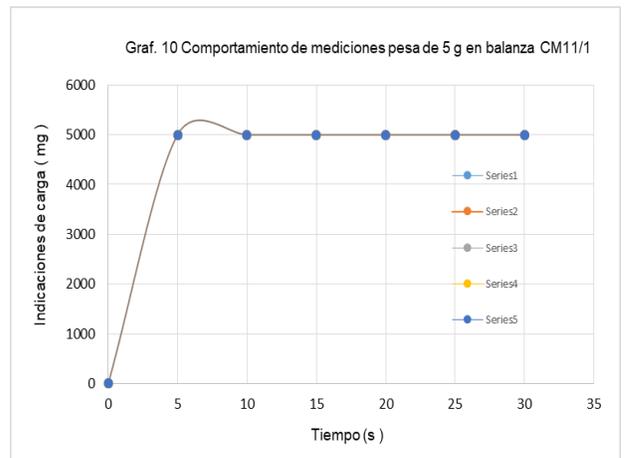
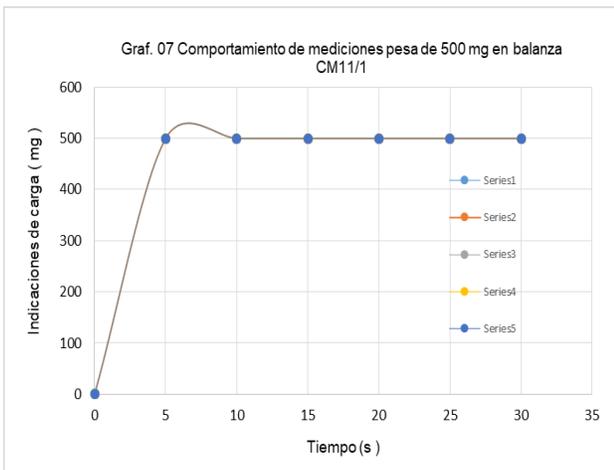
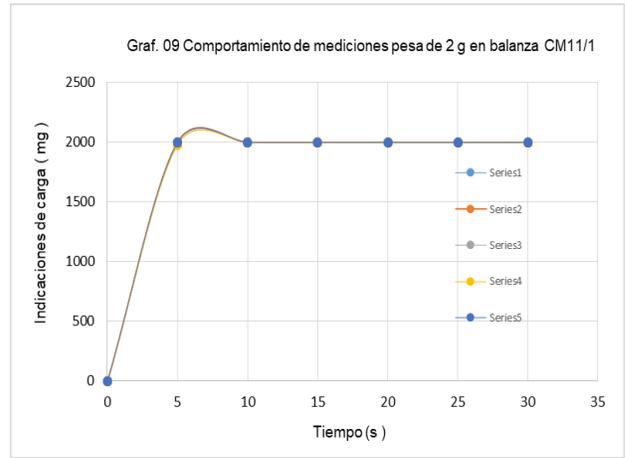
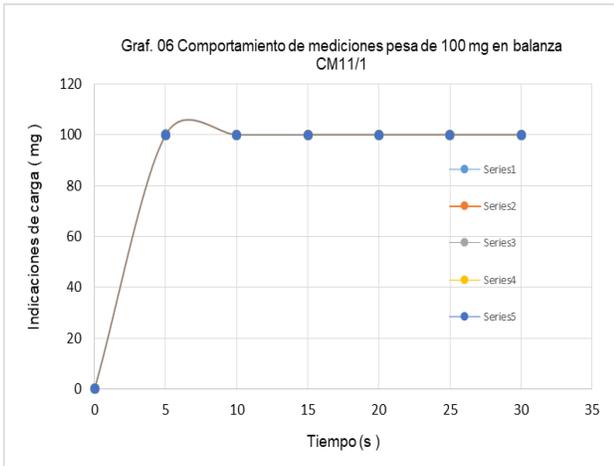


Fig. 06. Diagrama de bloques de la secuencia experimental y análisis de datos realizado.

3.2 Resultados experimentales

Para medir la variación de las indicaciones de masa de las pesas colocadas en el receptor de carga de cada balanza se empleó como equipo auxiliar una cámara digital; la cual fue utilizada para filmar dicho proceso. La cámara fue empotrada de tal manera que enfocaba tanto a la indicación de la balanza, el receptor de carga, la carga y el cronómetro empleado, luego la grabación fue pausada cada 5 s y se registraron las lecturas hasta que se observó la estabilidad de estas en acuerdo con los signos de estabilización propios de la configuración de los parámetros electrónicos de la emisión de indicaciones de cada balanza. Para cada balanza se realizaron 5 repeticiones por cada pesa de ensayo colocada en el receptor de carga, el comportamiento de los datos medidos se muestran en las gráficas 01 a 11.





Las tablas 1 y 2 muestran las desviaciones estándar más pequeñas del conjunto de las cinco mediciones realizadas para cada carga de ensayo en contacto con el receptor de carga cada balanza, de igual forma se muestran los tiempos para los cuales se alcanzaron las desviaciones estándar mínimas.

Tabla 1. Tiempos alcanzados por las desviaciones estándar mínimas durante el contacto de las pesas con el receptor de carga de balanza MT5.

Cargas aplicadas en el receptor de carga	Desviación estándar MT5 S_{min} (mg)	Tiempo alcanzando MT5 t_a (s)
100 mg	0,00187	25
500 mg	0,00089	20
1 g	0,00045	25
2 g	0,00286	20
5 g	0,00638	25

Tabla 2. Tiempos alcanzados por las desviaciones estándar mínimas durante el contacto de las pesas con el receptor de carga de balanza CM11/1.

Cargas aplicadas en el receptor de carga	Desviación estándar CM11/1 S_{min} (mg)	Tiempo alcanzando CM11/1 t_a (s)
100 mg	0,00344	10
500 mg	0,00335	15
1 g	0,00572	30
2 g	0,00089	20
5 g	0,00187	25
10 g	0,00305	15

En las tablas 3 y 4 se muestran los parámetros electrónicos configurados inicialmente en cada balanza para la emisión de las lecturas. La tabla 5 muestra las condiciones ambientales al inicio y final de los ensayos.

Tabla 3. Parámetros electrónicos empleados durante las mediciones de las indicaciones de la balanza MT5.

Adaptador de proceso de pesaje	Adaptador de vibración	Detector automático de estabilidad	Tipo de ajuste de pesaje
Universal, recomendado para todo tipo de pesaje según manual de fabricante	Activado para entorno inestable	Activada en Asd-3, configuración recomendada de fábrica	Pesa externa facilitada por usuario

Adicionalmente la balanza MT5 fue configurada con la función puerta automática inhabilitada, auto Zero de lecturas apagado y legibilidad 1 μ g. De acuerdo al manual del fabricante el tiempo de estabilización de las lecturas se debe fundamentalmente al adaptador de vibraciones.

Tabla 4. Parámetros electrónicos empleados durante las mediciones de las indicaciones de la balanza CM11/1.

Filtro	Configuración de lectura	Actualización	Tipo de ajuste de pesaje
3 Medio	1 Rápido + preciso	1 0,08 s	Pesa externa facilitada por usuario

De igual forma la balanza CM11/1 fue configurada con la función auto Zero de lecturas apagado y con la función de visualización de último dígito habilitada. No posee función de puerta automática.

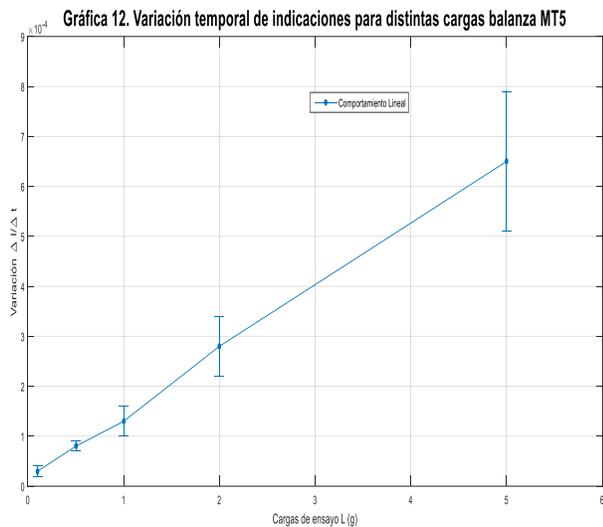
Tabla 5. Condiciones ambientales corregidas registradas durante las mediciones de las variaciones de las indicaciones hechas en Arequipa.

Estado	Temperatura ambiente	Humedad relativa	Presión atmosférica
Inicial	22,01 °C	50,6 %	773,8 mbar
Final	23,18 °C	51,2 %	773,5 mbar

Siguiendo el diagrama de bloques mostrado en la Fig. 06 continuamos con el cálculo de la variación $\Delta m/\Delta t$ el cual será un promedio del conjunto de las cinco lecturas registradas para cada carga de ensayo. Las tablas 6 y 7 muestran los resultados.

Tabla 6. Promedio de las variaciones de las indicaciones para cada carga de ensayo en balanza MT5.

Cargas Nominales de ensayo	Variación $\Delta m/\Delta t$ (g/s)	Incertidumbre $\Delta m/\Delta t$ (g/s)
100 mg	0,02871	0,00663
500 mg	0,08125	0,01457
1 g	0,13382	0,02852
2 g	0,28352	0,06037
5 g	0,65007	0,13818



Una función de aproximación que se ajusta a la tendencia general de los datos de carga aplicada (En masa convencional según los valores de la Tabla 9) y la variación de la indicación en la balanza en el tiempo; sin coincidir necesariamente en todos los puntos, puede obtenerse construyendo una curva que minimice la discrepancia entre los puntos y la curva de aproximación [7], se empleó para ello la técnica de regresión por mínimos cuadrados obteniendo como coeficiente de determinación $r^2 = 0,9989$ para la representación lineal de la gráfica 12 y $r^2 = 0,9995$ para la representación lineal de la gráfica 13, es decir los modelos de aproximación

lineal explican el 99,89 % y 99,95 % de la tendencia general de los datos.

La pendiente de la gráfica 12 construida a partir de los datos indicados en la tabla 6, puede ser considerada como una frecuencia natural agrupada ω_{nagr} del comportamiento de la balanza MT5 de todas las cargas ensayadas. A partir de esto se tendrá el valor:

$$\omega_{nagr} = 0,127336 \text{ rad/s} \tag{15}$$

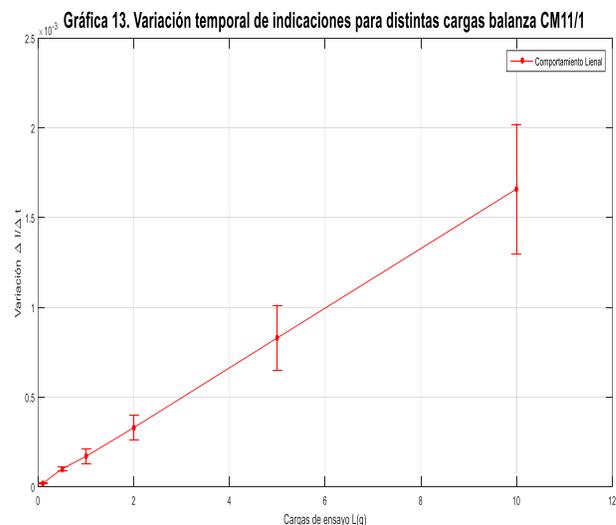
Aplicamos el mismo análisis para el caso de la balanza CM11/1. Los resultados se muestran en la tabla 7.

Tabla 7. Promedio de las variaciones de las indicaciones para cada carga de ensayo en balanza CM11/1.

Cargas Nominales de ensayo	Variación $\Delta m/\Delta t$ (g/s)	Incertidumbre $\Delta m/\Delta t$ (g/s)
100 mg	0,01667	0,00358
500 mg	0,09999	0,01789
1 g	0,16631	0,03566
2 g	0,33232	0,07126
5 g	0,83318	0,17884
10 g	1,66412	0,35691

Nuevamente se puede considerar la pendiente de la gráfica 13 como una frecuencia natural agrupada ω_{nagr} del comportamiento de la balanza CM11/1 de todas las cargas ensayadas. El valor calculado será:

$$\omega_{nagr} = 0,165850 \text{ rad/s} \tag{16}$$



Las incertidumbres expandidas de la variación de la indicación de la balanza en el tiempo observadas en las tablas 6 y 7; fueron estimadas considerando el modelo matemático de carga por unidad de tiempo. Primero se calculó las incertidumbres estándar de cada variación de indicación de la balanza en el tiempo para cada ensayo de carga aplicada, los coeficientes de sensibilidad se obtuvieron de las derivadas parciales del modelo, los valores estimados de cada indicación de carga como el valor más desviado respecto al valor nominal y los valores estimados de tiempo aquellos que correspondieron al punto de inflexión observado en las gráficas 01 a 11, posteriormente todas las incertidumbres estándar correspondiente a cada variación de indicación de carga en el tiempo fueron combinadas cuadráticamente considerando un factor de cobertura $k = 2$; obteniendo la incertidumbre expandida de la variación de indicación de la balanza en el tiempo para cada carga de ensayo.

4. DISCUSIÓN

4.1 Principios de validación del modelo desarrollado

Los principios de la validación se sustentan en el análisis de resultados indicados en las tablas 1 y 2, a partir de la cual se obtiene la tabla 8 la cual muestra el promedio de los tiempos alcanzados t_a para los cuales se obtuvieron las desviaciones estándar más pequeñas obtenidas de la etapa del registro de las indicaciones de pesaje durante el contacto de las cargas de prueba con el receptor de carga.

Considerando los parámetros electrónicos de pesaje configurados en cada instrumento de pesaje ensayado y teniendo en cuenta que las indicaciones de los instrumentos serán estables en un tiempo, tal que; de un conjunto de indicaciones para una carga de ensayo medidas en un instante fijado, se muestre la menor desviación estándar de las indicaciones; a partir del cual las indicaciones de la balanza tenderán al valor nominal de la carga de ensayo colocadas en el receptor.

Los resultados de las frecuencias naturales agrupadas obtenidas experimentalmente para cada balanza fueron remplazados en la expresión dada por (14) con el fin de estimar el tiempo de convergencia del movimiento descrito por (10) y compararlos con los tiempos de estabilización de las indicaciones medidas experimentalmente. Dichos resultados son mostrados en la tabla 8.

Tabla 8. Resultados obtenidos de los tiempos de estabilización de las lecturas de las balanzas ensayadas y los tiempos de convergencia obtenidos mediante modelo matemático.

Balanza	Frecuencia natural agrupada ω_{nagr}	Resultados de la expresión del tiempo de convergencia t	Promedio de los tiempos alcanzados experimentalmente t_a
MT5	0,127336 rad/s	24,7 s	23,2 s
CM11/1	0,165850 rad/s	18,9 s	19,2 s

Los valores obtenidos empleando la expresión dada por (14) consideran que $n = 1$ y que ζ es aproximadamente cero; talque solo se tomó el primer término de la aproximación por series de Maclaurin, el primer nodo vibracional.

La tabla 8 muestra la similitud de los tiempos obtenidos aplicando la expresión que describe el tiempo de convergencia de los movimientos descritos por el modelo matemático propuesto; con el promedio de los tiempos obtenidos midiendo el tiempo de estabilización de las lecturas de las balanzas. Un análisis estadístico más riguroso quedaría pendiente para una conclusión satisfactoria de los resultados, sin embargo es evidente la coherencia de los resultados al punto que consideraremos que nuestra hipótesis inicial es válida y que el modelo matemático planteado describe de forma aproximada el movimiento originado por el contacto de una pesa con el receptor de carga de una balanza de compensación electromagnética.

Luego de considerar la premisa anterior podríamos calcular k y ζ a partir de las expresiones propuestas por el modelo matemático, específicamente las dadas por (6) y (7) ya que contaremos que $\omega_n = \omega_{nagr}$, permitiéndonos de esta forma graficar la ecuación de movimiento descrita por (10) y así observar la convergencia que analíticamente obtuvimos. Para ello requerimos de cantidades conocidas, la tabla 9 muestra la masa convencional de las pesas empleadas así como las masas de los receptores de carga de cada balanza ensayada.

Tabla 9. Valores de masa convencional de las pesas patrones empleadas y de los receptores de carga de las dos microbalanzas ensayadas. Todas fueron calibradas con pesas de referencia clase E₂, excepto las de las

plataformas, las cuales fueron calibradas como masas con incertidumbres de pesas F_1 .

Carga	Valor nominal	Masa Convencional	Incertidumbre expandida $k = 2$
Pesa	100 mg	100 mg + 0,006 mg	0,005 mg
Pesa	500 mg	500 mg + 0,002 mg	0,008 mg
Pesa	1 g	1 g + 0,004 mg	0,010 mg
Pesa	2 g	2 g + 0,004 mg	0,012 mg
Pesa	5 g	5 g - 0,011 mg	0,016 mg
Pesa	10 g	10 g - 0,000 mg	0,020 mg
Plataforma MT5	1,27 g	1,27 g + 6,63 mg	0,03 mg
Plataforma CM11/1	0,97 g	0,97 g - 0,03 mg	0,03 mg

La información proporcionada por las tablas 10 y 11 es un resumen de las cantidades calculadas de acuerdo a las expresiones generadas por el modelo matemático. Es importante mencionar que c fue considerado para cada carga como el promedio de las variaciones de las indicaciones de la balanza en un intervalo de tiempo; tal como fue mostrado en las tablas 6 y 7.

Tabla 10. Valores obtenidos de la constante de elasticidad k y factor de amortiguamiento ζ empleando las expresiones definidas por (6) y (7) para cada carga ensayada en la balanza MT5.

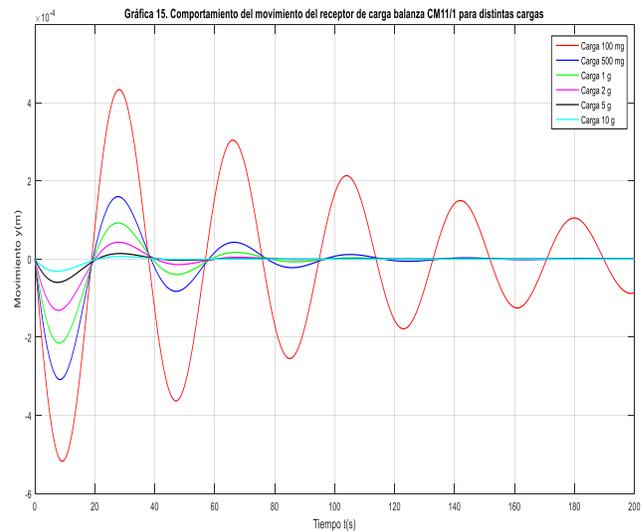
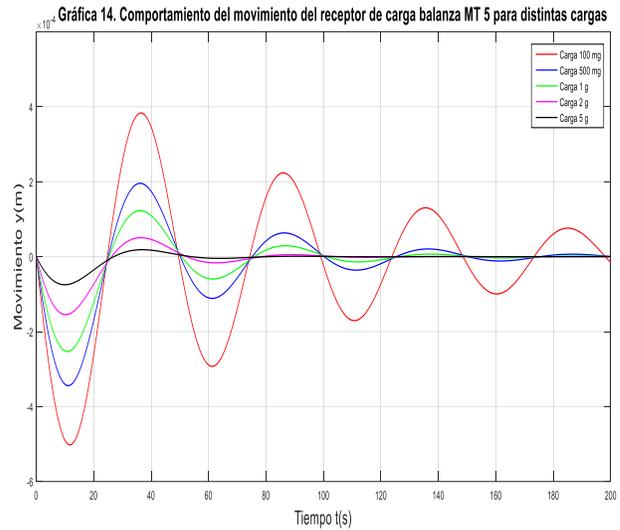
Carga Aplicada a la balanza	Coefficiente de amortiguamiento c (g/s)	Constante de elasticidad k (N/m)	Factor de amortiguamiento ζ (--)
100 mg	0,030000	0,02070	0,00009
500 mg	0,080000	0,02071	0,00025
1 g	0,130000	0,02072	0,00040
2 g	0,280000	0,02073	0,00086
5 g	0,650000	0,02078	0,00199

Tabla 11. Valores obtenidos de la constante de elasticidad k y factor de amortiguamiento ζ empleando las expresiones

Carga Aplicada a la balanza	Coefficiente de amortiguamiento c (g/s)	Constante de elasticidad k (N/m)	Factor de amortiguamiento ζ (--)
100 mg	0,020000	0,02668	0,00006
500 mg	0,100000	0,02669	0,00031
1 g	0,170000	0,02671	0,00053
2 g	0,330000	0,02674	0,00102
5 g	0,830000	0,02682	0,00257
10 g	1,660000	0,02696	0,00511

definidas por (6) y (7) para cada carga ensayada en la balanza CM11/1.

Las gráficas de las ecuaciones de movimiento obtenidas con los datos calculados se muestran en las gráficas 14 y 15.



El comportamiento del movimiento del sistema receptor de carga y pesa; es vibratorio, en cuyo primer nodo se observa el tiempo de convergencia obtenido con la aproximación dada por (14).

Para la construcción de estas gráficas se consideró una aceleración local de gravedad calculada utilizando el software Gravity Information System (SIS) de la PTB, las coordenadas geográficas fueron determinadas con Google Maps Coordenadas GPS. Así mismo el valor del factor que modula la fuerza

externa tipo impulso fue fijada en 0,0000001 N para ambas gráficas.

Observamos que los nodos vistos en las gráficas 14 y 15 son los mismos independientemente de la carga aplicada, esto puede estar en acuerdo a la aproximación de frecuencia natural agrupada que se consideró para cada balanza, ya que esta fue una característica obtenida a partir de la medición de las indicaciones durante la etapa de contacto. En acuerdo con lo anterior también se puede observar que el carácter amortiguador con el que responde el receptor de carga al contacto con la pesa aumenta conforme la carga de ensayo se incrementa hasta la capacidad máxima de cada balanza, de igual forma el factor de amortiguamiento calculado es coherente con la aproximación analítica que se realizó en el punto 3.3. $\zeta \cong 0$, los valores calculados de ζ son menores a 1.

El modelo matemático desarrollado para analizar el movimiento del sistema receptor-carga durante la etapa de contacto; no es un modelo absoluto de todo el sistema de transmisión de carga de una balanza de compensación electromagnética, ya que para ello deberíamos incluir también el efecto de todo el aditamento mecatrónico tal como las barras de transmisión hasta llegar a la bobina del imán permanente.

El modelo desarrollado es una aproximación ideal con un solo grado de libertad; los principios de la validación experimental permitieron observar cómo es el comportamiento del movimiento receptor-carga durante la etapa de contacto. Es evidente que la tecnología inmersa en este tipo de instrumentos suprime al mínimo este tipo de movimientos así como otros propios del medio donde se ubica el instrumento, sin embargo el análisis obtenido podría ayudarnos a comprender de una mejor forma el funcionamiento ideal de los instrumentos de compensación electrónica y obtener así mayores perspectivas en la optimización de tiempos de respuesta y precisión de las lecturas de pesaje en nuevos diseños de este tipo de instrumentos.

5. CONCLUSIONES

Se logró concluir con el desarrollo de un modelo matemático para describir la interacción de contacto entre una pesa y un receptor de carga de una balanza de compensación electromagnética planteando los principios de validación para el modelo matemático propuesto, no siendo aún concluyente para estimar los tiempos de respuesta de los pesajes debido a que queda pendiente analizar estadísticamente los resultados obtenidos

así como experimentar con otros instrumentos de pesaje, que empleen el principio de funcionamiento electromagnético y en alcances menores a 100 mg, en cuanto esto no sea resuelto no se podría discutir el análisis del rendimiento para este tipo de instrumentos.

En ambas balanzas los tiempos de estabilización de las indicaciones muestran una alta similitud con los tiempos obtenidos cuando los movimientos del sistema carga-receptor convergen al primer nodo de vibración del sistema.

Para las dos balanzas ensayadas; los valores calculados de los coeficientes de amortiguamiento son más pequeños que los valores calculados de las constantes de elasticidad de cada carga de ensayo, lo que provocó que el comportamiento vibratorio del sistema carga-receptor observado con el modelo matemático propuesto, se asemeje a un sistema vibratorio subamortiguado que tiende a uno críticamente amortiguado a medida que el valor de masa de las cargas de ensayo se incrementa.

Las gráficas del modelo del movimiento originado por el contacto carga-receptor muestran que la amplitud del movimiento resultante del contacto del receptor de carga con las pesas de ensayo depende de la amplitud de la fuerza externa con la que se simula la colocación de las pesas sobre el receptor de carga de cada balanza.

REFERENCIAS

- [1] F. Hilbrunner, Chr. Diethold, G. Krapf, M. Kühnel, H. Weis, "Innovative KraftmessTund Wägetechnik durch Anwendung mechatronischer Konzepte", Technische Universität Ilmenau, Ilmenau, 2011.
- [2] H. Baumgartl, "Optimierung dynamischer Waagen nach dem Prinzip der elektromagnetischen Kraftkompensation mittels numerischer Modelle zur Systemsimulation", Technische Universität Ilmenau, Ilmenau, 2015.
- [3] Mettler Toledo, "Good Weighing Practice", Mettler Toledo AG, Switzerland.
- [4] W. Kuper, "Balances and Weighing", Mettler Instrument Corp., Princeton – Hightstown.
- [5] W. Seto, "Vibraciones Mecánicas". Mc. Graw Hill, Mexico 1970
- [6] D. Zill, "Ecuaciones diferenciales", Internacional Thomson Editores, Mexico 1997
- [7] Steven C. Chapra. Raymond P. Canale, "Métodos numéricos para ingenieros", Quinta edición, Mc Graw Hill Interamericana Editores S.A. de C.V., México 2006.

DETERMINACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICIÓN DE GRADO ALCOHÓLICO DE MEZCLAS HIDROALCOHÓLICAS CON DENSÍMETRO DE INMERSIÓN

Msc. Isol Lara, Lic. Eloy Mijares e Ing. Yaisa Mendoza

Ron Santa Teresa C.A

El Consejo, Edo. Aragua. Venezuela

+58 412 8969692

Resumen: El ensayo de medición de grado alcohólico de en mezclas hidroalcohólicas (HA) consiste en determinar el porcentaje en volumen de alcohol (%Vol). Este ensayo está reglamentado oficialmente en la mayoría de los países, dada la importancia que tiene desde el punto de vista fiscal. En Venezuela, la Ley de Impuestos sobre Alcohol y Especies Alcohólicas [1] reconoce como instrumentos legales para la determinación alcoholimétrica, a los alcoholímetros de precisión en escala Gay Lussac, con división en el orden de las décimas de grado. Además, el Reglamento de la LISAEA indica que permite una tolerancia de ± 0.2 °GL para bebidas alcohólicas por preparación de productos destilados y envejecidos; esta tolerancia en comparación con el valor de división del instrumento es estricta, por lo que se requiere de mucha precisión en dicha medida. La importancia de este ensayo motivó al equipo de calidad de líquidos de la organización a realizar la estimación de incertidumbre con el fin cuantificar el nivel de confianza de los resultados emitidos.

1 INTRODUCCIÓN

El laboratorio de Físicoquímica de Ron Santa Teresa cuenta con los recursos necesarios (personal, equipos, instalaciones, equipamiento y trazabilidad) para realizar los ensayos requeridos con el objetivo de evaluar la conformidad oportuna, eficientemente y confiable según las especificaciones de las mezclas hidroalcohólicas en todas las etapas de su elaboración. El ensayo de medición de grado alcohólico de estas mezclas hidroalcohólicas se considera fundamental en la valoración de las mismas; el valor de la tolerancia establecida en el Reglamento de la ley de impuestos sobre alcohol y especies alcohólicas, impulsó al equipo del laboratorio de calidad a evaluar la incertidumbre de las mediciones a fin de cuantificar su capacidad de medida y establecer su alcance en el ensayo anteriormente mencionado.

2 MEDICIÓN DE GRADO ALCOHÓLICO

La medición de grado alcohólico es el ensayo con el que se obtiene el título alcoholimétrico de una mezcla hidroalcohólica, indicado directamente por el alcoholímetro centesimal de Gay-Lussac a una temperatura de 15 °C, o determinado a partir del grado aparente del alcohol y la temperatura del líquido, mediante el uso de las Tablas de Fuerza Real [2], la cual expresa el porcentaje en volumen de alcohol anhidro contenido en una mezcla hidroalcohólica a una temperatura de 15 °C. Para realizar este cálculo en mezclas HA que contiene sustancias y sólidos disueltos que afectan su densidad, éstos deben ser separados mediante un proceso de destilación, y el grado aparente se toma

de la mezcla HA a una temperatura de 20 °C. Según la Recomendación 22 de la OIML [3], valor de temperatura a la cual se determina el grado aparente es de 20°C, por lo tanto, para cumplir con la LISAEA se debe corregir las lecturas mediante el uso de las tablas de Fuerza Real (grado alcohólico) (2) a 15 °C que es la temperatura legal del sistema en Venezuela.

2.1 MEDICIÓN CON DENSÍMETROS DE INMERSIÓN (ALCOHOLÍMETROS)

Según la Guía para calibración de Hidrómetros del SIM [4] la cual aplica para los alcoholímetros, se debe considerar lo siguiente:

1. Las lecturas de °GL obtenidas en el uso del instrumento no son las mismas obtenidas durante la calibración, debido a que las lecturas en la calibración según el Método Cuckow están relacionadas con la medición de la masa del instrumento en la balanza, y la lectura en uso es directamente en la escala del instrumento.
2. En la calibración del alcoholímetro se realizan varias mediciones de su masa en el aire y en el líquido de referencia para obtener un promedio del error de indicación, no obstante, en el uso diario del instrumento se realiza una sola medición directa con el instrumento.
3. Las condiciones de medición/operación pueden ser diferentes (condiciones ambientales, temperatura del líquido, tensión superficial del líquido, etc.) a las de calibración.

2.2 INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN DE GRADO ALCOHÓLICO.

Para estimar la incertidumbre de las mediciones se consideraron las Guías [5] y [6], siguiendo el proceso descrito para Estimación de la Incertidumbre en cuatro etapas que se describen en la siguiente tabla y el análisis de la propagación de errores correspondiente:

Tabla 1 Proceso de estimación de Incertidumbre

Nro.	Descripción
Etapas 1	Especificar el Mensurado
Etapas 2	Identificar las fuentes de incertidumbre
Etapas 3	Simplificar agrupando fuentes cubiertas por datos existe Cuantificar las componentes agrupadas Convertir las componentes en desviaciones estándar
Etapas 4	Calcular la Incertidumbre estándar combinada Calcular la Incertidumbre Expandida

2.2.1 Mensurado

El mensurado es el grado alcohólico aparente en grados centesimales Gay Lussac °GL (%Volumen), de las mezclas comerciales hidroalcohólicas elaboradas en la organización (rones y destilados), específicamente el valor obtenido en el ensayo llamado "fuerza real". Esta magnitud se puede definir por una relación funcional sencilla cuyos componentes requieren ser evaluadas según la ley de propagación de errores para estandarizar las mismas.

2.2.2 Modelo de Medición

Según lo expresa la Guía del SIM [4], a partir del modelo de medición se puede expresar el mensurado por medio de una relación funcional, en tal sentido el valor del grado alcohólico °GL medido con un hidrómetro calibrado se obtendría mediante la siguiente expresión:

$$°GL = R - E(R) - \epsilon_{du} \tag{1}$$

Donde:

- R Indicación del alcoholímetro (°GL)
- ϵ_{du} Error debido a la resolución en uso del hidrómetro, la cual puede ser diferente a la determinada por el laboratorio de calibración, considerando que en la calibración se usan herramientas y/o

sustancias con otras propiedades y características (°GL)

$E(R)$ El error de indicación en uso del instrumento es la suma de los errores debidos a la altura del menisco, la diferencia de temperaturas, la diferencia de tensión superficial del líquido bajo prueba con relación a las condiciones que se asumieron para la calibración del instrumento y la posible deriva del error de indicación del alcoholímetro desde su calibración

El error de indicación en uso se describe en la siguiente ecuación:

$$E(R) = \epsilon_h + \epsilon_{\Delta t} + \epsilon_{\Delta \gamma} + \epsilon_{drift} \tag{2}$$

Donde:

- $E(R)$ El error de indicación (°GL)(%Vol)(m³/m³)
- ϵ_h Error de altura del menisco, (°GL)(%Vol)(m³/m³)
- $\epsilon_{\Delta t}$ Error debido a la diferencia de temperatura entre la temperatura de referencia de calibración del alcoholímetro y la temperatura de medición en uso (°GL)(%Vol)(m³/m³)
- $\epsilon_{\Delta \gamma}$ Error debido a la diferencia de tensión superficial entre la tensión superficial de referencia en la cual fue calibrado el alcoholímetro y la tensión superficial del líquido en el que se está utilizando (°GL)(%Vol)(m³/m³)
- ϵ_{Drf} Error debido a la posible deriva del error del hidrómetro desde su calibración (°GL)(%Vol)(m³/m³)

Finalmente el modelo matemático se expresa

$$°GL = R - (\epsilon_h + \epsilon_{\Delta t} + \epsilon_{\Delta \gamma} + \epsilon_{drift h}) - \epsilon_{du} \tag{3}$$

2.2.3 Identificación de las fuentes incertidumbre

Se aplicó el método de análisis causa-efecto del cual surgieron tres diagramas, en el Anexo A muestra el análisis de Grado alcohólico aparente (°GL)(%Vol)(m³/m³) en la Figura 3, destacando cuatro variables: error de la altura del menisco, error de la diferencia entre las tensiones superficiales de calibración y de medición, error de la diferencia de la temperatura de medición y la de medición y error por la deriva de calibración. La figura 4 muestra al análisis realizado al error de la altura del menisco en el cual se identifican

Finalmente, la figura 5 muestra el análisis de la medición de tensión superficial de la mezcla HA.

2.2.4 Cuantificación de las Fuentes de Incertidumbre

Las fuentes de incertidumbre identificadas se cuantificaron de forma directa en las especificaciones técnicas o información de certificados de calibración, cálculos. También se realizaron ensayos para determinar valores necesarios, como la tensión superficial y la densidad.

2.2.5 Estandarización y Combinación de Incertidumbre

Para la estandarización de las fuentes de error de las magnitudes determinadas a través de una relación funcional, se obtuvieron los coeficientes de sensibilidad de las mismas. Los componentes obtenidos de información (características metroológicas, certificados de calibración, publicaciones o artículos de Instituciones reconocidas en la metrología) se les asocian una distribución de probabilidades normal, uniforme o triangular, según sea el caso. Aplicando la ley de propagación de errores estas incertidumbres se combinan por la suma de los cuadrados de los coeficientes de sensibilidad de cada fuente por su aporte respectivo.

2.2.6 Incertidumbre expandida

Finalmente, una vez obtenida la incertidumbre combinada, se multiplica por el factor de cobertura $k = 2$ para un nivel de confianza aproximadamente del 95 %.

3 RESULTADOS

3.1 MEDICIÓN DE LA TENSIÓN SUPERFICIAL γ

La fuente incertidumbre que relaciona dos de las cuatro fuentes identificadas para el grado alcohólico es la tensión superficial, el error por altura del menisco y la diferencia de tensión superficial entre el líquido de calibración (agua) y el líquido de medición (mezcla HA), ver Fig. 5 Diagrama causa efecto de medición de . En un estudio realizado por Díaz, J y Becerra L. del CENAM [7] estiman que la influencia de la tensión superficial es una variable que no puede dejar de considerarse, en algunas mediciones puede ser una magnitud de gran influencia y su aporte al valor de incertidumbre puede ser considerable. Es por ello que se estimó experimentalmente, para ello se evaluó el método de caída por peso de la gota. El principio del método del peso de la gota se basa en la ley de Tate, que aproxima el equilibrio entre la fuerza gravitatoria que empuja la gota hacia abajo (o

el peso de la gota) y la fuerza de tensión superficial que mantiene la gota pendiente en la punta en el instante en que se separa la gota (ver Fig. 1)

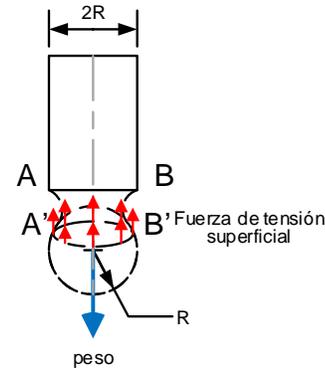


Fig. 1 Equilibrio del peso de la gota

Este método, es una técnica precisa pero simple para determinar la tensión superficial γ . Se basa en el goteo de un líquido de densidad ρ a una tasa de flujo baja desde un capilar de radio R al aire y mide el volumen de las gotas que se forman. El origen del método se remonta a la Ley de Tate, quien postuló que el volumen ideal de una gota que cae del capilar debe estar dado por:

$$P = 2\pi R\gamma f \rightarrow (m_{gota}) g = 2\pi R\gamma f \tag{3}$$

Desde el estudio realizado por Harkins y Brown [8], existen muchos análisis de este ensayo. Un análisis más reciente se pudo validar una relación para estimar la tensión superficial de líquidos sin la influencia de las propiedades fisicoquímicas del mismo, el método del coeficiente LCP (Lee–Chan–Pogaku) [9]. Una simple correlación adimensional se muestra a continuación:

$$\gamma = \frac{r^2 \rho g}{\left[3.60 \left(\frac{r}{V^{1/3}}\right)\right]^{2.81}} \tag{4}$$

Donde:

- ρ Densidad de la mezcla HA (kg/m³)
- g Gravedad local (m/s²)
- r Radio de la punta de la bureta (m)
- V Volumen de la gota (m³)

Para realizar el ensayo de tensión superficial se usaron los siguientes equipos son los siguientes:

Bureta; balanza analítica, termo higrómetro, picnómetro, material de vidrio, (ver Fig. 2).



Fig. 2 Montaje para contar y pesar 50 gotas de la mezcla H.A.

Con la bureta se contaron 50 gotas procurando mantener un goteo lento y constante, para ello se despreciaron las primeras 10 gotas (ver figura 2). Se retienen en una fiola, se mide el peso de las 50 gotas y se determina el peso de una gota. Se dimensiona la punta de la bureta a fin de estimar su radio. Y finalmente se estima el valor de la tensión superficial con la ecuación 4 de (Lee–Chan–Pogaku)



Fig. 3 Gota en la punta de la bureta

Posteriormente se determina la densidad, de la mezcla HA con un picnómetro (ver Fig. 4). Conocida la densidad se puede estimar el volumen de la gota.



Fig. 4 Determinación de densidad

Se determinó el valor de la tensión superficial de la mezcla HA con un grado alcohólico nominal de 30 °GL; siguiendo el método del peso de la gota. Se comparó el modelo matemático propuesto por Harkins [10], y la relación funcional del coeficiente LCP, cuyo análisis de errores según los autores Boon-Beng Lee, Pogaku Ravindra, Eng-Seng Chan [9] muestran que este método brinda la mejor confiabilidad y precisión entre varios análisis de peso de la gota y los resultados se muestran en la siguiente tabla:

Tabla 2 Tensión superficial

Ecuación	Valor de γ (Nm ⁻¹)	Incertidumbre $k = 2$ (Nm ⁻¹)
3	0.0295	0.098
4	0.0299	0.050

3.2 DETERMINACIÓN DEL ERROR POR LA ALTURA DEL MENISCO

Se determinó el error por la altura del menisco, cuya ecuación, según la guía del SIM para la calibración de hidrómetros [4] es la siguiente:

$$\varepsilon_h = \left(1 - \sqrt{1 + \frac{2gD^2R}{\gamma}} \right) \frac{\Delta r\gamma}{g\Delta IDR} \tag{5}$$

Donde:

- g Gravedad local (m/s²)
- D Diámetro del vástago del alcoholímetro (m)
- R Lectura del alcoholímetro (°GL)(%Vol)

- γ Tensión superficial de la mezcla H.A (N/m)
- Δr Resolución del alcoholímetro ($^{\circ}\text{GL})(\% \text{Vol})(\text{m}^3/\text{m}^3)$
- Δl Espaciamiento entre marcas de la escala del alcoholímetro (m)

Para determinar este error se dimensionaron el diámetro y el espaciamiento entre marcas de la escala del alcoholímetro con un vernier y retícula; se determinó la gravedad local basados en el boletín de la OIML [11], considerando la exactitud de medida en 0.01 %.

El error por la diferencia entre la temperatura de medición y la de calibración, junto con la deriva se cuantifican considerando la información obtenida en los certificados de calibración, las características metrológicas de los termómetros y la información del fabricante de instrumentos de vidrio (termómetro, alcoholímetro y material volumétrico) usados.

Se realizaron 2 repeticiones por medida del grado aparente a 20°C de la mezcla HA analizada, por cada analista y se obtuvo tanto el promedio como la desviación estándar de cada analista, y finalmente se estimó la incertidumbre asociada a la Repetibilidad de la medida del laboratorio en general.

3.3 RESULTADOS DE LA TENSIÓN SUPERFICIAL Y DE LA MEZCLA HIDROALCOHÓLICA

El valor de la tensión superficial para la muestra de la mezcla HA obtenido por el ensayo es 29.89 mNm⁻¹ con una incertidumbre estándar combinada de 0.025 mNm⁻¹, la Tabla 3 Presupuesto de incertidumbre de la medición de tensión superficial del Anexo B. Este valor permite estimar la incertidumbre asociada a la diferencia de γ entre la sustancia de calibración y la de medición.

3.4 RESULTADOS DE LA INCERTIDUMBRE DEL ENSAYO DE GRADO ALCOHÓLICO $^{\circ}\text{GL} (\% \text{VOL})$

La incertidumbre expandida del cálculo de Fuerza Real de la muestra es 0.074 $^{\circ}\text{GL}$ con un nivel de confianza de $k = 2$ y una probabilidad de aproximadamente 95 % y el presupuesto de Incertidumbre se muestra en la

Tabla 4 Presupuesto de incertidumbre de la medición de Grado alcohólico.

El siguiente grafico muestra el aporte de cada fuente de incertidumbre asociada y el porcentaje que representa al valor de la incertidumbre combinada.

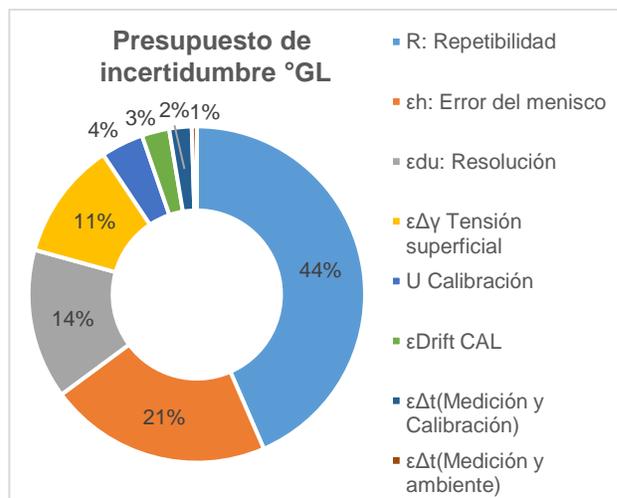


Gráfico 1. Presupuesto de incertidumbre de Grado alcohólico $^{\circ}\text{GL}$

Se puede apreciar en el Gráfico 1 que el 44 % del aporte de la Incertidumbre se debe al error de Repetibilidad en la medición, el cual solo puede disminuir realizando varias mediciones.

En segundo lugar con un 21 % la altura del menisco, la cual está asociada a experiencia del analista para realizar la lectura en el instrumento.

En tercer lugar está el valor de división del alcoholímetro con un 14 %, lo cual se puede disminuir usando un equipo de mejor resolución.

En cuarto lugar el valor de la variación de la Tensión superficial del líquido de calibración (agua) y el del líquido o sustancia de medición (mezcla HA) con un 11 %

Finalmente se observa un 4 % la Incertidumbre de calibración del instrumento; por lo que se considera importante evaluar el valor de la incertidumbre ofrecida por el proveedor de servicio de calibración, 3 % la deriva de la calibración del instrumento, por lo tanto es importante evaluar la frecuencia y los períodos de calibración; 2 % de error por la diferencia de temperatura de calibración del instrumento y la de uso, por lo que es indispensable mantener bajo control la medición de la temperatura del líquido sometido a medición, calibrando y verificado también la escala del termómetros del alcoholímetro y finalmente, controlar la temperatura ambiente, a pesar de tener 1 % de aporte, este valor podría inclinarse si la misma no se mantiene.

La Evaluación de la confiabilidad de los resultados emitidos por el equipo de analistas del laboratorio, de la medición de grado alcohólico aparente con sus

respectivas incertidumbres de medición se muestra en el Gráfico 2 Resultados de medición Grado Alcohólico °GL de la muestra cuyo valor de referencia comercial es de 30 °GL, de cada uno de los analistas del laboratorio del Anexo B.

4 CONCLUSIÓN

Estimar la incertidumbre de la medición del ensayo de medición de Grado alcohólico nos permite evaluar las fuentes de error asociadas a dicha medición y su respectivo aporte.

Los estudios de Repetibilidad & Reproducibilidad expresan un valor estadístico de los datos obtenidos en repetidas mediciones, no obstante, no contempla aspectos como las propiedades metrológicas de los instrumentos, las variables de influencia del ensayo, el fenómeno físico y/o químico que describe el mensurando. La incertidumbre de la medición nos permite asociar todos estos aspectos mencionados, por lo que se considera que el intervalo de confianza de los resultados de medida en comparación con la tolerancia o los límites tolerados para la medida son aceptables y confiables, tal como lo muestra el Gráfico 2. Cabe destacar, que la experiencia de los analistas para realizar la lectura del menisco es un punto importante a considerar, más aun en las mezclas comerciales en las que el color dificulta a lectura.

La medición de Tensión Superficial y en la metrología de densidad es importante. Actualmente sólo se cuenta con valores aproximados de tablas para el valor de la γ de algunas sustancias, aunque no de mezclas HA, es por ello que se implementó un procedimiento para la determinación de la γ de líquidos mediante el método del peso de la gota, a fin de obtener un valor de incertidumbre aceptable, para la correcta obtención de datos en mediciones Grado alcohólico con alcoholímetros.

AGRADECIMIENTOS

A la Organización Ron Santa Teresa por el apoyo brindado en esta investigación al permitir el uso de sus instalaciones, equipos, patrones y muestras para su ejecución.

5 BIBLIOGRAFÍA

[1] Reglamento de Ley de Impuestos sobre Alcohol y Especies Alcohólicas. *RL/SAEA*. Caracas, DF,

Venezuela : Gaceta Oficial N° 3.665, 15 de Diciembre de 1985.

- [2] Ministerio de Hacienda. Manual de Alcoholimetría. Caracas : Imprenta del Estado Federal de Alemania, 1967.
- [3] OIML. Recommendation N° 22. *International Alcoholimetric Tables*. 1975.
- [4] SIM. Guía SIM para la calibración de hidrómetros – Método de Cuckow. <http://www.cenam.mx>. [En línea] mayo de 2016. 978-607-97187-7-0.
- [5] EURACHEM / CITAC. Guía CG 4 Cuantificación de la Incertidumbre de las medidas Analíticas. [En línea] [Citado el: 17 de febrero de 2022.]
- [6] JCGM / WG 1. Evaluación de datos de medición — Guía para la expresión de la Incertidumbre. [En línea] 2009. [Citado el: 12 de Diciembre de 2021.] www.bipm.org. NIPO EDICIÓN DIGITAL 1: 706-10- 001- 0.
- [7] Julio C. Díaz. J., Luis O. Becerra. S. Tensión Superficial, Importancia de las Mediciones en la Metrología de Densidad con un Valor de Incertidumbre Aceptable. Santiago de Querétaro, Mexico : s.n., 2008.
- [8] Harkins, William & Brown, F. The determination of surface tension (free surface energy), and the weight of falling drops: the surface tension of water and benzene by the capillary height method. 1919.
- [9] *New drop weight analysis for surface tension determination of liquids*. Boon-Beng Lee, Pogaku Ravindra, Eng-Seng Chan. Sabah, Malaysia : s.n., Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects.
- [10] Harkins, W.D. Determination of Surface and Interfacial Tension, Chap. 14, "Physical Methods of Organic Chemistry. New York, : A. Weistberger. Interscience, 1949.
- [11] Thulin, A. A Standardize Gravity Formula. *Boletín de la OIML*. 1992. 127. 0473-2812.
- [12] Fluid Mechanics of the Drop Weight Method Analysis of the drop weight method. Xu, Qi, Yildirim, Ozgur Emek y Basaran, Osman A. 2015.

6 ANEXO A

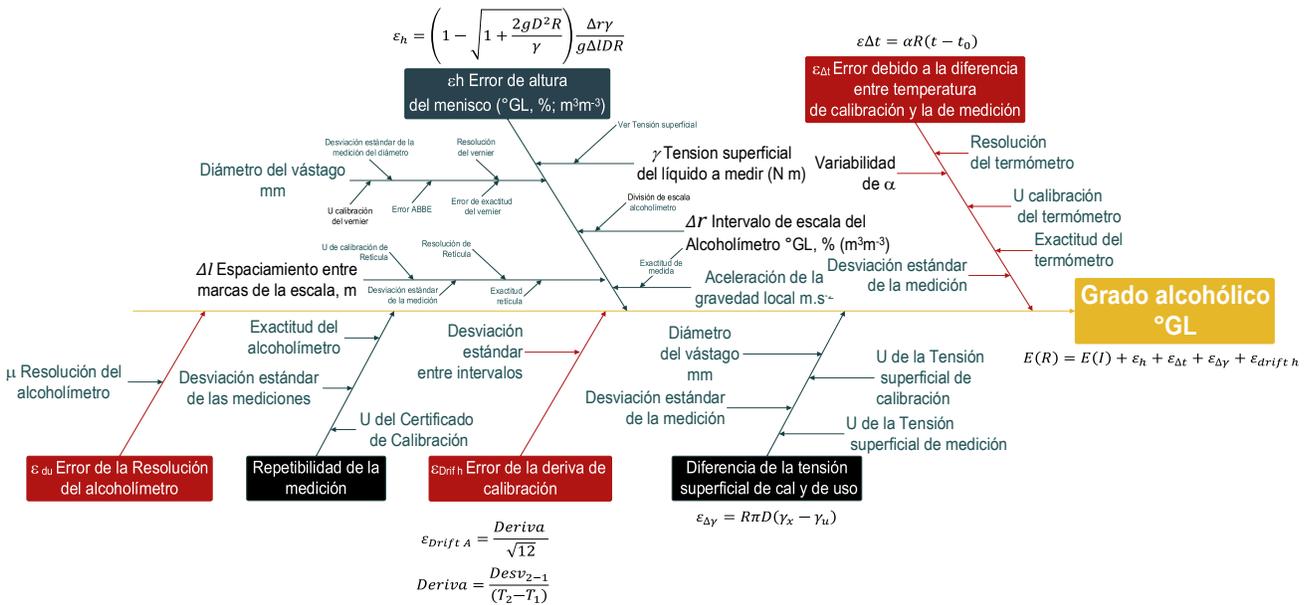
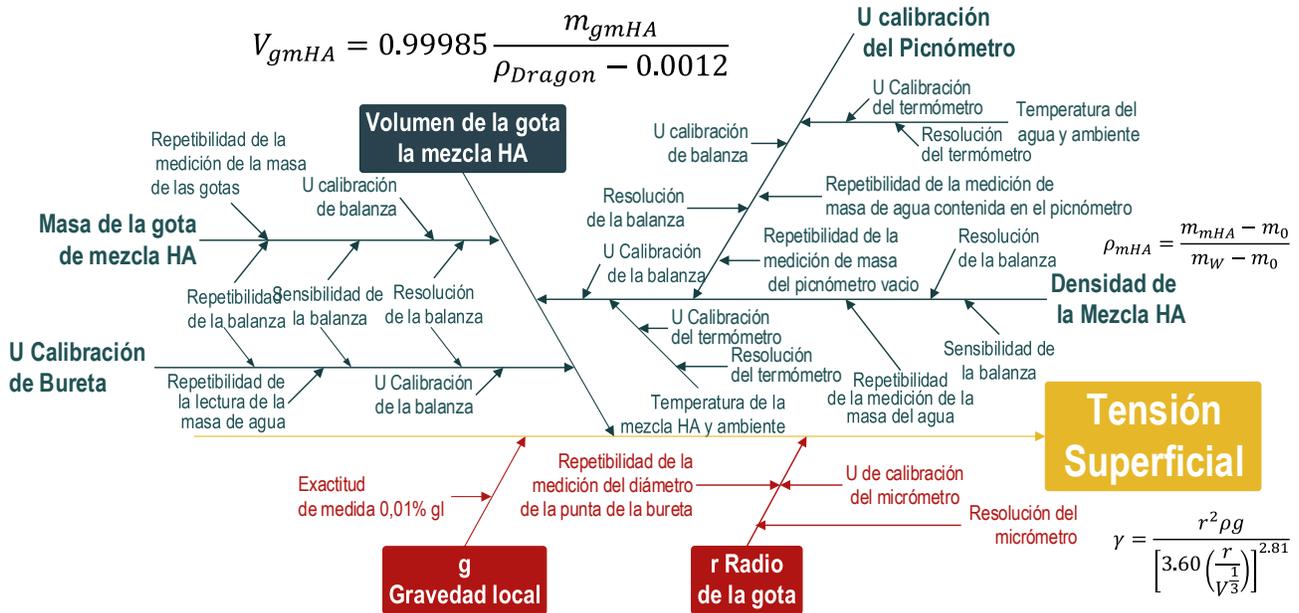


Fig. 5 Diagrama causa efecto de medición de Grado alcohólico °GL



$g_l = 9.780318(1 + 5.3024 \times 10^{-3} \text{sen}^2 \phi - 58 \times 10^{-6} \times \text{sen}^2 2\phi) - 3.086 \times 10^{-6} H$

Fig. 6 Diagrama causa efecto del error por altura del menisco

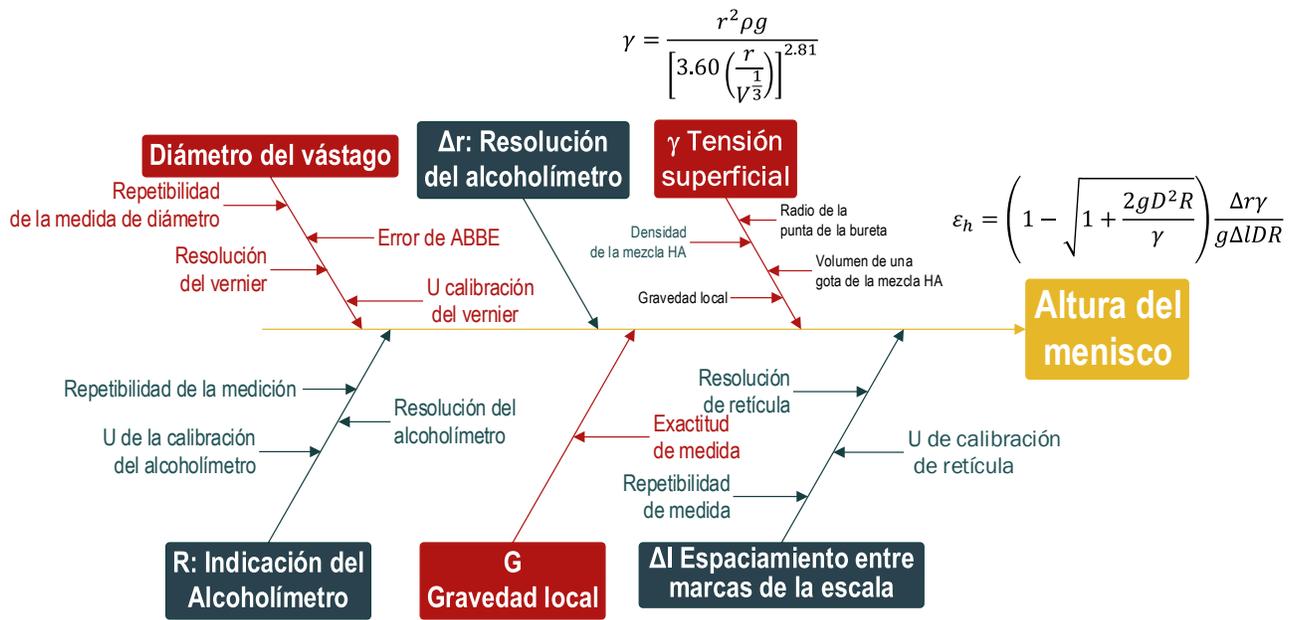


Fig. 7 Diagrama Causa efecto de medición de Tensión Superficial

7 ANEXO B

Tabla 3 Presupuesto de incertidumbre de la medición de tensión superficial

Fuente	Valor	Unidad	Variabilidad	Unidad	Coef. de Sensibilidad	μ estándar
Radio de la bureta	2.74E-03	m	3.50E-05	m ⁻² N	5.47E+02	0.0192
Densidad del líquido evaluado	6.88E-02	kg m ⁻³	1.67E-05	m ² s ⁻²	1.95E-03	0.0000
Gravedad local	9.765	m s ⁻²	2.82E-04	m ⁻¹ kg	1.92E-01	0.0001
Volumen de la gota de la mezcla HA	3.22E-05	m ³	2.96E-07	m ⁻² N	5.47E+04	0.0162
Incertidumbre combinada						0.025
Incertidumbre expandida						0.050

Tabla 4 Presupuesto de incertidumbre de la medición de Grado alcohólico

Fuente	Valor	Unidad	Variabilidad	Distribución	Coef. de Sensibilidad	μ estándar	μ combinada
R: Repetibilidad	30.88	°GL (m ³ /m ³)	6.88E-02	Normal	1	0.0308	0.031
ε _{du} : Resolución	0.1	°GL (m ³ /m ³)	6.88E-02	Uniforme	1	0.0102	0.010
εΔ _γ Tensión superficial	1.37E-02	Nm	8.03E-03	Normal	1	0.0080	0.008
ε _h Error del menisco	-1.93E-02	°GL (m ³ /m ³)	6.88E-02	Normal	1	0.0151	0.015
εΔ _t (Medición y Calibración)	1.53E-03	1/°C	1.34E-04	Normal	1	0.0015	0.002
εΔ _t (Medición y ambiente)	3.86E-03	1/°C	0.0003	Normal	1	0.0003	0.000
U Calibración	0.0058	°GL (m ³ /m ³)	6.88E-02	Normal	1	0.0029	0.003
ε _{Drift} CAL	0.078	°GL (m ³ /m ³)	6.88E-02	Normal	1	0.0019	0.002
Incertidumbre combinada						μ ^{°GL}	0.037
Incertidumbre expandida						U ^{°GL}	0.074

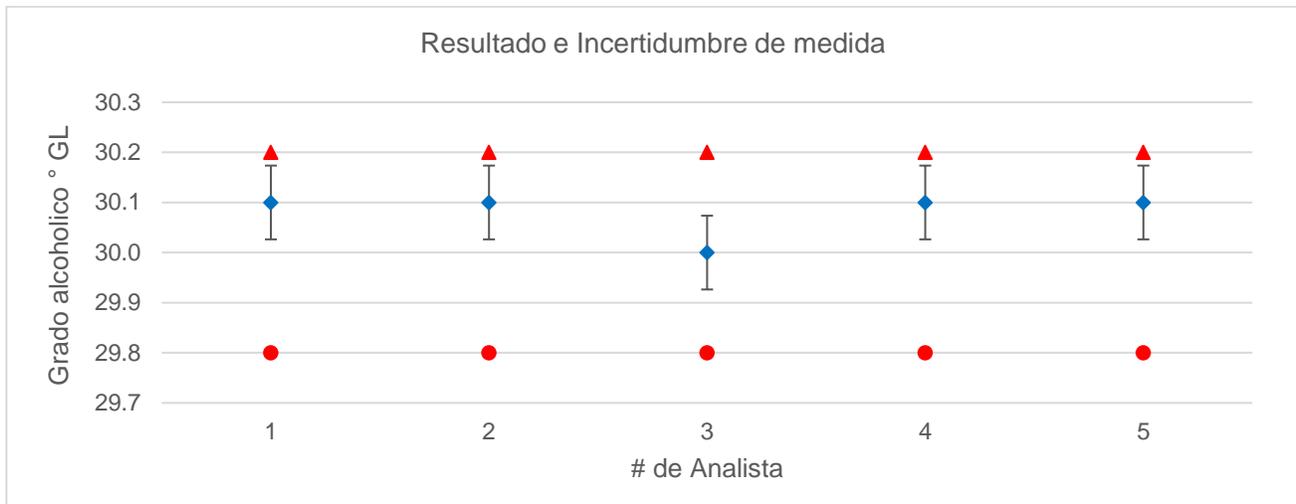


Gráfico 2 Resultados de medición Grado Alcohólico °GL de la muestra cuyo valor de referencia comercial es de 30 °GL, de cada uno de los analistas del laboratorio

GUÍA PARA LA CALIBRACIÓN DE INSTRUMENTOS DE PESAJE DE FUNCIONAMIENTO AUTOMÁTICO, (SELECCIONADORAS PONDERALES)

Camila Cusva, Jhon Escobar
Instituto Nacional de Metrología de Colombia
Avenida carrera 50 # 26 -55 Interior 2
+57 (601) 254 4222; cacusva@inm.gov.co

Resumen: El empleo de instrumentos de pesaje de funcionamiento automático (IPFA), ha aumentado en los últimos años, sin embargo, en Colombia actualmente no se presta el servicio de calibración de este tipo de instrumentos debido a que, en el país y continente americano, no existen guías o normas técnicas para la calibración de estos instrumentos. En este artículo se presenta la experiencia del laboratorio de masa en la planeación, desarrollo y publicación de una guía para la calibración de IPFA tipo seleccionadoras ponderales en Colombia.

1. INTRODUCCIÓN

La calibración de instrumentos de pesaje permite mejorar las competencias técnicas y metrológicas de entidades públicas y privadas con el propósito de incrementar el nivel de cumplimiento de estándares y regulaciones técnicas asociadas al comercio sostenible. Asegurar la trazabilidad metrológica de las mediciones y la adecuada aplicación de herramientas físicas y matemáticas por parte de los actores involucrados en procesos de producción, procesamiento o comercialización de productos pre empacados y de diferentes cadenas de valor como frutas, hortalizas, cereales, entre otros, constituyen un requerimiento indispensable en la economía de cualquier país [1].

El empleo de instrumentos de pesaje de funcionamiento automático (IPFA) por parte de productores, acopiadores, comercializadores, distribuidores y demás, ha aumentado en los últimos años. Un IPFA se define como instrumento que pesa sin la intervención de un operador, y sigue un programa predeterminado de procesos automáticos característicos del instrumento [2], por lo tanto, permite pesar diferentes productos de manera constante; gracias a esto se pueden optimizar recursos, lo que se ve reflejado en un aumento en la productividad de diversas cadenas productivas. Existen diversos tipos de IPFA, siendo los más comunes: instrumentos comprobadores de pesos automáticos de control, etiquetadoras de peso, instrumentos gravimétricos automáticos de llenado, totalizadores continuos, seleccionadoras ponderales, entre otros [1].

En Colombia actualmente no se presta el servicio de calibración de IPFA debido a que, no existen guías o normas técnicas para la calibración de este tipo de instrumentos, y sin estos los laboratorios de calibración no pueden adelantar procesos de acreditación que les permitan ofertar la calibración de este tipo de equipos. Por consiguiente, se evidencia la existencia de una brecha metrológica significativa en el país, que además es un reto identificado a nivel mundial, dado que solo se ha publicado una guía de calibración para IPFA, la cual fue desarrollada por el Centro Español de Metrología CEM [3].

En consecuencia, y para cubrir la brecha metrológica mencionada, el laboratorio de masa del Instituto Nacional de Metrología de Colombia-INM, procedió a la planeación, desarrollo y publicación de una guía para la calibración de IPFA enfocado en un tipo conocido como seleccionadoras ponderales. Esta guía surge como producto del proyecto ColombiaMide, “Calidad para la competitividad – reduciendo las brechas de calidad en Micro, pequeñas y Medianas Empresas”, cuyo objetivo es “mejorar las competencias técnicas y metrológicas de entidades públicas y privadas con el propósito de incrementar el nivel de cumplimiento de estándares y regulaciones técnicas asociadas al comercio sostenible” [4].

En el marco del proyecto ColombiaMide se realizó un estudio con el fin de conocer las brechas de calidad para la cadena productiva de productos agrícolas exportados por Colombia, encontrándose que hay problemas de calidad focalizados en metrología y normalización asociados a estas cadenas productivas. Los problemas de calidad pueden afectar a la cadena productiva y la competitividad de

los productos en el mercado desde diversos ámbitos, por ejemplo, el incumplimiento de normas y reglamentos, como de requisitos de mercado y procesos ineficientes son factores que repercuten en la competitividad de los productos [4].

Por lo anterior, se evidenció la necesidad de desarrollar métodos de calibración para IPFA, cuya implementación le permita a los laboratorios de calibración comenzar procesos de acreditación para asegurar la calidad en la prestación de servicios de calibración de estos instrumentos, contribuyendo así al cierre de brechas metrológicas de la cadena productiva de diversos productos como frutas, hortalizas y cereales, entre otros, en la medida en que, permitirá armonizar métodos de calibración y propender por la uniformidad y coherencia en los criterios mínimos a emplear por los laboratorios de calibración y usuarios de estos métodos.

En las secciones siguientes, se describe el proceso de planeación, elaboración, revisión, socialización y publicación de la guía desarrollada por el INM. En adición, se detalla la implementación del método de calibración planteado en la guía, y se presente un ejemplo de una calibración en sitio de una seleccionadora ponderal. Finalmente, se plantean los retos y trabajo futuro resultantes de la publicación de la guía de calibración.

2. ALCANCE, OBJETIVO Y PRUEBAS DE LA GUÍA DE CALIBRACIÓN DE IPFA - SELECCIONADORAS PONDERALES

La guía "Calibración de Instrumentos de Pesaje de Funcionamiento Automático, (Seleccionadoras Ponderales)" se elaboró de tal forma que pueda ser usada como base para la elaboración de procedimientos e instructivos prácticos por parte de los laboratorios de calibración. La guía tiene por objeto describir el método para la calibración de IPFA tipo seleccionadoras ponderales, siguiendo y ampliando los lineamientos establecidos en la guía G-19 "La calibración de instrumentos de pesaje de funcionamiento automático (seleccionadora ponderal)" desarrollado por el CEM [3].

La guía desarrollada y publicada por el INM aplica para la calibración de IPFA tipo seleccionadoras ponderales, (a partir de ahora llamados "seleccionadora"). En particular en lo que se refiere a: mediciones a realizar, cálculo de los resultados de medida, evaluación de la incertidumbre de medida, y contenido de los certificados de calibración.

La calibración consiste en aplicar cargas de prueba a la seleccionadora bajo condiciones específicas, con el fin de determinar el error del instrumento y su correspondiente incertidumbre. Mediante la calibración se busca conocer la exactitud de medida del equipo en el (los) punto(s) o intervalo de calibración y precisión en términos de la repetibilidad. Para obtener esta información y poder evaluar la incertidumbre de la medición, se realizan las siguientes pruebas: excentricidad, error de indicación y repetibilidad.

Es importante recalcar que la calibración se debe hacer en sitio, en el emplazamiento habitual de la seleccionadora y en las condiciones normales de uso. Adicionalmente, se utilizan cargas de prueba y el valor de masa de estas deberá ser calculado previamente, por lo tanto, los equipos y materiales necesarios para la calibración son un instrumento de control y cargas de prueba. El instrumento de control es requerido para la determinación de la masa convencional de una carga de prueba, y puede ser un instrumento diferente a la seleccionadora sometida a calibración o esta misma, cuando la seleccionadora dispone de un modo de pesaje en estático con la exactitud necesaria.

Con respecto a las cargas de prueba, estas deberían consistir, preferiblemente, en pesas patrón calibradas y con certificado de calibración trazables a la unidad de masa del Sistema Internacional de Unidades (SI), para los ensayos en estático, y otras cargas de prueba adaptadas al uso previsto de la seleccionadora denominadas masas de transferencia, para los ensayos en dinámico. Es necesario calcular la masa de estas cargas de prueba antes de realizar la calibración, para lo cual se utilizan las pesas patrón calibradas y un instrumento de control.

Para la evaluación de la incertidumbre de medición, se consideran las siguientes fuentes de incertidumbre de medición:

- Incertidumbre estándar de la indicación: en esta se considera la contribución por la resolución del instrumento, contribución por repetibilidad y por excentricidad.
- Incertidumbre estándar de la masa de referencia: esta fuente de incertidumbre contempla la contribución por corrección de la masa convencional, contribución por corrección por empuje del aire y contribución por deriva.

- Incertidumbre de la desviación en el instrumento de control

Considerando las fuentes de incertidumbre mencionadas, se determina la incertidumbre estándar del error y finalmente, la incertidumbre expandida de medición.

Para la construcción de la guía se contemplaron seis fases o etapas, estas fueron las siguientes:

- Planeación
- Capacitación
- Redacción
- Revisión por expertos
- Socialización a las partes interesadas
- Revisión final y publicación

2.1 Planeación

El proyecto ColombiaMide “Calidad para la competitividad – Reduciendo las brechas de calidad en Micro, pequeñas y Medianas Empresas MIPYME” tiene como objetivo principal mejorar las competencias técnicas y metrológicas de entidades públicas y privadas. Su implementación se da en el marco del apoyo complementario entre la Unión Europea y el Ministerio de Comercio Industria y Turismo de Colombia, siendo ejecutado desde mayo del 2019 por el Physikalisch – Technische Bundesanstalt (PTB), contando con el apoyo del INM y con el Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC) [4].

En el marco del proyecto se tienen como objetivos específicos: “desarrollar y fortalecer la capacidad metrológica de la Subdirección de Metrología Física del INM específicamente en lo relacionado con la aplicación de la magnitud masa en entornos industriales (IPFA)”, y “apoyar en el desarrollo de la guía de medición de instrumentos de pesaje de funcionamiento automático, tipo seleccionadoras ponderales en el marco de las actividades de la Red Colombiana de Metrología (RCM)”. Para dar cumplimiento a estos objetivos se llevó a cabo la línea de acción “apoyar el desarrollo y fortalecimiento de la capacidad metrológica del INM basados en la priorización de necesidades de las regiones y las cadenas de valor” del proyecto. Bajo esta línea de acción se planificó la forma en cómo se ejecutaron las fases posteriores del proyecto, estableciendo metas específicas en cada una de ellas.

2.2 Capacitación

Desde el lunes 7 de junio al viernes 11 de junio del 2021, se realizó una capacitación virtual a los integrantes del laboratorio de masa sobre la calibración de instrumentos de pesaje de funcionamiento automático según la guía G-19 publicada por el CEM [3]. La capacitación estuvo a cargo de la doctora María Nieves Medina, jefe del área de masa y magnitudes mecánicas del CEM en ese momento. Durante las 5 sesiones del curso la doctora María Nieves expuso una introducción a los IPFA, así como generalidades sobre el proceso de calibración de seleccionadoras ponderales, las pruebas de ensayo involucradas en el proceso de calibración, la evaluación de la incertidumbre de medición y demás temas relacionados a la calibración de seleccionadoras ponderales. Gracias a esta capacitación se adquirieron los conocimientos básicos requeridos para el desarrollo de la guía publicada por el INM.

2.3 Redacción

La redacción de la guía estuvo a cargo del laboratorio de masa del INM. Para esto, se utilizaron principalmente como documentos de referencia: la guía publicada por el CEM [3] y la guía para la calibración de instrumentos para pesar de funcionamiento no automático SIM MWG7/cg-01/v.00:2009 [5].

A lo largo de la etapa de redacción se estructuró el documento, una vez definidas las secciones principales de la guía se procedió a la complementación de estas. La guía contiene la siguiente estructura:

- Objetivo
- Alcance
- Abreviaturas, siglas y símbolos
- Definiciones
- Aspectos generales de la calibración
- Calibración de la seleccionadora
- Certificado de calibración
- Referencias
- Anexo 1: Estimación de la densidad del aire
- Anexo 2: Empuje del aire y determinación de las masas de transferencia
- Ejemplos

Cabe resaltar que la guía desarrollada por el INM no es una transcripción literal de la guía publicada por el CEM, en la medida en que presenta modificaciones considerables con respecto a la determinación de las

cargas de prueba para la calibración de la seleccionadora y fuentes de incertidumbre a considerar, entre otros.

2.4 Revisión por expertos

Una vez elaborado el borrador inicial, este fue revisado por el experto del CEM Ángel Lumbreras, quien posteriormente, remitió la guía con correcciones y sugerencias que consideró pertinentes, las cuales fueron evaluadas e implementadas por el laboratorio de masa. El proceso de revisión y corrección del documento tuvo una duración de dos meses.

2.5 Socialización a las partes interesadas

Luego de las modificaciones resultantes de la revisión se obtuvo el segundo borrador de la guía, el cual fue socializado a las partes interesadas, como los miembros del Grupo de Trabajo por Magnitud en Masa (GTM-Masa) de la Red Colombiana de Metrología (RCM), conformado por laboratorios de calibración acreditados, la Superintendencia de Industria y Comercio (SIC), y el Organismo Nacional de Acreditación (ONAC), entre otras.

El GTM-Masa se encargó de revisar la guía, compartió sus inquietudes, sugerencias y correcciones. Una vez realizado los cambios pertinentes, del 8 al 11 de noviembre del 2021 se llevó a cabo un taller en modalidad remota asistida, con el apoyo del proyecto ColombiaMide, cuyo objetivo era presentar la guía de calibración desarrollada. Al taller mencionado, además de los integrantes del GTM-Masa asistieron representantes de diversos laboratorios beneficiarios del proyecto ColombiaMide y otros laboratorios nacionales de carácter público y privado.

Este taller incluyó un espacio de discusión, en donde los asistentes al curso compartieron sus inquietudes relacionadas a la calibración de IPFA, adicionalmente expresaron sugerencias para realizar unas últimas modificaciones a la guía de calibración.

2.6 Revisión final y publicación

Una vez elaborado el último borrador del documento, se procedió a su revisión por parte de los miembros del GTM-Masa de la RCM; de este proceso de revisión y corrección, resultó la guía final, la cual se encuentra publicada desde diciembre del 2021 y actualmente puede ser descargada de forma gratuita desde la página web del INM.

3. VALIDACIÓN EXPERIMENTAL

Con el objetivo de validar el método para la calibración de seleccionadoras ponderales planteado en la guía, se llevó a cabo una calibración en sitio. La prueba se desarrolló en Frutales Las Lajas S.A., empresa colombiana productora, comercializadora y seleccionadora de lima ácida Tahiti y aguacate Hass, la calibración se realizó en el lugar de instalación y bajo las condiciones de uso de la seleccionadora (ver figura 1).

El ejercicio de calibración realizado corresponde al ejemplo número 2 de la guía publicada, para este se contempló la calibración de la línea 2 de la seleccionadora, para lo cual se utilizaron tres masas de transferencia, siendo éstas tres aguacates Hass. Así mismo, se empleó un instrumento de pesaje de funcionamiento no automático (balanza) como instrumento de control, debido a que la seleccionadora no disponía de la opción de indicación en estático.

Para la determinación de la masa convencional de las cargas de transferencia se emplearon pesas de clase de exactitud M_1 , de valores nominales próximos al de cada masa de transferencia.



Fig. 1. Seleccionadora ponderal sometida a calibración

A continuación, se detalla el proceso desempeñado.

3.1 Verificación del instrumento de control

Se realizó la verificación de la balanza utilizada como instrumento de control usando como cargas de prueba aquellas usadas en su certificado de calibración. Los resultados de la verificación fueron satisfactorios, luego la balanza podía ser usada como un instrumento de control.

3.2 Determinación de la masa convencional de las cargas de transferencia

Se determinó el valor de las tres masas de transferencia utilizando la balanza como instrumento

de control, así mismo se emplearon como patrón pesas clase M₁ de valores nominales próximos al de todas las masas de transferencia, aplicando un ciclo de pesadas ABBA. A continuación, en la tabla 1 se muestran los resultados obtenidos para las tres masas de transferencias seleccionadas por el cliente, llamadas masa A, masa B y masa C respectivamente.

Magnitud	Masa A	Masa B	Masa C
Valor nominal pesas patrón (g)	107	109	320
Masa de transferencia (g)	108.2	195.7	326.7

Tabla 1. Resultados masas de transferencia

3.3 Ensayos en funcionamiento automático
3.3.1 Prueba de error de indicación y repetibilidad

Dado que el valor de las tres masas de transferencia no era superior a 10 kg (ver tabla 1), se realizaron 30 cargas con cada una de las masas de transferencia, de esta prueba resultó el error, la media y la desviación estándar de las 30 lecturas, para cada masa de transferencia.

3.3.2 Prueba de excentricidad

La seleccionadora disponía de guías que se adaptaban al ancho del aguacate, por lo tanto, no se realizó la prueba de excentricidad.

3.4 Incertidumbre de medida

Para la evaluación de la incertidumbre de medición de la seleccionadora para cada una de las cargas de prueba ensayadas, se consideraron las siguientes fuentes de incertidumbre: incertidumbre por repetibilidad, incertidumbre por resolución de la seleccionadora, incertidumbre por excentricidad, incertidumbre estándar de la indicación, incertidumbre por pesas patrón, incertidumbre por deriva, incertidumbre por empuje del aire, incertidumbre por convección, incertidumbre estándar de la masa de referencia e incertidumbre estándar del instrumento de control.

Una vez determinada cada componente de incertidumbre, se procedió al cálculo de la incertidumbre estándar del error y posteriormente, se determinó la incertidumbre expandida de medición, para lo cual se consideró un factor de cobertura $k = 2$ para un nivel de confianza de aproximadamente 95%. A continuación, en la tabla 2 se muestra la

media de las indicaciones, desviación estándar, error e incertidumbre expandida de medición obtenidos para las tres masas de transferencias seleccionadas por el cliente, llamadas masa A, masa B y masa C respectivamente.

	Masa A	Masa B	Masa C
Media de las indicaciones (g)	107.5	195.0	325.0
Desviación estándar (g)	1.6	3.6	4.1
Error (g)	-0.7	-0.7	-1.7
Incertidumbre expandida de medición (g)	0.8	1.4	1.6

Tabla 2. Media de las indicaciones, desviación estándar, error e incertidumbre expandida de medición

4. DISCUSIÓN

La guía para la calibración de IPFA tipo seleccionadoras ponderales contribuirá al cierre de brechas metrológicas de la cadena productiva de diversos productos como frutas, hortalizas, cereales, entre otros, en la medida en que, gracias a los métodos desarrollados y presentados en la guía, los laboratorios de calibración, una vez acreditados, podrán prestar servicios de calibración de seleccionadoras ponderales de acuerdo a sus condiciones normales de uso. Esto representa a su vez una serie de retos para el Organismo de Acreditación de Colombia (ONAC) y para los laboratorios de calibración dado que deberían incluir dentro de sus procedimientos la metodología desarrollada para la calibración de IPFA tipo seleccionadoras ponderales.

En adición, se tiene un desafío asociado a la calibración de otros tipos de IPFA, debido a que los métodos desarrollados en la guía aplican y se han implementado específicamente para seleccionadoras ponderales, por consiguiente no se puede asegurar que la metodología desarrollada funcione para calibrar otro tipo de instrumentos dinámicos en la medida en que, el sistema eléctrico, mecánico, funcionamiento, características, modo de uso y demás, varía para los diferentes tipos de instrumentos de pesaje automáticos.

Contar con IPFA calibrados favorece la competitividad justa y el aseguramiento de medidas correctas. Además, mediante la calibración se adquiere información sobre el instrumento de pesaje y, por consiguiente, se pueden identificar errores e inconsistencias en las mediciones. Con esta

información se fortalece el aseguramiento de la validez de las mediciones realizadas con estos instrumentos, y de esta manera se garantiza la calidad de las mediciones de los productos.

Actualmente el INM está en proceso de diseño y oferta de un curso dedicado a la calibración de seleccionadoras ponderales para que los asistentes cuenten con herramientas que permitan abordar la calibración de estos instrumentos de pesaje.

5. CONCLUSIONES

La guía “Calibración de Instrumentos de Pesaje de Funcionamiento Automático, (Seleccionadoras Ponderales)”, contribuirá al cierre de brechas metrológicas en el país. Sin embargo, queda mucho camino por recorrer y desafíos asociados a la calibración de IPFA, como la implementación de la metodología de calibración de IPFA desarrollada por parte de laboratorios de calibración que estén interesados en prestar servicios de calibración de IPFA, la formación de expertos técnicos que puedan llevar a cabo procesos de evaluación para la acreditación en la calibración de este tipo de instrumentos, siguiendo las directrices establecidas por el ONAC, y el desarrollo de más métodos de calibración acordes a los diferentes tipos de IPFA usados en Colombia.

AGRADECIMIENTOS

Un especial agradecimiento a la doctora María Nieves Medina y a Ángel Lumbreras, expertos del CEM, por su participación y colaboración en el desarrollo de la guía.

A Frutales Las Lajas S.A, por permitir el uso de sus instalaciones y seleccionadora ponderal de aguacate Hass para el desarrollo de los ensayos y ejemplos prácticos añadidos al documento.

A los miembros del laboratorio de masa del INM: Jhon Barreto y Diana Cifuentes, así como a los integrantes del GTM-Masa de la RCM, por su valiosa contribución en la revisión del documento publicado.

A Lady López y Angie Urrea como apoyo en la coordinación del proyecto ColombiaMide. A Sebastián Herreño, contratista de la Subdirección de Metrología Física del INM y al ingeniero Álvaro Bermúdez, Subdirector de Metrología Física en su momento, por el apoyo brindado. Finalmente, al PTB por ser patrocinadores del proyecto ColombiaMide.

REFERENCIAS

- [1] Laumas. “¿Qué son los instrumentos de pesaje de funcionamiento automático (Awi automatic weighing instruments, conformes a la directiva 2014/32/UE, mejor conocida como directiva M.I.D. (Measuring Instruments Directive)?” [Online]. Available: <https://www.laumas.com/de/haeufig-gestellte-fragen-faq/mid-directive-automatic-weighing-instruments/> consultado el 03/2021.
- [2] International Recommendation OIML R50-1 Edition 2014. Continuous totalizing automatic weighing instruments (belt weighers). Part I: Metrological and technical requirements.
- [3] Guía para la calibración de instrumentos de pesaje de funcionamiento automático (seleccionadora ponderal) G-19 Centro Español de Metrología, versión digital. 2019.
- [4] Proyecto ColombiaMide (2021). Informe Ejecutivo: Estudio sobre las necesidades y brechas de calidad en la cadena productiva de aguacate Hass y Plan de Acción. Antioquía y su zona de influencia. Bogotá, Colombia.
- [5] Guía para la calibración de instrumentos para pesar de funcionamiento no automático SIM MWG7/cg-01/v.00:2009.

MEDICIÓN DE DENSIDAD DE GAS NATURAL CON UN DENSIMETRO DE TIPO OSCILATORIO

José Luis Rivera Ramírez, Luis Omar Becerra Santiago, Luis Manuel Peña Perez
 Centro Nacional de Metrología
 km 4.5 Carretera a los Cués, El Marqués, Querétaro. México
 (442) 2 11 05 00 ext. 3528 - jrivera@cenam.mx

Resumen: Se presentan los resultados de densidad de una muestra de gas natural, que se obtuvieron al realizar la medición experimental con un densímetro de tipo oscilatorio. Este instrumento se utiliza en aplicaciones para la investigación y el desarrollo de sistemas de medición, así como en la industria. Se diseñó un sistema de medición para determinar la densidad del gas natural con valores de presión en un intervalo de 80 kPa a 1 MPa y a una temperatura constante de 20 °C. Los resultados experimentales de la densidad del gas natural se compararon contra los valores obtenidos a partir de la norma ISO 9676:2016, obteniendo resultados consistentes.

1. INTRODUCCIÓN

El gas natural está creciendo constantemente en importancia mundial tanto como fuente de energía primaria para aplicaciones industriales y residenciales; el gas natural es visto como más favorable que otros combustibles por la seguridad, eficiencia y en el punto de vista de protección ambiental, por lo tanto, el estudio de sus propiedades físicas, entre ellas su densidad, es esencial.

El valor de densidad de los materiales es importante en la producción industrial en el control de la calidad de productos.

La densidad es una propiedad intensiva de la materia, la cual depende de dos propiedades extensivas de la misma, la masa y el volumen. La densidad es una propiedad de estado que depende de la temperatura y la presión, puede obtenerse de forma indirecta o directa, para obtenerla de forma indirecta, una posibilidad es medir la masa y el volumen del mensurando por separado y después calcular la densidad, La masa se mide frecuentemente con una balanza, mientras que, para medir el volumen, es determinar la forma del objeto y medir las dimensiones o midiendo el empuje de líquido sobre un objeto sólido.

Los instrumentos más comunes para medir la densidad son: el densímetro de inmersión (hidrómetro), el picnómetro y la balanza hidrostática.

Un instrumento importante para determinar la densidad de líquidos y gases es el densímetro de tipo oscilatorio, el cual es un instrumento digital. con base en el principio del tubo oscilante en forma de U.

1.1 Densímetro tipo oscilatorio

Un densímetro de tipo oscilatorio o de tubo vibrante (usualmente en forma de "U"), es un instrumento de medición que sirve para determinar la densidad por medio de las oscilaciones, dependiendo del fluido que esté dentro de la celda de medición. La frecuencia de vibración de la oscilación del tubo en U se utiliza para determinar la densidad de los líquidos y gases mediante periodos de vibración del sistema operando con fluidos de referencia (p.ej. aire y agua).

Este principio de medición se basa en el modelo masa-resorte donde la muestra se introduce en el tubo mismo que es sometido a oscilaciones

El período (τ) se puede medir con alta resolución y está en relación simple de la densidad (ρ) de la muestra en el oscilador.

$$\rho = A \cdot \tau^2 + B \quad (1.1)$$

En esta ecuación, A y B son las constantes particulares de cada instrumento de medición, y éstas dependen de la temperatura como de la presión del fluido medido.

Sus valores se determinan por calibración con dos sustancias distintas de densidades ρ_1 y ρ_2 que son conocidas con precisión y cuyo valor de densidad debe cubrir el valor de densidad de trabajo o al menos, tener valores muy cercanos, por ejemplo, el metano y el nitrógeno en el caso de la medición de la densidad del gas natural.

2. DESARROLLO

2.1 Sistema de medición

Para el diseño del sistema de medición del presente trabajo, se consideraron aspectos técnicos para su óptimo funcionamiento como el tipo de válvulas, tubería y reguladores de presión, control de presión y limpieza para evitar la contaminación entre las muestras.

Para el sistema de medición que se muestra en la figura 2.1, se incluye los siguientes elementos principales: (1) Celda de medición DMA 512¹, (2) Densímetro DMA 58 unidad de evaluación², (3) Indicador de temperatura³, (4) Transductor de presión⁴, (5) Baño termostático, (6) Regulador de presión y (7) Cilindro de gas natural sintético.

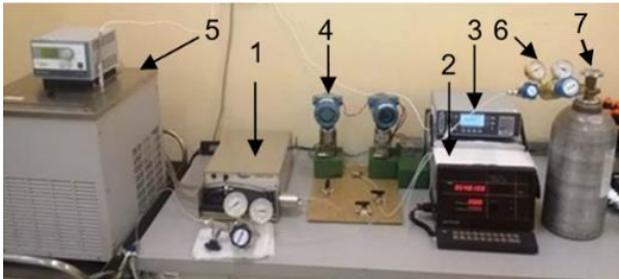


Fig. 2.1 Sistema de medición de densidad de gases.

2.1.1 Celda de medición DMA 512

La celda de medición externa (figura 2.2) permite realizar mediciones de la densidad de muestras de fluidos a valores de presión hasta de 70 MPa, y en el intervalo de temperatura de -10 °C hasta 150 °C. El material de la celda es un acero especial conocido como hastelloy C-276, y la celda de medición contiene un volumen de muestra de aproximadamente 2 ml.

2.2 Proceso de medición

En la medición de la densidad de la mezcla de gas natural se realizaron mediciones de la muestra a diferentes valores de presión y a temperatura constante.



Fig. 2.2 Celda de medición externa, modelo DMA 512 de la marca Anton Paar.

El valor de densidad del gas natural se calcula a partir de la indicación del periodo de oscilación del densímetro digital en experimentación y su relación con los valores de densidad de referencia (nitrógeno y metano⁵) y sus correspondientes indicaciones en periodo del densímetro de tipo oscilatorio.

Para la medición, se introduce la muestra del gas natural en el sistema a través del depósito hasta llenar el tubo en forma de U de la celda externa DMA 512 (las veces que sean necesarias para asegurar que la muestra no este contaminada), posteriormente con el regulador de presión se lleva la muestra del gas natural a la presión deseada, y se deja estabilizar la temperatura⁶ del gas natural. El control de temperatura de la celda externa se realiza haciendo circular líquido de transferencia proveniente del baño termostático a través de la camisa térmica que envuelve al tubo vibrante de la celda externa que contiene la muestra de gas a medir.

Una vez estabilizada la temperatura dentro de la celda de medición, se toman las indicaciones del periodo de oscilación del gas natural en la celda, el cual está en función de la densidad.

La celda externa está adaptada al densímetro DMA 58 para mostrar la indicación del período de oscilación. El valor de presión se mide con el transductor instalado en la línea de trabajo, y el valor de temperatura, fijada a 20 °C, se mide en el baño termostático después del tiempo de estabilización correspondiente. Una vez estabilizada la temperatura de la muestra, la indicación del periodo también se estabiliza.

¹ Celda externa modelo DMA 512 de la marca Anton Paar

² Densímetro de tipo oscilatorio modelo DMA 58 de la marca Anton Paar.

³ Certificado de calibración CNM-CC-720-193/2018

⁴ Certificado de calibración CNM-CC-420-018/2017

⁵ Densidad obtenidos a partir de la norma ISO 9676:2016

⁶ La temperatura de medición es la que muestra el indicador de temperatura del líquido de transferencia, al ser un proyecto de desarrollo no se cuenta con sensor interno.

La secuencia de mediciones consistió en medir el periodo de oscilación del gas puro metano, posteriormente se mide la muestra del gas natural y finalmente el gas puro nitrógeno todos a un único valor de temperatura de 20 °C y a diferentes valores de presión en el intervalo de 80 kPa a 1 MPa.

2.3 Modelo matemático para determinar la densidad del gas natural

El modelo matemático para determinar la densidad de una muestra de gas natural es:

$$\rho = (\bar{I} - E_{\rho M}) \cdot F_{ct} \cdot F_{cp} \quad (2.1)$$

Donde:

- $\bar{\rho}$: Densidad de la muestra, en kg m⁻³
- \bar{I} : Promedio de las indicaciones de la muestra, en kg m⁻³
- $E_{\rho M}$: Error de indicación del densímetro, en kg m⁻³
- F_{ct} : Factor de corrección por temperatura,
- F_{cp} : Factor de corrección por presión.

Se evalúan los factores de corrección F_{ct} y F_{cp} con las ecuaciones:

$$F_{ct} = 1 + \alpha(t - t_{ref}) \quad (2.2)$$

$$F_{cp} = 1 - \beta(P - P_{ref}) \quad (2.3)$$

Donde:

- α : Coeficiente de dilatación cúbica.
- β : Coeficiente de compresibilidad.
- t : Temperatura, en °C.
- t_{ref} : Temperatura por el instrumento, en °C.
- P : Presión por el instrumento, en kPa.
- P_{ref} : Presión de referencia, en kPa.

Con las mediciones del nitrógeno (MR1), gas natural (M) y metano (MR2) se determina el valor medio con su desviación estándar de las indicaciones con las ecuaciones:

$$\bar{I} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n I_i \quad (2.4)$$

$$s = \sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{(I_i - \bar{I})^2}{n - 1}} \quad (2.5)$$

De las expresiones anteriores se obtienen las indicaciones con sus respectivas desviaciones estándar:

$$\bar{I}_{MR1}, \bar{I}_M, \bar{I}_{MR2}, s_{MR1}, s_M \text{ y } s_{MR2}$$

El error de indicación del densímetro se calcula con la ecuación (2.6) para cada uno de los materiales de referencia MR1 y MR2:

$$E(\rho) = \bar{I}_{MRi} - \rho_{MRi} \quad (2.6)$$

Dónde:

- \bar{I}_{MRi} : Promedio de las indicaciones del material de referencia i (con $i = 1$ o 2).
- ρ_{MRi} : Densidad de material de referencia i (con $i = 1$ o 2).

2.4 Modelo matemático para determinar la densidad de gases de referencia

El modelo matemático utilizado para determinar la densidad de los gases puros de referencia se basa en la norma ISO 6976:2016, a continuación, se muestran las fórmulas utilizadas. La densidad del gas teórico se obtiene de la siguiente expresión matemática:

$$\rho_{(t_2, p_2)} = \frac{M}{v} \quad (2.7)$$

Donde:

- M : Masa molar de la mezcla,
- v : Volumen molar real de la mezcla,
- t_2 : Temperatura por el instrumento,
- p_2 : Presión por el instrumento.

La masa molar de la mezcla es obtenida de la siguiente forma:

$$M = \sum_{j=1}^n x_j \cdot M_j \quad (2.8)$$

Donde:

- x_j : Fracción de cantidad de sustancia,
- M_j : Masa molar para componentes de gas natural kg kmol⁻¹

El volumen molar de la mezcla del gas es calculado de la siguiente manera:

$$v = R \cdot Z \cdot t_2 / p_2 \quad (2.9)$$

Donde:

- R : Constante de los gases 8.314 462 J mol⁻¹ K⁻¹
- t_2 : Temperatura por el instrumento, en K,
- p_2 : Presión por el instrumento, en kPa,
- Z : Factor de corrección compresibilidad.

Para calcular el factor de corrección de compresibilidad se utiliza la siguiente expresión matemática:

$$z_{(t_2, p_2)} = 1 - \left(\frac{p_2}{p_0} \right) \cdot \left[\sum_{j=1}^n x_j \cdot s_{j(t_2, p_0)} \right]^2 \quad (2.10)$$

Dónde:

p_0 : Presión de referencia de 101.325 kPa,
 $s_{j(t_2, p_0)}$: Factor de sumatoria⁷.

3. RESULTADOS

Se muestran los resultados experimentales de los gases puros nitrógeno y metano.

Tabla 3.1 Resultados de densidad del nitrógeno.

Nitrógeno				
No	Presión kPa	Periodo	Densidad ρ (kg m ⁻³)	Incertidumbre $U, k = 2$ (kg m ⁻³)
Temperatura 20°C				
1	80.4	3 646.254 6	0.923 7	0.000 2
2	100.1	3 646.292 0	1.150 8	0.000 2
3	250.0	3 646.803 9	2.875 4	0.000 3
4	501.0	3 647.593 8	5.765 3	0.001 0
5	750.6	3 648.425 6	8.641 2	0.002 3
6	1001.0	3 649.178 5	11.531 9	0.004 1

3.1 Resultados del gas natural

Se analizó la muestra de gas natural, cuya composición se determina en la tabla 3.3, la mezcla se constituye de diez analitos que son: metano, etano, propano, iso-butano, n-butano, iso-pentano, n-pentano, hexano, nitrógeno y bióxido de carbono.

Tabla 3.3 Composición de la muestra de gas natural.

Analito	Unidades	Fracción de cantidad de sustancia	$U, k = 2$
CO ₂	cmol/mol	2.190 9	0.005 3
Metano	cmol/mol	83.47	0.32
Etano	cmol/mol	8.773	0.029
Propano	cmol/mol	1.829 7	0.007 2
i-butano	μmol/mol	204	1.7
n-butano	μmol/mol	254.6	1.6
i-pentano	μmol/mol	363.7	1.3
n-pentano	μmol/mol	435.3	2.7
hexano	μmol/mol	472.6	3.9
N ₂	cmol/mol	3.5651	0.0035

⁷ Los valores de $s_{j(t_2, p_0)}$ han sido derivados por los métodos descritos en ISO/TR 29922. Todos los valores se refieren a una presión p_0 de 101.325 kPa

Tabla 3.2 Resultados de densidad del metano.

Metano				
No	Presión kPa	Periodo	Densidad ρ (kg m ⁻³)	Incertidumbre $U, k = 2$ (kg m ⁻³)
Temperatura 20°C				
1	80.5	3 642.525 4	0.537 7	0.000 1
2	100.1	3 642.564 7	0.674 7	0.000 1
3	251.0	3 642.854 3	1.687 6	0.000 3
4	501.1	3 643.335 4	3.385 6	0.001 3
5	750.3	3 643.826 4	5.100 1	0.002 9
6	1000.7	3 644.308 9	6.835 0	0.005 2

Tabla 3.4 Resultados de densidad de gas natural.

t (°C)	p (kPa)	ρ_{exp} (kg m ⁻³)	$U_{\rho_{exp}}, k = 2$ (kg m ⁻³)	$\rho_{ISO\ 6976}$ (kg m ⁻³)	$U_{\rho_{ISO\ 6976}}, k = 2$ (kg m ⁻³)	Error normalizado, (aprox. 95 %)
20.002	999	7.958 2	0.016 6	7.944 4	0.016 8	0.59
19.999	750	5.916 2	0.009 3	5.927 4	0.009 4	0.85
19.999	500	3.927 9	0.004 2	3.928 1	0.004 1	0.04
19.997	250	1.953 7	0.001 5	1.954 8	0.001 0	0.59
20.005	100	0.778 2	0.001 1	0.778 1	0.000 2	0.13
20.000	80	0.625 5	0.001 1	0.625 8	0.000 2	0.29

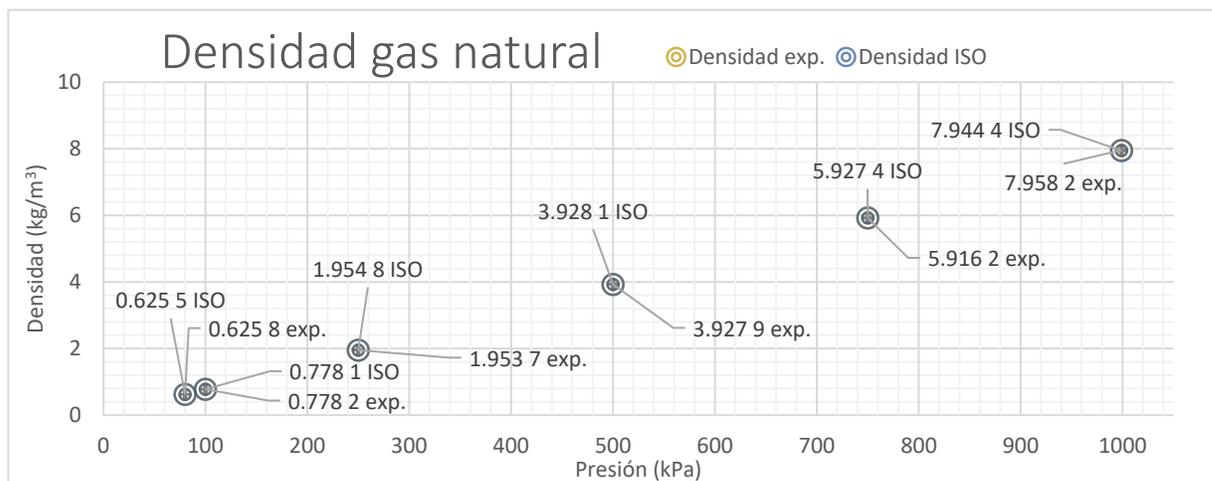


Figura 3.2 Gráfica de densidad gas natural.

4. DISCUSIÓN

Los resultados experimentales fueron consistentes con los valores teóricos calculados de acuerdo con la norma ISO 6976:2016. Esta consistencia fue evaluada con el cálculo del error normalizado E_n .

$$E_n = \frac{|\rho_{exp} - \rho_{ISO\ 6976}|}{\sqrt{U_{\rho_{exp}}^2 + U_{\rho_{ISO\ 6976}}^2}} \quad (4.1)$$

Donde:

- ρ_{exp} : Densidad de gas natural experimental
- $\rho_{ISO\ 6976}$: Densidad de gas natural ISO 6976.
- $U_{\rho_{exp}}$: Incertidumbre de gas natural experimental.
- $U_{\rho_{ISO\ 6976}}$: Incertidumbre de gas natural ISO 6976.

- $E_n \leq 1$ Los valores encontrados son consistentes.
- $E_n > 1$ Los valores encontrados son inconsistentes.

Para la instalación del sistema de medición fue un gran esfuerzo en lograr interactuar los instrumentos de medición, verificar que el sistema no presentara posibles fugas para no afectar al resultado final.

5. CONCLUSIONES

El presente trabajo muestra el desarrollo de un sistema de medición experimental de gases a diferente presión el cual se utilizó para la medición de la densidad del gas natural, sin embargo, puede ser utilizado para la medición experimental de otros gases o mezclas de gases.

El sistema de medición, con algunos cambios y adecuaciones puede ser utilizado para la medición de densidad de líquidos a diferentes valores de presión y temperatura, lo cual tiene mucha utilidad para el estudio de la densidad de fluidos de referencia, se puede concluir como satisfactorio la creación del sistema de medición para la densidad de gases teniendo en cuenta que se puede realizar mejoras.

REFERENCIAS

- [1] ISO 6976:2016 Natural gas — Calculation of calorific values, density, relative density and Wobbe indices from composition
- [2] ISO/TR 29922:2017 Natural gas — supporting information on the calculation of physical properties according to ISO 6976
- [3] JCGM 100:2008 Evaluation of measurement data - “Guide to the expression of uncertainty in measurements”, GUM 1995
- [4] 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, *Metrologia*, 2001, 301-308
- [5] NMX-EC-17025-IMNC-2000 – Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración.
- [6] NMX-Z-055-IMNC-2009, Vocabulario Internacional de Metrología – Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados (VIM).
- [7] NMX-CH-140-IMNC-2002, Guía para la expresión de incertidumbre en las mediciones.
- [8] Ahmadi, P. (2017). Density, speed of sound and derived thermodynamic properties of a synthetic natural gas. *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, 40, 249-266.
- [9] Khosravi, A. (2018) Estimation of density and compressibility factor of natural gas using artificial intelligence approach. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 168, 201-216.
- [10] Esfahani, S. (2015). On determination of natural gas density: Least square support vector machine modeling approach. *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, 26, 1018-1029.
- [11] Farzaneh-Gord, M. (2015). A novel method for calculating natural gas density based on Joule Thomson coefficient. *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, 22, 348-358.

INFLUENCIA DE LA EXCENTRICIDAD EN LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EN LA CALIBRACIÓN DE IPFNA

Tonantzin Ramírez Pérez, María de los Ángeles Patricia Olvera Treviño, Elvia Sosa Zavala, y Raúl Ortega Zempoalteca
 Unidad de Metrología, Facultad de Química-UNAM
 Edificio F-102 Facultad de Química, Av. Universidad No. 3000 Col. UNAM CU Alcaldía Coyoacán, C.P. 04510, Ciudad de México
 Teléfono: (55) 5622 3899 ext. 44412 y 44415. Correo electrónico tramirezp@quimica.unam.mx,
raorze@hotmail.com

Resumen: En la calibración de un Instrumento para Pesar de Funcionamiento No Automático (IPFNA) la mayor contribución de todos los factores involucrados en el presupuesto de incertidumbre es la excentricidad. Por lo que, es relevante analizar los elementos que se consideran en su determinación. En este trabajo se toma en cuenta la influencia que tiene la clase de exactitud del juego de masas utilizado en la calibración y el efecto de variar la carga de prueba.

1. INTRODUCCIÓN

Existen procesos en los que la incertidumbre de la calibración del instrumento para pesar de funcionamiento no automático es un requisito, por ejemplo, en la calibración de pesas y en la calibración de material volumétrico. Considerando esto, es importante que el resultado de la calibración represente de manera confiable el estado metrológico del instrumento evaluado y para ello es necesario una selección adecuada del juego de masas considerando la clase de exactitud de acuerdo con la clase del instrumento y que los puntos a evaluar en la medición permitan hacer el análisis.

El documento base para la calibración de un IPFNA es la "Guía técnica de trazabilidad metrológica e incertidumbre de medida para la calibración de los instrumentos para pesar de funcionamiento no automático" [1] en la que se establece de manera general que la carga de prueba para evaluar la excentricidad debe ser al menos de un tercio para un alcance de pesada reducido y en su caso considerar indicaciones del fabricante. Otra regulación por considerar en este tipo de calibración es lo que establece la OIML R111-1 [2] en el cual se señala la conveniencia de usar juegos de pesas de cierta clase de exactitud para la calibración de IPFNA con base en su clase. Conjuntando estos dos documentos se puede optar la clase de exactitud del juego de masas para la calibración y definir el punto requerido para la excentricidad.

De acuerdo con lo anterior es muy importante considerar la escala de calibración con la carga de excentricidad adecuada porque existen instrumentos con más de un alcance y eso influye de forma

determinante en la incertidumbre obtenida. Aunado a esto la superficie del receptor de carga que ocupan las pesas durante la calibración es otro parámetro importante.

Este trabajo tiene el objetivo de estudiar el impacto de la carga excéntrica en la incertidumbre de la calibración de la balanza con las siguientes tres hipótesis a probar: a) A mayor clase de exactitud del juego de masas menor incertidumbre de calibración; b) Una carga excéntrica de una pieza cercana al tercio proporciona una menor incertidumbre; c) Una mayor superficie ocupada por las piezas deriva en una menor incertidumbre.

2. TRABAJO EXPERIMENTAL

2.1 Condiciones experimentales

Se estudiaron tres variantes sobre la carga excéntrica para la calibración de una balanza clase especial en su alcance de 41 g, el cual corresponde a su primer intervalo. El orden para dar respuesta a las hipótesis plantadas queda como sigue:

- La clase de exactitud del juego de masas. Se probaron E_2 , F_1 y F_2 .
- El valor de la carga excéntrica. Se probaron cinco: 1/5 del alcance (8.2 g), 10 g, 1/3 del alcance (13.5 g), 1/2 del alcance (20 g) y 40 g.
- La superficie ocupada. Se probaron dos situaciones: Colocación de las piezas de forma apilada y de forma extendida.

El instrumento bajo calibración fue uno de la marca Mettler Toledo modelo XS105 de clase de exactitud especial con una división de verificación $e = 0.001$ g con un alcance de 0 g – 41 /120 g. Se utilizaron los

juegos de pesas a) Mettler Toledo E₂ de 23 piezas con trazabilidad PR-001 Sartorius-CENAM No. 21; b) Mettler Toledo F₁ de 23 piezas con UM-CENAM No. 21; c) Ohaus (Troemner) F₂ de 23 piezas con trazabilidad UM-CENAM No. 21.

Para la evaluación de la excentricidad las pruebas se realizaron conforme a lo establecido en la "Guía técnica para la calibración de instrumentos para pesar de funcionamiento no automático" [1], en la cual se establece que se deben probar diferentes posiciones del receptor de carga, como se ilustra en la figura 1, bajo la premisa de que el centro de gravedad efectivo de las cargas de ensayo no está más desviado del centro del receptor de carga que la mitad de la distancia entre el centro del receptor de carga.

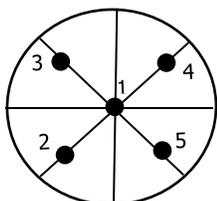


Figura 1. Posiciones de carga para la prueba de excentricidad [1].

Cabe mencionar que durante las pruebas se permitió que el instrumento llegara a cero después de retirar la carga de prueba sin tarar el instrumento. El efecto por la posición descentrada del centro de gravedad se evaluó con cargas apiladas formadas por más de una pieza.

2.2. Procedimiento

Las calibraciones se realizaron bajo lo establecido en el PROY-NOM-010-SCFI-2017 [3], además se incluyó que el ciclo de excentricidad fuera evaluado por triplicado. Es importante decir que cada ciclo se compone de las cinco posiciones marcadas en la figura 1 y, al final la posición 1, es decir, seis mediciones por ciclo.

2.3 Incertidumbre

La incertidumbre se estimó con el método recomendado en la "Guía para la expresión de la incertidumbre en las mediciones", GUM [4] conocido como "Ley de Propagación de Incertidumbre" (LPI) que permite propagar de manera aproximada las distribuciones de probabilidad asignadas a las distintas variables de entrada. El modelo que la representa es la ecuación 1.

$$u_e^2 = u_{(\delta I_{d0})}^2 + u_{(\delta I_{dL})}^2 + u_{(\delta I_{rep})}^2 + u_{(\delta I_{ecc})}^2 + u_{(\delta_{mc})}^2 + u_{(\delta_{mD})}^2 + u_{(\delta_{mB})}^2 + u_{(\delta_{convección})}^2 \tag{1}$$

Dónde, se tiene la incertidumbre asociada al error por:

- $u_{(\delta I_{d0})}^2$ Resolución del instrumento sin carga, con distribución rectangular.
- $u_{(\delta I_{dL})}^2$ Resolución del instrumento con carga con distribución rectangular.
- $u_{(\delta I_{rep})}^2$ Repetibilidad con distribución normal.
- $u_{(\delta I_{ecc})}^2$ Carga excéntrica con distribución rectangular.
- $u_{(\delta_{mc})}^2$ Masa convencional con distribución gaussiana.
- $u_{(\delta_{mD})}^2$ Deriva instrumental del valor de masa convencional con distribución rectangular.
- $u_{(\delta_{mB})}^2$ Efecto del aire, con distribución rectangular.
- $u_{(\delta_{convección})}^2$ Efecto de convección con distribución rectangular.

2.4 Excentricidad

La evaluación de la excentricidad se basó en la mayor de las diferencias determinadas, δI_{ecc} , con la ecuación 2.

$$\delta I_{ecc} \leq \{|\Delta I_{ecc}| \cdot_{max} / (2L_{ecc})\} I \tag{2}$$

Dónde:

- $|\Delta I_{ecc}|_{max}$ Se refiere a la mayor diferencia entre los ángulos de la carga.
- $(2L_{ecc})$ El doble del valor de la indicación de la carga por excentricidad.
- I Indicación de una carga de prueba.

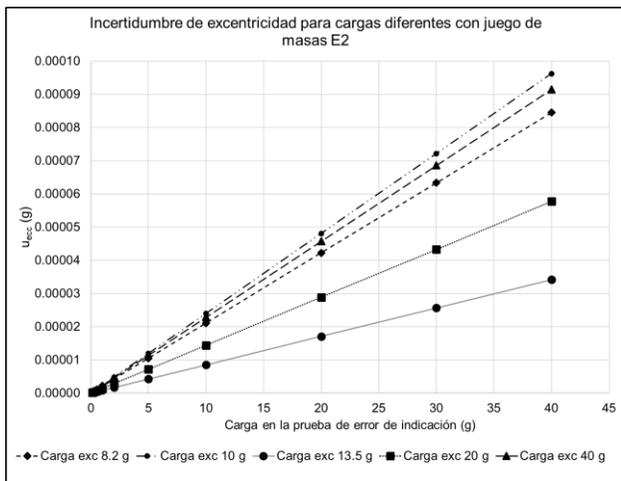
Suponiendo una distribución rectangular, se estimó la incertidumbre típica de la excentricidad $u(\delta I_{ecc})$, con la ecuación 3.

$$u(\delta I_{ecc}) = I |\Delta I_{ecc}| \cdot_{max} / (2L_{ecc}\sqrt{3}) \tag{3}$$

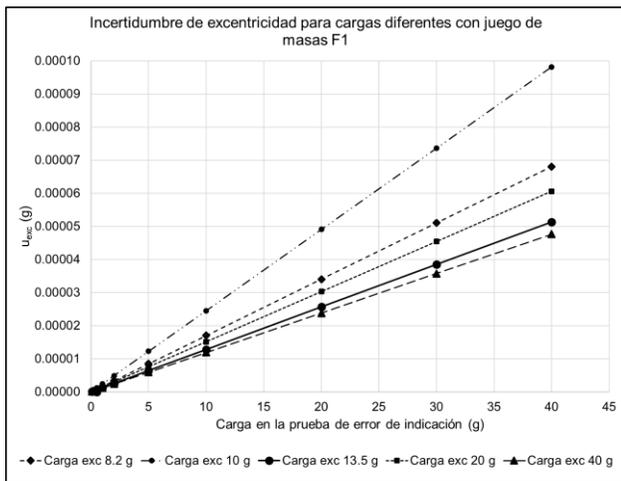
3. RESULTADOS

3.1. Evaluación de la carga excéntrica

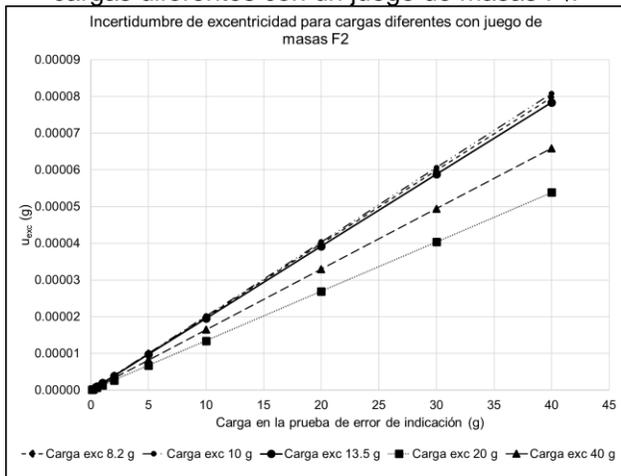
Las gráficas que muestran los resultados de incertidumbre de excentricidad de las corridas con las cinco cargas diferentes, cambiando la clase de exactitud de los juegos de masas se encuentran en las gráficas 1, 2 y 3.



Gráfica 1. Incertidumbre de excentricidad para cargas diferentes con un juego de masas E₂.

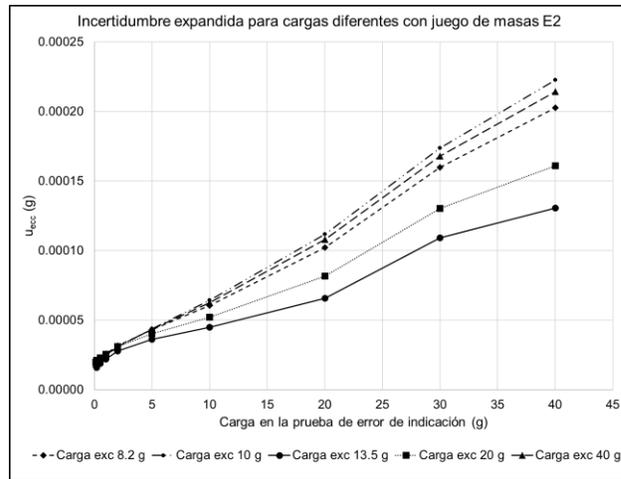


Gráfica 2. Incertidumbre de excentricidad para cargas diferentes con un juego de masas F₁.

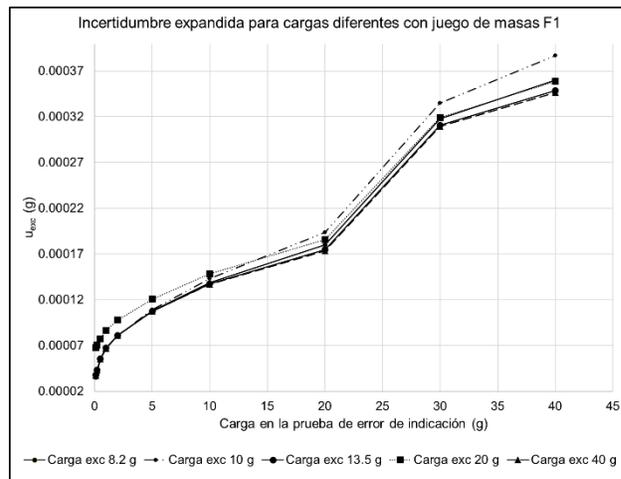


Gráfica 3. Incertidumbre de excentricidad para cargas diferentes con un juego de masas F₂.

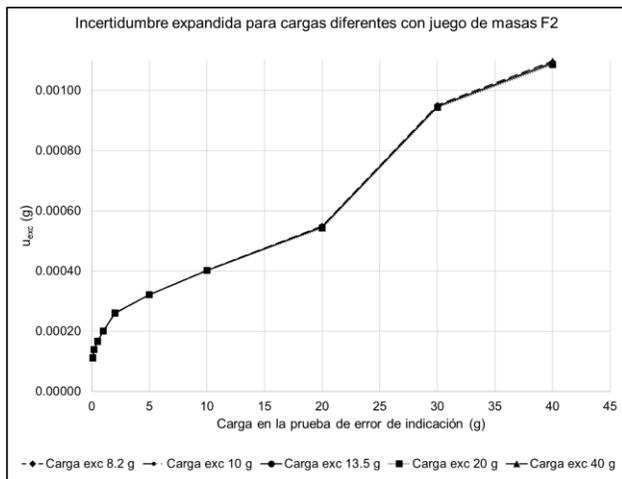
El impacto de la aportación por la incertidumbre de la excentricidad en la incertidumbre expandida se muestra en las gráficas 4, 5 y 6 las para los tres juegos de masas y las cinco cargas de prueba.



Gráfica 4. Incertidumbre expandida para cargas diferentes con un juego de masas E₂.



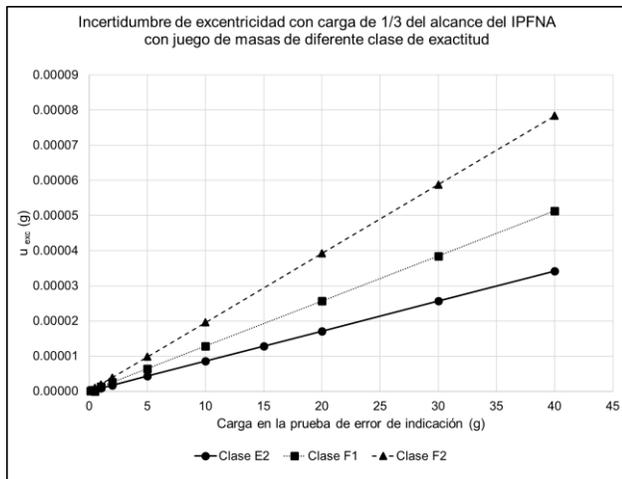
Gráfica 5. Incertidumbre expandida para cargas diferentes con un juego de masas F₁.



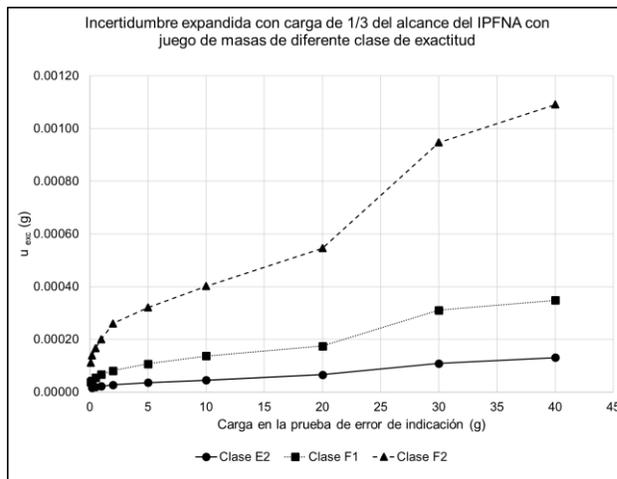
Gráfica 6. Incertidumbre expandida para cargas diferentes con un juego de masas F2.

3.2 Clase de exactitud de los juegos de masas

En la gráfica 7 se muestra el comportamiento que tiene la incertidumbre de la excentricidad con carga a 1/3 del alcance (13.5 g) para las tres clases de exactitud de los juegos de masas usados. Y, en la gráfica 8 la incertidumbre expandida de este mismo planteamiento.



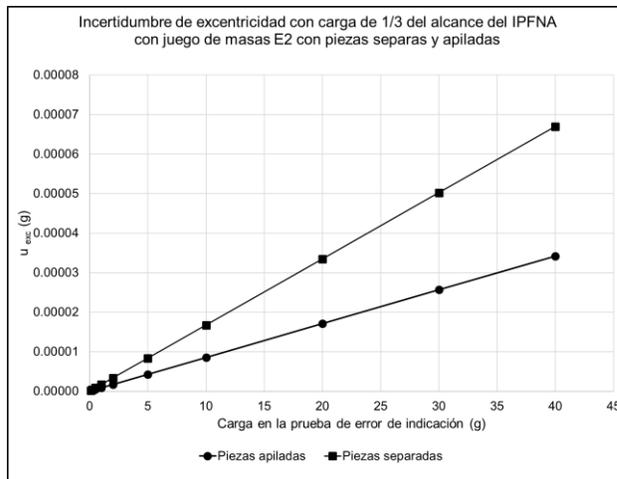
Gráfica 7. Incertidumbre de excentricidad con una carga excéntrica de 1/3 (13.5 g) de la carga máxima (40 g) para juego de masas E₂, F₁ y F₂.



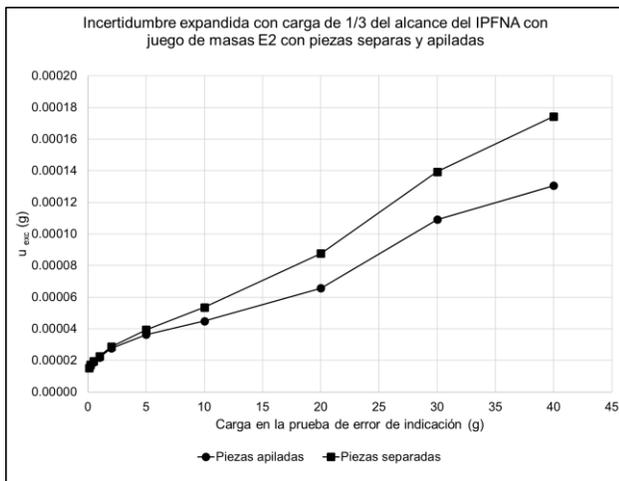
Gráfica 8. Incertidumbre expandida con una carga excéntrica de 1/3 (13.5 g) de la carga máxima para masas E₂, F₁ y F₂.

3.3 Superficie ocupada

En la gráfica 9 se muestran las incertidumbres de la excentricidad con la carga de 1/3 (13.5 g) con las piezas apiladas y separadas para el juego de masas E₂. Y en la gráfica 10 la incertidumbre expandida para este mismo caso.

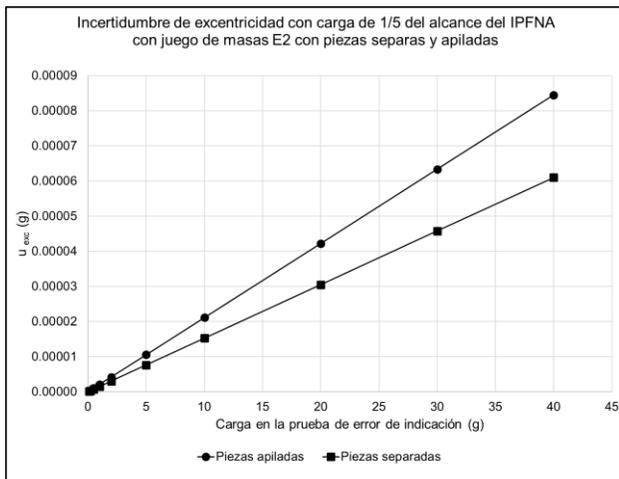


Gráfica 9. Incertidumbre de excentricidad con excentricidad a 1/3 (13.5 g) de la carga máxima con juego de masas E₂, piezas separadas y apiladas.



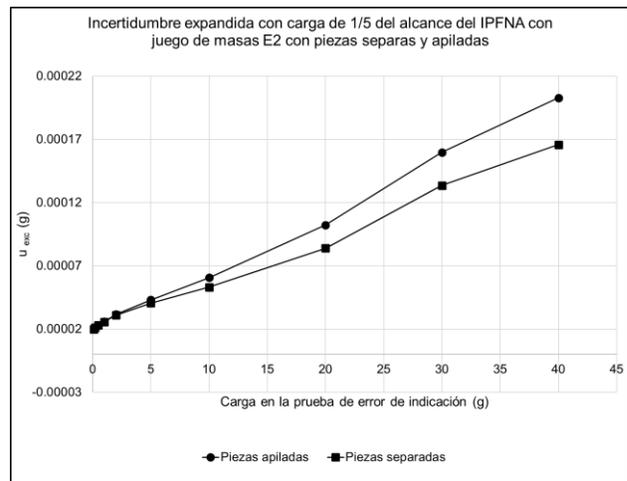
Gráfica 10. Incertidumbre expandida con excentricidad a 1/3 (13.5 g) de la carga máxima con juego de masas E₂, piezas separas y apiladas.

En la gráfica 11 se muestran las incertidumbres de la excentricidad con la carga de 1/5 (8.2 g) con las piezas apiladas y separadas para el juego de masas E₂. Y en la gráfica 12 la incertidumbre expandida para este mismo caso.



Gráfica 11. Incertidumbre de excentricidad con excentricidad a 1/5 (8.2 g) de la carga máxima con juego de masas E₂, piezas separas y apiladas.

En esta gráfica se puede observar que la incertidumbre por carga excéntrica es menor cuando las piezas se colocan de forma separada, esto se puede atribuir a la posición que ocupa la masa más grande (5 g en la carga de 8.2 g y 10 g en la carga de 13.5 g). Esto también se ve reflejado en la incertidumbre expandida, como se muestra en la gráfica 12.



Gráfica 12. Incertidumbre expandida con excentricidad a 1/5 (8.2 g) de la carga máxima con E₂, piezas separas y apiladas.

4. DISCUSIÓN

Como se observa en las gráficas 1, 2 y 3 la menor contribución a la incertidumbre por excentricidad cambia dependiendo de la clase de exactitud del juego de masas que se esté empleando, por ejemplo, para la clase de exactitud E₂ los resultados para la carga de 13.5 g están entre 0.00000017 g hasta 0.00003421 g y para F₂ van de 0.0000002 g hasta 0.000078 g. Al comparar entre todas las clases de exactitud se comprueba que el menor aporte ocurre cuando se emplea 1/3 (13.5 g) del alcance (41 g) del IPFNA con un juego de masas E₂, esto se muestra en la gráfica 7.

Como se observa en la gráfica 4, la menor aportación a la incertidumbre expandida se obtiene con una carga excéntrica de 1/3 del alcance (gráfica 1). Pero, este comportamiento cambia con los otros juegos de masas. Es decir, en la gráfica 5 la incertidumbre expandida con carga excéntrica de 40 g y 13.5 g son casi iguales, pero la incertidumbre por excentricidad es diferente (gráfica 2). En el caso de la clase F₂ la incertidumbre expandida (gráfica 6) no muestra una diferencia notable con las variaciones de carga utilizadas, sin embargo, la incertidumbre de la excentricidad muestra cambio (gráfica 3).

Para complementar esta parte, podemos agregar que en el comportamiento de la incertidumbre expandida para cada uno de los juegos de masas (gráficas 4, 5 y 6) la contribución usando uno de clase de exactitud F₁ es del triple con respecto a la clase E₂, y cuando se usa uno de clase F₂ su contribución es nueve veces mayor a E₂ (gráfica 8). Sin embargo,

el aporte de la incertidumbre debido a la carga excéntrica (gráficas 1, 2 y 3) de clase de exactitud F_1 con respecto a la clase E_2 es 1.3 veces mayor, mientras que, para la clase F_2 es 2.3 veces mayor con respecto a E_2 (gráfica 7).

Aunado a esto, la incertidumbre expandida asociada al juego de masas E_2 presenta una tendencia lineal, a diferencia de lo que ocurre con los otros juegos de masas (ver gráfica 8).

Con respecto al acomodo de las piezas, cuando la carga excéntrica se compone de dos o más se observa una diferencia significativa en la incertidumbre de la carga excéntrica (gráficas 9 y 11) y en la incertidumbre expandida (gráficas 10 y 12). Cabe destacar que, cuando la carga excéntrica es de 13.5 g la menor incertidumbre por excentricidad y su contribución a la incertidumbre expandida se obtiene cuando las piezas se acomodan de forma apilada (gráficas 9 y 10). En el caso de una carga excéntrica de 8.2 g el comportamiento es inverso (gráficas 11 y 12), esto se puede atribuir a la posición aleatoria que pueden tomar las cargas empleadas.

5. CONCLUSIONES

Este trabajo nos permite hacer énfasis en la selección de la carga excéntrica con las que se realiza la calibración de un IPFNA. En algunos casos esto se realiza con respecto a lo que el laboratorio de calibración ha establecido en un procedimiento, sin embargo, es necesario considerar las necesidades particulares del usuario.

Este estudio muestra que la menor incertidumbre expandida se obtiene cuando se emplea un juego de masas clase E_2 y una carga excéntrica de 1/3 del alcance solicitado y con las piezas apiladas cuando la carga resulte en el uso de más de una pieza.

Con respecto a lo establecido en las hipótesis esta conclusión nos lleva a aceptar a) y rechazar b) y c).

AGRADECIMIENTOS

A la Unidad de Metrología de la Facultad de Química, la cual tiene una acreditación en la norma ISO 17025:2017 avalada por la entidad mexicana de acreditación, A.C. para el alcance: Calibración de instrumentos para pesar de funcionamiento no automático avalada con la acreditación No. M-131. Además, se cuenta con la certificación en la norma

ISO 9001:2015 con el alcance Servicios y apoyo a la formación de recursos humanos en metrología y calidad reconocida por Certificación Mexicana, S.C. en el certificado No. CMX-C-SGC-245-2021.

REFERENCIAS

- [1] Guía Técnica de Trazabilidad Metrológica e Incertidumbre de Medida en la Magnitud de Masa para Calibración de Instrumentos para Pesar de Funcionamiento No Automático. Centro Nacional de Metrología (CENAM), Entidad Mexicana de Acreditación (ema), 2012.
- [2] OIML R 111-1, 2004. 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. Organisation Internationale de Métrologie Légale, Francia.
- [3] Proyecto de Norma Oficial Mexicana PROY-NOM-010-SCFI-2017, Instrumentos de medición- Instrumentos para pesar de funcionamiento no automático - Requisitos técnicos y metrológicos, métodos de prueba y de verificación.
- [4] GUM. Guía para la expresión de la Incertidumbre de Medida. Evaluación de datos de medición. 3ª ed en español. Centro Español de Metrología, JCGM, 2009.

IMPORTANCIA DE LA PROTECCIÓN INTELECTUAL DE LOS DESARROLLOS TECNOLÓGICOS EN METROLOGÍA DE LA DIRECCIÓN DE MASA Y DENSIDAD DEL CENAM

Nestor Ramírez Bautista¹, Teresa de Jesús Gómez Lemus¹, Luis Omar Becerra Santiago², María Teresa López Ostría¹, Luis Manuel Peña Pérez²

¹Tecnológico Nacional de México / IT Querétaro
Av. Tecnológico s/n, Centro, Santiago de Querétaro, Querétaro, México.
Tel: +52 771 364 5996, email: m21141376@queretaro.tecnm.mx

²Centro Nacional de Metrología (CENAM)
Km. 4.5 Carretera a los Cués, El Marqués, Querétaro, México
Tel: +52 442 211 0573, email: lbecerra@cenam.mx

Resumen: La Dirección de Masa y Densidad del CENAM desde su creación ha trabajado en diversos desarrollos tecnológicos para cubrir las necesidades de referencias metroológicas en el país; varios de estos desarrollos pueden considerarse como invenciones en su área, sin embargo, si no se protege la propiedad intelectual, se abre la oportunidad a que otros laboratorios, centros de investigación o personas físicas y/o morales puedan protegerlos como de su autoría, y así obstaculizar el reconocimiento, la comercialización o la continuidad de los desarrollos dentro del CENAM.

1. INTRODUCCIÓN

El Centro Nacional de Metrología (CENAM), es el laboratorio nacional de referencia en materia de mediciones. Es responsable de establecer y mantener los patrones nacionales de medidas, ofrecer servicios metroológicos como calibración de instrumentos y patrones, certificación y desarrollo de materiales de referencia, cursos especializados en metrología, asesorías y venta de publicaciones [1].

El CENAM fue creado por el gobierno federal de México, con el fin de apoyar el sistema metroológico nacional como un organismo descentralizado, con personalidad jurídica y patrimonio propios, de acuerdo con el artículo 29 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 1 de julio de 1992, y sus reformas publicadas en el Diario Oficial de la Federación el 20 de mayo de 1997 [2], La Ley de Infraestructura de la Calidad, fue publicada el 1 de julio de 2020, y entro en vigor el 30 de agosto del mismo año [3] fecha en la que se derogó la ley Federal de Metrología y Normalización.

No contar con una estrategia de registro de propiedad intelectual y de una vigilancia tecnológica correspondiente y adecuada, da la oportunidad de que otras áreas o personas físicas y/o morales puedan registrar las invenciones para sí mismas y puede limitar u obstaculizar la continuación del

desarrollo de los proyectos o bien la comercialización de lo ya desarrollado.

Contar con la protección de propiedad intelectual aumenta el valor de los activos tangibles como intangibles del CENAM, así como para cualquier empresa, organización o institución, así como también para nuestro país.

2. IMPORTANCIA DE PROTEGER LA PROPIEDAD INTELECTUAL DE LA DIRECCIÓN DE MASA Y DENSIDAD DEL CENAM

El CENAM (laboratorio nacional de referencia en materia de mediciones) cuenta con 46 registros de protección de propiedad industrial en el Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial (IMPI). 40 registros en marcas y 6 en patentes, de los cuales, de estas últimas, 2 están en solicitudes de patentes, 2 solicitudes caducadas por falta de pago y 2 patentes vigentes, esto según la gaceta de propiedad industrial, la cual se encuentra en la página oficial del IMPI [4].

Con los datos mencionados anteriormente el CENAM se encuentra en el segundo lugar de instituciones gubernamentales que registran propiedad industrial a nivel nacional como se muestra en la **Tabla 1. Principales titulares de protección intelectual por la categoría de**

instituciones de gobierno, esto según la página oficial de Cienciamx noticias [5]

Instituciones de Gobierno	
IMTA	42.86%
CENAM	17.86%
ININ	14.29%

Tabla 1 principales titulares de protección intelectual por la categoría de instituciones de gobierno

¿Por qué es importante que el CENAM proteja sus desarrollos tecnológicos? Para dar respuesta a esta pregunta es importante mencionar la relevancia que tiene la innovación para la economía del país, aclarando un poco, se puede decir que la calidad, productividad e innovación tiene una gran relación con la competitividad.

Los países maquiladores, como México, se encuentran en la etapa de la productividad, dejando como paradigma a la competitividad: si solo se busca la productividad, esto es positivo hasta cierto punto; el problema es que, la mayoría de los países que se dedican a la productividad dejan a un lado la innovación, el diseño, la creatividad y el desarrollo.

Una estrategia ideal sería la combinación entre la productividad y una constante innovación, con un pertinente apoyo para la investigación y desarrollo tecnológico.

La metrología es una fuente importante de innovación para sí misma y otros campos de la actividad humana.

La innovación, como primera línea en el área de metrología, parte de las invenciones de las unidades de medida y sus correspondientes sistemas que los soportan.

En la Dirección de Masa y Densidad del CENAM se cuenta con 23 desarrollos tecnológicos en sus diferentes laboratorios como se muestra en la **Tabla 2. Levantamiento de información de la Dirección de Masa y Densidad del CENAM**, de los cuales, ninguno tiene protección de propiedad intelectual.

Laboratorio		N° de Desarrollos Tecnológicos
Código	Nombre	
F003	Laboratorio de Equipos/mediciones de Densidad	1

F007	Laboratorio de Densidad de Sólidos y Líquidos	5
F008	Laboratorio de Patrones de Referencia de Masa	4
H007	Laboratorio de Instrumentos para Pesar	3
H008	Laboratorio de Grandes Masas	5
L001	Laboratorio de Patrón Nacional de Masa	2
L004	Laboratorio de Patrón Nacional de Densidad	3
Total		23

Tabla 2. Levantamiento de información de la Dirección de Masa y Densidad del CENAM, elaboración propia.

De estos 23 desarrollos tecnológicos, 3 ya fueron comercializados a nivel internacional, los cuales se mencionan en la **Tabla 3.**

Cantidad	Desarrollo Tecnológico	País
1	Susceptómetro de hasta 1 kg	Jamaica
1	Susceptómetro de hasta 50 kg	Jamaica
1	Sistema de pesada hidrostática	Costa Rica

Tabla 3. Desarrollos Tecnológicos Comercializados de la Dirección de Masa y Densidad del CENAM, elaboración propia.

En el sistema de pesada hidrostática para la calibración de hidrómetros (**Imagen 1**) se desarrolló un ajuste que consiste en un motor de pasos adaptado a un sinker, innovación de la Dirección de Masa y Densidad (**Imagen 2**), el cual fue expuesto en cursos dentro del centro, lo que motivo a que investigadores externos se interesaran en la adquisición de innovación correspondiente de este desarrollo tecnológico, a partir de esta propuesta surgieron tecnologías similares en el ajuste de nivel del líquido (o del menisco para la calibración de hidrómetros).

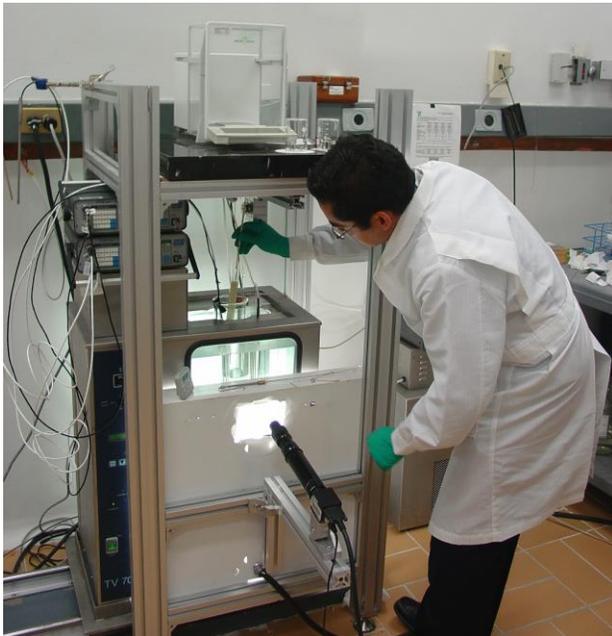


Imagen 1. Sistema de Calibración de hidrómetros por el método de Cuckow

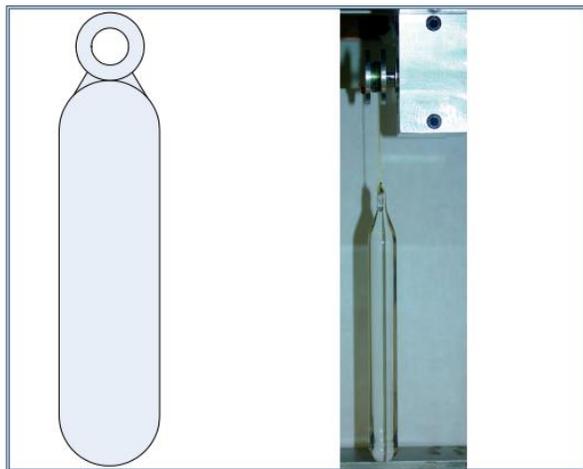


Imagen 2. Foto de Sinkers adaptado a un motor a pasos [6].

En el caso del Susceptómetro hasta 1 kg, fue desarrollado y diseñado por el Dr. Richard Davis, el cual lo publicó en el Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology en 1995 [7], (**Imagen 3**). El CENAM para uso propio o fabricación a terceros le realizó una innovación, la cual consta de la modificación de la propuesta original de acuerdo con las necesidades propias de la Dirección de Masa y Densidad, dando como resultado un Susceptómetro con alcance de medición de las propiedades magnéticas de pesas de hasta 50 kg del valor nominal, el cual fue

publicado en el Simposio de Metrología del 2010 [8] (**Imagen 4**).

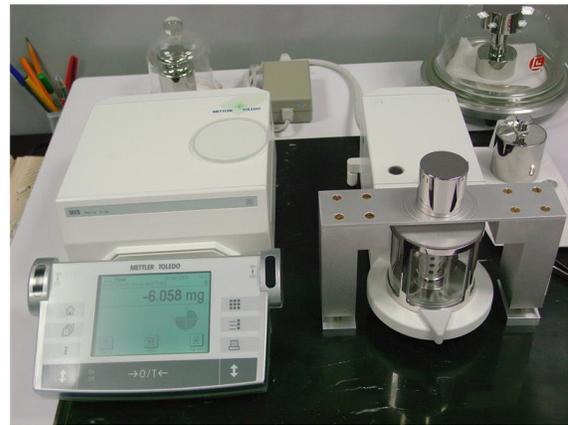


Imagen 3. Susceptómetro hasta 1 kg, principio del Dr. Richard Davis, CENAM



Imagen 4. Susceptómetro hasta 50 kg, dirección de Masa y Densidad del CENAM

Este desarrollo tecnológico se encuentra en la página oficial del Laboratorio y Tecnología de Pesaje, Mettler - Toledo AG, dentro de sus productos y servicios que ofrece (**Imagen 5**). Junto con el manual de instrucciones de operación, publicado en el 2012 [9]



Imagen 5. Susceptómetro hasta 1 kg, Mettler Toledo [10]

Como se puede observar tanto en el sistema de pesada hidrostática como en el Susceptómetro de hasta 50 kg, aunque fueron desarrollados por los investigadores de la Dirección de Masa y Densidad del CENAM, no tuvieron reconocimiento por no contar con el registro de propiedad industrial o por derechos de autor lo que representa una desventaja para el centro y sus investigadores lo que provocó que fuese registrado por otra instancia.

Aunado a ello, como menciona Velae Legal Group en el 2021, dentro de la importancia que tiene la protección de propiedad intelectual es que, la mayoría de las naciones y organizaciones apuestan por brindarle a las personas una mayor calidad, la constante evolución de sus productos y de ofrecer un valor extra en sus creaciones, con tal de distinguirse de sus competidores; sin embargo, hay quienes quebrantan los derechos de autor y se aprovechan de estas creaciones [11].

Velae Legal Group en el 2021 menciona que la mayoría de las naciones como las organizaciones apuesten por brindar a las personas una mayor calidad a través de la protección de la propiedad intelectual como una constante evolución de sus productos, ofreciendo con ello un valor extra en sus creaciones, el fin, es distinguirse de sus competidores, evitando con ello, que otros quebranten sus derechos de autor y se aprovechen de las autorías de quienes generaron los desarrollos tecnológicos; por lo que apostar por los derechos de autor y patentes redundan en un reconocimiento y en ganancias comerciales [11]. Lo que recompensa

el esfuerzo que hacen los inventores ya que obtienen una ganancia económica además de que representa prestigio y una oportunidad para el desarrollo socioeconómico. La propiedad intelectual es una herramienta que otorga competitividad a un país, por lo que representa el crecimiento nacional, así como la protección jurídica de las invenciones [12].

3. RESULTADOS

Toda institución, empresa u organización que ofrece algún producto, bien o servicio en el mercado y cuenta con la protección de propiedad intelectual, proporciona un valor agregado en la competitividad en el mercado ya que se obtiene una exclusividad de venta y/o producción, adicional al reconocimiento de las personas e Institución de las creaciones y desarrollos que son su producto [13].

Al no contar con una cultura de registro de protección de propiedad intelectual se enfrentan a una serie de desventajas entre las más destacadas es que: no trasciende el conocimiento de las innovaciones del centro, da la oportunidad de que otras personas físicas y/o morales como otras instituciones o centros de investigación a fines puedan proteger como su autoría las innovaciones limitando la comercialización y el desarrollo posterior de los desarrollos tecnológicos, limita una ganancia económica como también afecta en el prestigio de los inventores como del centro y obstaculiza una oportunidad para el desarrollo socioeconómico.

El proteger la propiedad intelectual no solo impacta significativamente a la Dirección de Masa y Densidad o al Centro Nacional de Metrología, sino también al país, ya que aumenta el índice de innovación y tecnología, el cual, tiene un impacto significativo en la economía y en la comercialización de los desarrollos tecnológicos

4. DISCUSIÓN

Los creadores de los desarrollos tecnológicos, en su mayoría, realiza la documentación para sustentar su invención, pero no lleva a cabo una vigilancia estratégica para la protección de su propiedad intelectual, dejando sus invenciones a disposición de quien tenga el conocimiento de su existencia y poder perder sus derechos de autoría.

En otros casos, los creadores de los desarrollos tecnológicos se dedican a la parte práctica y

experimental y dejan de lado la parte documental de su creación, dificultando así el desarrollo de su expediente, que a su vez conlleva a que no se cuente con un sustento para su posterior protección de la propiedad intelectual.

En la mayoría de las empresas, instituciones, u organizaciones que tienen interés por proteger su propiedad intelectual, crean un departamento dedicado únicamente para realizar el registro de las patentes y de los derechos de autor en las instituciones pertinentes, dicha acción ayuda a que los creadores de los desarrollos tecnológicos se dediquen a seguir desarrollando y en su caso inventando, mientras que dicho departamento se dedica a proteger la propiedad intelectual que se genere en empresa, institución u organización.

Para el CENAM como cualquier empresa, institución u organización, más allá de la identificación de una marca, patente o diseño como creación propia, la protección de propiedad intelectual le brindará a sus clientes y compradores la garantía de que lo que están adquiriendo es de calidad, además de evitar que personas no autorizadas hagan mal uso de lo creado.

La protección de propiedad intelectual brinda una ventaja competitiva a las empresas, instituciones u organizaciones en el sector en el que se encuentren y podrán ejercer su derecho de protección cuando lo crean conveniente, ya sea para ordenar el cese de actividades de alguien que haya utilizado la creación, solicitar el cobro de multas o de solicitar indemnizaciones conforme a la ley.

Lo antes mencionado da inicio a una gestión de protección de propiedad intelectual y para que se lleve a cabo en el CENAM como, en cualquier caso, es importante que cada colaborador se concientice de la importancia que tiene la protección de la propiedad intelectual de lo que genere y que para sumarle a la concientización que se pretende generar, es importante incentivar cada protección intelectual generada, y así poco a poco generar una cultura que ayudara tanto al inventor como al CENAM para generar beneficios, fortalezas y un valor agregado en cada desarrollo tecnológico.

5. CONCLUSIONES

Es importante resaltar que la Dirección de Masa y Densidad del CENAM está trabajando en proteger la propiedad intelectual para evitar el plagio, piratería y la obstaculización de los desarrollado por el centro.

La protección de propiedad intelectual aumenta el valor intangible de los desarrollos tecnológicos de la Dirección de Masa y Densidad del CENAM.

Para un mejor control de los desarrollos de la Dirección de Masa y Densidad del CENAM, es necesario tener un registro apropiado de lo que realizan dentro de la organización dado que el CENAM es responsable de establecer y mantener los patrones nacionales de medida, ofrecer servicios metrológicos como calibración de instrumentos y patrones, certificación y desarrollo de materiales de referencia, cursos especializados en metrología, asesorías y venta de publicaciones [1]. Para ello, es necesario contar con un expediente y dar continuidad a cada desarrollo, ya sea para una protección de propiedad industrial o registro de derechos de autor.

Una vez que se tenga el control de las innovaciones, se podrá proteger la autoría de lo desarrollado y proporcionar un valor agregado en cada desarrollo. Como también generar un hábito y fomentar la cultura de protección de propiedad intelectual dentro de la Dirección de Masa y Densidad y del mismo CENAM

REFERENCIAS

- [1] Metrología, C. N. (25 de octubre de 2018). *Acerca del CENAM ¿Quiénes somos?* Obtenido de *Acerca del CENAM ¿Quiénes somos?*: <https://www.gob.mx/cenam/acciones-y-programas/acerca-del-cenam-quiénes-somos>.
- [2] DOF, D. O. (30 de abril de 2009). *Ley Federal Sobre Metrología y Normalización*. Obtenido de *Ley Federal Sobre Metrología y Normalización*: <https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/107522/LEYFEDERALSOBREMETROLOGIAYNORMALIZACION.pdf>.
- [3] Ley de la Infraestructura de la Calidad (1 de julio de 2020). *Aspectos relacionados con las Normas Oficiales Mexicanas, Morales Martínez Norma E, directora de Normatividad en Eficiencia Energética, CONUEE*, https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/636109/Presentacion_LIC_FECIME_29042021_final.pdf.
- [4] IMPI, (revisado el 15 de junio del 2022). *Gaceta de la propiedad industrial*. <https://sigla.impi.gob.mx/newSIGA/content/common/principal.jsf>.

- [5] Sánchez Verenise, (25 de abril del 2016). Solo el 3% de patentes otorgadas en México son de mexicanos, Cienciamx noticia, agencia informativa Conacyt, <http://www.cienciamx.com/index.php/ciencia/humanidades/7015-solo-3-de-patentes-otorgadas-en-mexico-son-de-mexicanos>.
- [6] Peña Pérez Luis Manuel (enero 2011), *alineación de la marca de la escala de medición en la calibración de densímetros de inmersión utilizando procesamiento de imágenes*, Centro de Ingeniería y Desarrollo Industrial, Querétaro.
- [7] Richard S. Davis (mayo-junio 1995), *Determining the Magnetic Properties of 1 kg Mass Standards*, *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, Volume 100, Number 3 pp. 209-225.
- [8] Peña Luis Manuel, Becerra Luis Omar, López Julio (27-29 de octubre del 2010), *DETERMINACIÓN DE LAS PROPIEDADES MAGNÉTICAS DE LOS PATRONES VIAJEROS DE LA COMPARACIÓN CLAVE CCM.M-K6*, Simposio de Metrología 2010.
- [9] Laboratorio y Tecnología de Pesaje, Mettler - Toledo AG, (marzo 2012), *Manual de Instrucciones de Operación, MagCal – Susceptometer Magnets Calibration System*.
- [10] Mettler Toledo, Equipos & Soluciones, https://www.mt.com/ca/en/home/products/Laboratory_Weighing_Solutions/mass-comparators/Volume_Density_Magnetism/S-50K-Susceptometer.html
- [11] Velae Legal Group (14 de enero de 2021). *La propiedad intelectual, su relevancia actual y como obtenerla*, <https://velaelegalgroup.com/la-propiedad-intelectual-su-relevancia-actual-y-como-obtenerla/#:~:text=La%20mayor%C3%ADa%20de%20las%20naciones,y%20se%20aprovechan%20de%20estas>.
- [12] mipatente (19 de julio de 2022). *La propiedad intelectual, herramienta de competitividad para México*, <https://www.mipatente.com/la-propiedad-intelectual-herramienta-de-competitividad-para-mexico/>.
- [13] Diessler, G. (2010). *Las patentes como fuente de información para la innovación en entornos competitivos*. Instituto de Investigaciones Bibliotecológicas, 1514-8327.

ESTUDIO DE LA ESTABILIDAD DEL MÉTODO ALTERNATIVO EN CALIBRACIÓN DE INSTRUMENTOS DE PESAR DE FUNCIONAMIENTO NO AUTOMÁTICO CON RESOLUCIÓN MENOR A 0.010 mg - MICROBALANZAS

Sheila Preste¹, Daniel Gonzalez¹, Gabriel Almeida¹, Fernando Garcia², Juan Garcia², Rubén Quille³, Javier Barbagrigia³, Luz Cori⁴, Donny Taípe⁴, Luis Peña⁵, Luis Becerra⁵, Sandra Ramírez⁵, Jhon Escobar⁶, Marcela Prendas⁷, Olman Ramos⁷, Jorge Sanchez⁸

¹Laboratorio Tecnológico del Uruguay (LATU), Av. Italia 6201, Montevideo, Uruguay. Tel.: (598) 2601 3724. spreste@latu.org.uy, dgonza@latu.org.uy, galmeida@latu.org.uy

²Centro de Estudios de Medición y Certificación de Calidad (CESMEC), Chile. fernando.a.garcia@bureauveritas.com, juan-pablo.garcia@bureauveritas.com

³Instituto Nacional de Tecnología Industrial (INTI), Argentina. rquille@inti.gob.ar, lbarbagrigia@inti.gob.ar

⁴Instituto Nacional de Calidad (INACAL), Perú. lori@inacal.gob.pe, dtaípe@inacal.gob.pe

⁵Centro Nacional de Metrología (CENAM), México. lpena@cenam.mx, lbecerra@cenam.mx, sramirez@cenam.mx

⁶Instituto Nacional de Metrología (INM), Colombia. jjescobar@inm.gov.co, abermudez@inm.gov.co

⁷Laboratorio Costarricense de Metrología (LACOMET), Costa Rica. mprendas@lcm.go.cr, oramos@lcm.go.cr

⁸Instituto de Calidad Industrial (INCALIN), Argentina. jsanreus@yahoo.com

Resumen: Las mediciones de masa a nivel del microgramo son de gran importancia en la industria, la salud y la ciencia. En la actualidad, en muchos países las microbalanzas se calibran según las recomendaciones de la Guía SIM [1]. El problema radica en las altas incertidumbres de calibración que se obtienen. Sin embargo, se ha propuesto un método alternativo para la calibración de microbalanzas [2], con el que se obtienen incertidumbres de calibración a nivel del microgramo, utilizando una pesa patrón y un conjunto de pesas auxiliares. En el presente trabajo, se muestran los resultados de la determinación de la masa convencional de las pesas auxiliares y la calibración de una microbalanza aplicando el método alternativo, demostrando su estabilidad y validez.

1. INTRODUCCIÓN

Las mediciones de masa de alta exactitud desempeñan un papel clave en todos los sectores industriales desde la investigación y desarrollo hasta la comercialización de un producto. Por tal razón, las personas que trabajan en metrología están en búsqueda permanente del desarrollo de métodos de medición, y diseño de nuevos instrumentos de pesaje para satisfacer las crecientes demandas, mejorar la precisión y reducir los tiempos necesarios en las mediciones [3].

En metrología de masa, la trazabilidad de las calibraciones se logra a través de una cadena de comparaciones, utilizando comparadores de masas, que se extiende desde los patrones nacionales de masa, calibrados con trazabilidad a las realizaciones del kg aceptadas por la Conferencia General de Pesas y Medidas (CGPM) a partir del 20 de mayo de 2019, hasta los patrones de masa de uso científico e

industrial. Por otra parte, los avances recientes en la fabricación y manipulación de objetos en el orden de micro y nanogramo a nivel mundial han intensificado la necesidad de conocer el valor de las fuerzas que actúan a esta escala e impactan en la nanotecnología [4]. Además, a partir del nuevo SI (Sistema Internacional de Unidades basado en constantes definidas vigente desde mayo de 2019) donde la realización de la unidad de masa en función de la constante de Planck “*h*” se puede materializar en cualquier valor de masa, se están desarrollando experimentos para materializar patrones de masa con valores del orden del gramo con balanzas de Kibble [5] y del miligramo con balanzas electrostáticas [6].

En la actualidad, existen balanzas electrónicas de diferentes marcas, modelos y alcances de pesaje con resolución 1 µg y 0.1 µg, que no están contempladas dentro de la recomendación OIML R76 [7]. Sin embargo, la calibración de estas microbalanzas se

realiza tomando como referencia la Guía SIM MWG7/cg-01/v.00 [1] que es una traducción del inglés del documento EURAMET/cg-18/v.02 [8], documento basado en la recomendación OIML R76, con excepción de la evaluación de la incertidumbre de medición, y otros aspectos desarrollados específicamente como ser el efecto del empuje del aire para el valor de la masa de referencia y el efecto de convección. Sin embargo, el método de calibración clásico que describe la Guía SIM da como resultado una alta incertidumbre de calibración, del entorno a decenas de microgramo, siendo las contribuciones de incertidumbres de mayor influencia, las componentes debido a las pesas patrón y en segundo lugar el empuje del aire de la masa convencional. En 2012, F. Kornblit, J. Sanchez y J. Leiblich [2] propusieron un método alternativo para la calibración de microbalanzas, obteniendo incertidumbres de calibración muy bajas, a nivel del microgramo, utilizando solamente una pesa patrón clase E₁ o mejor, cercana a la carga máxima de la balanza y un conjunto de pesas auxiliares, sin calibración previa, que cumplieran con las características metrológicas de pesas clase E₁ o E₂. Para realizar ejercicios de validación y estabilidad del método alternativo, se estructura el proyecto de investigación SIM-BID-ATN/OC-15264-RG “Fortalecimiento de los Institutos Nacionales de Metrología del hemisferio americano en respaldo de las tecnologías emergentes, CALIBRATION OF WEIGHING INSTRUMENTS MICROBALANCES”, con la participación de varios institutos nacionales de metrología del SIM, como son INACAL (Perú), INTI (Argentina), CESMEC (Chile), INM (Colombia), LATU (Uruguay), LACOMET (Costa Rica) y CENAM (México).

En el presente artículo, se muestran los resultados obtenidos en la evaluación del método alternativo en calibración de microbalanzas. La primera etapa del proyecto consistió en determinar la masa de un conjunto de pesas denominadas “pesas viajeras” (2 g, 2 g (punto), 1 g, 1 g, 500 mg, 500 mg) aplicando el método alternativo de calibración de microbalanzas. Esto es posible debido a que con este método además de obtener de los errores de indicación de la microbalanza, se determinan los valores de masa de las pesas auxiliares. Para la evaluación se realizó una comparación piloto bajo un protocolo establecido, donde el mismo conjunto de pesas fue utilizado por cada participante del proyecto para calibrar su propia microbalanza. Si bien los errores de indicación de cada balanza serán distintos, los valores convencionales de masa de las pesas viajeras deberían ser iguales. Una segunda etapa del

proyecto consistió en la calibración de una microbalanza ubicada en las instalaciones del Instituto de Metrología de Uruguay - LATU, con la finalidad de comparar los errores de indicación de la microbalanza en los puntos estipulados y los resultados obtenidos de los valores convencionales de masa de las pesas auxiliares con los valores de masa indicados en sus certificados de calibración por cada participante.

2. DESARROLLO

2.1. Experimental

El método alternativo es aplicable a balanzas de distintas capacidades y características, pero para la primera etapa de estudio se estableció un alcance máximo de calibración de 5 g. Las pesas auxiliares utilizadas fueron el conjunto denominado “pesas viajeras” y una pesa patrón de 5 g clase E₁ de acero inoxidable. La determinación de volumen de cada una de las pesas fue realizada por el método de pesaje hidrostático en el laboratorio de Densidad del INTI. De la misma manera, la calibración de la pesa patrón de 5 g clase E₁ fue realizada por el INTI en valor de masa convencional. Antes de iniciar las mediciones se elaboró un protocolo tomando como referencia la literatura “Método alternativo para la determinación de errores de indicación y de linealidad en microbalanzas” [2], el cual fue utilizado por los participantes en cada medición. Como se indicó anteriormente, al utilizar el método alternativo en la calibración de una microbalanza, además de obtener los errores de indicación, también se obtiene las correcciones de masa convencional de las pesas auxiliares. Los valores fueron obtenidos por cada laboratorio participante utilizando una misma planilla de cálculo considerando las mismas fuentes de incertidumbre. Las mediciones fueron iniciadas por el laboratorio CESMEC (Chile), luego se fueron trasladando el juego de masas a los distintos institutos participantes, finalizando la medición en el laboratorio LACOMET (Costa Rica).

En la segunda etapa de la investigación se utilizó una microbalanza electrónica con capacidad máxima de 30 g y resolución de 1 µg, ubicada en las instalaciones del Instituto de Metrología de Uruguay LATU. Las mediciones en la microbalanza se realizaron desde 0.5 g hasta un alcance máximo de 5 g, con pasos de 0.5 g (en total 10 puntos de medición). Cada laboratorio participo con sus propias pesas, una pesa patrón de 5 g clase E₁ y un juego de seis pesas auxiliares cuyos valores nominales son 2 g, 2 g, 1 g, 1 g, 500 mg, 500 mg. Las pesas auxiliares

fueron de características metrológicas a clase E₂ o E₁.

2.2. Modelo de medición

El método consiste en realizar una serie de 31 ciclos de pesada con las siguientes características:

- Definir 10 puntos en el intervalo de calibración seleccionado incluyendo el valor nominal de la pesa patrón. En lo posible seleccionar cargas de prueba equidistantes entre sí.
- El primer y último ciclo de pesada corresponden a la pesa de referencia.
- Para cada carga de prueba seleccionada se realizan tres ciclos de pesada, excepto en la carga mínima (*Min*) en donde se realizan dos.
- Cada ciclo de pesada se realiza siguiendo la secuencia $i_{0_1} - i_L - i_{0_2}$, empleando una combinación diferente de pesas auxiliares. En esta secuencia el término i_{0_i} hace referencia a la indicación del instrumento sin carga, e i_L se relaciona a la indicación del instrumento con carga aplicada.
- Combinar las pesas auxiliares de tal forma que cada pesa se use al menos dos veces en la serie completa de medición.

Al colocar cierta combinación de pesas auxiliares, la indicación del instrumento se puede expresar de manera matricial como:

$$I = AE + \delta m_R P + B \tag{1}$$

Donde:

I es el vector columna $m \times 1$ que contiene las mediciones menos el valor nominal del punto de prueba

A es la matriz de diseño $m \times n$ cuyos elementos se componen de ceros (0) y unos (1)

E es el vector columna $n \times 1$ de las incógnitas a estimar, que son los errores de indicación de la balanza y a las correcciones de masa convencional de las pesas auxiliares

P es un vector columna $m \times 1$ cuyos valores de los elementos inicial y final son iguales a uno (1) y los demás son ceros (0)

B es el vector columna $m \times 1$ de las correcciones por empuje del aire

La ecuación matricial (1) se puede escribir como:

$$I - \delta m_R P - B = AE \tag{2}$$

$$Y = AE + R \tag{3}$$

Con $Y = I - \delta m_R P - B$

Para el modelado se asume que las varianzas obtenidas en cada ciclo de medición no tienen variaciones significativas, motivo por el cual no se utilizan mínimos cuadrados ponderados. A partir de estas consideraciones la ecuación matricial (3) se puede resolver por ajuste de mínimos cuadrados ordinarios para determinar el vector de los estimados **E**. El vector **R** es el vector columna $m \times 1$ de los residuos del ajuste.

La solución de mínimos cuadrados de la ecuación (1) viene dada por:

$$E = (A^T A)^{-1} A^T Y \tag{4}$$

De la ecuación (4), la propagación de incertidumbres de **E** se obtiene con:

$$U_E = [(A^T A)^{-1} A^T] U_Y [A (A^T A)^{-1}] \tag{5}$$

U_E es la matriz de covarianza $n \times n$ que contiene, en su diagonal, las varianzas en las estimaciones de **E**, y fuera de la diagonal, las covarianzas correspondientes. Por lo tanto, la incertidumbre estándar asociada a los estimados de **E**, se obtiene al calcular la raíz cuadrada de los elementos de la diagonal de **U_E**.

U_Y es la matriz de covarianza (de dimensiones $m \times m$) asociada a la contribución de incertidumbre del proceso de medida.

$$U_Y = U_{rep} + U_{res} + U_{resid} + U_b + U_{m_R} \tag{6}$$

Donde las diferentes fuentes de incertidumbre son:

U_{rep} repetibilidad de las mediciones

U_{resid} residuos debido al ajuste de mínimos cuadrados ordinarios

U_{res} resolución del instrumento (teniendo en cuenta la resolución en el punto de carga y en el punto cero)

U_b corrección por empuje del aire

U_{m_R} corresponde a la pesa de referencia

Cabe resaltar que el cero de una medición para el caso de instrumentos de pesaje es un punto de referencia, por lo que el ajuste de sensibilidad de una

balanza se realiza como mínimo en el cero y en un punto del rango de uso de la balanza. Pero esto no implica que se pueda extrapolar los resultados obtenidos en la calibración utilizando solo dos puntos, es por este motivo que el presente modelo es válido solo para el rango cubierto por las pesas auxiliares y patrón utilizadas.

3. RESULTADOS

3.1. Resultados etapa 1: “Pesas viajeras”.

Calibración de microbalanza propiedad de cada instituto con el mismo juego de pesas (“pesas viajeras”). En la Figura 1 se muestran los resultados de la masa convencional ($U, k = 2$) de las pesas auxiliares desde 500 mg a 2 g obtenidos por los laboratorios participantes.

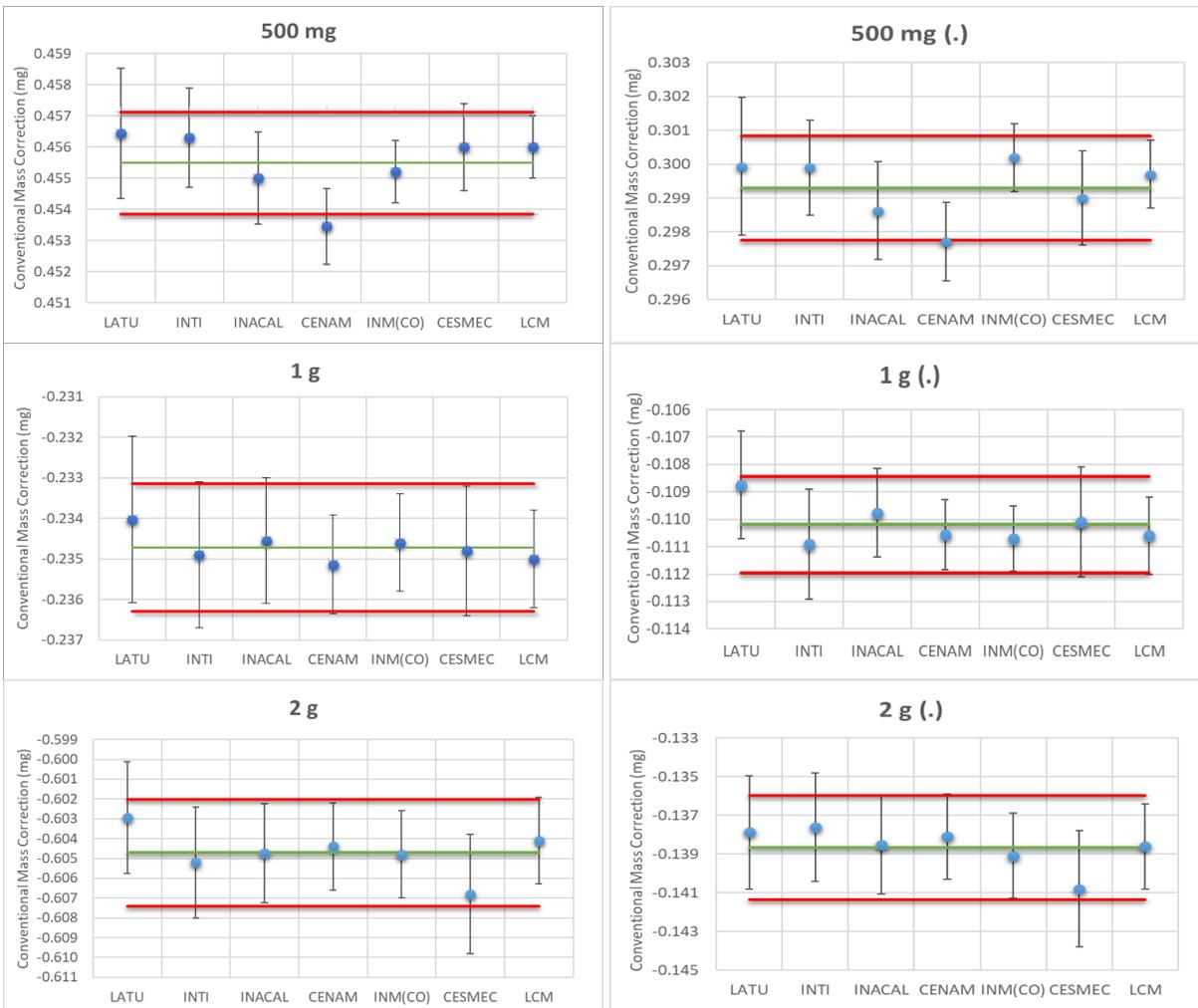


Fig. 1. Resultados de la diferencia de la masa convencional de las pesas auxiliares viajeras obtenido por los laboratorios y su valor nominal ($U, k = 2$).

3.2. Resultados etapa 2: Calibración in situ de una misma micro balanza.

Calibración in situ de una misma microbalanza ubicada en LATU Uruguay, con patrones de masa propiedad de cada instituto participante. En la Figura 2 se muestran los errores de indicación ($U, k = 2$), de cada laboratorio, en cada punto de medición de la escala de la balanza.

Adicionalmente, utilizando la ventaja del método de determinar las correcciones de masa convencional de las pesas auxiliares utilizadas por cada instituto, se evalúan los valores obtenidos contra las correcciones informadas en los certificados de calibración de cada pesa, para dicha evaluación se utiliza el estadístico E_n (error normalizado). Como

resultado de esta evaluación se obtuvieron En entre 1 y -1, lo que demuestra la consistencia de

los resultados. Los resultados se muestran en las tablas 1 a 10.

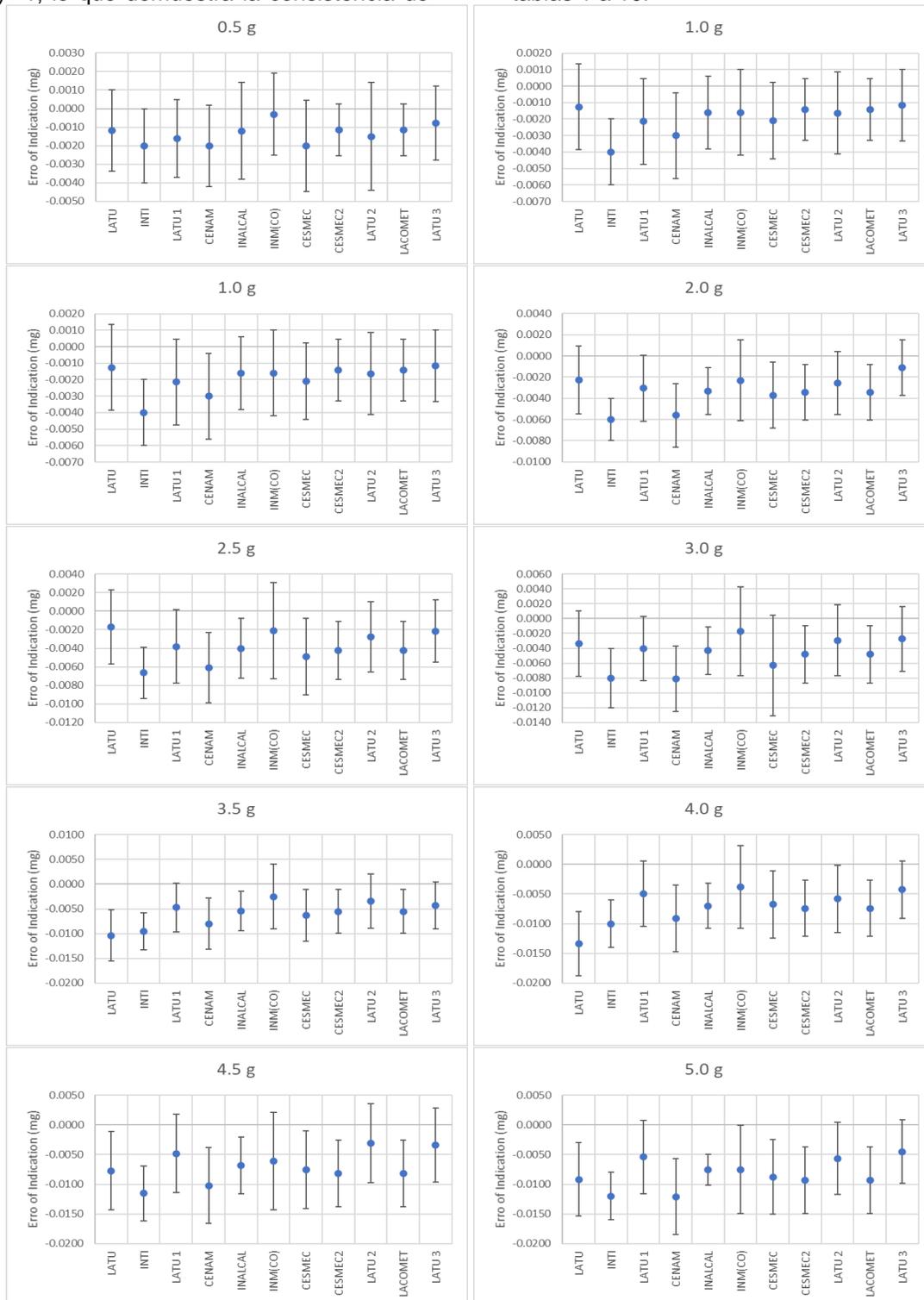


Fig. 2. Resultados de la diferencia entre la masa convencional de las pesas auxiliares viajeras obtenido por los laboratorios y su valor nominal ($U, k = 2$).



Fig. 3. Microbalanza bajo calibración: $Max = 31\text{ g} / d = 0.001\text{ mg}$. Proceso de calibración in situ.

Masas Auxiliares LATU	Corrección masa convencional Microbalanza / mg	$U(k = 2)$ / mg	Corrección masa convencional certificado de calibración / mg	$U(k = 2)$ / mg	E_n
0.5 g (-)	0.001 5	0.001 9	0.002 7	0.002 5	0.4
0.5 g (*)	0.001 8	0.001 8	0.001 7	0.002 5	0.0
1 g (-)	-0.000 8	0.001 8	-0.000 4	0.003 3	0.1
1 g (*)	0.0035	0.001 9	0.005 3	0.003 3	0.5
2 g (-)	0.005 9	0.002 8	0.007 0	0.004 0	0.2
2 g (*)	-0.000 8	0.002 8	0.001 8	0.004 0	0.5

Tabla 1 – Error normalizado estimado entre los valores de la corrección del valor de masa convencional de las pesas auxiliares e incertidumbre expandida obtenidos a partir de la calibración de la microbalanza y los valores extraídos del certificado de calibración de las pesas de LATU.

Masas Auxiliares INTI	Corrección masa convencional Microbalanza / mg	$U(k = 2)$ / mg	Corrección masa convencional certificado de calibración / mg	$U(k = 2)$ / mg	E_n
0.5 g (-)	0.004 2	0.001 1	0.003	0.008	0.1
0.5 g (*)	-0.029 0	0.001 0	-0.025	0.008	0.5
1 g (-)	-0.083 7	0.001 4	-0.086	0.010	0.2
1 g (*)	-0.015 0	0.001 3	-0.016	0.010	0.1
2 g (-)	0.052 9	0.002 1	0.052	0.012	0.1
2 g (*)	-0.185 1	0.002 1	-0.186	0.012	0.1

Tabla 2 – Error normalizado estimado entre los valores de la corrección del valor de masa convencional de las pesas auxiliares e incertidumbre expandida obtenidos a partir de la calibración de la microbalanza y los valores extraídos del certificado de calibración de las pesas de INTI.

Masas Auxiliares LATU 1	Corrección masa convencional Microbalanza / mg	$U(k = 2)$ / mg	Corrección masa convencional certificado de calibración / mg	$U(k = 2)$ / mg	E_n
0.5 g (-)	0.002 0	0.001 9	0.002 7	0.002 5	0.2
0.5 g (*)	0.002 3	0.001 8	0.001 7	0.002 5	-0.2
1 g (-)	0.000 2	0.001 8	-0.000 4	0.003 3	-0.2
1 g (*)	0.004 3	0.001 9	0.005 3	0.003 3	0.3
2 g (-)	0.007 8	0.002 8	0.007 0	0.004 0	-0.2
2 g (*)	0.001 0	0.002 8	0.001 8	0.004 0	0.2

Tabla 3 – Error normalizado estimado entre los valores de la corrección del valor de masa convencional de las pesas auxiliares e incertidumbre expandida obtenidos a partir de la calibración de la microbalanza y los valores extraídos del certificado de calibración de las pesas de LATU 1.

Masas Auxiliares CENAM	Corrección masa convencional Microbalanza / mg	$U(k = 2)$ / mg	Corrección masa convencional certificado de calibración / mg	$U(k = 2)$ / mg	E_n
0.5 g (c)	-0.000 2	0.001 6	-0.000 2	0.002 6	0.0
0.5 g (a)	0.001 8	0.001 6	0.001 4	0.002 7	0.1
1 g (188)	0.001 3	0.001 7	0.001 4	0.003 1	0.0
1 g (18c)	0.002 6	0.001 7	0.002 7	0.003 3	0.0
2 g (1cb)	-0.000 2	0.002 8	-0.000 2	0.003 6	0.0
2 g (1cd)	-0.000 4	0.002 8	-0.000 7	0.003 6	0.1

Tabla 4 – Error normalizado estimado entre los valores de la corrección del valor de masa convencional de las pesas auxiliares e incertidumbre expandida obtenidos a partir de la calibración de la microbalanza y los valores extraídos del certificado de calibración de las pesas de CENAM.

Masas Auxiliares INACAL	Corrección masa convencional Microbalanza / mg	$U(k = 2)$ / mg	Corrección masa convencional certificado de calibración / mg	$U(k = 2)$ / mg	E_n
0.5 g (-)	-0.001 4	0.002 0	-0.001 4	0.002 5	0.0
0.5 g (*)	-0.003 5	0.002 0	-0.003 1	0.002 5	0.1
1 g (-)	0.000 7	0.002 0	0.003 2	0.003 3	0.6
1 g (*)	-0.000 7	0.002 0	-0.001 0	0.003 3	-0.1
2 g (-)	0.002 0	0.002 0	0.000 8	0.004 0	-0.3
2 g (*)	0.001 6	0.002 0	-0.000 2	0.004 0	-0.4

Tabla 5 – Error normalizado estimado entre los valores de la corrección del valor de masa convencional de las pesas auxiliares e incertidumbre expandida obtenidos a partir de la calibración de la microbalanza y los valores extraídos del certificado de calibración de las pesas de INACAL.

Masas Auxiliares INM	Corrección masa convencional Microbalanza / mg	$U(k = 2)$ / mg	Corrección masa convencional certificado de calibración / mg	$U(k = 2)$ / mg	E_n
0.5 g (-)	0.000 8	0.002 1	0.001	0.002	0.1
0.5 g (*)	0.005 6	0.002 1	0.005	0.008	0.1
1 g (-)	0.001 4	0.002 2	0.002	0.003	0.2
1 g (*)	0.004 1	0.002 6	0.004	0.010	0.0
2 g (-)	-0.002 9	0.003 6	-0.003	0.004	0.0
2 g (*)	0.012 6	0.003 6	0.013	0.004	0.1

Tabla 6 – Error normalizado estimado entre los valores de la corrección del valor de masa convencional de las pesas auxiliares e incertidumbre expandida obtenidos a partir de la calibración de la microbalanza y los valores extraídos del certificado de calibración de las pesas de INM.

Masas Auxiliares CESMEC	Corrección masa convencional Microbalanza / mg	$U(k = 2)$ / mg	Corrección masa convencional certificado de calibración / mg	$U(k = 2)$ / mg	E_n
0.5 g (-)	-0.000 2	0.003 4	0.000 4	0.002 5	0.1
0.5 g (*)	0.002 7	0.003 1	0.000 9	0.002 5	-0.4
1 g (-)	0.001 8	0.003 7	0.000 6	0.003 0	-0.2
1 g (*)	0.005 9	0.003 8	0.000 4	0.003 0	-1.1
2 g (-)	0.004 5	0.005 2	0.003 0	0.004 0	-0.2
2 g (*)	0.012 3	0.005 2	0.010 0	0.004 0	-0.4

Tabla 7 – Error normalizado estimado entre los valores de la corrección del valor de masa convencional de las pesas auxiliares e incertidumbre expandida obtenidos a partir de la calibración de la microbalanza y los valores extraídos del certificado de calibración de las pesas de CESMEC.

Masas Auxiliares LATU 2	Corrección masa convencional Microbalanza / mg	$U(k = 2)$ / mg	Corrección masa convencional certificado de calibración / mg	$U(k = 2)$ / mg	E_n
0.5 g (-)	0.001 6	0.001 8	0.002 7	0.002 5	0.4
0.5 g (*)	0.002 2	0.001 7	0.001 7	0.002 5	-0.2
1 g (-)	-0.000 1	0.002 0	-0.000 4	0.003 3	-0.1
1 g (*)	0.005 2	0.002 1	0.005 3	0.003 3	0.0
2 g (-)	0.007 8	0.002 9	0.007 0	0.004 0	-0.2
2 g (*)	0.001 7	0.002 9	0.001 8	0.004 0	0.0

Tabla 8 – Error normalizado estimado entre los valores de la corrección del valor de masa convencional de las pesas auxiliares e incertidumbre expandida obtenidos a partir de la calibración de la microbalanza y los valores extraídos del certificado de calibración de las pesas de LATU 2.

Masas Auxiliares LACOMET	Corrección masa convencional Microbalanza / mg	$U(k = 2)$ / mg	Corrección masa convencional certificado de calibración / mg	$U(k = 2)$ / mg	E_n
0.5 g (-)	0.004 0	0.001 0	0.006 1	0.003 8	0.5
0.5 g (*)	0.006 7	0.001 0	0.007 5	0.002 5	0.3
1 g (-)	0.001 3	0.001 3	0.002 2	0.004 8	0.2
1 g (*)	0.002 3	0.001 4	0.002 6	0.003 0	0.1
2 g (-)	0.006 1	0.002 3	0.012 1	0.005 6	1.0
2 g (*)	0.007 5	0.002 3	0.012 3	0.005 5	0.8

Tabla 9 – Error normalizado estimado entre los valores de la corrección del valor de masa convencional de las pesas auxiliares e incertidumbre expandida obtenidos a partir de la calibración de la microbalanza y los valores extraídos del certificado de calibración de las pesas de LACOMET.

Masas Auxiliares LATU 3	Corrección masa convencional Microbalanza / mg	$U(k = 2)$ / mg	Corrección masa convencional certificado de calibración / mg	$U(k = 2)$ / mg	E_n
0.5 g (-)	0.002 3	0.001 8	0.002 7	0.002 5	0.1
0.5 g (*)	0.002 5	0.001 8	0.001 7	0.002 5	-0.3
1 g (-)	-0.000 5	0.002 0	-0.000 4	0.003 3	0.0
1 g (*)	0,004 9	0,002 1	0.005 3	0.003 3	0.1
2 g (-)	0.006 7	0.002 5	0.007 0	0.004 0	0.1
2 g (*)	0.001 3	0.002 5	0.001 8	0.004 0	0.1

Tabla 10 – Error normalizado estimado entre los valores de la corrección del valor de masa convencional de las pesas auxiliares e incertidumbre expandida obtenidos a partir de la calibración de la microbalanza y los valores extraídos del certificado de calibración de las pesas de LATU 3.

De los resultados obtenidos en los puntos 3.1 y 3.2 se desprende que el método nos brinda una buena confiabilidad y estabilidad. por lo que se considera validado.

4. DISCUSIÓN

La mejora continua y el desarrollo de productos con mayor calidad donde intervienen mediciones de masas en el orden de los microgramos y nanogramos demandan incertidumbres más pequeñas de medida. El método alternativo de calibración de microbalanzas propuesto es una opción para obtener incertidumbres de calibración menores en comparación con los métodos tradicionales (Guía SIM MWG7/cg-01/v.00 [1]), tal como se observa en las Figuras 4 y 5.

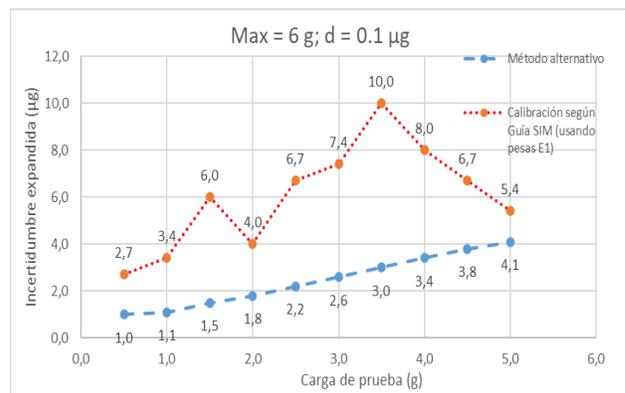


Fig. 4. Comparación de incertidumbre expandida obtenida por el método alternativo vs método tradicional en cada punto calibrado de una balanza de capacidad máxima 6 g y división de 0.1 µg.

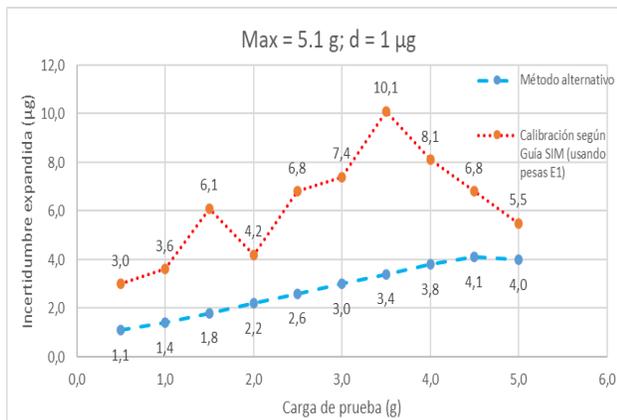


Fig. 5. Comparación de incertidumbre expandida obtenida por el método alternativo vs método tradicional en cada punto calibrado de una balanza de capacidad máxima 5.1 g y división de 1 µg.

De los resultados y experiencias adquiridas se identificaron como ventajas y desventajas asociadas al método alternativo las cuales se detallan a continuación:

Ventajas

- Se logra una menor incertidumbre de calibración, teniendo como única referencia la pesa patrón utilizada y asumiendo que el error en cero es cero.
- Sólo se necesita una pesa calibrada (la mayor capacidad)
- Se calibran pesas auxiliares que pueden utilizarse como patrones de verificación en comprobaciones intermedias del instrumento.

Desventajas:

- El tiempo y esfuerzo de calibración es considerablemente mayor.
- La pesa calibrada debe ser E₁.
- La incertidumbre de calibración depende esencialmente de la repetibilidad y de la excentricidad del instrumento.
- Al utilizar una única pesa patrón como referencia y asumir que el error en cero es cero, se obtiene una regresión lineal con una única referencia.

5. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se validó que para la calibración de una balanza se obtienen errores consistentes en su calibración y en los valores de las masas auxiliares utilizadas aplicando el método y modelo matemático planteados, quedando para

estudios posteriores la determinación de la robustez del método en sí mismo mediante simulaciones numéricas con diferentes valores de patrones de masa, así como la optimización del método en lo que se refiere al tiempo invertido en la calibración, además de la aplicación de otros modelos matemáticos para evaluar su influencia en los resultados obtenidos.

A partir de los resultados obtenidos y la experiencia adquirida con el trabajo realizado se terminó el primer borrador de la Guía SIM para calibración de microbalanzas con criterios armonizados generales para su aplicación.

El documento ha sido enviado para su revisión a los expertos técnicos del subgrupo de masa del SIM MWG7.

Se publicará en la página oficial del SIM para consulta y está en proceso la traducción al inglés.

AGRADECIMIENTOS

Los autores del presente trabajo agradecen al Sistema Interamericano de Metrología (SIM) y al Banco Interamericano de Desarrollo (BID) por apoyar esta investigación, a través del proyecto SIM-BID-ATN/OC-15264-RG "Fortalecimiento de los Institutos Nacionales de Metrología en el Hemisferio, en apoyo a las tecnologías emergentes, CALIBRACIÓN DE MICROBALANZAS DE INSTRUMENTOS DE PESAJE".

REFERENCIAS

- [1] Guía para la calibración de los instrumentos para pesar de funcionamiento no automático SIM MWG7/cg-01 /V.00 (2009).
- [2] Kornblit, F., Leiblich, J., Sanchez, J. "Método alternativo para la determinación de errores de indicación y de linealidad en microbalanzas", Simposio de Metrología CENAM, 2012.
- [3] Valcu A., The provision of Mass Calibrations for Micro/Mano Force Measurements ICQNM 2013: The Seventh International Conference on Quantum, Nano and Micro Technologies.
- [4] "Estudio de factibilidades para la fabricación de pesas con valores de masa inferiores al miligramo" Trabajo Final Rubén Quille UNSAM/INCALIN 2020.
- [5] Leon Chao, Frank Seifert, Darine Haddad, The Design and Development of a Tabletop Kibble Balance at NIST, IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, Vol. 68, No. 6, June 2019.

- [6] Gordon A. Shaw, Scaling of Mass and Force Using Electrical Metrology- U.S. National Institute of Standards and Technology (NIST), CPEM 2018.
- [7] International Recommendation OIML R 76-1 Non-automatic weighing instruments, Part 1: Metrological and technical requirements—Tests. Edition (E) 2006.
- [8] EURAMET Calibration Guide No. 18 Guidelines on the Calibration of Non-Automatic Weighing Instruments, version 4.0 (11/2015).

GUÍA PARA ESTIMAR EL VOLUMEN A CONDICIONES DE REFERENCIA PARA GAS LICUADO PETROLEO, ASÍ COMO SU INCERTIDUMBRE ASOCIADA A LA MEDICIÓN

Juan José Mercado Pérez
Centro Nacional de Metrología
Km 4.5 Carretera a Los Cues, Municipio el Marqués, Querétaro, México
52 (442) 211 0501, Ext. 3814, jmercado@cenam.mx

Resumen: Cualquier persona (física o moral) que fabriquen, produzcan, procesen, transporten, almacenen, incluyendo almacenamiento para usos propios, distribuyan o enajenen cualquier tipo de hidrocarburo o petrolífero, está obligado a entregar reportes de Controles Volumétricos por el Sistema de Administración Tributaria (SAT) con lo establecido en el artículo 28 del Código Fiscal de la Federación (CFF) y la Resolución Miscelánea Fiscal (RMF) 2022. El Proyecto de Norma Oficial Mexicana PROY-NOM-259-SE-2021, “Sistemas para medición y despacho de Gas L.P., requisitos y especificaciones.”, (se encuentra en consulta pública), incluye modelos matemáticos para realizar la corrección del volumen de Gas Licuado Petróleo (GLP), sin enunciar las incertidumbres asociadas por la simplificación del modelo matemático, ni desviación que esta simplificación pueda generar. En este documento se da una guía para llevar el volumen de GLP, de condiciones de medición a condiciones de referencia, así como su estimación de incertidumbre. Se compararán los resultados de los volúmenes a condiciones de referencia obtenidos utilizando el procedimiento indicado por los documentos del “Manual of Petroleum Measurement Standards, American Petroleum Institute” (MPMS API) y el procedimiento citado por el Proyecto de Norma Oficial Mexicana PROY-NOM-259-SE-2021, emitiendo una propuesta de los valores constantes a utilizar. Se analizará la incertidumbre expandida que se pueden obtener típicamente con los sistemas de medición de GLP. Este estudio puede servir de referencia a más de 3512 personas físicas o morales (al cierre del 2014^[13, Pto: 3.2.4]).

1. INTRODUCCIÓN

En regiones y países en desarrollo, los combustibles sólidos, como la leña, están siendo reemplazados por el GLP; esto se debe a que este combustible es una excelente opción frente a otros al considerar sus propiedades, tales como: portabilidad, alto poder calorífico y bajas emisiones de carbono. Casi la mitad de la demanda de GLP se concentra en el sector residencial, en donde se utiliza para la cocción de alimentos y calefacción principalmente.

Los permisos de transporte para el transporte del GLP son otorgados por la Comisión Reguladora de Energía (CRE), para cualquier destino del territorio nacional, conforme a las disposiciones administrativas de carácter general que al efecto emita la CRE.

La distribución comprende actividades de adquirir, recibir, guardar y, en su caso conducir el gas, para su expendio. La distribución puede llevarse a cabo mediante ductos, autotanques, vehículos de reparto, recipientes portátiles, recipientes transportables sujetos a presión, así como los demás medios que establezca la CRE en las disposiciones administrativas de carácter general que emita. La infraestructura para el transporte de GLP se integra por diversos sistemas de ductos, autotanques,

buques gaseros y tractocamiones con semi-remolques que son de propiedad privada.

En el caso de los permisos de distribución mediante estaciones de gas L.P para carburación, la CRE tiene al menos 2 550 permisos y 962 permisos para plantas de distribución cifras al cierre del 2014^[13, Pto:3.2.4].

En México cualquier persona (física o moral) que fabrique, produzca, procese, transporte, almacene, incluyendo almacenamiento para usos propios, distribuya o enajene cualquier tipo de hidrocarburo o petrolífero, está obligada a entregar reportes de Controles Volumétricos por el Sistema de Administración Tributaria (SAT) con lo establecido en el artículo 28 del Código Fiscal de la Federación (CFF) y la Resolución Miscelánea Fiscal (RMF) 2022. Las condiciones de referencia en los reportes de controles volumétricos de GLP deben estar a las siguientes condiciones de referencia^[4, Pto: 30.5.1, inciso d), punto 2]: temperatura 20 °C (293.15 K) y presión absoluta 101 325 k Pa (1 atmósfera).

En este documento no se abordan las correcciones que intervienen en el transporte marítimo, solo aquellas mediciones que se realizan a través de un medidor de flujo. El procedimiento para cambiar las condiciones de referencia para GLP, se encuentran descritas en Capítulo 11 parte 2 del MPMS API.

El Proyecto de Norma Oficial Mexicana PROY-NOM-259-SE-2021, “Sistemas para medición y despacho de Gas L.P., requisitos y especificaciones.”, provee modelos matemáticos para realizar la corrección del volumen de Gas Licuado Petróleo (GLP). Este Proyecto de Norma Oficial Mexicana^[3] en el punto 7.3.8.9.1 enuncia que “La estimación de la incertidumbre expandida del error de indicación de volumen o masa debe ser menor de 1/5 del EMT durante la evaluación del modelo y un tercio del EMT para las ...”. Esta estimación debe estar acorde a la Norma Mexicana NMX-CH-140-IMNC-2002.

2. DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO PLANTEADO EN EL CAPITULO 11, SECCIÓN 2 DEL MPMS API Y EL MODELO PROPUESTO POR EL PROYECTO DE NORMA PROY-NOM-259-SE-2021, PARA LLEVAR A CONDICIONES DE REFERENCIA EL VOLUMEN DE GLP CONOCIDO A CONDICIONES DE MEDICIÓN.

Ambos procedimientos tienen en común los siguientes puntos

2.1.1 Modelo matemático

El modelo matemático para estimar el caudal volumétrico a condiciones de medición es el siguiente:

$$Q = \frac{N}{t \cdot k} MF \tag{1}$$

En donde:

- Q es el caudal a condiciones de medición [m^3/s],
- N es el número de pulsos [pulsos],
- t es el tiempo de colección de pulsos [s],
- k es el factor k del medidor [pulsos/ m^3],
- MF es el factor de calibración [--].

Para llevar el volumen del cuerpo del medidor a condiciones de medición se corrige por factor de corrección por temperatura en el cuerpo del medidor (CTS) y por el factor de corrección por efecto de deformación elástica en el cuerpo del medidor (CPS). Para corregir el volumen del GLP a condiciones de referencia (20 °C y 101 325 Pa), se requiere corregir por el efecto de la temperatura en el fluido CTL y corregir por el efecto de la presión en el fluido CPL, aplicando estos factores el modelo matemático queda:

$$Q_v = Q \cdot CTL \cdot CPL \cdot CTS \cdot CPS \tag{2}$$

En donde:

- Q_v Es el caudal volumétrico a condiciones de referencia [m^3/s],
- CTL Factor de corrección por temperatura en el GLP,
- CPL Factor de corrección por presión en el GLP,

- CTS Factor de corrección por temperatura en el cuerpo del medidor,
- CPS Factor de corrección por efecto de deformación elástica en el cuerpo del medidor,

La corrección por expansión térmica en el cuerpo del medidor “CTS”, se realiza con el siguiente modelo:

$$CTS = 1 + \alpha (T_{med} - T_{ref}) \tag{3}$$

En donde:

- α Coeficiente cúbico de expansión térmica del material de fabricación del cuerpo del medidor [$1/^\circ C$],
- T_{med} Temperatura durante la medición [$^\circ C$],
- T_{ref} Temperatura de referencia expresada en el certificado de calibración [$^\circ C$].

El coeficiente cúbico de expansión térmica esta dado por:

$$\alpha = 3 \frac{\int_{T_{ref}}^{T_{med}} P(T) dT}{T_{med} - T_{ref}} \tag{4}$$

En donde:

$P(T)$ es una función del coeficiente de expansión térmica lineal del material con respecto a la temperatura^[5, tabla: 2-4.3], es muy frecuente asignar un valor del coeficiente cúbico de expansión térmica para el material como una constante, aunque es necesario conocer la dispersión de los resultados por esta consideración. Para fines de comparación se utilizará un polinomio de tercer grado^[5, tabla 2-4.3], comparándolo con el valor propuesto en el Proyecto de Norma Mexicana NOM-259-SE-2021.

La corrección por efecto de la deformación elástica en el material del medidor provocada por la presión del fluido “CPS”, se utiliza el siguiente modelo:

$$CPS = 1 + \frac{P_g \cdot D_i}{E \cdot w} \tag{5}$$

En donde:

- P_g Presión manométrica del fluido durante la medición [kPa],
- D_i diámetro interno del medidor [m],
- E módulo de elasticidad del material del medidor [kPa],
- w Espesor de la pared del medidor [m].

2.1 METODOLOGIA PROPUESTA POR EL MPMS API CAPITULO 11, SECCIÓN 2.

2.1.1 Determinación del CTL

Para determinar el valor del CTL, se realiza el siguiente procedimiento:

- La tabla 60 MPMS API 11.2.4, se utiliza para estimar el valor del CTL para el GLP a temperatura de referencia de 20 °C, este

procedimiento requiere como entrada la densidad a 20 °C (ρ_{20} , [kg/m³]),

- Con la tabla 59E del MPMS API 11.2.4, se estima la densidad a 20 °C, utilizando como entrada: la densidad a temperatura observada (ρ_x , [kg/m³]) y la temperatura observada (T_F , [°C]).

2.1.2 Determinación del CPL

Los pasos a seguir para la determinación del CPL, son:

- El procedimiento indicado en el MPMS API 11.2.2, es utilizado para determinar el CPL, requiriendo como entrada, la presión de medición y la presión de vapor del GLP (P_e , [psia]), y la presión a condiciones de medición (P_m , [psia]).
- La determinación de la presión de vapor P_e , se hace uso del procedimiento indicado en el documento MPMS API 11.2.5, el cual requiere como dato de entrada la densidad relativa a 60 °F (γ_{60}).
- La determinación de la densidad relativa a 60 °F se estima utilizando el procedimiento de la tabla 23 del documento MPMS API 11.2.4, el cual tiene como datos de entrada la densidad relativa observada (γ_x) y la temperatura observada (T_F , [°F]). Si la determinación de la densidad se realizó utilizando un hidrómetro de vidrio (γ_x^*), será necesario realizar la corrección indicada en el punto 5.1.2 del MPMS API 11.2.4.

Es importante mencionar que el factor de corrección CPL se estima a la presión de vapor del fluido, no para 101 325 Pa.

2.2 METODOLOGIA PROPUESTA POR EL PROYECTO DE NORMA MEXICANA PROY-NOM-259-SE-2021.

2.2.1 Determinación del CTL

En el punto 7.3.8.3^[3], el modelo matemático que se propone para estimar el coeficiente de corrección por efecto de la expansión volumétrica del fluido (CTL) es:

$$CTL = 1 + \beta(T_{med} - T_{ref}) \quad (6)$$

En donde:

β Coeficiente de expansión volumétrico del GLP a temperatura de referencia. 0.002 30 [1/°C] para una mezcla de propano (60 %) y butano (40 %) a 20 °C.

Nota: Es importante mencionar que en el punto 5.7.4 del proyecto de Norma Mexicana NOM-259-SE-2021, menciona lo siguiente: “Para calcular este

efecto adicional, el coeficiente de dilatación térmica del Gas L.P. se redondeará a 1×10^{-3} por grado Celsius.”

2.2.2 Determinación del CPL

En el punto 7.3.8.4^[3], se propone el siguiente modelo matemático para estimar el factor de corrección por presión en el fluido (CPL),

$$CPL = \frac{1}{1 - P \cdot F} \quad (7)$$

En donde:

P Es la presión del fluido durante la medición.

F Factor de compresibilidad del GLP, $5.4E-7$ para GLP (Propano 60 % y butano 40 %) a una temperatura de (22 a 25) °C.

2.3 CONTRIBUCIONES PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE.

Ambas metodologías que aborda este documento toman en cuenta la medición de los elementos secundarios de medición (temperatura, presión y densidad), las cuales se describen a continuación:

- Pulsos emitidos por el medidor de flujo. La variación que se propone para esta variable es de ± 1 pulso. La distribución de probabilidad que se le asocia a esta variable es uniforme.
- Presión de medición (presión del fluido en el medidor durante la medición). Las contribuciones que se toman en cuenta son:
 - la calibración del sistema de medición de presión,
 - la resolución del instrumento y
 - deriva

La contribución por calibración se puede atribuir una función de densidad de probabilidad tipo normal, mientras que la contribución resolución del instrumento pueden interpretarse como de tipo uniforme.

- Temperatura de medición (temperatura en el medidor durante la medición). Las siguientes contribuciones son tomadas en cuenta:
 - calibración del sistema de medición de temperatura, en este documento se le asigna una distribución normal,
 - resolución, a la cual se le asigna una distribución de probabilidad tipo uniforme,
 - deriva, asociándole una función de probabilidad tipo uniforme.
- Temperatura de observación (temperatura de la muestra para la determinación de la densidad). Si el sistema de medición de flujo cuenta con un densímetro a frecuencia, la temperatura puede obtenerse del sensor de temperatura del instrumento. Si la densidad se determina a partir de una muestra del GLP, por ejemplo, mediante

un densímetro de inmersión, es probable que el instrumento para medir la temperatura sea un termómetro del tipo de líquido en vidrio. Cualquiera que sea el caso, las contribuciones que se toman en cuenta son:

- La expresada en el certificado de calibración, a dicha contribución se le asocia una distribución de probabilidad tipo normal,
- Resolución, la distribución de probabilidad que se le asocia a esta variable es uniforme,
- Deriva, la distribución de probabilidad de densidad asociada a esta variable se propone del tipo uniforme.
- Densidad del fluido a la temperatura de observación. A esta variable se consideran las siguientes contribuciones:
 - La expresada en el certificado calibración (distribución normal),
 - Resolución (distribución tipo uniforme),
 - Deriva (distribución tipo uniforme).

Notas:

- ✓ Las contribuciones para la estimación de la incertidumbre para la temperatura observada (temperatura durante a medición de la densidad) y la temperatura de medición (temperatura del fluido durante la medición volumétrica o másica) son las mismas que las consideradas para este ejercicio.
- ✓ Las contribuciones expresadas para cada una de las variables en este documento son enunciativas mas no limitativas.
- Contribuciones para la estimación de la incertidumbre del CTS.
 - Coeficiente cúbico de expansión térmica del material del medidor, la incertidumbre estándar que puede atribuirse a esta variable está en función del valor propuesto por el fabricante o la literatura, en base a una distribución uniforme.
- Contribuciones para la estimación de la incertidumbre para el CPS.
 - Diámetro de la tubería, Di: El diámetro de la tubería debe ser estimado a partir de las mediciones. Para esta fuente se asume una distribución de probabilidad uniforme.
 - Espesor de pared del probador, w: De acuerdo con las tolerancias de fabricación de tuberías, el espesor de una tubería en particular puede variar entre un valor de espesor mínimo y un máximo. De acuerdo con dicha información, es posible atribuir una distribución de probabilidad rectangular a esta contribución. Un valor conservador de

incertidumbre estándar para esta variable es de 1 mm.

- Módulo de elasticidad, E: De acuerdo con la bibliografía, la mejor estimación para esta variable es de $20.5 \cdot 10^{10}$ Pa y se basa en la hipótesis de que el material con que está fabricado el probador es acero suave y se considera isotrópico.

A continuación, se describen las particularidades de cada metodología en análisis.

2.3.1 Consideraciones de las variables para la estimación de la incertidumbre propuestas por el MPMS API Capítulo 11, Sección 2.

El valor de la incertidumbre asociada a la variable la CTL, se encuentra declarada en el punto 11.1.4 del documento MPMS API 11.1^[6], dicha incertidumbre expandida está en función de la temperatura.

La incertidumbre expandida asociada a la variable CPL se encuentra definida en el punto 11.2.2.7 del MPMS API 11.2.2^[7].

2.3.2 Consideraciones de las variables para la estimación de la incertidumbre propuestas en el Proyecto de Norma Mexicana PROY-NOM-259-SE-2021

El punto 7.3.8.9 de la Propuesta de Norma Mexicana, hace referencia a la Norma Mexicana NMX-CH-140-IMNC-2002, este documento enuncia el procedimiento a seguir para la estimación de la incertidumbre, no se abordan particularidades para la estimación del CTL y CPL para GLP.

3. RESULTADOS

El Proyecto de Norma Mexicana NOM-259-SE-2021 contempla los siguientes intervalos y valores:

- Densidad de 507 kg/m^3 a 575 kg/m^3 .
- Coeficiente cúbico de expansión térmica del material del medidor $4.77\text{e-}5 [1/^\circ\text{C}]$ acero inoxidable 316 y $3.4\text{e-}5 [1/^\circ\text{C}]$ para el acero bajo carbono^[3, Pto: 7.3.8.1],
- Temperatura de referencia $20 \text{ }^\circ\text{C}$ ^[3, Pto: 7.3.8.1],
- Valor del coeficiente de expansión volumétrica del GLP de $0.002 \text{ } 30 [1/^\circ\text{C}]$ ^[3, pto: 7.3.8.3], o el coeficiente de dilatación térmica del GLP con un valor de $1 \times 10^{-3} [1/^\circ\text{C}]$ ^[3, Pto: 5.7.4].
- Factor de compresibilidad del GLP con un valor de $5.4\text{e-}7$, (propano 60 % y butano 40 %) a una temperatura de $22 \text{ }^\circ\text{C}$ a $25 \text{ }^\circ\text{C}$ ^[3, Pto: 7.3.8.4].

Para este ejercicio se consideran lo siguiente:

- Mezcla (60 % de propano y 40 % de butano),
- Temperatura de medición de $22 \text{ }^\circ\text{C}$ a $25 \text{ }^\circ\text{C}$,

- Densidad dentro del alcance de 507 kg/m³ a 575 kg/m³
- Presión desde 110 psig a 130 psig

3.1. Resultados obtenidos utilizando el procedimiento descrito en la propuesta del Proyecto de Norma Mexicana NOM-059-SE-2021, con respecto a valores sugeridos.

Con la norma ISO 2533 se estimó la presión atmosférica considerando una ubicación geográfica ubicada a 1 969 m sobre el nivel medio del mar y una temperatura promedio ambiental de 18 °C. Utilizando la base de datos de referencia para estimar las propiedades de la mezcla del fluido del NIST, con el uso del programa de REFPROP^[11], se estimó el valor de compresibilidad isotérmica, densidad y coeficiente cúbico de expansión térmica, para diferentes temperaturas y presiones, para la mezcla de GLP.

Compresibilidad isotérmica [1/Mpa]				
Pres _{abs} / Temp	22.00	23.00	24.00	25.00
0.838 846	0.004 345	0.004 429	0.004 515	0.004 604
0.873 319	0.004 338	0.004 421	0.004 507	0.004 595
0.907 793	0.004 331	0.004 414	0.004 499	0.004 587
0.942 267	0.004 323	0.004 406	0.004 492	0.004 579
0.976 741	0.004 316	0.004 399	0.004 484	0.004 571

Tabla 1.- Valores de la compresibilidad isotérmica para diferentes valores de presión [MPa] y temperatura [°C].

Densidad [kg/m ³]				
Pres _{abs} / Temp	22.00	23.00	24.00	25.00
0.838 846	529.10	527.71	526.32	524.91
0.873 319	529.18	527.79	526.40	524.99
0.907 793	529.26	527.88	526.48	525.08
0.942 267	529.34	527.96	526.56	525.16
0.976 741	529.42	528.04	526.64	525.24

Tabla 2.- Valores de densidad a diferentes valores de presión [MPa] y temperatura [°C].

Expansibilidad volumétrica [1/K]				
Pres _{abs} / Temp	22.00	23.00	24.00	25.00
0.838 846	0.002 617	0.002 641	0.002 665	0.002 689
0.873 319	0.002 614	0.002 638	0.002 662	0.002 686
0.907 793	0.002 612	0.002 635	0.002 659	0.002 683
0.942 267	0.002 609	0.002 632	0.002 656	0.002 680
0.976 741	0.002 606	0.002 629	0.002 653	0.002 677

Tabla 3.- Valores para el coeficiente cúbico de expansión térmica a diferentes valores de presión [MPa] y temperatura [°C].

La determinación del coeficiente cúbico de expansión térmica para el medidor se obtuvo utilizando el teorema del valor medio para la integral del polinomio^[5, Tabla 2-4.3], teniendo como límites la temperatura de medición y la temperatura de

referencia, para el acero al carbón (Carbon steel: carbon-moly steel),

Coeficiente cúbico de expansión térmica [1/°C]			
22.00	23.00	24.00	25.00
3.269 7E-05	3.270 9E-05	3.272 1E-05	3.273 3E-05

Tabla 4.- Valores de coeficientes cúbicos de expansión térmica para el acero al carbono a diferentes valores de temperatura [°C].

Las diferencias por variaciones en las constantes se describe a continuación:

- La mayor desviación absoluta (-0.000 6 %) para el CTS se obtiene para temperaturas de medición para 25 °C.
- El CPS no presenta diferencias, los valores del módulo de elasticidad y propiedades geométricas y dimensionales son las mismas.
- Para una presión menor y una temperatura mayor se presenta la mayor diferencia del CTL, siendo esta del orden de -0.197 %.

CTL				
Pres _{abs} / Temp	22.00	23.00	24.00	25.00
0.838 846	-0.064 %	-0.103 %	-0.147 %	-0.197 %
0.873 319	-0.063 %	-0.102 %	-0.146 %	-0.195 %
0.907 793	-0.063 %	-0.101 %	-0.145 %	-0.194 %
0.942 267	-0.062 %	-0.100 %	-0.144 %	-0.192 %
0.976 741	-0.061 %	-0.099 %	-0.142 %	-0.191 %

Tabla 5.- Diferencias relativas del CTL a diferentes valores de presión [MPa] y temperatura [°C].

- A mayor presión y mayor temperatura se presenta la desviación más importante del CPL, obteniendo un valor de 0.396 %.

CPL				
Pres _{abs} / Temp	22.00	23.00	24.00	25.00
0.838 846	0.320 %	0.327 %	0.335 %	0.342 %
0.873 319	0.333 %	0.340 %	0.348 %	0.356 %
0.907 793	0.345 %	0.353 %	0.361 %	0.369 %
0.942 267	0.358 %	0.366 %	0.374 %	0.382 %
0.976 741	0.370 %	0.379 %	0.387 %	0.396 %

Tabla 6.- Diferencias relativas del CPL a diferentes valores de presión [MPa] y temperatura [°C].

3.2. Resultados obtenidos utilizando el procedimiento descrito en los documentos del MPMS API.

Las diferencias obtenidas comparando el procedimiento (constantes) descritos en el Proyecto de Norma Mexicana^[3] y el documento MPMS API, se consideraron los valores de las densidades presentadas en la Tabla 2, la corrección que se propone por utilizar hidrómetro de cristal y el coeficiente cúbico de expansión térmica del material

del medidor (ver tabla 4), obteniendo los siguientes resultados:

- La mayor diferencia del CTS se obtiene para temperatura mayores (utilizada para este análisis es de 25 °C), esta diferencia es del orden de 0.0006 %.
- No existe cambio en el valor del CPS ya que las variables que se relacionan en el modelo matemático son las mismas.
- Para una presión menor y una temperatura mayor se presenta la mayor desviación del CTL, siendo esta del orden de 0.122 %.

CTL				
Pres _{abs} / Temp	22.00	23.00	24.00	25.00
0.838 846	0.044 %	0.069 %	0.094 %	0.122 %
0.873 319	0.043 %	0.068 %	0.093 %	0.121 %
0.907 793	0.043 %	0.068 %	0.093 %	0.121 %
0.942 267	0.043 %	0.067 %	0.092 %	0.120 %
0.976 741	0.043 %	0.067 %	0.092 %	0.120 %

Tabla 7.- Diferencias relativas del CTL a diferentes valores de presión [MPa] y temperatura [°C].

- A mayor presión y menor temperatura se presenta el sesgo más importante del CPL, obteniendo un valor de -0.157 %.

CPL				
Pres _{abs} / Temp	22.00	23.00	24.00	25.00
0.838 846	-0.105 %	-0.095 %	-0.095 %	-0.085 %
0.873 319	-0.113 %	-0.113 %	-0.113 %	-0.103 %
0.907 793	-0.131 %	-0.131 %	-0.121 %	-0.121 %
0.942 267	-0.139 %	-0.139 %	-0.139 %	-0.129 %
0.976 741	-0.157 %	-0.157 %	-0.147 %	-0.147 %

Tabla 8.- Diferencias relativas del CPL a diferentes valores de presión [MPa] y temperatura [°C].

3.3. Estimación de la incertidumbre

Con la metodología propuesta por el Proyecto de Norma Mexicana^[3] no es posible estimar la incertidumbre de los resultados de la medición, por no presentar declaración de las incertidumbres asociadas a las constantes:

- Factor de compresibilidad del GLP o al CPL,
- Coeficiente cúbico de expansión térmica del GLP,
- Coeficiente cúbico de expansión térmica del material del medidor.

El proyecto de norma indica que “La estimación de la incertidumbre expandida del error de indicación de volumen o masa debe ser menor de 1/5 del EMT durante la evaluación de modelo y un tercio del EMT para las siguientes evaluaciones:”^[3, Pto:7.3.8.9].

3.3.1 Estimación de la incertidumbre acorde a la metodología descrita por el API.

Para este análisis se hacen dos consideraciones en la medición de presión y temperatura:

- La incertidumbre expandida máxima permitida en la medición de temperatura será igual o menor que la clase de exactitud, es decir, menor o igual que 0.3 °C^[3, Pto:6.14].
- La incertidumbre expandida máxima permitida en la medición de presión será igual o menor que la clase de exactitud, es decir, menor o igual que 2.5 % de la lectura^[3, Pto: 6.13]. Considerando que la presión manométrica promedio es de 810.134 kPa, la incertidumbre máxima permitida será de 20.253 kPa.

Las incertidumbres de las contribuciones restantes se encuentran indicadas en el punto 2.1 de este documento.

La incertidumbre expandida porcentual relativa estimada para la medición del caudal a condiciones base es de 0.47%.

4. ANÁLISIS

En este documento dividiremos el análisis en tres puntos:

1. Valores constantes proporcionados en el Proyecto de Norma Mexicana^[3],
 - Valor propuesto constante para la expansión térmica del material del medidor “CTS”. El valor que debe de utilizarse es el proporcionado por el fabricante, en caso de no hacerlo, alguna normatividad como la ASME PTC 19.5^[5], proporciona las constantes para un polinomio, para acero al carbón, considerando una temperatura entre 22 °C a 25 °C, puede emplearse el valor de 3.27E-05 [1/°C], con una incertidumbre expandida de 0.16 %.
 - Compresibilidad isotérmica del GLP “F” (para una mezcla de 60 % propano y 40 % butano), para temperaturas de 22 °C a 25 °C y presiones manométricas de 110 psi a 130 psi se estimó un valor promedio de 0.004 458 [1/MPa]. Al cual se le puede asignar una incertidumbre expandida relativa del orden de 3.72 %.
 - Coeficiente cúbico de expansión térmica “β” promedio para temperaturas que oscilan entre 22 °C a 25 °C y presiones de 110 psig a 130 psig, se propone con un valor de 0.002 647 [1/K], con una incertidumbre expandida relativa del orden de 1.82 %.
2. La diferencia más importante que se obtienen entre el método propuesto por el Proyecto de Norma Mexicana^[3] y el MPMS API es por orden de importancia: CPL (-0.157 %), CTL (0.122 %) y

CTS (0.000 6 %) siendo este último prácticamente despreciable.

3. La incertidumbre máxima permitida por el Proyecto de Norma Mexicana[3], propone para el caso especial de este análisis una incertidumbre combinada expandida relativa del orden del 0.2 % para la medición, la incertidumbre expandida relativa obtenida con la metodología del MPMS API es del orden de 0.47 %.

5. CONCLUSIONES

- ✓ El sesgo que se puede obtener en el modelo propuesto en el “Proyecto de Norma Mexicana PROY-NOM-259-SE-2021”, puede provocar desviaciones importantes respecto al método propuesto por el MPMS API. Se recomienda usar la metodología propuesta en el MPMS API.
- ✓ La incertidumbre que se solicita en el “Proyecto de Norma Mexicana PROY-NOM-259-SE-2021” para condiciones de referencia, es imposible obtener un valor del orden de 0.2 %, la incertidumbre asociada al CPL es mayor que el solicitado por el Proyecto de Norma Mexicana^[3].
- ✓ Se propone la revisión del contenido del Proyecto de Norma analizando los puntos expuestos en este documento.

60 °F) and -50 °F to 140 °F metering temperature”, 2012.

- [8] MPMS API 11.2.4, “Temperature correction for the volume of NGL and LPG, tables 23E, 24E, 53E, 95E, and 60E”, October 2012.
- [9] MPMS API 11.2.5, “A simplified vapor pressure correlation for commercial NGLs”, August 2012.
- [10] MPMS API 11.2.5, “A simplified vapor pressure correlation for commercial NGLs”, August 2012.
- [11] Lemmon, Huber, McLinden. “Reference Fluid Thermodynamic and Transport Properties (REFPROP)”, NIST Standard Reference Database 23. Version 10, 2018.
- [12] JCGM 200:2008, “Vocabulario Internacional de Metrología – Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados (VIM)”, BIPM, 1ª Edición en español, 2008.
- [13] Secretaría de Energía (SENER), “Prospectiva de Gas Natural y Gas L.P. 2015-2029”, México, 2015.

REFERENCIAS

- [1] SENER, “Prospectiva de Gas Natural y Gas L.P. 2015-2019”, Secretaría de Energía, México, 2015.
- [2] SAT, Anexo 30 de la Resolución Miscelánea Fiscal para 2022, “Especificaciones técnicas de funcionalidad y seguridad de los equipos y programas informáticos para llevar controles volumétricos de hidrocarburos y petrolíferos”, DOF, jueves 13 de enero de 2022.
- [3] Secretaría de Economía, “PROYECTO de Norma Oficial Mexicana PROY-NOM-259-SE-2021, Sistemas para medición y despacho de Gas L.P., requisitos y especificaciones.”, DOF, jueves 12 de mayo de 2022.
- [4] Comisión Reguladora de Energía. “ACUERDO Núm. A/055/2016”, DOF, 25 de enero de 2017.
- [5] The American Society of Mechanical Engineers, “Flow Measurement”. ASME PTC 19.5-2004.
- [6] MPMS API 11.1, “Temperature and pressure volume correction factors for generalized crude oils, refined products, and lubricating oils”, 2007.
- [7] MPMS API 11.2.2, “Compressibility factors for hydrocarbons: 350-637 relative density (60 °F /

USO DE SIMULACIONES DE MONTECARLO COMO UNA ALTERNATIVA PARA LA ESTIMACIÓN DE INCERTIDUMBRE DEL VOLUMEN NETO ESTÁNDAR

Alexander Núñez

CIATEQ, AC

Av. Manantiales 23-A, Parque industrial Bernardo Quintana, El Marqués, Querétaro
4421961500 carlos.nunez@ciateq.mx

Resumen: El presente trabajo muestra un análisis de la estimación de incertidumbre para el cálculo del volumen corregido a condiciones estándar (20°C, 0 psi) calculado a partir un medidor volumétrico lineal, utilizando simulaciones de Montecarlo. Se plantea una comparativa entre el método tradicional de propagación de la incertidumbre con el método usando las simulaciones de Montecarlo. Para poder garantizar un nivel de confianza del 95 por ciento en los valores obtenidos a través del método de Montecarlo, la guía para la estimación de la incertidumbre de medición propone un mínimo de 200,000 valores calculados para el volumen neto estándar.

1. INTRODUCCIÓN

La medición de volumen en sitios de transferencia de custodia es regulada por un conjunto de protocolos y normas con el fin de garantizar la aplicación de buenas prácticas metrológicas. El Manual de procedimientos de medición del petróleo del instituto americano del petróleo establece que la cantidad de volumen reportado en sitios de transferencia de custodia debe estar en unidades de referencia, típicamente 20 grados Celsius y 0 psig [1]. Utilizando un medidor volumétrico y un conjunto de instrumentos de medición asociados para registrar temperatura, presión y densidad, el volumen a condiciones de referencia se calcula utilizando un algoritmo mostrado en las normas del instituto americano del petróleo [2]. En este caso, el mensurando es el volumen neto estándar y su valor sufre modificaciones provocadas por las características metrológicas de los equipos de medición. La imperfección de las mediciones provoca una variación entre el valor calculado del volumen neto estándar y su valor real, la dispersión de estos valores aleatorios de error es descrita por la magnitud de incertidumbre [3]. Se han hecho análisis de estimación de incertidumbre usando simulaciones de Montecarlo [4], [5]. Las simulaciones de Montecarlo generan un conjunto de valores a partir de entradas de datos con valores pseudoaleatorios, de tal manera que la dispersión de valores del volumen neto estándar se asemeja al comportamiento real de la dispersión de valores generada por los instrumentos [6]. Utilizando la información estadística de este conjunto de datos, es posible determinar histogramas, desviación estándar, que se considera como el valor de la incertidumbre combinada estándar, y un intervalo de confianza con un nivel de

confianza del 95.45 para los valores atribuibles al mensurando, que equivalen al intervalo de confianza de la incertidumbre expandida. Las principales ventajas de utilizar el método Montecarlo son: el error generado con el método de propagación debido a la aproximación usando serie de Taylor se evita, con datos estadísticos obtenidos del conjunto de cálculos se puede obtener información que en el método de propagación solo es inferida. El uso de herramientas automáticas para el cálculo de incertidumbre genera un acercamiento desde las aplicaciones de campo del sector hidrocarburos hacia las tecnologías de información y comunicación, usando el método de Montecarlo, se puede calcular estimaciones de incertidumbre usando datos generados en campo, generando un cambio hacia la transformación digital. Usando procesamiento paralelo y super cómputo, es posible reducir el tiempo requerido para realizar el largo número de simulaciones usadas en el método de Montecarlo, haciendo de este una opción viable para implementarse como parte de las herramientas digitales automáticas en una estación de medición usada para transferencia de custodia.

2. CUERPO PRINCIPAL

En esta sección se describen los conceptos básicos de incertidumbre, así como el método de estimación por simulaciones de Montecarlo. Además, se presentan los conceptos relacionados con el cálculo del volumen neto estándar.

Conceptos de incertidumbre

Para un mayor entendimiento de los procedimientos y consideraciones de la estimación de incertidumbre, se recomienda al lector que visite la Guía para la

estimación de la incertidumbre publicada por CENAM [7]. En esta sección se incluyen definiciones generales.

Incertidumbre de la medición: Es un parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de los valores razonablemente atribuibles a un mensurando.

Incertidumbre combinada estándar (u_c): El resultado de combinar los valores de todas las fuentes de incertidumbre asociadas a un mensurando.

Incertidumbre expandida (u_e): Es un parámetro que define el semi-ancho de un intervalo de confianza, centrado en el valor más probable del mensurando.

Método de Montecarlo

Aquí se describe brevemente el método de estimación de incertidumbre usando simulaciones de Montecarlo, tomado directamente de [6].

Partiendo del modelo matemático para determinar el mensurando de una medición (Ec. 1) y un sistema computacional, se calcula el mensurando a partir de los valores de las fuentes de incertidumbre repetidas veces.

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_N) \tag{1}$$

En cada cálculo, se utilizan valores pseudoaleatorios generados por computadora para cada fuente de incertidumbre, usando para esto sus respectivas funciones de densidad de probabilidad. De esta manera, se obtienen R valores calculados para el mensurando que caracterizan la dispersión de valores alrededor del valor más probable. En la guía para la estimación de la incertidumbre (GUM) suplemento 1 [6], se menciona que el número de evaluaciones para la implementación del método Monte Carlo depende del nivel de confianza requerido. De acuerdo con el apartado 7.2.2, se espera que el número de evaluaciones sea 10,000 veces mayor al inverso del valor $\alpha=1-p$. Siguiendo esta idea, para un nivel de confianza de un 95 % se proponen, al menos, 200,000 evaluaciones.

A continuación, se describe el método de forma resumida.
Sea

$$Y = \{y_j | y_j = f(x_{1,j}, x_{2,j}, \dots, x_{N,j}), j = 1, 2, \dots, R\} \tag{2}$$

un conjunto de valores obtenidos usando generadores pseudoaleatorios para cada fuente de incertidumbre y calculando el mensurando R veces. La incertidumbre estándar (u_c) del mensurando se puede aproximar con la desviación estándar del conjunto Y (Ec. 3). Para la incertidumbre expandida, considere que la media de Y es el valor con la probabilidad más alta del mensurando y. Se determina el percentil 97.725, con el cual se garantiza que el área contenida desde la media hasta este valor contiene la mitad del 95.45 % del área total de la curva generada por el histograma de valores de Y. La incertidumbre expandida u_e corresponde a la diferencia que hay entre el valor del percentil 97.725 y la media (Ec. 4)

$$u_c(y) = \sigma(Y) \tag{3}$$

$$u_e(y) = \text{Percentil}_{97.725}(Y) - \bar{Y} \tag{4}$$

Volumen neto estándar

El volumen neto estándar representa el volumen calculado en un cierto periodo de tiempo que flujo por un tren (o trenes) de medición en un sitio de transferencia de custodia reportado a condiciones estándar de temperatura y presión. El Volumen neto estándar (NSV) es el resultado de substraer los sedimentos de agua del volumen grueso estándar (GSV). El volumen grueso estándar es el volumen total de líquido medido corregido usando apropiados factores de corrección por temperatura (CTL) y presión (CPL).

El CTL es una corrección aplicada al líquido para cuantificar el cambio de volumen producido por el cambio de temperatura, de una temperatura observada t_o a una temperatura estándar t_s (Ec. 5).

$$CTL = e^{-\alpha_{t_s}(t_o - t_s)(1 + 0.8\alpha_{t_s}(t_o - t_s))} \tag{5}$$

El CPL es una corrección aplicada a la cantidad de líquido debido al cambio en el volumen producido por el cambio de presión, desde una presión observada P_o a una presión estándar P_s . Para este procedimiento se requiere el cálculo del factor de compresibilidad F_p (Ec. 6).

$$CPL = \frac{1}{1 - 10^{-5}F_p(P_o - P_s)} \tag{6}$$

Ambos factores se combinan para generar un nuevo factor de corrección CTPL.

$$CTPL = CTL * CPL \tag{7}$$

Se determina el volumen corregido a condiciones estándar usando la ecuación 8

$$V(t_s, P_s) = V(t_o, P_o) * CTPL \quad (8)$$

Conociendo las correcciones por temperatura y presión, al volumen indicado por un medidor (IV) se le añade también una corrección debida a la calibración del instrumento, conocido como Meter Factor (Mf) y se le restan los sedimentos de agua utilizando un factor de corrección (CSW), dando como resultado la ecuación 10 para el cálculo del NSV.

$$NSV = IV * CTPL * M_f * CSW \quad (10)$$

Fuentes de incertidumbre consideradas

Para el análisis de incertidumbre en el modelo de cálculo del NSV, existen diversas magnitudes físicas y modelos matemáticos que afectan de manera directa o indirecta al valor del mensurando. Estas magnitudes son consideradas fuentes de

incertidumbre. Además, cada fuente se ve afectada por contribuciones que aportan a su incertidumbre, derivados de datos obtenidos de los certificados de calibración, o reportados en manuales o normativas aplicables. En la figura 1 se muestra un diagrama de causa y efecto de todas las fuentes de incertidumbre consideradas para este análisis, con sus correspondientes contribuciones. Se añaden al modelo de cálculo, la estimación de la densidad a y las condiciones de flujo del proceso, para realizar el cálculo de los factores de corrección. Además, el CTL y el factor de compresibilidad añaden componentes de incertidumbre, cuyos valores han sido tomados de la norma API MPMS 11.1 [1]. Al ser un medidor lineal, el flujo se estima contabilizando pulsos, por lo que la resolución del número de pulsos es también una fuente que considerar. Para este análisis, se considera que las fuentes de incertidumbre son no correlacionadas.

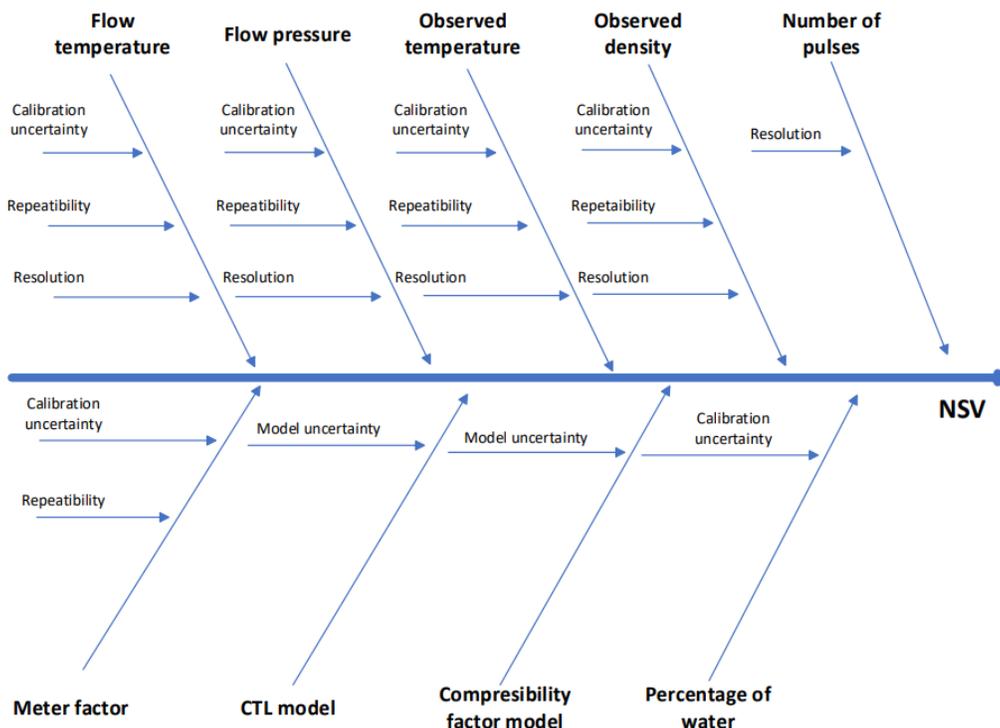


Fig. 1 Diagrama causa y efecto de las fuentes de incertidumbre

3. RESULTADOS

En esta sección se presenta la estimación de la incertidumbre usando el método de simulaciones de Montecarlo. Primero se describen los valores a utilizar, tanto para los valores pseudoaleatorios, como los valores fijos utilizados en este caso de estudio

3.1. Componentes de la incertidumbre

Como se menciona en la sección 2, las fuentes de incertidumbre para el modelo de cálculo del NSV han sido seleccionadas y se muestran en la figura 1. Para realizar el análisis de incertidumbre, es necesario conocer los valores de incertidumbre de cada una de las fuentes y sus respectivas contribuciones, así como sus funciones de densidad de probabilidad. En la tabla 2 se encuentran listadas las fuentes, sus contribuciones, sus valores de incertidumbre nominales y sus respectivas funciones de densidad de probabilidad. Estos datos serán utilizados para determinar las variaciones de los valores fijos de cada variable. Servirán para dar información a los generadores de valores pseudoaleatorios.

3.2. Valores fijos

La estimación de incertidumbre se realiza para un valor fijo del mensurando, por lo que se requiere conocer los valores fijos de todas las variables involucradas, sean o no fuentes de incertidumbre. En la tabla 1 se muestran los valores fijos usados para el presente análisis. Estos valores serán la media de los generadores de valores pseudoaleatorios.

Variable	Valor fijo	Unidades
Meter factor	1	adim
Temperatura de flujo	35	°C
Presión de flujo	100	psig
Densidad observada	850	kg/m ³
Temperatura observada	50	°C
Presión observada	100	Psig
Sedimentos de agua	1	adim
Volumen indicado	7500	lt
K factor del medidor	1000	Pulsos/lt

Tabla 1 Valores fijos para el cálculo del NSV

3.3 Generadores de valores pseudoaleatorios

Para obtener los diferentes valores calculados del NSV, es necesario generar valores pseudoaleatorios para cada fuente de incertidumbre. Esto se logra con las siguientes reglas:

- a) La media del pseudo-generador de la fuente es su valor fijo.
- b) Si una de sus contribuciones tiene una función de densidad normal, se genera un valor aleatorio con distribución normal con desviación estándar igual a la mitad del valor nominal de incertidumbre.
- c) Si una de sus contribuciones es rectangular, se genera un valor aleatorio con distribución rectangular, con el valor del semi-ancho igual al valor nominal de la incertidumbre
- d) Se suman los valores generados al valor fijo, esto para todas las fuentes de incertidumbre
- e) Usando este conjunto de valores, se calcula el NSV

3.4 Resultados de las simulaciones

Usando los valores generados siguiendo las reglas de la sección 3.3, se calculan 200,000 valores de NSV. Estos valores se agrupan para formar un histograma, como se muestra en la figura 2. Se puede apreciar que la forma de l histograma se asemeja a la forma de una función de densidad normal. Utilizando la información de las 200,000 simulaciones, se obtienen los siguientes datos estadísticos.

$$\overline{NSV} = 7412.55 \text{ lt}$$

$$\sigma(NSV) = 4.638 \text{ lt}$$

$$\text{Percentil}_{97.725}(NSV) = 7421.8$$

Por lo que, de acuerdo con lo mostrado en la sección 2, los resultados del análisis de incertidumbre se muestran a continuación.

$$u_c(NSV) = 4.638 \text{ lt}$$

$$u_e(NSV) = 9.05 \text{ lt}$$

4. DISCUSIÓN

Se realizó una comparativa usando el método tradicional de propagación de la incertidumbre, esto se resume en la tabla 3. Estos resultados muestran que ambos métodos tienen un valor cercano en incertidumbre combinada estándar. Sin embargo, el valor de la incertidumbre expandida es muy diferente. Esto se debe a que el método tradicional supone una función de densidad T de Student, y un cálculo de grados efectivos de libertad que requiere inferir un

Fuente de incertidumbre	Contribución	Valor nominal de incertidumbre	Unidades	Función de densidad de probabilidad
Número de pulsos	<ul style="list-style-type: none"> Resolución 	<ul style="list-style-type: none"> 1 	<ul style="list-style-type: none"> Pulsos 	<ul style="list-style-type: none"> Rectangular
Meter factor	<ul style="list-style-type: none"> Calibración Repetibilidad 	<ul style="list-style-type: none"> 0.87 0.44 	<ul style="list-style-type: none"> % % 	<ul style="list-style-type: none"> Normal Rectangular
Temperatura de flujo	<ul style="list-style-type: none"> Calibración Repetibilidad Resolución 	<ul style="list-style-type: none"> 0.66 0 0 	<ul style="list-style-type: none"> °C °C °C 	<ul style="list-style-type: none"> Normal Rectangular Rectangular
Presión de flujo	<ul style="list-style-type: none"> Calibración Repetibilidad Resolución 	<ul style="list-style-type: none"> 0.16 0.1 0.01 	<ul style="list-style-type: none"> psig psig psig 	<ul style="list-style-type: none"> Normal Rectangular Rectangular
Densidad observada	<ul style="list-style-type: none"> Calibración Repetibilidad Resolución 	<ul style="list-style-type: none"> 0.8 0 0 	<ul style="list-style-type: none"> kg/m³ kg/m³ kg/m³ 	<ul style="list-style-type: none"> Normal Rectangular Rectangular
Temperatura observada	<ul style="list-style-type: none"> Calibración Repetibilidad Resolución 	<ul style="list-style-type: none"> 0.85 0.01 0.01 	<ul style="list-style-type: none"> °C °C °C 	<ul style="list-style-type: none"> Normal Rectangular Rectangular
Modelo del CTL	<ul style="list-style-type: none"> Incertidumbre del modelo 	<ul style="list-style-type: none"> De 0.05 a 0.35 	<ul style="list-style-type: none"> % 	<ul style="list-style-type: none"> Normal
Modelo del factor de compresibilidad	<ul style="list-style-type: none"> Incertidumbre del modelo 	<ul style="list-style-type: none"> 6.5 	<ul style="list-style-type: none"> % 	<ul style="list-style-type: none"> Normal
Sedimentos de agua	<ul style="list-style-type: none"> Calibración 	<ul style="list-style-type: none"> 0 	<ul style="list-style-type: none"> % 	<ul style="list-style-type: none"> Normal

Tabla 2 Valores usados para las simulaciones

nivel de confianza para cada fuente de incertidumbre. El método de Montecarlo no hace esta suposición, además, en la figura 2 se muestra que la distribución de los datos calculados se parece más a una curva normal que a una curva T de Student (para este caso particular). Sin embargo, no importando la forma de la función de densidad, el cálculo de la incertidumbre expandida se realiza utilizando el percentil 97.725, lo que garantiza que, en ese intervalo de confianza, se

encuentra contenido el 95.45 % de los valores calculados en las 200,000 simulaciones. A pesar de que no se realizaron pruebas con distinto número de simulaciones, el efecto esperado de incrementar el número de pruebas consiste en una mejor aproximación de la función de densidad de probabilidad, pero añade costo computacional.

5. CONCLUSIONES

El método de Montecarlo estima la incertidumbre del NSV con resultados muy similares a los obtenidos usando el método de propagación de incertidumbre. Además, realiza la estimación sin hacer suposiciones sobre la función de densidad de probabilidad del

NSV. La representación gráfica dada por el histograma de valores calculados del NSV proporciona una idea de la distribución de probabilidad para diferentes valores del NSV, sin importar la forma de esta curva. Usando el cálculo de los percentiles, es posible determinar un intervalo de confianza con un nivel de 95.45% basado en

información estadística obtenida de las simulaciones de Montecarlo. Aunque no se determina de forma analítica la función de densidad de probabilidad, es posible hacerlo usando interpolación simple. En los sitios de transferencia de custodia, los errores en la medición de producto se traducen en variaciones de

millones de pesos, por lo que la estimación de la incertidumbre juega un papel importante en el análisis del desempeño de los procesos de medición, y las simulaciones de Montecarlo proveen una herramienta para realizar la estimación de incertidumbre con resultados certeros.

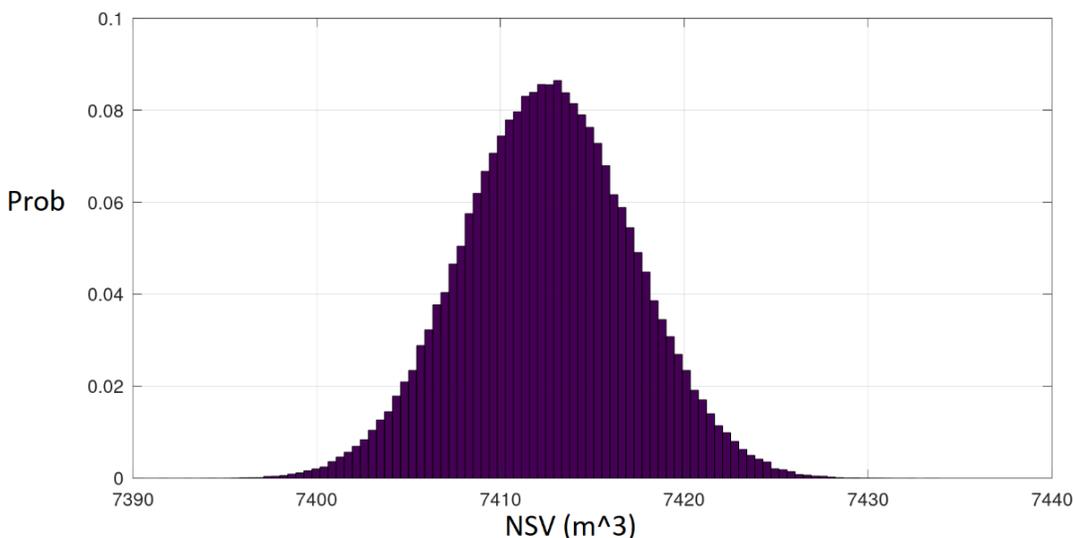


Fig. 2 Histograma normalizado de valores pseudo-aleatorios del NSV

Método	Montecarlo	Propagación
Incertidumbre combinada estándar	4.638 lt	4.646 lt
Incertidumbre expandida	9.05 lt	9.368 lt

Tabla 1 Comparativa estimación de incertidumbre

REFERENCIAS

[1] API, "Temperature and pressure volume correction factors for generalized crude oils, refined products, and lubricating oils," American Petroleum Institute, Standard API MPMS 11.1, 2019.

[2] "Electronic liquid volume measurement using positive displacement and turbine meters," American Petroleum Institute, Standard API MPMS 21.2, 2019.

[3] JCGM, "Evaluation of measurement data — guide to the expression of uncertainty in

measurement," Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM/WG 1), Guide JCGM 100:2008, 2008.

[4] C. Papadopoulos and H. Yeung, "Uncertainty estimation and monte carlo simulation method," Flow Measurement and Instrumentation, vol. 12, pp. 291–298, 08 2001.

[5] M. Basil and A. Jamieson, "Uncertainty of complex systems by monte carlo simulation," Measurement and Control, vol. 32, no. 1, pp. 16–20, 1999.

[6] JCGM, "Evaluation of measurement data — supplement 1 to the "guide to the expression of uncertainty in measurement" — propagation of distributions using a monte carlo method," Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM/WG 1), Guide JCGM 101:2008, 2008.

[7] W. Schmid and R. Lazos-Martínez, Guía para estimar la incertidumbre de la medición, CENAM, 2000

[8] ISO, "Measurement of fluid flow-procedures for the evaluation of uncertainties," International organization for standarization, Standard ISO 5168, 2005.

TRAZABILIDAD DE LOS RESULTADOS DE CAUDAL VOLUMÉTRICO DE GAS EN EL INTERVALO DE (0.5 A 6 500) m³/h POR EL PATRÓN DE CAUDAL VOLUMÉTRICO DE GAS A BAJA PRESIÓN DEL CENAM

Gervacio S Juan Carlos, Ochoa D Carlos, Ruelas Hernández Daniel
 Centro Nacional de Metrología, México

442 2110500 ext. 3813/3773/3763; igervaci@cenam.mx, cochoa@cenam.mx, druelas@cenam.mx

Resumen: En este documento se describe el proceso de arranque, escalonamiento, trazabilidad o diseminación de la unidad de caudal volumétrico/másico y los resultados de calibración de diferentes principios de medidores de flujo de gas usando el Patrón de Caudal Volumétrico de Gas a Baja Presión en el intervalo de medida de (0.5 a 6 500) m³/h (0.139 dm³/s a 1805.5 dm³/s) como ampliación de las *Capacidades de Medición y Calibración* (CMC) del laboratorio. El patrón de caudal de gas está integrado de 4 medidores de caudal volumétrico de gas del tipo turbina y 3 rotativos-duos, para los próximos años se tiene contemplado la adquisición de un juego de toberas sónicas, instalados en un arreglo paralelo para establecer diferentes valores de caudal en el intervalo de 0.5 m³/h a 6 500 m³/h en la calibración de medidores de gas de diferentes modelos y principios de operación como son turbina, rotativos, vórtex y ultrasónicos principalmente. Se presenta el proceso de integración de los medidores de caudal dentro del circuito, trazabilidad de los resultados de cada *MR* durante el proceso de instalación, pruebas de calibración, ensayo de aptitud y análisis y evaluación del grado de equivalencia de los resultados de la calibración de un medidor de flujo de gas por el laboratorio del CENAM con respecto a los resultados de calibración que realizó el laboratorio del instituto de Metrología de Alemania, PTB.

1. INTRODUCCIÓN

Actualmente las Capacidades de Medición y Calibración en caudal volumétrico de gas (Figura 1) en aplicaciones industriales que son atendidas con la infraestructura instalada en el CENAM se encuentran, la distribución de gas natural en el sector doméstico y comercial, pruebas de eficiencia térmica de la industria de electrodomésticos, inyección de gases en el procesamiento de metales de la industria metalúrgica, medición de gases de combustión que se emiten hacia la atmosfera,

así como la evaluación de la hermeticidad de los dispositivos de conducción de gases de escape en la industria automotriz, en la industria farmacéutica y Biotecnológica en todas las etapas clave del sector bio-farmacéutico: desde la fase I + D en el laboratorio hasta la producción de fármacos o productos biotecnológicos, entre otras aplicaciones en el intervalo de medida de (0.01 a 2 667) L/min (1.7E-4 dm³/s a 45 dm³/s).

Con la instalación del Patrón Nacional de Caudal Volumétrico de Gas a Baja Presión en el intervalo de (0.5 a 6 500) m³/h (0.139 dm³/s a 1805.5 dm³/s) se ha empezado a atender las necesidades de calibración del sector transporte y distribución de gas natural, la industria de la transformación y medición de consumo de combustibles gaseosos (GN) en la generación de energía eléctrica; en un sistema eléctrico con creciente penetración de energías renovables de carácter intermitente, como la eólica o la fotovoltaica; el papel importante que juegan los ciclos combinados de gas natural en la cobertura de la demanda eléctrica, (junto con las centrales hidráulicas) son la tecnología de generación que ofrece en la actualidad la flexibilidad que requiere el sistema eléctrico para garantizar un suministro de energía eléctrica fiable, siendo el hidrocarburo no renovable que menos gases de efecto invernadero emite en comparación con el carbón o combustóleo.

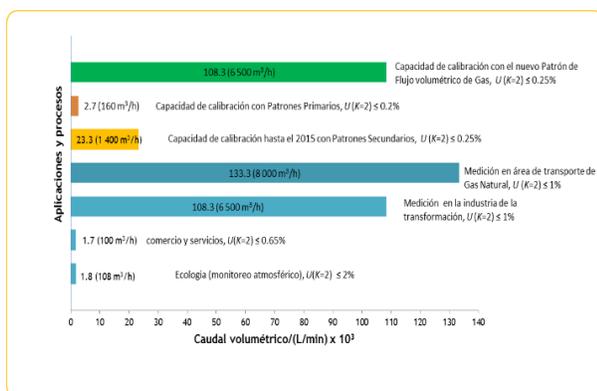


Figura 1.- Ampliación de la capacidad de medición y calibración del laboratorio del CENAM.

En este contexto, el Laboratorio de primario de Flujo de Gas del CENAM, mediante el establecimiento del PCVGBP está apoyando a la industria nacional mediante la calibración de sus medidores en reducir: a) Costos altos de los servicios de calibración en el extranjero, b) costos de tiempo de traslado (envío y retorno), c) costos de uso de medidores de reemplazo; aplicando en el proceso de calibración los requerimientos normativos nacionales (DACG's de la CRE), Lineamientos Técnicos de la CNH y estándares internacionales (AGA e ISO).

La trazabilidad de los resultados de las mediciones en caudal de gas que entregará el PCVGBP; en el intervalo de (0.5 a 400) m³/h es hacia el Patrón Nacional de Caudal Volumétrico de Gas del CENAM y de (400 a 6 500) m³/h es hacia el Patrón Nacional de Caudal Volumétrico de Gas del PTB, mediante escalonamiento ordenado de los medidores de caudal volumétrico de gas usados como referencia.

1.1 Abreviaturas

- PCVGBP: Patrón de Caudal Volumétrico de Gas a Baja Presión
- PTB: Physikalisch-Technische Bundesanstalt
- NMI: Instituto de Metrología de Holanda
- CRE: Comisión Reguladora de Energía
- CNH: Comisión Nacional de Hidrocarburo
- DACG: Disposiciones Administrativas de Carácter General
- AGA: American Gas Association
- ISO: International Organization for standardization
- MR: medidor de referencia
- mbc: medidor bajo calibración

2. PCVGBP

2.1 Construcción y operación

El patrón de caudal volumétrico de gas consiste en un arreglo de medidores formado por turbinas, rotativos-duos y toberas de flujo crítico (en proceso de adquisición) con un intervalo de medida de (0.5 a 6 500) m³/h. Este arreglo de instalación permite utilizar en paralelo hasta 4 diferentes medidores con intervalo de medida de (200 a 6 500) m³/h en la zona de alto caudal (turbinas) y de 3 medidores con intervalo de medida de (0.5 a 400) m³/h en la zona de bajo caudal (rotativos y toberas), tal como se observa en la Tabla 1; estrategia que facilita el establecimiento de diferentes valores de caudal en la calibración de medidores de caudal de gas de modelos G4000, G2500, G1600, G1000, G650, G400, G250, G160, G100 y G65 con diámetros correspondientes de 305 mm a 50 mm (12 in a 2 in).

Tabla 1. Medidores de referencia que integran el PCVGBP.

Técnica	modelo	Q _{max} /(m ³ /h)	relación	Diámetro/mm	Bridas/ANSI	Δp/Pa	cantidad
Turbina	G1600	2 500	1:20	DN200	150	370	2
Turbina	G1000	1 600	1:20	DN150	150	1 650	1
Turbina	G650	1 000	1:20	DN150	150	700	1
Rotativo	G250	400	1:50	DN100	150	300	1
Rotativo	G100	160	1:50	DN80	150	200	1
Rotativo	G40	65	1:80	DN50	150	150	1
Arreglo de toberas de flujo crítico	dg0.125", dg0.088", dg0.063", dg0.044", dg0.031", dg0.022", dg0.016"	10	1:66	DN50	150	-	1

En la medición de volumen de fluidos gaseosos es fundamental la medición de la presión, temperatura y humedad (cuando se usa aire húmedo) con el objeto de corregir por los cambios de densidad (expansión/compresión) del gas y, realizar una correcta comparación de volumen entre el MR y el mbc. La instrumentación seleccionada contempla no solamente características metroológicas adecuadas a un sistema de referencia, sino también considera el reconocimiento internacional adquirido por los fabricantes. En la Tabla 2 se observan las características metroológicas de los instrumentos asociados seleccionados.

Tabla 2. Instrumentación asociada (presión, temperatura, humedad) que forma parte del PCVGBP.

Instrumentos	Intervalo de medida	Características
Transmisor de presión absoluta	(0 a 100) kPa	incertidumbre ≤ 0.025 % de la lectura, estabilidad ≤ 0.03 %/ año señal de salida de (4 a 20) mA
Sensor de temperatura tipo PT100	(0 a 30) °C	100 Ω, incertidumbre ≤ 0.014 °C de la lectura; estabilidad ≤ 0.01 °C/año, 4 hilos
Transmisor de humedad relativa y temperatura	(0 a 100) %, (0 a 30) °C	incertidumbre de 1.7 % y de 0.2 °C en (0 a 40) °C, señal de salida de (4 a 20) mA

Para la inducción y control del flujo de aire, se emplean dos sopladores centrífugos multi-etapas, manejados por variadores de frecuencia y válvulas de control para mantener el caudal volumétrico

establecido dentro de un 2 %. El volumen de aire empleado para la calibración se toma de la atmósfera del laboratorio para garantizar un flujo más estable y temperatura controlada en la zona de calibración con gradientes ≤ 0.5 °C gracias al sistema de aire acondicionado (UMA + sensores + tuberías + PLC) asignada únicamente para el laboratorio de flujo de gas. Las válvulas de bloqueo se usan para seleccionar los MR, proteger la integridad física y metrológica del *mbc* y MR y bloquear el circuito para realizar la prueba de hermeticidad.

Para asegurar que el *mbc* y MR mantengan y/o mejore su desempeño metrológico, reduciendo o eliminado las distorsiones del flujo (remolinos, asimetría del perfil de velocidad, turbulencias) que podrían reflejarse en un mal desempeño del MR o incremento del error del *mbc*, el diseño se alineó a los requerimientos de instalación de longitudes mínimas de tubería aguas arriba (entrada) y aguas abajo (salida) usando acondicionares de flujo, especificados en las normas internacionales ISO 9951, EN 12261, AGA REPORT 7, AGA REPORT 9. Mediante un programa de calibración SCADA (diseño interno) se controla, supervisa y adquiere las señales en tiempo real de manera remota de las señales de frecuencia, tensión, corriente de las magnitudes de volumen, tiempo, presión, temperatura y humedad, control de las válvulas y variadores de frecuencia. El programa de calibración emplea la plataforma LabView + ordenadores y módulos de comunicación (CompactRio) para realizar el proceso de calibración de medidores de flujo de gas de forma automática y semiautomática (en la Figura 2 se observa la interfaz principal).

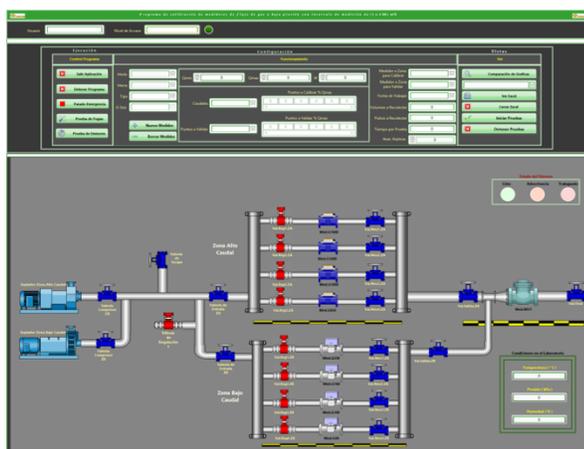


Figura 2. Interfaz principal del programa SCADA del PCVGBP

2.2 Trazabilidad (escalonamiento)

La confianza de los resultados de las mediciones que se originan del PNCVGBP, se logra mediante la calibración de sus componentes, particularmente de los medidores de referencia de caudal volumétrico de gas realizados por el personal del laboratorio, en el caso de los instrumentos asociados son realizados por los laboratorios de las diferentes magnitudes.

El escalonamiento o “conexión” en la “zona de alta”; se inició instalando primeramente el medidor de caudal de gas modelo G1600-1 (calibrado en el PTB) en la zona de los MR para usarse como MR en la calibración del segundo medidor G1600-2, tal como se observa en la Figura 3; después de su calibración el medidor G1600-2 se instaló en la zona de los MR para usarse como referencia en la calibración o como patrón alternativo para la verificación del medidor G1000 (Figura 4). Para la “zona de baja” los medidores rotativos-duo (Figura 5) modelos G100, G65 y G40 se calibraron usando el patrón nacional tipo campana modelo FTBP-20 con identificación CNM-PNM-07 y para el medidor rotativo-duo G250 se usaron tanto el medidor tipo campana como los MR instalados en la “zona de alta”.



Figura 3. Foto de instalación del medidor G1600-2 contra el PR G1600-1.

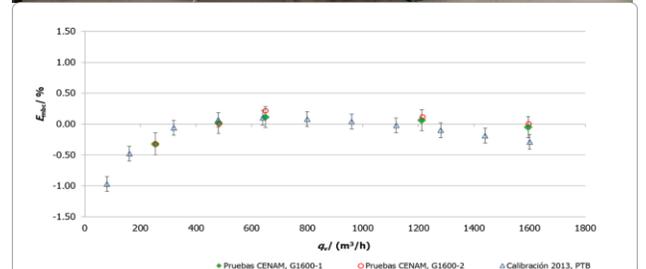


Figura 4. Foto/Resultados de calibración del medidor G1000 contra los PR G1600-1 y G1600-2.



Figura 5. Calibración de los medidores rotativos duos modelo G100, G65 y G40.

Este proceso se realizó para todos los medidores de referencia hasta dejar instalados todos los medidores de referencia que forman el PNCVGBP, tal como se observa en la Figura 6.



Figura 6. Instalación e integración de todos los medidores de referencia.

2.3 Aseguramiento de los resultados

El laboratorio de flujo de gas asegura la calidad de los resultados de la calibración empleando algunas técnicas; como la repetición de dos a tres resultados usando un patrón alternativo, análisis de la estabilidad de resultados en el tiempo (historial de calibración), entre otros.

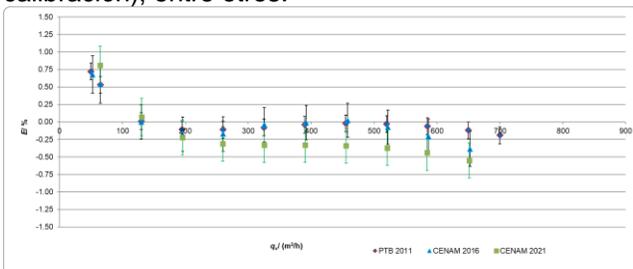


Figura 7. Desempeño del PCGVBP del CENAM usando un medidor de caudal de gas tipo turbina Fluxi 2100-G400, calibrado por el CENAM y PTB.

Se revisa periódicamente el desempeño metroológico del PCGVBP a través de los resultados de la verificación de dos medidores de control del tipo rotativo con intervalo de medida de (1.5 a 250) m³/h y un medidor ultrasónico de (500 a 6 000) m³/h.

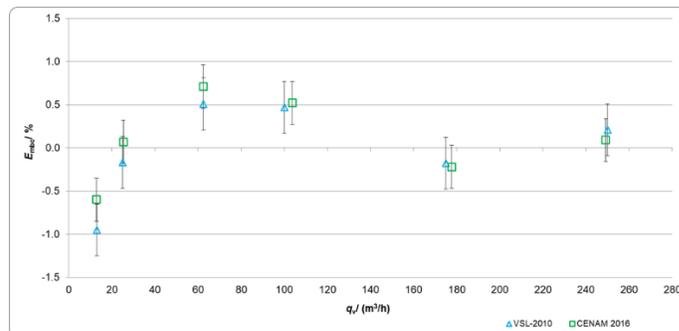


Figura 8. Resultados del desempeño del PCGVBP usando el medidor de control DELTA 2080-G160.

Apoyándose también en los resultados de las comparaciones (EA) locales, realizadas a laboratorios secundarios cuyos resultados de sus patrones tiene trazabilidad al CENAM de México, al Instituto de Metrología de Alemania (PTB) y al Instituto de Metrología de Holanda, Figura 9.

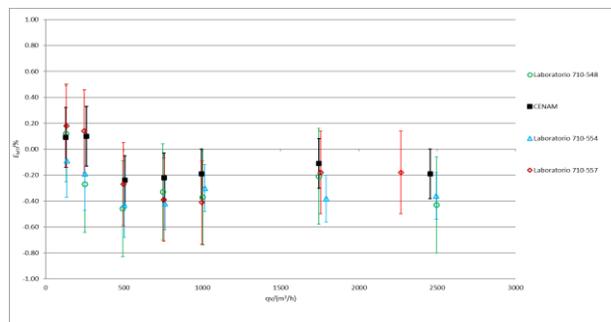


Figura 9. Resultados del desempeño del PCGVBP a través de las pruebas de EA realizadas a laboratorios secundarios nacionales, con trazabilidad de sus resultados a patrones nacionales e internacionales.

2.4 Calibración de medidores de caudal de gas, mbc.

El método de calibración que se aplica usando el patrón de caudal volumétrico de gas es por comparación directa. Esto es, la comparación del caudal másico/volumétrico que fluye a través del mbc y después a través del (los) MR bajo condiciones específicas y estables de presión y temperatura, de tal forma de obtener un resultado que evalúa correctamente al mbc.

La estabilidad en los valores de presión y temperatura en el volumen de aire disponible es factor para obtener resultados repetibles y consistentes en el proceso de calibración de medidores de caudal de gas, de ahí la relevancia de la atención en el control del aire acondicionado para lograr condiciones ambientales de 20 °C ± 1°C de temperatura y de presión atmosférica, $p_{atm} \pm 50$ Pa.

2.4.1 Modelo matemático

El método de calibración es la aplicación del principio de conservación de la masa o energía, ecuaciones de estado y procesos correspondientes, representado por el siguiente modelo matemático:

$$0 = \frac{\partial}{\partial t} \int_V \rho \cdot dV + \int_A \rho \cdot \vec{v} \cdot d\vec{A} \tag{1}$$

La calibración de un medidor de gas consiste en obtener el error (desviación) del caudal másico/volumétrico (o volumen/masa) del *mbc* con respecto al caudal másico/volumétrico (o volumen/masa) del *MR*, para el caso del PCVGBP se aplica el siguiente modelo matemático:

$$E_{MBC} = \left[\frac{qm_{mbc} - \sum_i^n qm_{MR}}{\sum_i^n qm_{MR}} \right] \times 100 \tag{2}$$

Dónde:

$$qm_{MR} = \left[\sum_{i=1}^n \frac{NP_{MR} \times E_{MR} \times \rho_{MR}}{Kf_{MR} \times t_{MR}} \right] + \left[\frac{V_i \times \Delta\rho_{MR}}{t_{MR}} \right] + [qv_{fuga} \times \Delta\rho_{fuga}] \tag{3}$$

$$qm_{mbc} = \left[\sum_{i=1}^n \frac{NP_{mbc} \times \rho_{mbc}}{Kf_{mbc} \times t_{mbc}} \right] \tag{4}$$

La nomenclatura empleada tiene la siguiente descripción:

$qm_{mbc} / (kg/s)$	Caudal másico del <i>mbc</i>
$qm_{MR} / (kg/s)$	Caudal másico del MR
\sum_i^n	Suma total del caudal de los MR empleados $i=1, n= 1, 2, 3$ y 4

$E_{mbc} / \%$	Error relativo del <i>mbc</i>
$NP_{MR} /$	Pulsos del MR
$Kf_{MR} / (pulsos/m^3)$	Factor K de calibración del MR
$Kf_{MBC} / (pulsos/m^3)$	Factor K de calibración del <i>mbc</i>
t_{MR} / s	Tiempo del MR invertido en colectar una masa de aire
t_{mbc} / s	Tiempo del <i>mbc</i> invertido en colectar una masa de aire
$E_{MR} / \%$	Error del MR (certificado de calibración)
V_i / m^3	Volumen de inventario (entre el <i>mbc</i> y el MR)
$qv_{fuga} / (m^3/h)$	Caudal de fuga entre el <i>mbc</i> y el MR
$\rho_{MR} / (kg/m^3)$	Densidad del aire en el MR [4]
$\rho_{mbc} / (kg/m^3)$	Densidad del aire en el MBC [4]
$\Delta\rho_{MR} / (kg/m^3)$	Cambio de densidad en la zona del volumen de inventario

2.4.2 Presupuesto de incertidumbre

Para la propuesta del estimar el valor de incertidumbre del resultado del *mbc*, se consideran las ecuaciones No. 2, 3 y 4, y el proceso se realiza conforme al documento: “JCGM 100:2008, Evaluation of measurement data – Guide to the expression of the uncertainty in measurement”, GUM 1995 with minor corrections [3].

El valor de incertidumbre expandida de la medida se obtiene multiplicando la incertidumbre estándar combinada por un factor de cobertura $k = 2$, que asegura un nivel de confianza de aproximadamente 95 %. En el proceso de estimar el valor de la incertidumbre de medición se consideran las incertidumbres tipo A y B [3] de cada una de las variables que intervienen en los modelos matemáticos No. 2, 3 y 4 y, cuya contribución (en %) se observan en la figura 11.

En las Figura 10 se muestran los resultados obtenidos en las pruebas de calibración realizadas a un medidor rotativo modelo G250 teniendo como patrón los medidores vs (G1000, G250, G100), comparando los resultados obtenidos del CENAM desde el año 2010 al 2016 y los resultados obtenidos de laboratorios internacionales, se observa consistencia dentro del valor de incertidumbre del 0.23 % del error relativo.

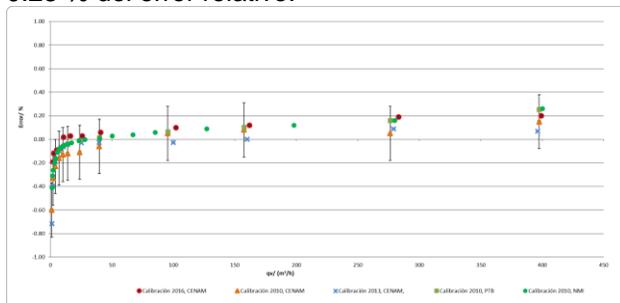


Figura 10. Resultados de calibración de un medidor rotativo modelo G250 usando el PCVGBP del CENAM y los resultados de calibración obtenido por otro NMI.

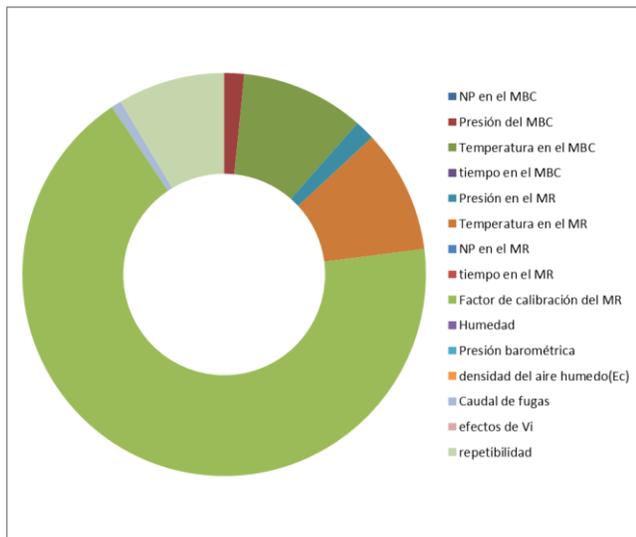


Figura 11. Gráfica que muestra el % de contribución de las fuentes de incertidumbre de la medición.

3. RESULTADOS

Con la construcción y operación del Patrón de Caudal Volumétrico de Gas a Baja Presión en el intervalo de (0.5 a 6 500) m³/h se amplía La Capacidad De Medición y Calibración que ofrece el laboratorio de flujo de gas del CENAM, con valor de incertidumbre menor de 0.25 % del caudal másico/volumétrico.

TAG	Country code	Institute	Quantity	Instrument or Artifact	Measurement method	Parameters	Measured Maximum value	Measured Minimum value	Unit
	MX	CENAM	Volume gas flowrate	Gas flow meter	Volumetric flowmeter (g, positive displacement, turbine meter, critical orifice, laminar flow element, rotameter, differential pressure, wet gas meter, MFC, ultrasonic, gas meter, ultrasonic, orifice, vortex meter, Coriolis meter, MFC)	Fluid: dry air and moist gas Pressure: 0.05 MPa to 0.5 MPa Temperature: 15 °C to 21 °C Pipe size: 8 mm to 25 mm	175.4	0.7	dm ³ /h
	MX	CENAM	Volume gas flowrate	Gas flow meter	displacement, critical orifice, laminar flow element, rotameter, differential pressure, wet gas meter, ultrasonic, orifice, vortex meter, Coriolis meter, MFC	Fluid: dry air/humid air Pressure: 0.05 MPa to 0.5 MPa Temperature: 15 °C to 21 °C Pipe size: 8 mm to 25 mm	0.028	45	dm ³ /h
	MX	CENAM	Volume gas flowrate	Gas flow meter	Volumetric flowmeter (g, positive displacement, rotary piston, turbine, laminar flow element, rotameter, ultrasonic, vortex meter, Coriolis meter, MFC)	Fluid: dry air Pressure: 0.05 MPa to 0.5 MPa Temperature: 15 °C to 21 °C Pipe size: 12 mm to 100 mm	0.031	22.0	dm ³ /h
	MX	CENAM	Volume gas flowrate	Gas flow meter	Volumetric flowmeter (g, positive displacement, rotary piston, turbine, laminar flow element, rotameter, ultrasonic, vortex meter, Coriolis meter, MFC)	Fluid: dry air/humid air Pressure: 0.05 MPa to 0.5 MPa Temperature: 15 °C to 21 °C Pipe size: 12 mm to 100 mm	0.109	1805.5	dm ³ /h

Expanded uncertainty Maximum value	Expanded uncertainty Minimum value	Unit	Coverage factor	Level of Confidence in %	Type of uncertainty	Comments	NMI Service Identifier	Link for NMI Service Identifier
0.15	0.15	%	2.0	95.0	Relative	U (k=2) = 0.04 %	cenam.mx/T10-H020-001-CC	http://www.cenam.mx/calibracion/externo/gas/bajapresion/
0.15	0.15	%	2.0	95.0	Relative	U (k=2) = 0.04 %	cenam.mx/T10-H020-002-CC y T10-H020-003-CC	http://www.cenam.mx/calibracion/externo/gas/bajapresion/
0.25	0.25	%	2.0	95.0	Relative	U (k=2) = 0.04 %	cenam.mx/T10-H020-012-CC	http://www.cenam.mx/calibracion/externo/gas/bajapresion/
0.25	0.25	%	2	95	Relative	U (k=2) = 0.04 %	cenam.mx/T10-H020-012-CC	http://www.cenam.mx/calibracion/externo/gas/bajapresion/

Figura 12. Propuesta del nuevo CMC (PCVGBP) en la KCDB en BIPM por parte del laboratorio.

El PCVGBP ha mostrado un excelente desempeño, evidenciado en los resultados consistentes de calibración de medidores de caudal de gas al compararlos con resultados de otras instituciones metrológicas.

Con el PCVGBP se están realizando servicios de calibración de medidores de diámetros de 50 mm (2 in) hasta 305 mm (12 in), del tipo turbina, rotativo, Vórtex, placas de orificio y ultrasónico con excelentes resultados confirmando la especificación de los fabricantes y los resultados de calibración realizados por laboratorios externos nacionales e internacionales.

Los resultados de la calibración de medidores del tipo ultrasónico con especificaciones de presión de operación de (≈81 a 6 000) kPa, con el PNCVBP han sido consistentes con resultados de calibración realizados a alta presión usando gas natural por laboratorios secundarios acreditados de estados unidos.

4. CONCLUSIONES

- ✚ La construcción, operación y desempeño del Patrón de Caudal Volumétrico de Gas a Baja Presión en el intervalo de (0.5 a 6 500) m³/h está dando respuesta a las demandas de servicio de calibración del sector industrial y compañías distribuidoras de gas natural con resultados consistentes, confiables e incertidumbres adecuadas a los requerimientos normativos nacional.
- ✚ El aseguramiento de los resultados de las calibraciones se obtiene al emplear patrones alternativos, y esta prueba se logra con facilidad por el arreglo de montaje en paralelo de los MR.
- ✚ La calibración de medidores de caudal de gas a baja a baja presión es más sensible y puede

determinar el comportamiento de los rodamientos de algunos tipos de medidores.

- ✚ El costo de calibración de medidores caudal de gas (cliente) es bajo, respecto a un sistema de alta presión (gas natural). Reducción de costos
- ✚ de transporte internacional y costos de medidores de reemplazo.
- ✚ Con el PNCVBP se proporciona trazabilidad metrológica en la medición de caudal de gas en el intervalo de (0.5 a 6 500) m³/h a la industria nacional y algunos países de América latina.

AGRADECIMIENTOS

Al personal de la subdirección de Tecnología de fabricación por su apoyo en la fabricación de los tubos de medición de entrada y salida de los medidores (corte, soldadura y montaje de bridas).

A la subdirección de infraestructura y mantenimiento por el apoyo durante la instalación y ensamble de los medidores.

Roberto Arias, Dr. Ignacio Hernández gracias por sus comentarios atinados durante el proceso de fabricación e instalación.

Dr. Hector Nava, por su confianza para realizar este proyecto (aprobación), hecho realidad.

REFERENCIAS

- [1] OIML R137-1, 2 & 3: 2006, "Gas Meters".
- [2] ISO 9951:1993, "Measurements of gas flow in closed conduits: turbine meters".
- [3] EN 12261:2002, "Gas Meter: Turbine Gas Meters".
- [4] A Picard, R S Davis, M Gl"aser and K Fujii "Revised formula for the density of moist air (CIP 2007)", Metrologia 45 (2008) 149–155
- [5] AGA REPORT No. 9 - Measurement of Gas by Multipath Ultrasonic Meters.
- [6] AGA REPORT 7: 2006 "Measurements of Natural Gas by Turbine Meters".
- [7] JCGM 100:2008 (GUM 1995 with minor corrections), Evaluation of measurement data — Guide to the expression of the uncertainty in measurement".

ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL VOLUMEN NETO ESTÁNDAR DE HIDROCARBUROS LÍQUIDOS CON MEDIDOR CORIOLIS

Uriel Gil Pérez

Consultor en medición de hidrocarburos

Calle 5 de mayo no. 212, col. Centro, Paraíso, Tabasco. C.P. 86605

urielgil@hotmail.com

Resumen: Actualmente los operadores petroleros en México implementan los Lineamientos Técnicos en Materia de Medición de Hidrocarburos, esta regulación específica que la Incertidumbre de Medida en un punto de medición, no podrá ser mayor a 0.30 % para el Petróleo y condensados. En este trabajo se muestra una metodología para estimar la incertidumbre de medida en las transferencias de hidrocarburos líquidos basada en las incertidumbres típicas de las variables de entrada y del mensurando, expresando la medición de acuerdo con la regulación. El caso de estudio es un sistema de medición de aceite crudo con medidor de flujo tipo Coriolis, el modelo matemático puede también ser empleado en otros tipos de medidores como desplazamiento positivo, turbina y ultrasónico.

1. INTRODUCCIÓN

La medición de hidrocarburos juega un papel fundamental dentro de la cadena de valor de la industria petrolera, el cuantificar los volúmenes de hidrocarburos con la confiabilidad y exactitud adecuada complementa a la filosofía de operación del proceso de producción para que este sea rentable. Para lograr esto, es necesario implementar a lo largo de toda la cadena de manejo de la producción, sistemas de medición que deben ser localizados en puntos estratégicos del proceso, el objetivo principal es cuantificar los volúmenes transportados en los diferentes puntos de la cadena, por ejemplo:

1. Volúmenes de producción de los pozos – yacimientos – campos.
2. Volúmenes extraídos desde los pozos hasta llegar a puntos de entrega.
3. Volúmenes entregados en los puntos de transferencia de custodia y venta para su transacción comercial interna o externa.
4. Obtener valores adecuados en la medición fiscal para establecer los impuestos, regalías, pagos, etc.
5. Obtener los volúmenes de aceite y condensados calculados como mermas o pérdidas. [1]

El Órgano de Gobierno de la Comisión Nacional de Hidrocarburos, emitió el Acuerdo CNH.E.32.001/15 [2], que tiene con objetivo regular los recursos humanos, técnicos y normas que deberán cumplir los Operadores Petroleros en relación con la medición de hidrocarburos. Esta regulación específica que la Incertidumbre de Medida en un punto de medición, no podrá ser mayor a 0.30% para el Petróleo y condensados, y de 1% para el Gas Natural. Para

estimar la incertidumbre de medida expandida U se deberá calcular la incertidumbre de medida típica de cada una de las variables de entrada, así como la incertidumbre típica del mensurando.

El caso estudiado corresponde a un Sistema de Medición de Aceite Crudo. La metodología se desarrolla de acuerdo con la norma mexicana NMX-CH-140-IMNC-2002. [3].

2. INCERTIDUMBRE DE MEDIDA DEL SISTEMA DE MEDICIÓN CON MEDIDOR CORIOLIS

2.1 El mensurando

El volumen neto standard V_{60} se define como el volumen de hidrocarburos líquidos corregido de cantidades de componentes no comercializables como sedimentos y agua.

Para la cuantificación de volúmenes de hidrocarburos se requiere de sistemas de medición que además del medidor de flujo de petróleo incluya la instrumentación necesaria medir variables secundarias como presión, temperatura, densidad y corte de agua necesarias para establecer las cantidades de corrección de volumen del hidrocarburo.

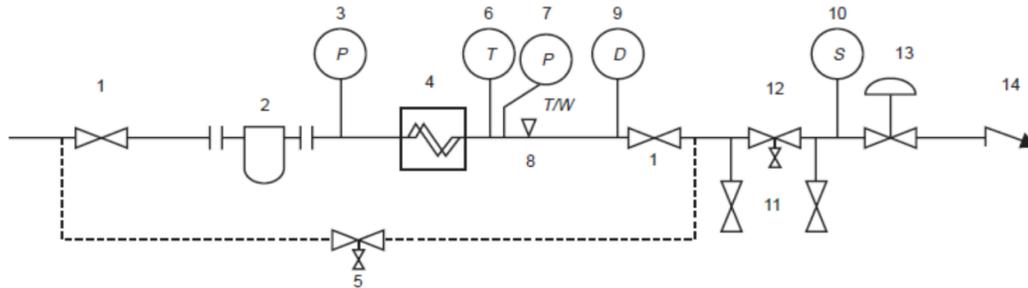
Se estudia un sistema de medición de aceite crudo que utiliza un medidor de flujo masico tipo Coriolis como elemento primario de medición.

Un medidor Coriolis consta de sensor y un transmisor, tiene uno o dos tubos a través de los cuales fluye el fluido que están hechos para vibrar en

sus frecuencias naturales o armónicas por medio de un mecanismo de accionamiento electromagnético. El fluido que fluye genera una fuerza de Coriolis que es directamente proporcional al flujo másico del fluido. El transmisor Coriolis procesa la salida del sensor en respuesta al flujo másico y genera señales para los equipos terciarios de medición como computadores de flujo. El flujo volumétrico puede determinarse dividiendo el flujo másico por la densidad medida en condiciones de flujo.

En la industria petrolera el estándar *API MPMS Chapter 5.6*, [4] es la guía que describe métodos para lograr niveles de precisión de transferencia de custodia con medidor Coriolis para medir hidrocarburos líquidos.

En la figura 1 se muestra un diagrama de la instalación típica de medidor.

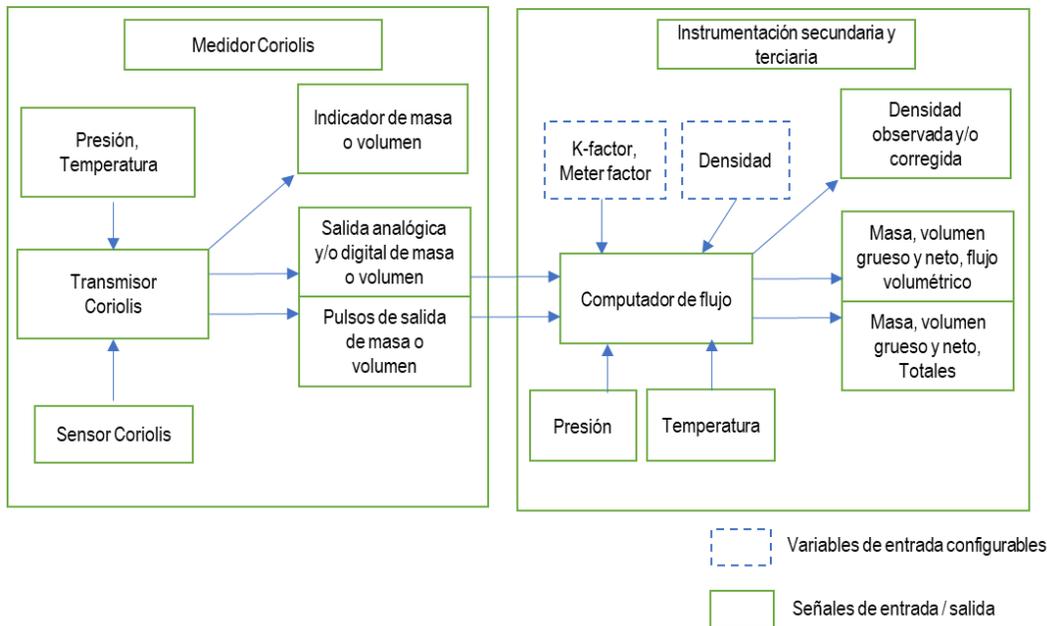


- 1. Válvula de bloqueo
- 2. Filtro / eliminador de aire (opcional)
- 3. Dispositivo indicador de presión (opcional)
- 4. Medidor de Coriolis
- 5. Derivación del medidor (opcional)
- 6. Dispositivo indicador de temperatura
- 7. Dispositivo indicador de presión
- 8. Prueba de termopozo (opcional)
- 9. Punto de medición de densidad
- 10. Punto de muestra manual o automático
- 11. Conexión de prueba, válvulas de bloqueo
- 12. Válvula de aislamiento de bloqueo y purga
- 13. Válvula de control (si se requiere)
- 14. Válvula de retención (si se requiere)

Fig. 1. Esquema típico para la instalación del medidor Coriolis.

Los factores de corrección y calibración que pueden afectar la masa, el volumen, la densidad o el flujo

determinados por el medidor Coriolis se muestran en la Figura 2.



- Variables de entrada configurables
- Señales de entrada / salida

Fig. 2. Factores que afectan las salidas del medidor Coriolis.

2.2 Modelo matemático

El estándar *API MPMS Chapter 20.1* [5] proporciona procedimientos para calcular las cantidades de petróleo cuando la corriente de líquido se mide con medidores de flujo volumétrico y cantidades variables de agua que normalmente están presentes en la corriente de flujo de líquido en el punto de medición. El estándar especifica 3 diferentes procedimientos para calcular los volúmenes netos de hidrocarburos, estos coinciden en el planteamiento matemático siendo solo diferentes por el método de determinación del corte de agua, estático por toma de muestra o dinámico por analizador en línea.

El modelo matemático se describe en la siguiente ecuación.

$$V_{60} = IV \times MF \times SF \times \left(1 - \frac{WC}{100}\right) \times CTL \quad (1)$$

Donde:

V_{60} = Volumen de petróleo crudo corregido a las condiciones de presión atmosférica y 60 °F.

IV = Volumen indicado por el medidor que corresponde al volumen total de la mezcla aceite-agua sin corrección alguna

MF = Factor del medidor de flujo; es valor no dimensional que corrige la cantidad indicada en un medidor al volumen medido real.

SF = Factor de corrección por contracción o encogimiento del fluido, es la relación de un volumen de líquido en condiciones definidas a ese volumen de líquido en condiciones de medición.

WC = El corte de agua es el porcentaje en volumen de agua en una corriente combinada de hidrocarburos y agua.

CTL = Factor de corrección de volumen por los efectos de la temperatura en el petróleo crudo en condiciones de medición.

El factor de corrección de volumen por los efectos de la temperatura CTL es función de la temperatura del medidor (T_m) y la densidad del fluido, se estima a la temperatura de referencia (60 °F) como sigue:

$$CTL = \exp[-\alpha_{60}(T_m - 60)(1 + 0.8\alpha_{60}(T_m - 60))] \quad (2)$$

Con coeficiente de expansión volumétrico α del fluido.

$$\alpha_{60} = \frac{K_0}{\rho_{60}^2} + \frac{K_1}{\rho_{60}} \quad (3)$$

Donde,

K_0, K_1 = constantes propias para cada hidrocarburo.

ρ_{60} = densidad del fluido de condiciones de referencia 60 °F.

Los pasos para evaluar y expresar la incertidumbre estándar combinada de los resultados de una medición se pueden resumir como sigue:

$$u_c(V_{60}) = \sqrt{u_A^2(V_{60}) + u_B^2(V_{60})} \quad (4)$$

Donde u_A es la incertidumbre tipo A y u_B es la incertidumbre tipo B.

Para determinar la incertidumbre tipo A de una magnitud de entrada se analizan un número n de observaciones repetidas bajo condiciones de repetibilidad, se estima con base en la dispersión de los resultados individuales.

La estimación del volumen neto de hidrocarburos se determina por:

$$\bar{V}_{60} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n V_{60i} \quad (5)$$

La dispersión de los resultados de la medición $V_{601}, V_{602}, \dots, V_{60n}$ se expresa por su desviación estándar experimental:

$$s(V_{60}) = \sqrt{\frac{1}{(n-1)} \sum_{i=1}^n (V_{60i} - \bar{V}_{60})^2} \quad (6)$$

La incertidumbre estándar $u_A(V_{60})$ se obtiene finalmente mediante el cálculo de la desviación estándar experimental de la media.

$$u_A(V_{60}) = s(\bar{V}_{60}) = \frac{s(V_{60})}{\sqrt{n}} \quad (7)$$

El siguiente paso del análisis de incertidumbre fue estimar las incertidumbres estándar de tipo B:

2.3 Fuentes de incertidumbre

Las fuentes de incertidumbre original para cada variable de entrada y en orden de prioridad:

- Certificados de calibración de los instrumentos, calibración con laboratorios y empresas certificada ante la Entidad Mexicana de Acreditación EMA o Mexicana de Acreditación MAAC y con trazabilidad a patrones nacionales del CENAM¹.
- Reportes de análisis de laboratorio, incertidumbre de la medición o certificados de calibración de los equipos utilizados.
- Repetibilidad, reproducibilidad indicados en estándares de la industria.
- Características metrológicas de los instrumentos en hojas de datos y manuales.
- Deriva, resolución, afectación de las condiciones ambientales, etc.

2.4 Incertidumbre estándar

La incertidumbre estándar para el volumen indicado *IV* se calcula considerando la resolución *a* del computador de flujo y la distribución rectangular.

$$u(IV) = \frac{a}{\sqrt{12}} \tag{8}$$

La incertidumbre estándar del factor el medidor *MF* se calcula mediante la ecuación:

$$u(MF) = \frac{U}{k} \tag{9}$$

La incertidumbre expandida *U* y el factor de cobertura *k* se indican en el certificado de calibración del medidor de flujo, igual a 2 para un nivel de confianza de 95%.

La incertidumbre estándar del factor de encogimiento del hidrocarburo *SF* se considera la incertidumbre del equipo de laboratorio, la distribución es normal.

$$u(SF) = \frac{U}{k} \tag{10}$$

El porcentaje de corte agua *WC* en el fluido, del reporte del laboratorio, la incertidumbre del equipo utilizado para el análisis o bien el certificado de calibración si se trata de un analizador en línea, se utiliza distribución normal para el cálculo.

$$u(WC) = \frac{U}{k} \tag{11}$$

Para la corrección de temperatura se utilizan las tablas del capítulo 11.1 de API MPMS.

$$u(CTL) = \sqrt{u(\rho_{60})^2 + u(T_m)^2} \tag{12}$$

La incertidumbre de medida de la densidad del reporte del laboratorio, se utiliza distribución normal.

$$u(\rho_{60}) = \frac{U}{k} \tag{13}$$

El certificado de calibración del transmisor de temperatura *T_m* del proporciona la incertidumbre expandida y su distribución.

$$u(T_m) = \frac{U}{k} \tag{14}$$

De acuerdo con la ley de propagación de la incertidumbre, la incertidumbre tipo B del volumen neto de hidrocarburos *u_B(V₆₀)* se determina por:

$$u_B(V_{60}) = \sqrt{c_1^2 u^2(IV) + c_2^2 u^2(MF) + c_3^2 u^2(SF) + c_4^2 u^2(WC) + c_5^2 u^2(CTL)} \tag{15}$$

$$= \sqrt{\left(\frac{\partial V_{60}}{\partial IV}\right)^2 u^2(IV) + \left(\frac{\partial V_{60}}{\partial MF}\right)^2 u^2(MF) + \left(\frac{\partial V_{60}}{\partial SF}\right)^2 u^2(SF) + \left(\frac{\partial V_{60}}{\partial WC}\right)^2 u^2(WC) + \left(\frac{\partial V_{60}}{\partial CTL}\right)^2 u^2(CTL)}$$

¹ Centro Nacional de Metrología

Donde:

$u_B(V_{60})$ = incertidumbre tipo B del volumen neto estándar.

c_1 a c_5 = coeficiente de sensibilidad.

El coeficiente de sensibilidad describe qué tan sensible es el mensurando con respecto a variaciones de la magnitud de entrada correspondiente.

$$c_1 = \frac{\partial V_{60}}{\partial IV} = MF \times SF \times \left(1 - \frac{WC}{100}\right) \times CTL \quad (16)$$

$$c_2 = \frac{\partial V_{60}}{\partial MF} = IV \times SF \times \left(1 - \frac{WC}{100}\right) \times CTL \quad (17)$$

$$c_3 = \frac{\partial V_{60}}{\partial SF} = IV \times MF \times \left(1 - \frac{WC}{100}\right) \times CTL \quad (18)$$

$$c_4 = \frac{\partial V_{60}}{\partial WC} = -(IV \times MF \times SF \times CTL) / 100 \quad (19)$$

$$c_5 = \frac{\partial V_{60}}{\partial CTL} = IV \times MF \times SF \times \left(1 - \frac{WC}{100}\right) \quad (20)$$

Se determina la incertidumbre tipo B $u_B(V_{60})$ y se combina con la incertidumbre tipo A $u_A(V_{60})$ para obtener la incertidumbre estándar combinada $u_c(V_{60})$ según la fórmula (4).

Seguidamente se debe calcular la incertidumbre expandida $U(V_{60})$, que es una medida de la calidad requerida del volumen neto estándar V_{60} . La incertidumbre expandida U se determina siguiendo la fórmula:

$$U(V_{60}) = k \times u_c(V_{60}) \quad (21)$$

En el medio industrial el valor comúnmente aceptado como factor de cobertura es $k = 2$ que corresponde al nivel de confianza $p = 95.45\%$.

Esos resultados deben presentarse como la estimación del volumen neto estándar V_{60} con la incertidumbre expandida $U(V_{60})$:

$$(V_{60} \pm U(V_{60})) \text{ bbl} \quad (22)$$

Para la comparación con el requisito metrológico indicado en la normatividad de la industria, la incertidumbre se expresa como incertidumbre expandida relativa U_{rel} en porcentaje de la medida, se calcula con la ecuación:

$$U_{rel} = \frac{U(V_{60})}{V_{60}} \times 100 \quad (23)$$

3. RESULTADOS

Se desarrolla un ejemplo de la medición de volumen neto estándar V_{60} . Esta medición se lleva a cabo mediante cortes diarios que totalizan la producción de las 24 horas, se generan reportes diarios de producción o tickets de traspaso por el computador de flujo.

Se seleccionaron 5 tickets de traspaso de una semana de producción y realizaron verificaciones de cálculo de volumen (Tabla 1) con el software de verificación de volumen FlowCheck 3.0 de Emerson Electric Co.

	FlowCheck 3.0 V_{60} (bbl)	FQI V_{60} (bbl)
1	88 908.40	88 905.93
2	88 755.50	88 749.11
3	79 619.60	79 619.96
4	80 705.50	80 703.13
5	81 055.00	81 058.77

Tabla 1. Verificación del cálculo de volumen.

El primer paso, determinar la incertidumbre de la medición del volumen neto standard V_{60} , incertidumbre tipo A. De acuerdo con la ecuación (7), tomando el software FlowCheck 3.0 como equipo patrón, el valor de la incertidumbre tipo A $u_A(V_{60})$ es igual a 1.83 bbl de la dispersión de valores de los 5 días verificados.

El siguiente paso fue estimar la incertidumbre del tipo B $u_B(V_{60})$, se selecciona uno de los tickets de traspaso (tabla 2) utilizados en la verificación para realizar el ejercicio de estimación de la incertidumbre.

	Parámetro	Valor	Unidad
1	<i>IV</i>	88 844.03	<i>bbl</i>
2	<i>WC</i>	7.0	% vol.
3	<i>T_m</i>	89.03	°F
4	<i>ρ₆₀</i>	33.5	°API
5	<i>MF</i>	0.999 65	<i>Adim</i>
6	<i>SF</i>	0.994 85	<i>Adim</i>
7	<i>CTL</i>	0.986 47	<i>adim</i>

Tabla. 2. Datos del ticket de traspaso.

En el siguiente paso se estima la incertidumbre estándar para cada variable de entrada de acuerdo con las fórmulas (8), (9), (10), (11), (13) y (14).

La Tabla 3 muestra los valores de las incertidumbres originales para los parámetros de entrada.

Formula	Incertidumbre original	Incertidumbre estándar
$u(IV)$	0.01 bbl	2.89E-03
$u(MF)$	0.07 %	3.50E-04
$u(SF)$	0.02 %	9.95E-05
$u(WC)$	0.15 %	5.08E-03
$u(T_m)$	0.09 °F	4.99E-04
$u(\rho_{60})$	0.8 kg/m ³	4.62E-04

Tabla. 3. Incertidumbres estándar.

Los coeficientes de sensibilidad de acuerdo con las ecuaciones (16), (17), (18), (19) y (20). Ver tabla 4.

	Formula	Valor
c_1	$\frac{\partial V_{60}}{\partial IV}$	9.12E-01
c_2	$\frac{\partial V_{60}}{\partial MF}$	8.11E+04
c_3	$\frac{\partial V_{60}}{\partial SF}$	8.15E+04
c_4	$\frac{\partial V_{60}}{\partial WC}$	-8.72E+02
c_5	$\frac{\partial V_{60}}{\partial CTL}$	8.22E+04

Tabla. 4. Coeficientes de sensibilidad.

Con los valores de incertidumbre estándar y coeficientes de sensibilidad se obtiene la incertidumbre de tipo B $u_B(V_{60})$ con un valor de 63.36 bbl.

Así con la fórmula (4), se calcula la incertidumbre estándar combinada $u_c(V_{60})$ que es igual a 63.37 bbl.

El último paso para estimar la incertidumbre de medición del volumen neto estándar es el cálculo de la incertidumbre expandida $U(V_{60})$, aplicando la ecuación (21).

La incertidumbre expandida de la medición del volumen neto estándar $U(V_{60})$ para el factor de cobertura $k = 2$ que corresponde al nivel de confianza $p = 95.45\%$ es 126.74 bbl.

El resultado obtenido es adecuado con la ecuación (23) para su comparación con el requisito metrológico indicado en la normatividad, la incertidumbre expandida relativa $U_{rel}(V_{60})$ es 0.16%.

Es conveniente desarrollar la metodología en hoja de cálculo en tabla de presupuesto de incertidumbre (Tabla 5), con los contribuyentes a la incertidumbre del volumen neto estándar V_{60} .

4. DISCUSIÓN

El ejercicio de estimación de la incertidumbre tipo A es de suma importancia debido al uso del software de verificación de volumen como un computador de flujo patrón.

La información que proporciona los valores de incertidumbre original es muy importante para el desarrollo de método, particularmente en los certificados de calibración que están soportados también con la aplicación de la norma NMX-CH-140-IMNC-2002 y que representa la incertidumbre con variables operativas del proceso que se mide.

En el ejercicio realizado se observa una mayor contribución de la incertidumbre tipo B en comparación con la incertidumbre tipo A.

Fuente de incertidumbre	Incertidumbre original	Incertidumbre estándar	Distribución k	Coficiente de sensibilidad c_n	Varianza
V_{60}	1.83 bbl	1.83E+00	Normal	1	3.35E+00
IV	0.01 bbl	2.89E-03	Rectangular	9.12E-01	6.95E-06
MF	0.07 %	3.50E-04	Normal	8.11E+04	8.06E+02
SF	0.02 %	9.95E-05	Normal	8.15E+04	6.58E+01
WC	0.15 %	5.08E-03	Normal	-8.72E+02	1.96E+01
T_m	0.09 °F	4.99E-04	Normal	8.22E+04	1.68E+03
ρ	0.8 kg/m ³	4.62E-04	Normal	8.22E+04	1.44E+03
			Incertidumbre estándar $u_c(V_{60})$		6.34E+01
			Incertidumbre expandida $U(V_{60})$		1.27E+02
Volumen neto estándar V_{60} [bbl]		81058.77	Inc. Exp. Relativa $U_{rel}(V_{60})$ [%]		0.16

Tabla. 5. Presupuesto de incertidumbre.

5. CONCLUSIONES

La metodología desarrollada en este trabajo se ajusta a las necesidades de cálculo de incertidumbre de medida en los procesos de transferencia de hidrocarburos líquidos, utiliza adecuadamente los valores de incertidumbre típicas u originales de los procesos de calibración, análisis de laboratorio y característica metrológicas de la instrumentación del sistema de medición y utiliza la información contenida en los tickets de traspaso generados en el computador de flujo.

Se muestra una metodología que con la información utilizada se da soporte al volumen calculado y su incertidumbre, confiabilidad a la operación del sistema de medición y cumplimiento de los lineamientos nacionales en cuanto a medición de hidrocarburos.

REFERENCIAS

[1] F. Janitzio, R. Legorreta y J. G. Villegas, "Importancia de la medición de hidrocarburos en puntos de transferencia de custodia", Memoria Petrolera, Año 1, No.5, pp. 5-7, septiembre 2015

[2] CNH, Lineamientos técnicos en materia de medición de hidrocarburos, 3ra. Reforma, diciembre 2017.

[3] IMNC, A.C. NMX-CH-140-IMNC-2002 Guía para la Expresión de la Incertidumbre de las Mediciones equivalente a Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement,

BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAP, IUPAC, OIML, 2003.

[4] ANSI/API MPMS Chapter 5.6 Measurement of Liquid Hydrocarbons by Coriolis Meters, 1st Edition, October 2002, Reaffirmed: November 2013.

[5] API MPMS Chapter 20.1 Allocation Measurement, 1st Edition, September 1993, Reaffirmed: October 2016.

[6] W. A. Schmid y R. J. Lazos, "Guía para estimar la Incertidumbre de la medición", Rev. 1, CENAM, abril 2004.

[7] API MPMS Chapter 11.1 Volume Correction Factors—Volume I, August 1980, Reaffirmed, March 1997.

[8] API MPMS Chapter 12.2.2 Calculation of Petroleum Quantities Using Dynamic Measurement Methods and Volumetric Correction Factors, Part 2—Measurement Tickets, 3rd Edition, June 2003, Reaffirmed: February 2016.

[9] Emerson Process Management Ltd, FlowCheck 3.0, 2011.

[10] A. Golijanek, D. Swisulski, R. Hanus, M. Zych, and L. Petryka, "Estimating the uncertainty of the liquid mass flow using the orifice plate", 2017.

[11] Emerson, "A Practical Approach to Continuous Liquid Allocation Measurement", White paper, 2018.

[12] A. Escamilla, "Metrología y sus aplicaciones", México: Ed. Patria S.A. de C.V., 2014.

POTENCIA ESTADÍSTICA EN LA EVALUACIÓN DEL SESGO FRENTE A UN MRC

Camilo D Aleman, Immer Mauricio Caicedo
Mol Labs Ltda
Bogotá, Colombia
(+57) 300 277 61 88 quimiometria@mollabs.com

Resumen: Este artículo implementa, en lenguaje R, una forma de estimar la cantidad de mediciones requeridas para la evaluación del error sistemático en condiciones de repetitividad, con el fin de garantizar tanto su significancia (error tipo I), como su potencia (error tipo II).

1 INTRODUCCIÓN

Según las guías aceptadas, el proceso de validación o verificación de un procedimiento de medida físico-químico exige estimar el sesgo de medida. Para ello, la guía ISO 33 [1] sugiere una prueba que, en condiciones de repetibilidad, compara los resultados obtenidos por el laboratorio frente al valor asignado de un MRC con trazabilidad metrológica [2] independiente de la calibración.

$$|\bar{x}_{medidas} - x_{MRC}| \leq k\sqrt{u_{medidas}^2 + u_{MRC}^2} \quad (1)$$

En el diseño estadístico correspondiente, la hipótesis nula H_0 propone que, para una incertidumbre de medida apta para el fin previsto, no existan diferencias significativas de las medidas frente al valor asignado.

En la secuencia procedimental, durante la evaluación de la precisión, se ha demostrado la condición de normalidad de los datos obtenidos; de tal manera que, para controlar el error de tipo I, es válido fijar un nivel de significancia conocido. La guía ISO 33 se enfoca en pedir un nivel de significancia sugerido del 95%, sin considerar la potencia estadística.

Conviene recordar que los errores pueden ser [3]:

- de tipo I (α) que sucede cuando habiendo diferencias significativas entre las mediciones y el MRC, el estadístico señala que, no las hay. A la probabilidad de no cometer el error tipo I la llamamos *significancia estadística 1- α* ;
- el error tipo II (β) que sucede cuando no hay diferencias entre las mediciones y el MRC, pero el estadístico señala que, si las hay, a la probabilidad de no cometer el error tipo II la llamamos *potencia estadística 1- β* .

Consideraremos prudente dar la misma importancia al error I y II. El propósito de este artículo es mostrar un procedimiento estadístico en lenguaje R, que permite estimar el número de medidas n requerido para alcanzar α y β deseados.

2 ESTIMACIÓN DE LA POTENCIA ESTADÍSTICA

Conviene comenzar por establecer el tamaño del efecto, es decir, la diferencia estandarizada entre dos promedios de muestras independientes. El tamaño del efecto puede ser estimado mediante la d de Cohen [4] como:

$$d = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{\sqrt{\frac{(n_1 - 1)s_1^2 + (n_2 - 1)s_2^2}{(n_1 - 1) + (n_2 - 1)}}} \quad (2)$$

Para n_i el tamaño de muestra y s_i la desviación estándar de cada población.

Al momento de diseñar el estudio de evaluación del sesgo de medida se desconoce la desviación estándar, pero se conoce la incertidumbre de medida y la incertidumbre del valor de referencia.

Así que la variación de los datos esperada, el denominador, es la combinación de las incertidumbres de medida,

$$\sqrt{u_{medida}^2 + u_{MRC}^2} \quad (3)$$

El numerador representa la máxima diferencia entre el valor medido y el valor de referencia, que en una evaluación de sesgo será la incertidumbre expandida del valor asignado del MRC.

El tamaño del efecto para la evaluación del sesgo de medida se puede reescribir como:

$$d = \frac{U_{MRC}}{\sqrt{u_{medidas}^2 + u_{MRC}^2}} \quad (4)$$

Hay que prestar especial atención a que, en el numerador se emplea la incertidumbre expandida, y en el denominador las incertidumbres típicas.

2.1 IMPLEMENTACIÓN EN SOFTWARE R

La implementación se puede realizar en el software R [5], con ayuda del paquete `pwr`¹ [6].

El código propuesto es,

```
pwr.t.test(d=d, sig.level=0.05, power=0.95,
type="one.sample", alternative="two.sided")
```

donde,

- `d`= tamaño del efecto estimado por medio de la ecuación (4);
- `sig.level`= nivel de significancia, α deseado. El sugerido es 95%;
- `power`= Potencia estadística, $1-\beta$. Se sugiere un 95%, aunque un nivel >80% puede ser razonable en aplicaciones fisicoquímicas.
- `type="one.sample"`, debido a que las medidas para evaluación del sesgo provienen de un mismo MRC, en caso de usar otro MRC será una prueba independiente y una nueva estimación;
- `alternative="two.sided"`, ya que el error sistemático puede ser tanto positivo como negativo.

Como salida se obtendrá el tamaño de muestra, *numero de mediciones*, a realizar al MRC para obtener un α y β deseados.

Para demostrar que el sesgo de medida no es significativo se debe cumplir la condición de la ecuación (1). Si el criterio se cumple con un numero de mediciones $<n$, no se puede garantizar la potencia estadística $1-\beta$ de la prueba.

3 RESULTADOS

Para ilustrar el modelo, presentamos como ejemplo dos estimaciones en condiciones de repetibilidad.

3.1 EVALUACIÓN DEL SESGO PARA EL CONTENIDO DE NITRÓGENO COMO g 100 g⁻¹ EN HARINA DE TRIGO.

MRC Harina de trigo ERM® -BC382

Valor certificado: 1,851 g 100 g⁻¹

Incertidumbre expandida U_{MRC} : 0,017 g 100 g⁻¹; $k=2$.

Incertidumbre las medidas realizadas por el laboratorio: 0,025 g 100 g⁻¹; $k=2$.

Tamaño del efecto:

$$d = \frac{0,017}{\sqrt{\left(\frac{0,0125}{2}\right)^2 + \left(\frac{0,0085}{2}\right)^2}} = 1,12462$$

Código en lenguaje R:

```
pwr.t.test(d=1.12462, sig.level=0.05, power=0.95,
type="one.sample", alternative="two.sided")
```

Salida de la simulación:

n = 12.37454

d = 1.12462

sig.level = 0.05

power = 0.95

alternative = two.sided

Se propone que serán necesarias al menos 13 mediciones al MRC para evaluar el sesgo de medida.

3.2 EVALUACIÓN DEL SESGO PARA MEDIDAS DE pH.

Standard Reference Material® 186g

Valor certificado: 6,8796 unidades de pH a 20,0 °C

Incertidumbre expandida U_{MRC} : 0,010 unidades de pH; $k=2$

Incertidumbre las medidas realizadas por el laboratorio: 0,023 unidades de pH a 20,0 °C; $k=2$.

Tamaño del efecto:

$$d = \frac{0,010}{\sqrt{\left(\frac{0,023}{2}\right)^2 + \left(\frac{0,010}{2}\right)^2}} = 0,79745$$

¹ <https://cran.r-project.org/web/packages/pwr/pwr.pdf>

Código en lenguaje R:

```
pwr.t.test(d=0.79745, sig.level=0.05, power=0.95,
type="one.sample", alternative="two.sided")
```

Salida de la simulación:

```
n = 22.45393
d = 0.7974522
sig.level = 0.05
power = 0.95
alternative = two.sided
```

Serán necesarias al menos 23 mediciones del MRC.

4 DISCUSIÓN

Se puede observar una relación entre el tamaño del efecto d y la cantidad de medidas requeridas para garantizar α y β .

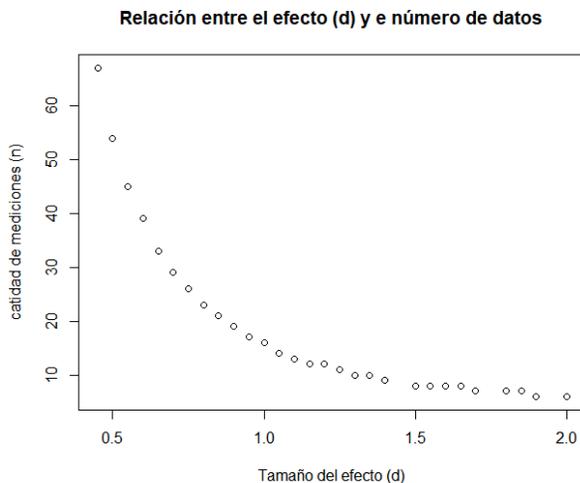


Fig. 1. Relación entre el tamaño del efecto “d” y el tamaño muestral para alcanzar una potencia estadística de 0.95 en la evaluación del sesgo de medida frente a un MRC

El tamaño del efecto se ve afectado directamente por la incertidumbre de medida y la incertidumbre del valor asignado del MRC,

- a medida que aumenta la incertidumbre de las medidas del laboratorio, aumenta el tamaño de n ;
- entre más baja sea la incertidumbre del MRC seleccionado para evaluar el sesgo de medida, aumenta el valor de n .

estas situaciones se pueden resumir en que, a valores más bajos de “ d ” será mayor el n .

5 CONCLUSIONES

A la hora de establecer el diseño experimental para evaluar el sesgo de medida, es necesario prestar especial atención a la cantidad de mediciones a realizar al MRC seleccionado. Si bien la guía ISO 33 propone un criterio bien establecido en la ecuación (1), una cantidad errada de mediciones no garantizan la potencia estadística.

También podemos resaltar que dada la relación que existe entre la incertidumbre del valor de referencia del MRC y la incertidumbre de las mediciones del laboratorio que evalúa el sesgo de medida, no se espera un tamaño de efecto mayor a 2; será una situación muy inusual que un laboratorio de ensayo tenga incertidumbres mucho más bajas que el MRC empleado.

Aun así, para valores altos de “ d ” el número de medidas mínimo para garantizar una potencia estadística del 95% será 6 (en la simulación mediante lenguaje R, $n = 5.54422$).

Por último, si el número de mediciones n obtenido en la simulación es considerablemente alto (p. ej. $n > 30$), se deberá considerar la posibilidad de que la incertidumbre de medida del laboratorio se encuentra subestimada o, que el MRC seleccionado tiene una incertidumbre baja que no es ideal para los fines prácticos del laboratorio.

6 BIBLIOGRAFÍA

- [1] ISO — International Organization for Standardization, «Reference materials — Good practice in using reference materials,» ISO Central Secretariat, Geneva, Switzerland, 2015.
- [2] ISO — International Organization for Standardization, «Requisitos generales para la competencia de los productores de materiales de referencia,» Publicado por la Secretaría Central de ISO, Ginebra, Suiza, 2016.
- [3] G. W. D. H. T. & T. R. James, «An introduction to statistical learning,» Vols. %1 de %2Vol. 112, p. 18, 2013.
- [4] D. C. Montgomery, Diseño y análisis de experimentos, Limusa Wiley, 2005.

- [5] R. C. Team, *R: A language and environment for statistical computing*, Vienna, Austria: R Foundation for Statistical Computing, 2022.
- [6] *Package 'pwr'. Version 1.3-0. Date/Publication 2020-03-17 12:10:02 UTC.*

ESTUDIO COMPARATIVO DE DOS MÉTODOS PARA LA MEDICIÓN DE HUMEDAD EN CONCENTRADO DE COBRE

Francisco Segoviano R., Amparo L. Luján S., Francisco J. Martínez R., Omar Hernández A., Edith Valle M., Itzel Santiago C., Maria del R. Arvizu T.
Centro Nacional de Metrología/Mettler Toledo
km 4.5 Carr. a Los Cués, El Marqués, Querétaro, C.P. 76246/Ejército Nacional 340, Col. Polanco V Sección, Alcaldía Miguel Hidalgo, CP 11560.
Teléfono +524422110500 ext.3937,3933,3998,3936,3910,3902/+525548409123
fsegovia@cenam.mx, alujan@cenam.mx, fjmartine@cenam.mx, omar.hernandez@mt.com,
evalle@cenam.mx, isantiag@cenam.mx, marvizu@cenam.mx

Resumen: La medición del contenido de la fracción de masa de humedad es una magnitud necesaria y de importancia en la certificación de materiales de referencia de matriz natural para asignar valores en base seca. Los Institutos de Metrología deben por esa razón, emplear varios métodos para mejorar la estimación del contenido de la fracción de masa de humedad. En este estudio se realizó el análisis comparativo de dos métodos de medición del contenido de la fracción de masa de humedad, el método térmico de secado en estufa (TSE) y el método de análisis termogravimétrico (TGA), en un candidato a material de referencia de concentrado de cobre. Los resultados obtenidos de los métodos muestran consistencia en la medición del contenido de la fracción de masa de la humedad, lo que permitió determinar que ambos métodos son confiables para la determinación de esta magnitud.

1. INTRODUCCIÓN

De acuerdo con el autor Vassileva E.[1], el contenido de humedad declarado en un determinado material se define operativamente y puede depender del método utilizado para llevar a cabo la medición, en este trabajo la expresión "contenido de humedad" cubre la pérdida de masa relativa observada durante los experimentos de secado, que es posiblemente más amplio que solo el "contenido de agua" (Ruckold, Grobecker, & Isengard, 2000) [2], debido a que pueden existir otros componentes volátiles en menor proporción. El contenido de humedad, afecta las propiedades a certificar en un material, es por ello, la importancia de medir la fracción de masa de humedad y corregir la masa de una muestra en un proceso de certificación, para asignar los valores de los mensurandos en base seca, permitiendo que los usuarios puedan comparar los valores medidos con los valores certificados del material de referencia, para ello es importante incluir en el certificado del material de referencia, las instrucciones para realizar la medición del contenido de la fracción de masa de humedad; esta inclusión se indica en los certificados de materiales de referencia que emiten los Institutos Nacionales de Metrología (INM). Las instrucciones de medición de humedad se efectúan utilizando métodos que incluyen sistemas de medición analítica simple, tal como estufas y desecadores, los cuales son operacionalmente definidos, por lo que requieren de una evaluación cuidadosa [3].

Existen varios métodos para realizar la medición del contenido de la fracción de masa de humedad como lo son: el uso de lámparas de luz infrarroja, resonancia magnética nuclear (RMN), volumétrico como el de Karl Fischer, horno de microondas, térmico de secado en estufa, uso de agentes desecantes, análisis termogravimétrico (TGA), así como su variante con acoplamiento a cromatografía de gases y destilación azeotrópica [4,5].

Las diferencias existentes entre los diversos métodos radican en el fundamento del método, así como su tiempo de análisis, practicidad, tamaño de muestra, equipo especializado; por lo que, la elección de los métodos para medir la humedad dependerá de los sistemas de medición disponibles, del contenido de humedad, tipo de muestra (líquida o sólida) y de la incertidumbre requerida [4].

Por lo anterior, el objetivo del presente trabajo fue evaluar dos métodos de medición del contenido de la fracción de masa de humedad en un material de referencia de concentrado de cobre, el método térmico de secado en estufa (TSE) y el método de análisis termogravimétrico (TGA), con el fin de contar con otro método de medición que permita respaldar la instrucción a describir en el certificado de un material de referencia, para que los usuarios puedan reproducir los valores certificados.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

La medición del contenido de la fracción de masa de humedad se realizó empleando dos métodos de medición:

Método de análisis termogravimétrico (TGA)
Método térmico de secado en estufa (TSE)

Para el estudio del contenido de la fracción de masa de humedad se empleó un candidato a material de referencia de concentrado de cobre, preparado por CENAM, con un tamaño de partícula aproximadamente a un intervalo de (63 a 90) μm , la presentación es en frascos de borosilicato ámbar de boca ancha, con un contenido aproximado de 60 g. Así mismo, para el estudio se eligieron de forma aleatoria y estratificada, para el método TGA, 6 unidades y para el método TSE, 13 unidades del candidato a material de referencia de concentrado de cobre y 3 muestras blanco.

2.1. Método: Análisis termogravimétrico (TGA)

Para este método se utilizó un equipo de la marca Mettler Toledo modelo TGA/DSC 3+ (por sus siglas en inglés Thermo Gravimetric Analysis/Diferencial Scanning; en español Análisis Termogravimétrico/Calorimetría Diferencial de Barrido), en este trabajo se empleó para este estudio el componente TGA. Este equipo incluye internamente una ultra micro balanza XP1U, con una exactitud en la pesada del 0.005 % con una precisión del 0.002 5 % y una repetibilidad menor que 0.000 8 mg, adicional el equipo cuenta con una resolución de 0.1 μg ; dicha balanza fue calibrada con pesas con trazabilidad al Patrón Nacional de No. 21 del CENAM. Para la medición del contenido de la fracción de masa de humedad con el TGA, se midió el peso de la muestra durante un proceso de calentamiento, de esta manera se obtuvo la pérdida de masa, con la cual se identificó que el intervalo de temperatura a la cual hay una pérdida de masa es entre (100 a 110) $^{\circ}\text{C}$. Con el análisis gráfico se observa la disminución de la masa de la muestra en función del aumento de la temperatura Figura 2.

La calibración y el ajuste de temperatura se realizan utilizando puntos de fusión precisos, lo que da como resultado una alta precisión de temperatura. El ajuste de la temperatura y el flujo de calor se realiza normalmente con metales puros certificados. El oro, el paladio, indio y zinc se pueden utilizar para calibrar y ajustar la temperatura y el flujo de calor hasta las temperaturas máximas especificadas para el horno

TGA/DSC 3+ (1 100 o 1 600) $^{\circ}\text{C}$, para esta medición se emplearon los materiales de referencia certificados de indio y zinc.

Los parámetros instrumentales de medición, para la caracterización de las muestras del candidato a material de referencia de concentrado de cobre, fueron los siguientes:

- Peso de muestra 100 mg.
- Intervalo de temperatura de TGA (25 a 300) $^{\circ}\text{C}$ en donde el intervalo de temperatura seleccionado para la medición de humedad fue de (45 a 110) $^{\circ}\text{C}$.
- Tasa de calentamiento 10 K/min.
- Atmósfera de nitrógeno con un flujo de 50 mL/min [5].
- Crisoles de aluminio con una masa aproximada de 80 mg.

Para el método de medición TGA, se seleccionaron 6 unidades empleando un muestreo aleatorio estratificado. Para medir la humedad del material de referencia de concentrado de cobre, se realizó por triplicado de cada unidad seleccionada incluyendo las muestras blanco.

2.2. Método: Térmico de secado en estufa (TSE)

Para el método térmico de secado en estufa, se emplearon: una balanza Mettler Toledo, modelo XPR206, con una capacidad máxima de 220 g y 0.01 mg de división de escala, calibrada con el método de comparación directa con patrones, con trazabilidad al Patrón Nacional de Masa No. 21, a través de las calibraciones correspondientes, un desecador de borosilicato, pesafiltros de borosilicato de dimensiones 24 mm de altura y 40 mm de diámetro [6].

La corrección por empuje del aire en las mediciones de masa se realizó con los valores de registro de condiciones ambientales en el laboratorio, registradas en el sensor de temperatura, marca MINCO/CENAM, el sensor de presión marca CENAM y el sensor de humedad relativa marca CENAM, cada uno calibrado y con trazabilidad al CENAM [6].

La primera parte del proceso en la medición de humedad, consistió en la obtención de peso constante de los pesafiltros vacíos; los pesafiltros se pesaron al inicio y después se sometieron a un proceso de ciclos de calentamiento en estufa durante 1 h, en un intervalo de temperatura entre (107 a 113) $^{\circ}\text{C}$ y enfriando antes de pesar, por un tiempo de 30 min en un desecador de borosilicato, se

utilizó perclorato de magnesio como agente desecante; se realizaron los ciclos necesarios hasta alcanzar un criterio de peso constante establecido de 0.1 mg [7].

La segunda parte del proceso en la medición de humedad, una vez que los pesafiltros vacíos alcanzaron el peso constante, consistió en pesar aproximadamente 1 g de la muestra de concentrado de cobre en cada uno de los pesafiltros y como muestras blanco se pesaron 3 pesafiltros sin muestra, después se sometieron los ciclos de calentamiento necesarios, en una estufa en un intervalo de (107 a 113) °C durante 1 hora, hasta obtener el peso constante en las muestras, lo cual se observaba al obtener el mismo criterio constante de peso constante, establecido para los pesafiltros vacíos, es decir 0.1 mg [6].

El modelo de medición del contenido de la fracción de masa de humedad se muestra en la Ecuación 1, donde se propone la identificación del mensurando por los símbolos $w(\text{Hum})$.

$$w(\text{Hum}) = \left[\frac{(m_{ps+m_{mh}}) - (m_{ps+m_{ms}}) - \bar{m}_b}{(m_{ps+m_{mh}}) - m_{pscte}} \right] \quad \text{Ecuación (1)}$$

Donde:

- $m_{ps} + m_{mh}$ Masa del pesafiltro con la masa de la muestra húmeda, (g).
- $m_{ps} + m_{ms}$ Masa del pesafiltro con masa de la muestra seca (g).
- m_{ps} Masa del pesafiltro seco (g) (después de que alcanza el criterio de peso constante)
- \bar{m}_b Valor de masa promedio de las muestras blanco a peso constante (g).
- m_{pscte} Masa del pesafiltro seco a peso constante (g).

Para el método de medición TSE, se seleccionaron 13 unidades, empleando muestreos aleatorios estratificados para cada uno de los diferentes mensurandos a certificar, por lo anterior, las mediciones fueron realizadas en diferentes días, como parte del diseño experimental de la certificación de la fracción de masa de cobre, hierro, arsénico, bismuto y plata. Por lo anterior, como resultado de los diseños experimentales durante la certificación mencionada, por cada unidad se realizaron de 1 a 8 mediciones por muestra.

La estimación de incertidumbre de la $w(\text{Hum})$ en la muestra de concentrado de cobre, se realizó considerando las magnitudes de entrada de la

Ecuación 1, donde se incluye una magnitud de influencia D , que representa la variabilidad del método TSE, obteniéndose la Ecuación 2.

$$w(\text{Hum}) = \left[\frac{(m_{ps+m_{mh}}) - (m_{ps+m_{ms}}) - \bar{m}_b}{(m_{ps+m_{mh}}) - m_{pscte}} \right] \cdot D \quad \text{Ecuación (2)}$$

3. RESULTADOS

Los resultados de medición del contenido de la fracción de masa de humedad en el concentrado de cobre se presentan a continuación:

3.1. Resultados y Gráficos, obtenidos con Método TGA

Los resultados del contenido de la fracción de masa de humedad, empleando el método TGA se presentan en la Tabla 1.

El número de unidades medidas con el método térmico de secado en estufa, fue mayor que las unidades medidas con el método TGA.

Tabla 1. Resultados de la medición del contenido de la fracción de masa de humedad, empleando el método TGA.

ID unidad/ Réplica	w(Hum) (g/g)		
	1	2	3
M001	0.0020	0.0019	0.0019
M036	0.0017	0.0015	0.0017
M087	0.0016	0.0017	0.0015
M131	0.0018	0.0017	0.0018
M188	0.0016	0.0016	0.0016
M256	0.0021	0.0018	0.0021
w(Hum), g/g			
Promedio	0.0017		
Desviación estándar	0.00018		
Incertidumbre expandida	0.00029		

Se seleccionó la unidad 188, para mostrar en la Figura 1, los gráficos de resultados de medición del contenido de la fracción de masa de humedad, con el método TGA en inciso a) se observan los gradientes de la pérdida de masa con respecto a la temperatura; en inciso b) la primera derivada en la cual se muestran los máximos donde se presenta la pérdida de masa, el primero en un intervalo de (30 a 40) °C correspondiente a sustancias volátiles desconocidas, que se pueden determinar con el acople a la cromatografía de gases (GC) y el segundo en un

intervalo de temperatura de (100 a 110) °C el cual corresponde a la pérdida de masa del contenido de la fracción de masa de humedad.

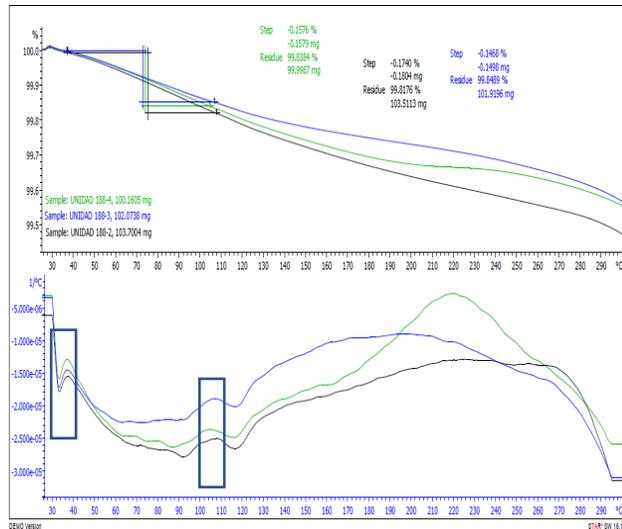


Fig. 1 Gráfico de la medición del contenido de la fracción de masa de humedad con el método TGA.

- a) Gráfica que muestra el gradiente de pérdida de masa con la temperatura y tiempo.
- b) Gráfica de la primera derivada, que muestra los máximos, donde se efectúa la pérdida de masa.

En la Figura 2, se muestran los resultados del contenido de la fracción de masa de humedad, para las 3 réplicas de cada una de las 6 unidades con el método TGA.

3.2. Resultados y Gráficos, obtenidos con Método TSE

En la Tabla 2 se muestran los resultados obtenidos con el método térmico de secado en estufa (TSE).

Tabla 2. Resultados de la medición del contenido de la fracción de masa de humedad, empleando el método TSE.

ID unidad/ Réplica	w(Hum) (g/g)							
	1	2	3	4	5	6	7	8
M001	0.002	0.0017	0.0024	0.0026	0.0023	0.0024	0.0022	0.0027
M036	-	-	-	-	0.0021	0.0023	0.0021	0.0025
M064	-	0.0018	0.002	0.0029	-	-	-	-
M087	-	-	-	-	0.0016	0.0021	0.002	0.0023
M096	-	-	-	0.0026	-	-	-	-
M116	-	0.002	-	-	-	-	-	-
M131	-	-	-	-	0.002	0.0022	0.0019	0.0023
M171	-	0.0024	0.0018	-	-	-	-	-
M188	-	-	-	-	0.0021	0.0021	0.002	0.0026
M159	0.0017	-	-	-	-	-	-	-
M210	-	0.002	-	0.0028	-	-	-	-
M230	-	-	0.0018	-	-	-	-	-
M256	0.0018	0.0016	0.002	0.0028	0.0023	0.0022	0.0021	0.0026
w(Hum), g/g								
Promedio					0.002 1			
Desviación estándar					0.000 25			
Incertidumbre expandida					0.000 44			

En la Figura 3, se muestran los resultados del contenido de la fracción de masa de humedad empleando el método TSE térmico de secado en estufa a un intervalo de temperatura de (107 a 113) °C.

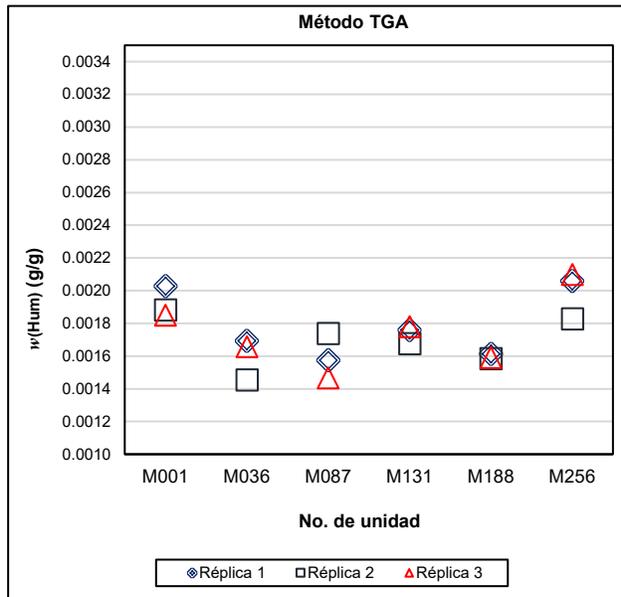


Fig. 2 Resultados de la medición del contenido de la fracción de masa de humedad con método TGA.

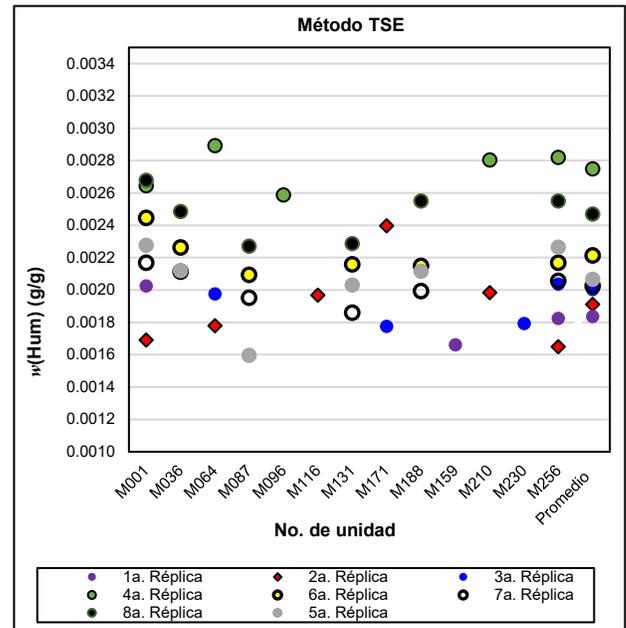


Fig. 3 Resultados de la medición del contenido de la fracción de masa de humedad con el método TSE, térmico secado en estufa.

En la Figura 4 se presenta el resultado de la contribución de las fuentes de incertidumbre, para el método TSE, donde se observa que las mayores fuentes de incertidumbre son el método, el criterio de peso constante empleado de 0.000 1 g, así como la masa de la muestra húmeda.

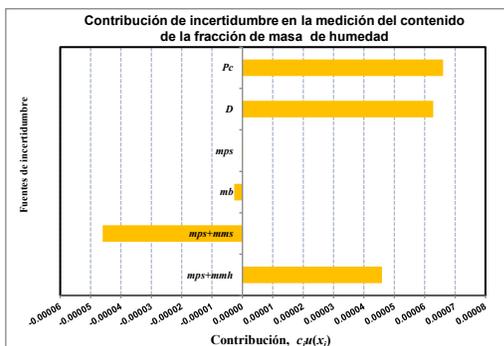


Fig. 4. Fuentes de incertidumbre, método TSE.

El resumen de resultados de la medición de para los métodos TGA y TSE, se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3 Resumen de resultados y desviación estándar para los métodos TGA y TSE.

	w(Hum), g/g	
	Método TGA	Método TSE
Promedio	0.001 7	0.002 1
Desviación estándar	0.000 18	0.000 25
CV (%)	10 %	14 %
Incertidumbre expandida	0.000 29	0.000 44

En la Figura 5 se representan los resultados obtenidos con ambos métodos y su consistencia de resultados entre ambos métodos, empleando la incertidumbre expandida (ver Tabla 3 Resumen de resultados y desviación estándar de los métodos TGA y TSE).

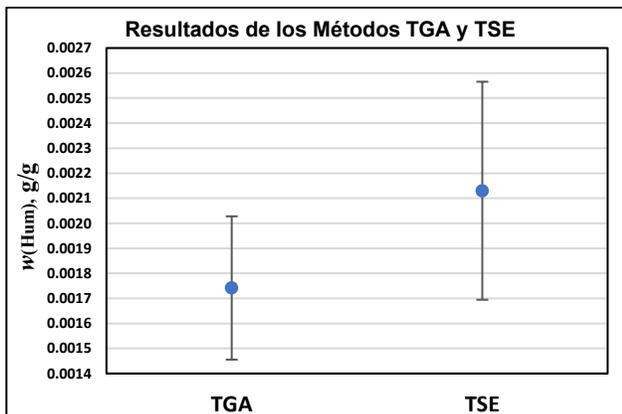


Fig. 5 Resultados de la medición del contenido de la fracción de masa de humedad e incertidumbre expandida para los métodos TGA y TSE.

3.3 Resultados Estadísticos, Método TGA y Método TSE

Para comprobar la consistencia entre los resultados de los dos métodos, se realizaron las pruebas estadísticas, prueba *F* de Snedecor-Fisher y prueba *t*-Student empleando los parámetros estadísticos de la desviación estándar y promedios [7, 8].

Para el estadístico prueba *F* de Snedecor-Fisher se empleó la Ecuación 3.

$$F_{calculada} = \frac{s_{\text{método TSE}}^2}{s_{\text{método TGA}}^2} \tag{Ecuación 3}$$

Donde:

- $F_{calculada}$ Estadístico $F_{calculado}$.
- $s_{\text{método TGA}}^2$ Varianza método TGA.
- $s_{\text{método TSE}}^2$ Varianza método TSE (con mayor valor).

La prueba *F* de Snedecor-Fisher cumple con el siguiente criterio de aceptación:

$$F_{calculada} (1.9) < F_{tablas} (3.2)$$

Con el cual no existe diferencia significativa en las varianzas del valor obtenido del contenido de la fracción de masa de humedad en el método TGA y el método TSE.

Para el estadístico *t*-Student, se utilizó la Ecuación 4 correspondiente a la evaluación con desviaciones estándar iguales.

$$t = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{s \sqrt{\frac{1}{n_2} + \frac{1}{n_1}}} \tag{Ecuación 4}$$

Donde:

- t* Valor del estimador *t* Student calculado.
- \bar{x}_1 Valor de media del método TSE.
- \bar{x}_2 Valor de media del método TGA.
- s* Valor conjunto de la desviación estándar de los métodos.
- n_1 Número de valores observados con el método TSE.
- n_2 Número de valores observados con el método TGA.

El resultado de la prueba *t* Student muestra que la $t_{calculada}$ es menor que la t_{tablas} , por lo anterior, No existe diferencia significativa en los valores de medición del contenido de la fracción de masa de humedad entre los métodos TGA y TSE.

$$t_{calculada} (2.27) < t_{tablas} (3.25)$$

4. DISCUSIÓN

Los métodos empleados en la medición del contenido de la fracción de masa de humedad obtuvieron resultados consistentes, donde el valor nominal esta del orden del 0.002 g/g.

El método TSE determina el contenido de la fracción de masa de humedad incluyendo sustancias volátiles en un intervalo de temperatura de (107 a 113) °C, este método de secado por su aplicación es utilizado en la mayoría de los laboratorios, por incluir el uso de equipos ordinarios de laboratorio, tal como balanza, estufa y desecadores. Para el método TSE la medición resultó de alto reto analítico, ya que la medición del contenido de masa de humedad de acuerdo con el numerador de la ecuación 1, estaba del orden de 2 mg, lo que ocasionó que se obtuviera mayor variabilidad con este método. Esto se debió principalmente a que el contenido de la fracción de masa de humedad medida se encuentra en el límite de cuantificación del método, es decir están en el umbral de los valores mínimos de medición de la balanza.

También, cabe mencionar que este método implicó el uso de mayor cantidad de muestra (1 g), mayor tiempo de análisis del orden de 11 días hasta llegar a la obtención de peso constante y requirió de un protocolo muy cuidadoso durante el proceso de la obtención del peso constante, tanto de los pesafiltros vacíos como los pesafiltros con muestra. Por lo anterior, la gran cantidad de manipulación y la

medición de masa de humedad tan pequeña se conjugan para obtener mayor variabilidad que el método TGA, como se puede observar en la Tabla 2 y Figura 3. Otro factor importante, es que la medición de fracción de masa de humedad no se lleva a cabo en una atmósfera controlada, a diferencia del método TGA, donde se emplea nitrógeno.

El método TGA determina el contenido de la fracción de masa de humedad en un intervalo de temperatura de (100 a 110) °C, presenta grandes ventajas con respecto al método TSE, donde la medición se efectúa en atmósfera controlada de gas inerte, lo que permite un control de pérdida de masa con mejor control sin la interferencia de aire; también, permite realizar incrementos constantes de gradientes de temperatura, logrando observar la pérdida de masa con respecto a cada incremento, de esta manera se puede observar gráficamente la pérdida de masa, con la finalidad de identificar en una gráfica el máximo valor de pérdida de masa y su relación con la temperatura; magnitudes que permiten identificar cuando se debe de medir el contenido de humedad.

Adicionalmente, una ventaja de este método es el uso de una cantidad de masa de muestra menor que el método TSE, del orden de 0.1 g; sin embargo, también representa una desventaja por medir valores de masa pequeña, lo que representa un reto analítico, que requiere de grandes cuidados.

El resultado de la medición de humedad para el método TGA se muestra en la Tabla 1 y Figura 2, donde se observa que la variabilidad obtenida de las mediciones del contenido de la fracción de masa de humedad, es menor que la obtenida por el método TSE, sin embargo, presentan valores ligeramente menores.

Sobre las evaluaciones estadísticas realizadas empleando, las pruebas estadísticas F de Snedecor-Fisher y t -Student, muestran los siguientes resultados:

- La prueba estadística F de Snedecor-Fisher, indica que no existe diferencia significativa entre las varianzas de los valores en ambos métodos, indicando que hay consistencia entre la variabilidad de los datos medidos por ambos métodos, por lo tanto, los valores de las varianzas son comparables.

-La prueba estadística t -Student indica que no existe diferencia significativa entre los valores obtenidos de las mediciones del contenido de la fracción de masas

de humedad en el concentrado de cobre, mediante el método TGA y el método TSE.

5. CONCLUSIONES

Finalmente, ambos métodos resultaron ser consistentes, en la medición del contenido de la fracción de masa de humedad en el material de referencia de concentrado de cobre, de esta manera se respalda la instrucción a describir en el certificado del material de referencia, para que los usuarios puedan reproducir los valores certificados.

El contenido de la fracción de masa de humedad es una magnitud operacionalmente definida [3], por lo anterior es muy importante definir las magnitudes involucradas durante su medición, tanto para el método TSE, como para el TGA.

Los resultados de la medición del contenido de la fracción de masa de humedad para ambos métodos, en un material de referencia de concentrado de cobre, permitieron conocer las bondades de cada método, por ejemplo:

- En el método TGA, el uso de muestras pequeñas, control de gradientes de temperatura, gráficos de pérdida de masa con respecto a temperatura y tiempo, lo cual permitió identificar la pérdida de masa a una temperatura determinada, empleando tiempos cortos de medición.

- En método TSE, a pesar de que su variabilidad es mayor que el método TGA, sigue siendo una alternativa para los laboratorios analíticos de ensayo, por ser un método convencional y confiable para la determinación del contenido de la fracción de masa de humedad, en muestras de matriz natural, que requiere de una infraestructura ordinaria, tal como estufa, agente desecante, balanza analítica.

Como expectativas de este proyecto se ha identificado el realizar la medición de humedad empleando un TGA acoplado a cromatografía de gases, con la finalidad de conocer y medir los diferentes componentes volátiles que se podrían encontrar durante los diferentes valores de pérdida de masa a temperaturas específicas.

AGRADECIMIENTOS

Agradecimiento especial a la empresa Mettler Toledo SA de CV, por su colaboración y facilidades para realizar los estudios de humedad mediante la técnica instrumental Analizador Termogravimétrico (TGA),

en el Marco del Convenio de Colaboración CENAM-Mettler Toledo. También agradecemos a la Dra. Melina Pérez por su apoyo en el Convenio de Colaboración, con el cual se ha contribuido al desarrollo del material de referencia de concentrado de cobre, que próximamente estará a la venta.

REFERENCIAS

- [1] Emilia Vassileva, Christophe R. Quérel. (2007). Influence of the correction for moisture/water content on the quality of the certification of cadmium, copper and lead mass fractions in rice. *Food Chemistry* 106 (2008) 1485.
- [2] Rückold, S., Grobecker, K. H., & Isengard, H.D. (2000). Determination of the content of water and moisture in milk. *Fresenius Journal of Analytical Chemistry*, 368,522-527
- [3] ISO Guide 35:2017 "Reference materials - Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability".
- [4] Diego F. Tirado, Piedad M. Montero, Diofanor Acevedo. (2015). Estudio Comparativo de Métodos Empleados para la Determinación de Humedad de Varias Matrices Alimentarias. *Información Tecnológica* Vol. 26(2), 3-10 (2015) doi: 10.4067/S0718-07642015000200002.
- [5] Jacqueline L. Mann, W. Robert Kelly, and Bruce S. MacDonald (2002). Observations of Anomalous Mass-Loss Behavior in SRM Coals and Cokes on Drying. *Analytical Chemistry*, Vol. 74, No. 15.
- [6] Farma News, Mettler (2007), Determinación del contenido en humedad según las normas de la Farmacopea, Ed. Mettler-Toledo AG Laboratory & Weighing Technologies, Im Langacher CH-8606 Greifensee, Switzerland.
- [7] Instrucción de Trabajo del Centro Nacional de Metrología, "Obtención de Material a Peso Constante", No. 620-AC-IT.057.
- [8] Eric Flores, María G. Miranda, Miguel A. Villasis, El protocolo de investigación VI: Cómo elegir la prueba estadística adecuada. *Estadística inferencial*, Revista Alergia México, 2017:64(3), pag. 364-370.
- [9] Reinaldo A. Sánchez, "t- Student, usos y abusos", *Revista Mexicana de Cardiología*, Vol.6, N° 1, 2015.

MICROSTRUCTURAL EVOLUTION AND MECHANICAL PROPERTIES OF CFB STEELS OBTAINED BY SHORT IBT TREATMENTS

Luis Espinosa Z.¹, Rogelio Deaquino L.², Armando Salinas R.², Rocío Saldaña G.³, Arnoldo Bedolla J.⁴, Antonio Torres C.¹, Emmanuel Gutiérrez C.¹

¹Instituto de Metalurgia, Ingeniería de Materiales, Universidad Autónoma de San Luis Potosí
Av. Sierra Leona 550, Lomas Segunda Sección, San Luis Potosí C.P. 78210, México

²Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional (CINVESTAV)

³Corporación Mexicana de Investigación en Materiales (COMIMSA)

⁴Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo
4921262572 inge.luisespinosa@gmail.com

Abstract: This work presents the microstructural evolution and mechanical properties of a carbide-free bainitic (CFB) steels. The chemical composition proposed for the fabrication of steel was set based on a computer simulation regarding the effects of chemistry on the behavior of CCT diagrams. To validate the results obtained from the computational study a steel was obtained at a laboratory scale and processed to obtain steel strips of 2.5 mm of thickness. Samples were then austenitized at 860°C for 3 min and subjected to an isothermal treatment conducted at 400°C from 40 s to 5 min, followed by water cooling. Results show that after 5 min of isothermal treatment, the percentage of carbide-free bainite was about 95%, leading to an ultimate tensile strength = 1083 MPa and elongation to fracture= 17.2%.

1. INTRODUCTION

One of the current challenges of the automotive industry is compliance with government laws that restrict the emission of greenhouse gases and promote vehicle safety [1]. Carbide-free bainitic (CFB) steels of 3rd generation are currently under development and could be used to meet these needs due to their higher strength and ductility compared to first-generation advanced high-strength steels. CFB steels have low contents of alloying elements compared to other steels such as Q&P or TRIP medium Mn steels, which results in better weldability and lower manufacturing cost [2]. CFB steels have also been reported to have the highest hole expansion capacity in high-strength steels [3]. Therefore, the use of CFB steels in the automotive industry opens the possibility for the manufacture of thin steel sheets, which can contribute to reduce the total weight of vehicles and reduce the emission of greenhouse gases without sacrificing the mechanical strength of the components.

An important characteristic of CFB steels is that the cycle needed for their production could be adapted to continuous annealing lines [2-3]. Some authors have reported processing cycles with isothermal bainite treatment (IBT) times of several hours, making it difficult to use those cycles at an industrial level [4-6].

Temperature and time required for the bainitic transformation depend strongly on the steel chemical composition, in this way, the modification of the chemical composition could be used with advantage to modify the phase transformation

curves depending on the metallurgical needs to obtain a particular steel [7].

On the other hand, since the formation of carbide-free bainite requires a minimum percentage of certain elements such as C, Mn and Si, the reduction in heat treatment time is limited [8]. Some authors have reported the effect of the alloying elements mentioned above on the time required for the bainitic transformation. Kumar et al. reported that CFB steels containing between 0.5 to 0.9 wt. % C, in which the complete bainite transformation takes place at temperatures below 300 °C after several h [9].

Lin et al. studied the effect of Si on the formation of carbide-free bainite, concluding that silicon is essential, but at the same time it reduces the bainite transformation kinetics, causing the incomplete reaction phenomenon that stop the bainitic transformation due to carbon enrichment in austenite [10].

Other works report the microstructural evolution and mechanical properties of carbide-free bainitic steels, although the reported IBT times were up to 2 h [11,13].

In the present work it is proposed a chemical composition for the manufacture of CFB steels through short isothermal treatments. Microstructural changes and mechanical properties are presented and discussed as a function of IBT time. The thermal cycle parameters employed were similar to those used in a continuous annealing line.

2. EXPERIMENTAL PROCEDURE

2.1 Design of chemical composition

The chemical composition of the experimental steel was set based on a computational study regarding the effect of alloying elements on the behavior of CCT diagrams. Calculations were made using the JMatPro program, and according to the procedure reported by Contreras et al. for obtaining multiphase steels [7]. The thermal cycle used to conduct the thermal treatments as a function of IBT time is illustrated in Figure 1. Chemical composition was adjusted to ensure that the austenitization temperature was above the critical transformation temperature A_{c3} (temperature above which the stable phase is austenite) and was similar to those used in a continuous annealing process ($850\text{ }^{\circ}\text{C} < T < 900\text{ }^{\circ}\text{C}$).

The starting chemical composition was established based on studies reported in the literature regarding the use of bainitic carbide-free steels [4-6, 13]. Then, the chemical composition was modified to move the transformation curves of bainite to the left of the CCT diagrams in order to promote shorter transformation times (less than five min.) [3].

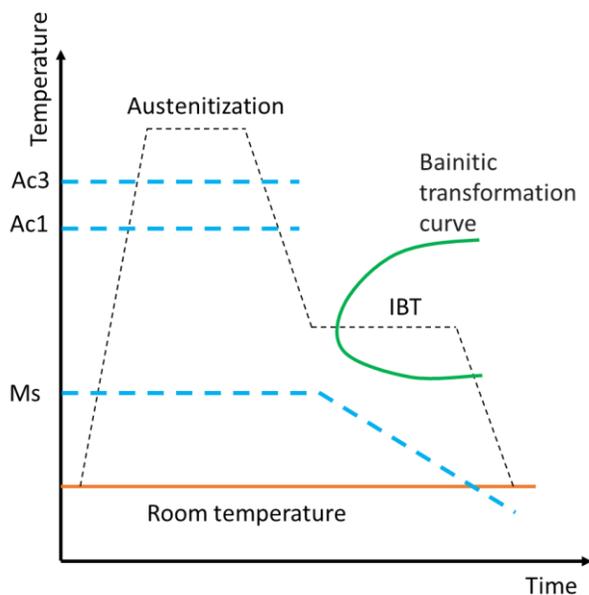


Figure 1. Schematic representation of the thermal cycle and the use of CCT diagrams, to obtain CFB steel.

2.2 Fabrication and processing of experimental steel

After the appropriate chemical composition for the experimental steel was set, the steel was obtained

by fusion and casting at laboratory scale. Melting and casting were conducted in a CONSARC vacuum induction furnace. The molten steel was poured into metal ingot molds to obtain ingots of 12 cm wide x 5 cm thick x 20 cm long. The ingots were homogenized at 1200 °C for 1 h and hot rolled to a thickness of 7 mm, followed by a second deformation at 500 °C to achieve a thickness of 2.5 mm. Deformation was carried out in a HILLE HELICON MK4 reversible rolling mill.

2.3 Thermal cycle

The selected thermal cycle included austenitization at 860 °C for 3 min, followed by an isothermal bainitic treatment (performed at 400 °C) and water cooling. Times used for IBT were 40 s, 60 s, 80 s, 100 s, 120 s, 180 s, 240 s and 300 s.

2.4 Characterization

Chemical composition was determined by infrared absorption spectroscopy and atomic emission spectroscopy. Carbon and sulfur contents were determined according to the procedures of ASTM E-1019. The rest of the elements were determined as indicated in ASTM E-415 standard. Quantification of phases was performed by image analysis by optical microscopy using an Olympus GX51 optical microscope and the ImageJ program. For microstructural analysis, samples were hot-mounted, using a thermosetting phenol formaldehyde resin (Bakelite), and prepared by conventional metallographic techniques. Microstructure was revealed by etching with 5 % Nital reagent by immersion for 8 s.

Morphology of phases was observed by scanning electron microscopy using a JEOL JSM-6610 microscope. Finally, the mechanical properties were determined by uniaxial tension tests in an MTS810 universal testing machine based on the procedures of ASTM E8.

3. RESULTS

The chemical composition of the experimental steel expressed as a percentage by weight was: 0.31 % C, 1.03 % Mn, 1.27 % Si, 0.21 % Al, 0.24 % Cr, 0.25 % Co, 0.37 % Mo, 1.43 % Ni and 0.34 % Cu.

All concentrations are in weight percent. Figure 2 shows the bainite transformation curves of experimental steel and for other steels reported in

the literature. The beginning of the bainite transformation is indicated in green color. The critical transformation temperatures on continuous heating (Ac_1 , Ac_3) and continuous cooling (M_s , M_f) are also shown in the diagram. As can be seen in the CCT diagram, the chemical composition proposed to obtain the CFB steel, allows the displacement of the bainite transformation curve to the left of the diagram, while the bainite transformation curves of steels reported in the literature are localized to the right of the diagram. This result suggests that the bainite transformation in the experimental steel can occur faster. According to this diagram, austenite can transform to bainite during cooling from $860\text{ }^\circ\text{C}$ to $400\text{ }^\circ\text{C}$ in a wide range of cooling rates and during maintenance of steel at $400\text{ }^\circ\text{C}$. This result also suggests that bainite can be obtained during short times.

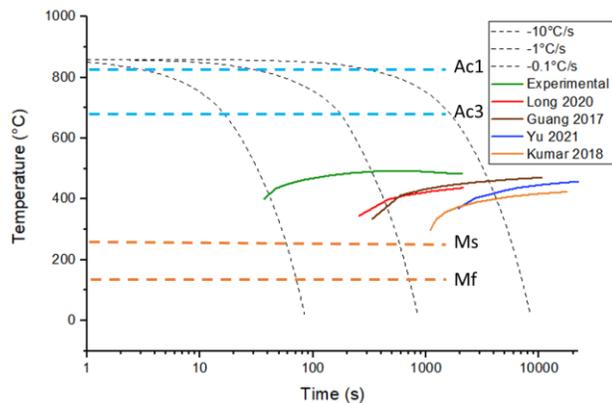


Figure 2. CCT diagram showing the starting bainite transformation curves calculated for the experimental steel and for steels reported in the literature.

Figure 3 shows the effect of IBT time on the microstructure of heat-treated steels. The microstructure of the steel in the as-quenched condition ($860\text{ }^\circ\text{C}$, 3 min + water cooling) is also included. The latter sample was included for comparison since it was not subjected to isothermal bainitic treatment.

Two phases are identified, the brown phase corresponds to martensite and the purple phase corresponds to bainite. This observation was supported by microhardness measurements (not shown), which indicated that the brown phase was the hardest. The progress of the isothermal transformation can be explained using the calculated CCT diagram, since the only transformation that can occur at $400\text{ }^\circ\text{C}$ is the austenite to bainite

transformation. As can be observed, the amount of bainite increases as the time of IBT is increased.

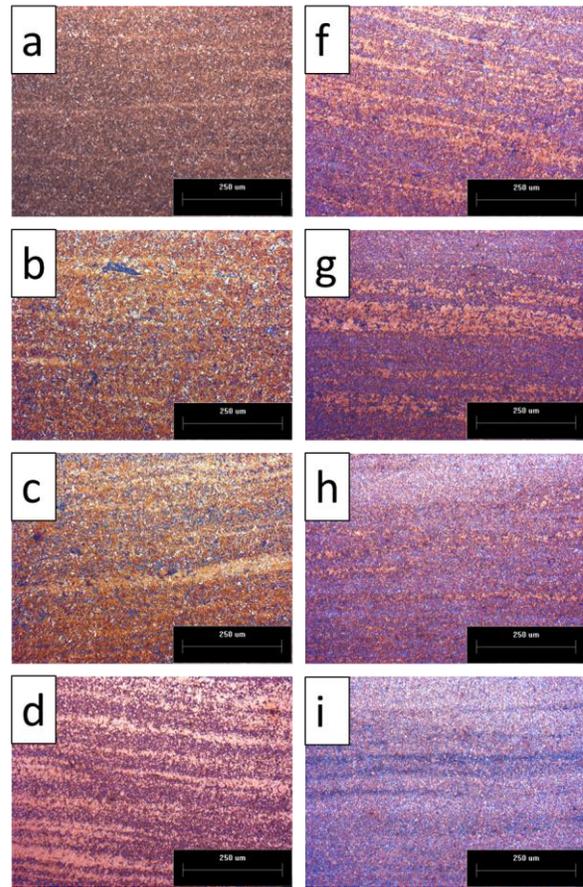


Figure 3. Images obtained by optical microscopy as a function of the isothermal treatment time: a) As-quenched, and with IBT for: b) 40 s, c) 60 s, d) 80 s, e) 100 s, f) 120 s, g) 180 s, h) 240 s and i) 300 s.

Figure 4 shows the evolution of martensite and bainite during IBT. The behavior of the transformation begins with a slow growth until approximately one minute of isothermal treatment, followed by an accelerated growth between one and two minutes, and ending with a slow growth until completing about 95 % transformation after 300 s. These results are consistent with the CCT diagram calculated for the experimental steel, which indicates that the bainitic transformation curve is shifted to the left of the diagram favoring the bainite transformation for short times. During treatment at $400\text{ }^\circ\text{C}$, bainitic transformation advances, and the austenite available for martensitic transformation decreases. The amount of martensite present after final cooling, corresponds to the remaining austenite after IBT, which on final cooling transforms to martensite, the error bars correspond to the standard deviation of the measurements.

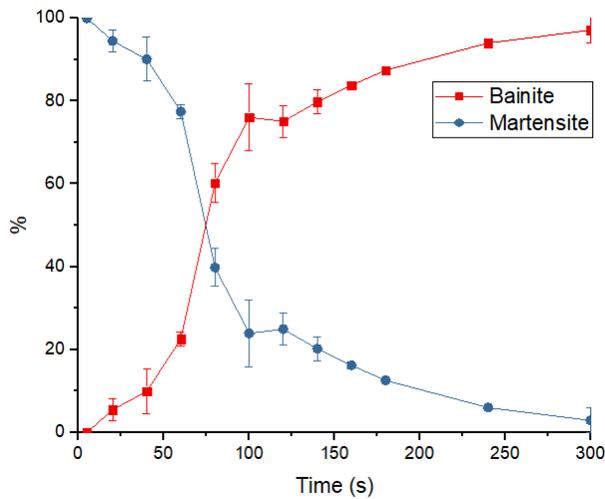


Figure 4. Evolution of the percentage of bainitic transformation during an isothermal treatment at 400°C.

The qualitative analysis of the phases was performed by X-ray diffraction analysis using a Bruker D8 Advance diffractometer, using Cu radiation at 45 kV and 40 mA. An angular scan was run over a 2 θ range from 35° to 100° using a 0.02° step.

Figure 6 shows the diffractograms obtained in the AS-quenched samples (black), and with IBT treatment at 3 min (red) and 5 min (blue). The identification of the characteristic diffraction peaks of the phases present according to the method ASTM E975 and the reference data of the method SAE SP-453. This method is known as the direct comparison method and uses the intensity ranges of the austenite phase (γ), the ferrite phase (α) and the martensite phase (α').

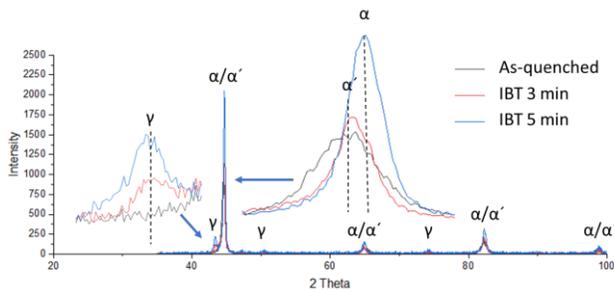


Figure 5. Diffractograms obtained from samples at different times of IBT: As-quenched, 3 min and 5 min.

Figure 6 shows the morphology of heat-treated steel samples with IBT time of 40 s (Figure 6a) and 300 s (Figure 5b). In the first case, the microstructure is constituted mainly by martensite (Figure 6a), but after 5 min of isothermal treatment, the

microstructure consists mainly of bainite (Figure 6b). Martensite has an acicular morphology, while bainite presents a blocky-type morphology constituted of retained austenite and ferrite with irregular shapes.

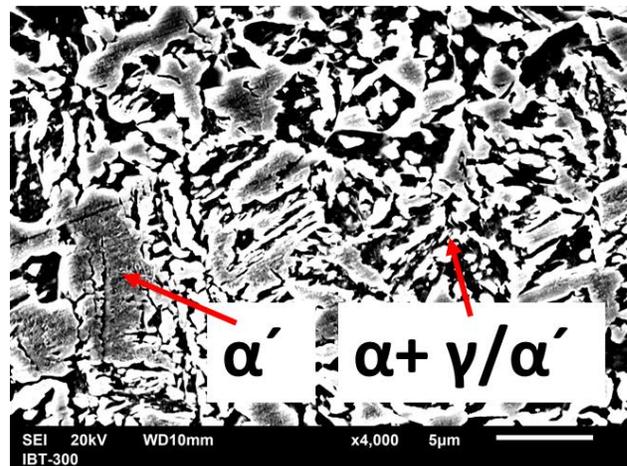
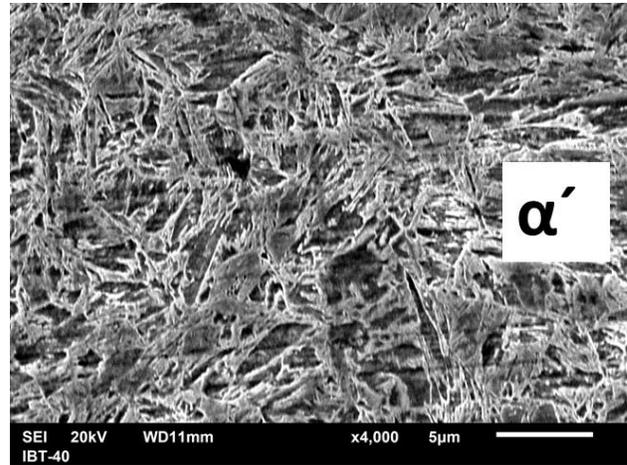


Figure 6. Images obtained by scanning electron microscopy for isothermal treatment times of: a) 40 s, b) 300 s.

Figure 7 shows the engineering stress versus strain curves of the as-quenched sample (without IBT) and with IBT times of 3 min and 5 min. Sample subjected to quenching presents the highest mechanical strength and the lowest elongation to fracture (UTS = 1717 MPa and elongation = 2.3 %). Sample with IBT = 3 min shows intermediate values with UTS and elongation to fracture of 1467 MPa and 10.89 %, respectively. Finally, the UTS of the sample with isothermal treatment for 5 min is 1083 MPa and the elongation to fracture is 17.2 %.

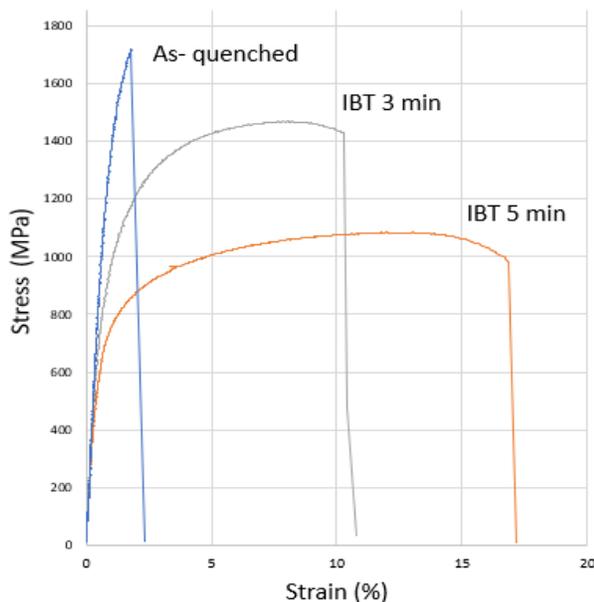


Figure 7. Engineering stress vs strain curves of as-quenched samples and samples subjected to IBT for 3 min and 5 min.

4. DISCUSSION

The transformation of austenite to carbide-free bainite is observed by applying the isothermal treatment to the experimental steel, reaching up to 95 % transformation in five min at 400 °C (Figure 4). The proposed chemical composition contains a lower percentage of elements such as Mn and Si, compared to other studies that report carbide free bainite [8]. It has been reported that Ni increases the rate of nucleation of carbide-free bainite [14]. The combined effects of the alloying elements in the experimental steel promote then the formation of bainite for short times (Figure 2). As the IBT time progresses, the amount of bainite increases and that of martensite decreases (Figure 4). Three stages are distinguished, beginning with a slow transformation up to IBT times of 40 s, an accelerated transformation between 50 s and 100 s, and a reduction of the increase in the amount of bainite for times longer than 100 s. This behavior is similar to that observed in transformation controlled by diffusion [12]. The nucleation stage observed during the progress of the carbide-free bainite has been also reported in CFB steels formed from austenitization within the austenite phase field [9]. Accelerated growth has been reported as a consequence of autocatalytic growth at austenite/ferrite interfaces that promote bainite growth, due to increased nucleation sites [15]. It has

been also reported that the content of carbon and silicon in the interfaces increases, representing a barrier for the transformation of the ferrite. As a result, a decrease in the kinetics at the end of the transformation can be observed [15, 16].

Diffractograms show an increase in the amount of austenite and ferrite, as well as a decrease in martensite. In CFB steels, it is complicated to apply the Rietveld method for the quantitative measurement of phases, because the ferrite and martensite peaks are at the same angles, only with a small displacement, as reported by several authors [4]. However, these results confirm the formation of carbide-free bainite due to the displacement of the peak at the angle $2\theta=44.5$, the increase in austenite, and the presence of cementite is not observed.

According to Figure 6 martensite presents block or laths morphology, as a mixture of granular and lamellar structures; similar morphologies have been reported in steels with similar carbon and manganese contents [17].

According to the CCT diagram (Figure 2), cooling at about 100 °C/s (similar to water cooling), can promote a microstructure constituted by a low amount of bainite and martensite in higher proportion. The microstructure of Figure 5a shows that the microstructure is mainly constituted by martensite. This variation can be attributed to the parameters used for the calculation of the CCT diagram. Austenite grain size used for the simulation was ASTM 9.0, however, small changes in experimental grain size, could affect the behavior of the CCT diagram shifting the curves to the right. As a result, the amount of bainite can be reduced. This could explain the absence of bainite in the microstructure of the as-quenched sample. In the case of samples subjected to IBT, the microstructure shows the presence of carbide-free bainite as mixture of ferrite, austenite, and martensite in granular form and zones of lamellar bainite, has been related with the variations in the local carbon and manganese concentrations, for high carbon and manganese contents, the morphology of the bainite changes from granular to a lamellar morphology [11]. The presence of retained austenite around ferrite in samples subjected to IBT supports the formation of carbide-free bainite. Some authors have attributed this phenomenon to the carbon enrichment in austenite around the ferrite subunits [16]. The highest strength and lowest elongation to fracture were observed in the as-quenched sample, which is consistent with the martensitic microstructure observed by optical and scanning

electron microscopy. It is well known that martensite has a high strength but it is brittle.

In contrast, samples subjected to IBT exhibit a better combination between strength and elongation to fracture. This behavior is associated with the presence of carbide-free bainite in the steel, which present a mixture of ferrite, austenite and martensite. This lamellar and thinner bainite, called by authors as upper bainite, has been reported to have higher strength and elongation than granular bainite and appears at lower IBT treatment temperatures than granular bainite [8, 11].

The thermal cycle proposed in this work to obtain a CFB steel (400 °C, 5 min), allows obtaining about 95 % transformation, which improves the strength-to-ductility ratio due to the presence of ferrite, retained austenite and martensite. These results allow us to conclude that CCT diagrams can be as good approximation for the design of CFB steels. Mechanical properties (ultimate tensile strength and elongation to fracture) of the experimental steel obtained after austenitization for 3 min and IBT for 5 min, fulfill with the requirements of advanced high-strength steels of the third generation [1]. Furthermore, CFB can be obtained in shorter times than those reported in other studies [4-6]. Therefore, it can be concluded that these steels can be considered, at least from the microstructural and mechanical properties point of view, as potential candidates for applications in the automotive industry.

5. CONCLUSIONS

CCT diagrams can be used, at first instance, as a good approximation to obtain CFB steels. CFB steels are obtained in short IBT times, compared to those reported in the literature. Results open the possibility to obtain such steels during short times, similar to those used in continuous annealing lines. The best mechanical properties obtained in the present work fulfill the requirements of advanced high-strength steels of third-generation.

ACKNOWLEDGMENTS

E. Gutiérrez would like to thank CONACYT for the Cátedra assigned at the Institute of Metallurgy of the Autonomous University of San Luis Potosi. The financial support through the project SEP-CONACYT CB-SEP A1-S-35877 is duly recognized. L. Espinosa thanks CONACYT for the support for the doctoral scholarship under grant No. CVU 556070. We also appreciate the technical assistance

from Rosa Lina Tovar, Nubia Arteaga Larios, Izanami López Acosta.

REFERENCES

- [1] C. Baldino, "European union co2 standards for new passenger cars and vans" <https://theicct.org>, 2022.
- [2] L. Liu, "The role of transformation-induced plasticity in the development of advanced high strength steels", *Adv. Eng. Mater.*, vol. 20, 2018.
- [3] F. Caballero, "Design of cold rolled and continuous annealed carbide-free bainitic steels for automotive application", *Vol. 49, Pag. 667-680*, 2013
- [4] X. Long, "Effect of carbon distribution range in mixed bainite / martensite / retained austenite microstructure on mechanical properties", *JMR&T*, Vol. 17, pag. 898-912, 2022.
- [5] X. Yu, "Influence of niobium microalloying on the thermal stability of medium-carbon carbide-free bainitic steel", *JMR&T*, Vol. 12, pag. 487-499, 2021.
- [6] H. Meng, "Enhanced Strength and Ductility by Introducing Nanobainitic Ferrite in Bainitic Steel Used in Sports Equipment", *metals*, Vol 11, 2021
- [7] A. Contreras, "An approach for the design of multiphase advanced high-strength steels based on the behavior of CCT diagrams simulated from the intercritical temperature range "Materials Science & Engineering A, 2019
- [8] H. Bhadeshia, *Bainite in steels*, third edition, Maney Publishing, Cap 6, pag 131-194. 2015.
- [9] A. Kumar, "Compositional design of high strength nanostructured bainite" *Mater. Res. Express*, Vol. 6, 2018.
- [10] S. Lin, "Effect of Si on bainitic transformation kinetics in steels explained by carbon partitioning, carbide formation, dislocation densities, and thermodynamic conditions", *Materials Characterization*, Vol. 185, 2022.
- [11] X. Long, "Evolution of tensile properties with transformation temperature in medium-carbon carbide-free bainitic steel", *Materials Science & Engineering A*, Vol 775, 2020
- [12] Ranjan, "Isothermal Bainite Transformation in Low-alloy Steels: Mechanism of Transformation", *Acta Materialia*, Vol. 202, Pag. 302-316, 2020.

- [13] M. Zhou, "Bainitic Transformation and Properties of Low Carbon Carbide-Free Bainitic Steels with Cr Addition", 2017.
- [14] El-fallah, "Effect of nickel aluminide on the bainite transformation in a Fe0.45C–13Ni–3Al–4Co steel, and associated properties", Materials Science & Engineering A, Vol. 767, 2019.
- [15] S. B. Singh, Phase Transformations in Steels, Woodhead Publishing, Vol. 1, Cap. 10, Pag. 385-416, 2012.
- [16] W. Wei., "A semi-physical α - β model on bainite transformation kinetics and carbon partitioning" Acta Materialia, Vol. 207, 2021.
- [17] J. Lu, "Investigation of microstructural evolution and bainite transformation kinetics of multi-phase steel", Materials Science & Engineering A, 2020.

DESARROLLO DEL PROCEDIMIENTO DE PREPARACIÓN DE SUPERFICIE PARA UN MATERIAL DE REFERENCIA DE ESPESOR DE RECUBRIMIENTO METÁLICO

A. Domínguez García^{1,4}, R. Herrera Basurto^{2,4,*}, F. Mercader Trejo^{3,4}, N. Camacho², E. Martínez², M. Guzmán Tapia², D. G. Espinosa Arbeláez², J. M. Alvarado Orozco², J.M. González Carmona², G. C. Mondragón Rodríguez^{2,*}.

¹ UTEQ, Ingeniería en Nanotecnología, Av. Pie de la Cuesta 2501, CP 76148, Querétaro, México.

² CIDESI, Dirección de Tecnologías Estratégicas y Posgrado, Av. Pie de la Cuesta 702, CP 76125, Querétaro, México.

³ UPSRJ, Departamento de Posgrado Innovación y Tecnología, 31+15 km Carr. Qro-SLP, CP 76220, Querétaro, México.

⁴ Total Metrology in Chemistry, Santiago Apóstol 128, CP 76148, Querétaro, Qro., México.

Resumen: La calidad de los recubrimientos es heredada de la calidad con la que se prepara la superficie del sustrato donde se colocará el recubrimiento. En el caso de sustrato metálicos existe el paradigma de que un acabado espejo es la mejor preparación para obtener un espesor con propiedades homogéneas y estables. Sin embargo, no hay evidencia contundente de esa aseveración. La norma ASTM E3, ha sido una plataforma que ha ayudado a solucionar esta problemática, sin embargo, la norma no es suficiente para los diversos y complejos recubrimientos que se diseñan en la actualidad. Este trabajo indica un procedimiento diseñado e implementado para lograr superficies con acabado espejo del acero AISI M2, y se han cuantificado los defectos descubiertos en la preparación por diferentes técnicas. Es una aportación para la comunidad que desarrolla patrones de medición para el sector de los acabados y recubrimientos superficiales.

1. INTRODUCCIÓN

Existe una creciente demanda de los sectores industriales y de investigación con respecto al control de calidad de los recubrimientos [1], el mensurando básico de un recubrimiento es el espesor [2], [3]. Aunque existen patrones de medición para medir los espesores de los recubrimientos [2-7] no se ha cubierto un escenario amplio que demanda recubrimientos metálicos con otros elementos que actualmente demanda el sector médico, aeroespacial, naval, etc., [8-10]. Además, estos patrones de medición pueden ser empleados para la validación de métodos, la determinación de los espesores y propiedades del recubrimiento, así como las aplicaciones de metrología donde el espesor del recubrimiento debe tener una variación cercana al 1%, como la calibración de analizadores de nueva generación y que son ensayos no destructivos [8], [10-14]. La literatura publicada indica que el grado de planitud superficial es uno de los principales factores para lograr espesores de recubrimiento homogéneos y estables. Los patrones de medición para espesores generalmente son fabricados por procesos electroquímicos. Se tiene información acerca de los

procesos de deposición física de vapor presentan propiedades muy interesantes para la fabricación de patrones de medición [9]. En este trabajo, se ha considerado la metodología estándar ASTM E3 para la preparación metalográfica como una plataforma general para lograr superficies metálicas pulidas con acabado espejo. La metodología ASTM E3, no necesariamente cubre las necesidades para preparar superficies para un recubrimiento metálico. Se tiene la idea que una superficie con acabado espejo tiene mínimos defectos y generalmente no se cuantifican ni tampoco son considerados en el modelo de incertidumbre de la determinación del espesor por considerarlo despreciable [2], [15], [16]. En este trabajo se presentan resultados por perfilometría, microscopia de luz y microscopia de barrido con electrones para identificar y medir los defectos en una superficie metálica con acabado espejo.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

El metal base que se seleccionó fue el acero grado herramienta AISI M2, debido a su alta compatibilidad con recubrimientos de Ti metálico. El metal base se seccionó en discos de 25.0 mm x 8.0 mm. Los discos

fueron sometidos a un proceso de desbaste con papel abrasivo, pulido con una suspensión monocristalina de diamante y con nanopartículas de alúmina hasta lograr eliminar defectos y ralladuras en la superficie para lograr un acabado espejo. Una etapa muy importante para lograr el acabado espejo es la limpieza y secado de la muestra después de

cada etapa de proceso. En la fig. 1, se observa el proceso general del proyecto para lograr una superficie metálica con acabado metálico. Cabe señalar que la subetapa de limpieza de muy importante por lo que se sugiere considerar de forma primordial para asegurar los resultados esperados y de forma eficiente.

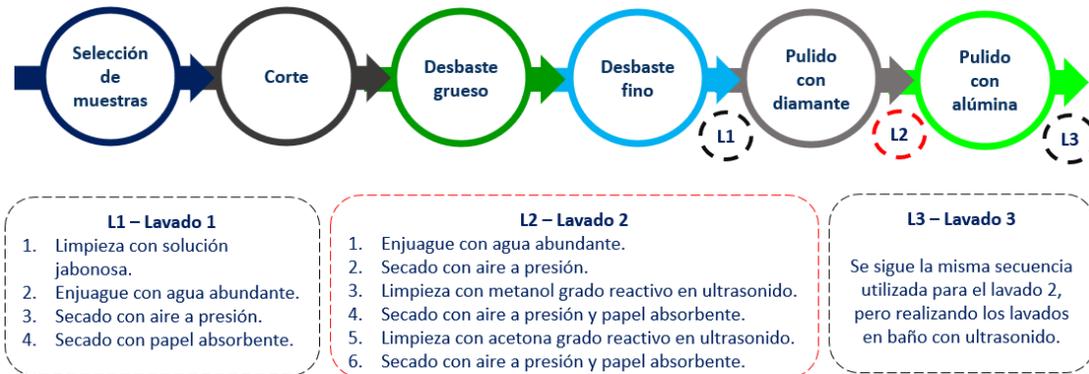


Fig. 1. Diseño e implementación de procedimiento para obtener una superficie metálica con acabado espejo.

2.1. Ensayo por perfilometría

El ensayo de perfilometría de contacto se llevó a cabo con el perfilómetro BRUKER Dektak XT (fig. 2), se utilizó una punta stylus y el software Vision64. Se realizaron barridos de 2 mm en diferentes zonas de la superficie con acabado espejo para abarcar un área mayor y poder observar la distribución de rugosidad superficial. Se limpia la superficie acabado espejo con metanol y acetona grado reactivo para retirar el polvo y otros contaminantes orgánicos. Es necesario considerar una correcta alineación entre la muestra y la platina, para evitar desviaciones, de igual forma es indispensable evitar vibraciones cerca del perfilómetro.

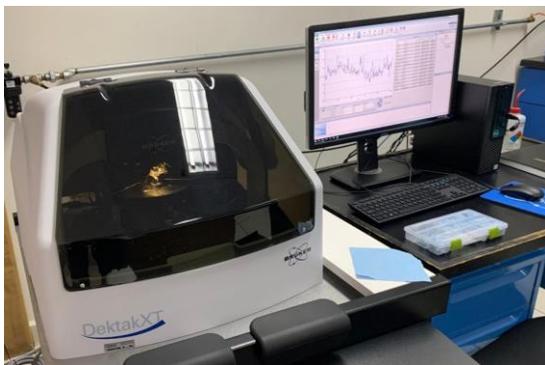


Fig. 2. Análisis de superficie con acabado espejo con perfilómetro de contacto BRUKER Dektak XT.

2.2. Ensayo de microscopía de luz

Se empleó un microscopio metalográfico Nikon Epiphot 200 (fig. 3). Para evitar contaminación de la superficie acabado espejo se deben utilizar guantes para manipular las muestras, debido al tamaño de la muestra (Ø 25 mm y un grosor de 8 mm) no se requiere una preparación especial para ser analizada por microscopía de luz, sin embargo, se realiza un lavado de la superficie con metanol y secado con aire a presión para eliminar contaminantes en la superficie.



Fig. 3. Análisis de superficie con acabado espejo con microscopio metalográfico Nikon Epiphot 200

2.3. Microscopia de barrido con electrones

El equipo empleado para efectuar la caracterización de la superficie por microscopia de barrido con electrones es un microscopio JEOL JSM 7200F de emisión de campo (fig. 4). El disco de acero AISI M2 fue cortado de forma transversal y longitudinal (fig. 5), para obtener secciones más pequeñas, éstas fueron preparadas de acuerdo con la norma ASTM E3 añadiendo las subetapas de lavado propuestas en el presente documento. Las muestras ya preparadas fueron analizadas por los métodos de electrones secundarios y electrones retrodispersados.

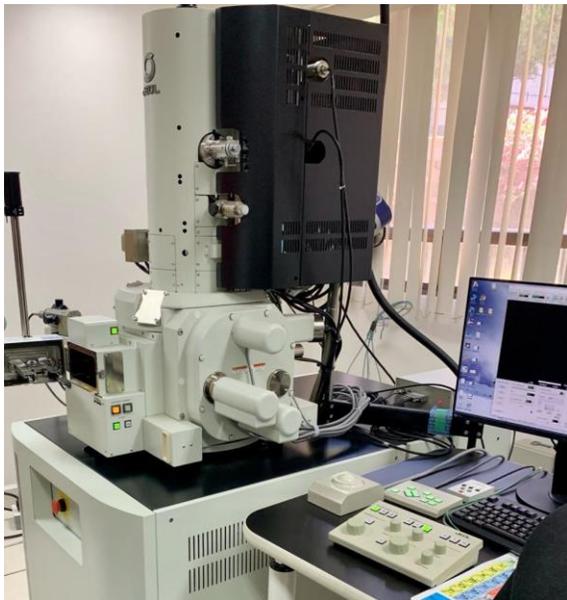


Fig. 4. Microscopio de barrido con electrones JEOL JSM 7200F, ingeniería de superficies.

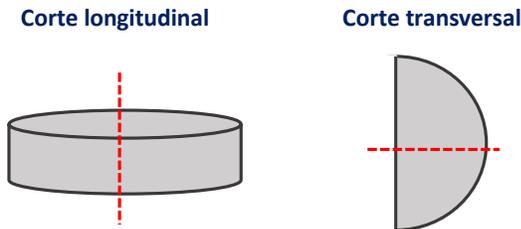


Fig. 5. Muestra de acero AISI M2 montada en baquelita para análisis por microscopia de barrido con electrones.

3. RESULTADOS

La muestra fue sometida a ensayos por perfilometría, microscopia de luz y microscopia de barrido con electrones. Cada una de estas técnicas reportó defectos e imperfecciones en la superficie con acabado espejo.

3.1. Perfilometría

La fig. 6 muestra una comparativa entre una superficie sin pulir y una con acabado espejo, a la cual a simple vista no es posible percibir la rugosidad superficial (crestas y valles), se realizaron barridos con una longitud de 2.0 mm en diferentes zonas de la superficie con acabado espejo, uno de los resultados de estos barridos es como el que se presenta en la gráfica 1 para la muestra M0015.

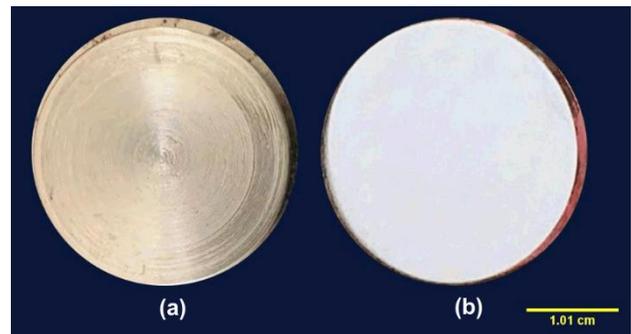
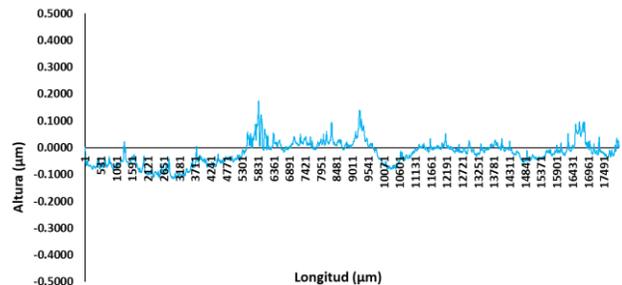
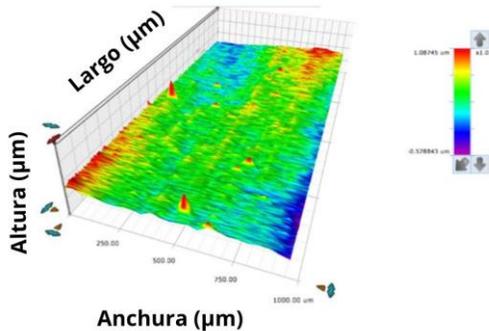


Fig. 6. (a) Disco de acero AISI M2 después del corte con torno, presenta marcas y defectos visibles al ojo humano a causa de la etapa de corte. (b) Disco de acero con superficie acabado espejo, debido al brillo por el pulido, no se observan defectos a simple vista.



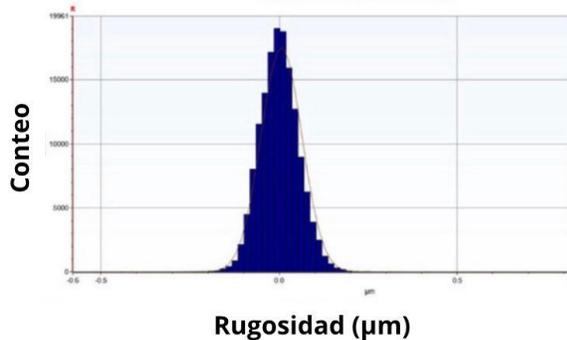
Gráfica 1. Perfil de la muestra M0015 obtenido mediante un barrido lineal por perfilometría de contacto.

Después, utilizando 50 líneas como la que se muestra en la gráfica 1, se creó una representación 3D del área de la superficie analizada (gráfica 2), en la que es posible observar las zonas con mayores variaciones en cuanto a la rugosidad mediante un código de colores, en verde las partes que comparten una altura similar, los valles en color azul y los picos de mayor altura de color rojo.



Gráfica 2. Representación 3D de la rugosidad superficial de un disco de acero AISI M2 con acabado espejo.

De igual forma, en la gráfica 3 se puede ver la distribución de alturas en la superficie acabado espejo, en la que el tamaño promedio es de 60 nm.



Gráfica 3. Distribución de alturas en la superficie con acabado espejo, con promedio de 60 nm.

3.2. Microscopia de luz

En la fig. 7 se observan de manera general los defectos presentes en la superficie pulida, los defectos denominados colas de cometa (A) que surgen cuando los carburos se desprenden de la superficie derivados del proceso de pulido, así como porosidad (B), partículas oscuras de diferentes tamaños los cuales pueden tener diferentes orígenes como gases atrapados, precipitados de tamaños

pequeños entre otros. Las ralladuras (C) son líneas definidas en direcciones asociadas al proceso de desbaste y pulido, un buen acabado elimina este defecto sin embargo se requiere de un consumo alto de soluciones de pulido y material de contacto.

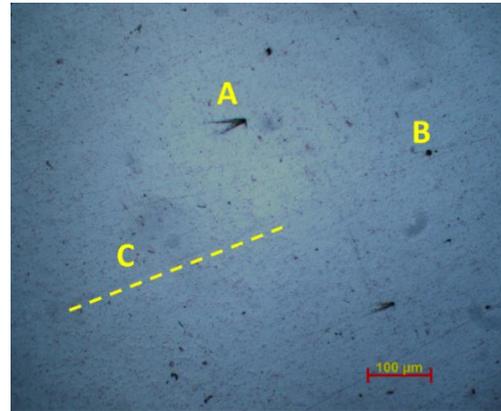


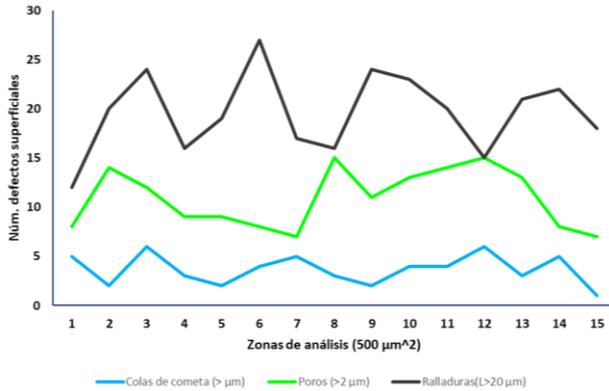
Fig. 7. Micrografía a 100X donde se visualizan los principales defectos sobre las superficies con acabado espejo.

En la tabla 1, se resume la cantidad de defectos detectados en 15 diferentes zonas de las superficies con acabado espejo de acuerdo con los siguientes parámetros: colas de cometa (> 5 µm); poros (> 2 µm) y ralladuras (L > 20 µm).

Tabla 1. Cantidad de los principales defectos en las zonas analizadas.

Zona de análisis (500 µm ²)	Colas de cometa (>5 µm)	Poros (>2 µm)	Ralladuras (L>20 µm)
1	5	8	12
2	2	14	20
3	6	12	24
4	3	9	16
5	2	9	19
6	4	8	27
7	5	7	17
8	3	15	16
9	2	11	24
10	4	13	23
11	4	14	20
12	6	15	15
13	3	13	21
14	5	8	22
15	1	7	18

Por otra parte, en la gráfica 4 se ilustra el comportamiento individual de los principales defectos presentes en la superficie con acabado espejo, en color azul las colas de cometa, en verde los poros y en negro las ralladuras con longitud mayor a 20 µm, se destaca que no estos no tienen relación entre sí.



Gráfica 4. Comportamiento individual de los defectos superficiales en las zonas analizadas.

3.3. Microscopia de barrido con electrones

En la fig. 8 se tiene una micrografía obtenida por la técnica de electrones secundarios donde se observa cómo se distribuyen los carburos en el sustrato (acero AISI M2), estos carburos al desprenderse forman los defectos cola de cometa que se observan en microscopia de luz. De igual manera se pueden observar defectos puntuales en la superficie, que al desprenderse pueden generar porosidades en la superficie.

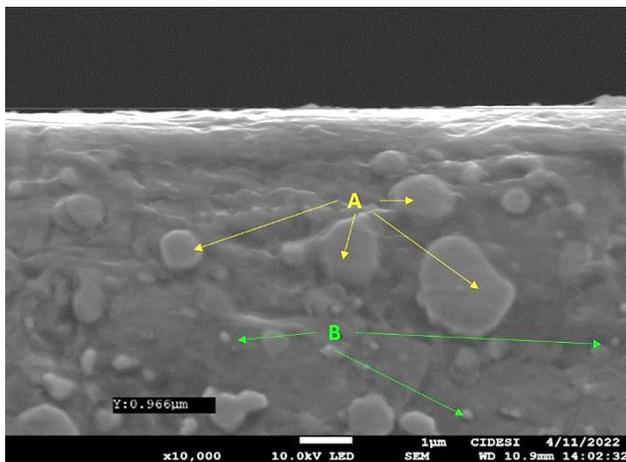


Fig. 8. Micrografía a 10,000X donde se presentan los defectos en la superficie del sustrato con acabado espejo. A; carburos, B; precipitados.

Mientras que con una micrografía adquirida por electrones retrodispersados (fig. 9), se aprecian de mejor forma los carburos distribuidos en el acero AISI M2 en un tono más claro, en el círculo rojo se puede visualizar una fractura en un carburo, estos al romperse generan los defectos cola de cometa, de igual forma en la superficie pulida del sustrato se llega a apreciar la muestra con acabado espejo.

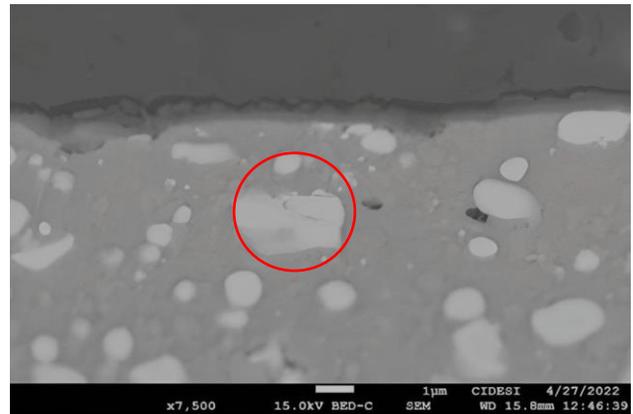


Fig. 9. Micrografía a 7,500X por ER, en el círculo rojo se puede apreciar una fisura en la superficie de uno de los carburos.

En la tabla 2, se muestra un compilado de los principales defectos observados por microscopia de barrido con electrones de acuerdo con los parámetros de tamaño establecidos, poros, microgrietas y carburos con un tamaño menor a 0.5 µm, así como otros defectos con menor presencia en la superficie pulida.

Tabla 2. Defectos superficiales identificados por microscopia de barrido con electrones

Poros >0.5 µm	Microgrietas >0.5 µm	Carburos >0.5 µm	Otros (pliegues, etc.)
5	2	12	3
2	4	10	2
4	3	9	1
3	2	21	4
2	4	12	3
6	2	16	2
4	4	16	2
5	3	22	3
4	3	23	1
3	3	15	1

Para visualizar el acomodo del recubrimiento (Ti) sobre el sustrato (acero AISI M2), se realizó un mapeo, en el cual se observa bien definido el

recubrimiento y mínima formación de interfases. En la fig. 10 se presenta una comparativa entre la micrografía por electrones retrodispersados y un mapeo por EDS.

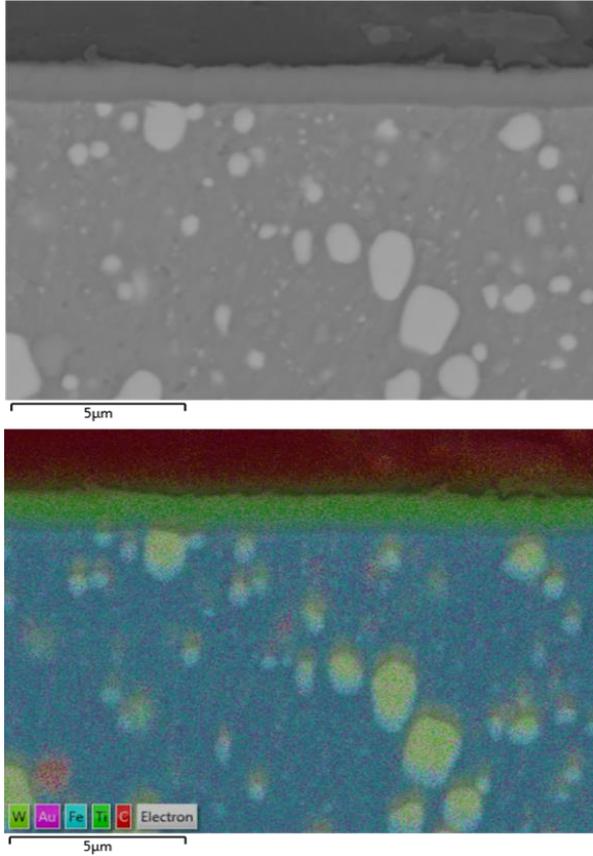


Fig. 10. (a) Micrografía obtenida por el método de electrones retrodispersados (ER). (b) Mapeo por EDS de la interacción entre el sustrato (en color azul correspondiente al Fe) y el recubrimiento de Ti (en color verde), mientras que en colores más claros se aprecian los carburos distribuidos en el sustrato.

3.4. Procedimiento para la preparación de superficies planas.

En la tabla 3, se realiza una síntesis del procedimiento de preparación de la superficie. Se incluyen materiales y condiciones óptimas para los parámetros más destacados.

Tabla 3. Etapas del procedimiento para obtener superficies planas con acabado espejo.

Etapa	Subetapa	Material abrasivo	Tiempo (min)	Velocidad de giro (rpm)
Desbaste grueso	1	Papel abrasivo FEPA # 180	12	250
	2	Papel abrasivo FEPA # 220	4	250
	3	Papel abrasivo FEPA # 320	4	250
	4	Papel abrasivo FEPA # 500	4	250
Proceso de limpieza solución jabonosa, enjuague con abundante agua, secado con aire a presión.				
Desbaste fino	5	Papel abrasivo FEPA # 800	4	300
	6	Papel abrasivo FEPA # 1200	5	300
	7	Papel abrasivo FEPA # 2000	6	350
Proceso de limpieza con solución jabonosa, enjuague con abundante agua, secado con aire a presión				
Pulido	8	Paño de algodón + suspensión monocristalina de diamante (6 µm)	5	300
	9	Paño de algodón + suspensión monocristalina de diamante (1 µm)	5	300
Proceso de limpieza con solución jabonosa, enjuague con abundante agua, secado con aire a presión, limpieza de la superficie con algodón o papel absorbente impregnado de metanol, secado con aire a presión, limpieza de la superficie con algodón o papel absorbente impregnado de acetona, secado con aire seco.				
Pulido final	10	Paño de algodón + suspensión nanopartículas de alúmina (0.05 µm)	5	350
Proceso de limpieza con solución jabonosa, enjuague con abundante agua, secado con aire a presión, limpieza de la muestra con ultrasonidos con metanol, secado con aire a presión, limpieza de la con ultrasonidos en acetona, secado con aire seco.				

4. DISCUSIÓN

La metodología desarrollada es un procedimiento de secuencia, por lo que no es posible eliminar o sustituir el orden de cada una de las etapas. Las condiciones de trabajo deben ser respetadas para lograr superficies con acabado repetibles.

La limpieza y secado correcto de la superficie obtenida parcialmente en cada etapa, evita que se produzcan nuevos defectos o subproductos del acabado como puede ser la oxidación de la superficie.

Al seguir el procedimiento, se lograron superficies con una rugosidad promedio de 60 nm, de acuerdo con los resultados de perfilometría de contacto. Lo corresponde al 6 % del espesor nominal del recubrimiento.

Este valor nos da una primera aproximación del efecto de la rugosidad del sustrato en el espesor del recubrimiento. También se deben considerar los efectos por defectos puntuales y lineales.

Precisamente esa medición de rugosidad puede ser resultado del tipo de carburos que tiene el material base. Los carburos tienen diferencias en composición química y consecuentemente también sus propiedades mecánicas, por lo que, la rugosidad puede ser significativamente relacionada con la distribución de los carburos.

Y por último los parámetros mostrados en la tabla 3 presentan de forma resumida los tiempos de duración para cada etapa, así como las velocidades de giro establecidas para reducir costos y hacer más eficiente el procedimiento. También se destaca que las etapas de desbaste y pulido se realizaron de forma semi automática y se planea automatizar el proceso completamente para así reducir tiempos de obtención de superficies planas homogéneas.

5. CONCLUSIONES

Se presenta un procedimiento para preparar superficies metálicas con acabado espejo, que incluye la identificación y la cuantificación de los defectos y que puede garantizar la obtención de recubrimientos uniformes y homogéneos, además de que ayuda a la interpretación de la calidad del recubrimiento.

Se destaca que para lograr mejores resultados, las etapas de limpieza de la superficie (lavado y secado) son muy importantes, ya que algunos defectos pueden ser generados por residuos de las etapas de desbaste y pulido que no fueron eficientemente eliminados.

El procedimiento mostró resultados repetibles, producto de la documentación detallada del efecto de cada uno de los elementos que participaron en las etapas, con esta información, se establecieron las condiciones óptimas para lograr varias veces el acabado espejo.

Este procedimiento puede ser una alternativa de bajo costo para lograr superficies con acabados similares que son obtenidas por métodos electroquímicos, químicos, láser o combinaciones de ellos.

Por otro lado, los resultados obtenidos por microscopía de luz y microscopía de barrido con electrones nos muestran que aun con un promedio

de rugosidad de 60 nm (obtenido por perfilometría) siguen existiendo defectos superficiales, los principales; colas de cometa, porosidades y ralladuras, rompiendo así el paradigma acerca que una superficie con acabado espejo no presenta defectos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a sus instituciones por el apoyo brindado para la realización de la investigación, RHB agradece al CONACYT por el apoyo para realizar la estancia posdoctoral y ADG agradece a TMIC la oportunidad de realizar su tesis para obtener el grado de ingeniero en nanotecnología.

REFERENCIAS

- [1] A. Baptista, F. Silva, J. Porteiro, J. Míguez, and G. Pinto, "Sputtering Physical Vapour Deposition (PVD) Coatings: A Critical Review on Process Improvement and Market Trend Demands," *Coatings* 2018, Vol. 8, Page 402, vol. 8, no. 11, p. 402, Nov. 2018.
- [2] I. Abiline, R. Laaneots, M. Nanits, and J. Riim, "On the uncertainty of measurements by measuring the form of a surface," pp. 84–93, 2007.
- [3] T. V. Vorbuguer, "Surface finish metrology tutorial," National Institute of Standards and Technology. pp. 1–159, 1990.
- [4] "BAM - RRR - COMAR Overview." [Online]. Available: <https://rrr.bam.de/RRR/Navigation/EN/Reference-Materials/COMAR/comar.html>. [Accessed: 06-Jan-2022].
- [5] "Gardco: Film Thickness." [Online]. Available: <https://www.gardco.com/filmthickness.cfm#standards>. [Accessed: 06-Jan-2022].
- [6] "Coating Thickness Gauges | Helmut Fischer." [Online]. Available: <https://www.helmut-fischer.com/helmut-fischer-products/portable-coating-thickness-gauges>. [Accessed: 06-Jan-2022].
- [7] "Dakota Ultrasonics | Products." [Online]. Available: <https://dakotaultrasonics.com/product/>. [Accessed: 06-Jan-2022].
- [8] M. Heidari, "Improvement of cutting tool life for the primary transformation of wood," 2019.
- [9] A. Inspektor and P. A. Salvador, "Architecture of PVD coatings for metalcutting applications: A review," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 257,

- pp. 138–153, Oct. 2014.
- [10] W. Giurlani, E. Berretti, M. Innocenti, and A. Lavacchi, "Coating thickness determination using X-ray Fluorescence spectroscopy: Monte Carlo simulations as an alternative to the use of standards," *Coatings*, vol. 9, no. 2, 2019.
- [11] A. Niazi, J. S. Dai, S. Balabani, and L. Seneviratne, "Product cost estimation: Technique classification and methodology review," *J. Manuf. Sci. Eng. Trans. ASME*, vol. 128, no. 2, pp. 563–575, May 2006.
- [12] G. E. Staudt, "Estimation of Uncertainty in Plate Thickness Measurement By X-ray Fluorescence Spectrometry," *AMP J. Technol.*, vol. 3, pp. 85–97, 1993.
- [13] "http://www.abqindustrial.net/store/coating-thickness-gauges-c-8.html - Buscar con Google." [Online]. Available: https://www.google.com/search?q=http%3A%2F%2Fwww.abqindustrial.net%2Fstore%2Fcoating-thickness-gauges-c-8.html&rlz=1C1CHBF_esMX823MX823&ei=VDDXYYawG-a3qtsPxMC_4Ao&ved=0ahUKEwiGqtKp3J31AhXmm2oFHUTgD6wQ4dUDCA4&uact=5&q=http%3A%2F%2Fwww.abqindustrial.net%2Fstore%2Fcoating-thickness-gauges-c-8.html&gs_lcp=Cgdnd3Mtd2l6EANKBAhBGAFKBAhGGABQ4gdY-hNggphoAXAAeACAAZ4BiAGEGplBBDluMjeYAQCgAQHAAQE&scient=gws-wiz. [Accessed: 06-Jan-2022].
- [14] E. Performance and C. Coatings, "Specialized Thin Film Coatings for Unmanned Aircraft Systems Specialized Thin Film Coatings for Unmanned Aircraft Systems:: NASA ...," no. October, pp. 2011–2012, 2012.
- [15] S. Martinuzzi et al., "A robust and cost-effective protocol to fabricate calibration standards for the thickness determination of metal coatings by XRF," *Spectrochim. Acta - Part B At. Spectrosc.*, vol. 182, no. May, p. 106255, 2021.
- [16] W. Giurlani, E. Berretti, M. Innocenti, and A. Lavacchi, "Measuring the thickness of metal coatings: A review of the methods," *Coatings*, vol. 10, no. 12, pp. 1–36, 2020.

EFFECT OF PROCESSING VARIABLES ON THE MICROSTRUCTURE AND MAGNETIC PROPERTIES OF NON-ORIENTED SI-AL-SB ELECTRICAL STEELS

Fernando Hernández N.^{1*}, Antonio Torres C.¹, Emmanuel Gutiérrez C.^{1**}, Arnoldo Bedolla J.², Rogelio Deaquino L.³, Armando Salinas R.³ and Rocío Saldaña G.⁴

¹ Instituto de Metalurgia, Universidad Autónoma de San Luis Potosí, Sierra Leona 550, Col. Lomas 2a, San Luis Potosí, México.

² Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Morelia, Michoacán, México

³ Centro de Investigación y de Estudios Avanzados, Av. Industria Metalúrgica 1062, Parque Industrial Ramos Arizpe-Salttillo, Ramos Arizpe, Coahuila, México.

⁴ Corporación Mexicana de Investigación en Materiales, C. Ciencia y Tecnología 790, Saltillo 400, Saltillo, Coahuila, México.

Corresponding authors: fehena90@gmail.com* and emmanuel.gutierrez@uaslp.mx**

Abstract: The present work reports an alternative processing route for the manufacture of non-oriented Si-Al-Sb electrical steel sheets. The effects of the initial characteristics of hot-rolled bands and their modification by hot-band annealing are investigated. Hot-rolled samples were subjected to an intercritical annealing at 850 °C during times of 6 and 12 h. Further processing involved cold rolling and final short annealing at different temperatures. Thickness reductions was around 80 % and final annealing was conducted at 750°C, 850°C and 950°C during 8 min. The evolution of microstructure and magnetic properties of the final product is reported. The results obtained were compared with those of samples processed through the conventional route. Characterization of samples included optical microscopy, scanning electron microscopy, and spark emission spectroscopy. Core losses were determined by magnetometry using an electrical steel sheet tester. During the final annealing, a larger grain size was obtained due to the intercritical annealing treatment. Core loss decreased as grain size increased.

1. INTRODUCTION

Non-oriented electrical steels (NOES) are one of the most important magnetic materials produced today [1]. These steels are used for the fabrication of cores of electric motors and generators [2-3]. For these applications, low core loss and high magnetic permeability are required. These properties strongly depend on chemical composition, grain size, crystallographic texture, and thickness of the sheet [3-6]. The efficiency of electric motors and generators used in the residential and industrial sectors contributes with the energy consumption, therefore, it is essential to produce high-efficiency products [7, 8].

Typically, NOES sheets are processed from hot rolled strips by cold rolling, continuous or batch annealing and temper rolling. Finally, after stamping from strip blanks, the laminations are subjected to long term grain growth and decarburization annealing treatment at temperatures below A_{c1} (start of the ferrite-austenite transformation). The aim of this thermal treatment is to modify the

microstructure, reduce the carbon content, and improve the magnetic properties [6, 9, 10].

The steel chemical composition plays an important role on the magnetic properties and on the phase transformation of steel. It modifies both magnetic properties and temperature range (A_{c1} start and A_{c3} end) of the α -ferrite and γ -austenite phase transition [11, 12]. Some authors have reported the effect of Sb (up to 0.1%) in non-oriented electrical steels. They reported that the cube or rotated cube texture increase depending on the content of this element. Sb can segregate to the surface depending on the heat treatment parameters, it reduces core loss and retards recrystallization after cold rolling [13-17].

Talking about efficiency in electrical steel sheets, it implies a reduction of energy losses. These losses are separated into hysteresis losses (H_L), eddy current losses (E_L), and anomalous losses (A_L). Processing variables and final characteristics of steel are then important to produce steels with low core loss and high magnetic permeability [6, 18-20]. Alternative processing routes have been implemented to reduce core loss and maximize magnetic induction. Among the proposed processes

are: annealing in different atmospheres, annealing before cold rolling, modification of the cold rolling direction between 0 and 90°, modification of annealing temperature in cold-rolled steels to produce different microstructures and textures [9, 21-24].

The aim of this work is to propose an alternative processing route for the manufacture of non-oriented Si-Al-Sb steel sheets. The effect of thermal treatment prior to cold rolling and the Sb content on the final microstructure and magnetic properties is investigated.

2. METHODOLOGY

Two different steels were used: a commercial hot-rolled steel (2.3 mm thick) without Sb, and a steel produced at laboratory scale containing 0.1 wt.% Sb. Fig. 1 shows the route used for processing of both steels. After each heat treatment, the samples were subjected to pickling in a 10% HCl/water solution. The composition of the steel was determined by spark emission spectrometry in samples of 2.5 cm X 2.5 cm X 0.23 cm based on the standard ASTM E-415. The critical transformation temperatures (A_{c1} and A_{c3}) were determined by dilatometry using samples with dimensions of 10.0 mm X 4.0 mm X 2.3 mm in a dilatometer LINSEIS. Critical phase transformation temperatures were then determined from the first derivative of the dilation curves obtained with respect to temperature. The heating rate was 20 °C/min.

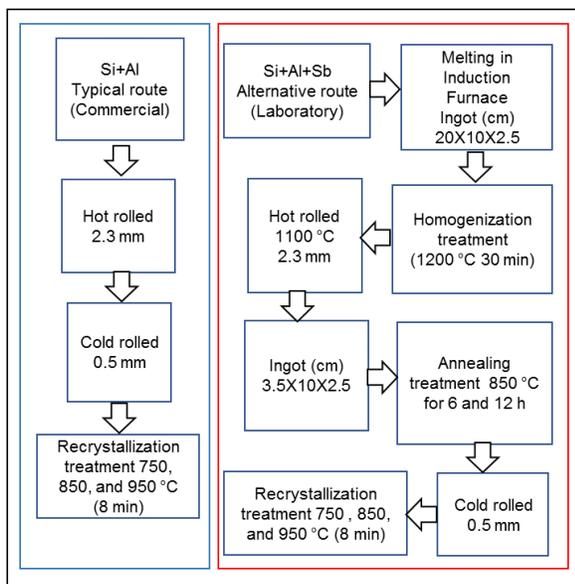


Fig. 1. Typical processing route for commercial Si+Al electrical steel and alternative processing route to obtain Si+Al+Sb electrical steel sheets.

Microstructure was characterized by optical microscopy and scanning electron microscopy using an OLYMPUS-GX51 and JEOL-6610L microscopes, respectively. Fig. 2 shows the analyzed section, the shaded plane, which is parallel to the rolling direction, was considered for microstructural analysis by optical and scanning electron microscopy.

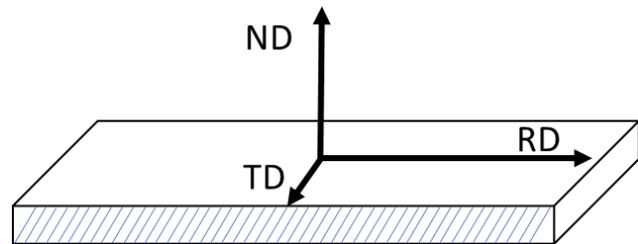


Fig. 2. Section considered for microstructural analysis rolling direction (RD), transversal direction (TD), and normal direction (ND).

Samples were grinded using SiC paper (No. 200 to 2000) and polished with 1 µm diamond paste. To reveal the microstructure, samples were etched with a 5 % Nital solution by immersion for 10 s. Grain size, 95 % confidence interval (95 % CI), and percent relative accuracy (% RA) were determined according to the procedures of standard ASTM E-112. Magnetic properties were determined in an electrical steel sheet tester at 1.5 T and 50 Hz. Cold-rolled and thermally treated samples with dimensions of 70 mm X 30 mm X 2.3 mm were used.

3. RESULTS

3.1. Characteristics of commercial steel and experimental steel

Table 1 shows the chemical composition of both, the commercial steel and the steel fabricated at laboratory scale, as determined by spark emission spectrometry. As can be seen, the main difference between the composition of the two steels is the content of C and Cr.

Sb was not detected by this technique, so that it was necessary to determine the amount of this element by atomic absorption spectrometry using a Variant-spectrAA220 spectrometer, which has a detection limit for Sb of 0.00004 %. To this end, 0.2 g of steel were dissolved in 40 mL of concentrated HCl. Distilled water was then added to complete a total volume of 200 mL. Analysis of aliquots were conducted using the following conditions: steel

solution flow rate of 7 ml/min, wavelength of 217.6 nm, lamp current of 10 mA, slit of 0.2 nm, with a kind of air-acetylene flame with an air flow rate of 11 L/min and 2.45 L/min of acetylene, and a deuterium lamp for background correction. In this case, the amount of Sb 0.1 ± 0.02 wt %. From here on, the nomenclature used for the commercial steel and for the laboratory-fabricated steel will be “Sb-free steel” and “Sb-Steel”, respectively.

Table 1. Chemical composition of experimental steel determined by spark emission spectrometry.

Element	Sb-free steel (wt %)	Sb-steel (wt %)
C	0.054 ± 0.002	0.071 ± 0.000
Si	0.591 ± 0.000	0.575 ± 0.000
Al	0.242 ± 0.002	0.201 ± 0.002
Mn	0.545 ± 0.004	0.420 ± 0.005
Cu	0.026 ± 0.000	0.032 ± 0.000
Cr	0.006 ± 0.000	0.199 ± 0.000
Sb*	No detected	No detected
Fe	Balance	Balance

*Sb content, in the Sb-steel, determined by AAS was 0.1 ± 0.02 wt%.

Fig. 3 shows the microstructure of the Sb-free steel and Sb-steel after hot rolling. In both cases, small equiaxed grains are observed. The average grain size was $17.7 \pm 0.6 \mu\text{m}$ with 95 % CI = 0.3 and % RA = 2.7 for Sb-free steel, and average grain size of $18.6 \pm 1.0 \mu\text{m}$ with 95 % CI = 0.5 and % RA = 4.5 for Sb-steel. Carbides and pearlite islands are observed at grain boundaries and at ferrite triple-points, respectively, as black areas, in images obtained by optical microscopy, and as white areas in images obtained by scanning electron microscopy. Quantification of carbides + pearlite was conducted with the “imageJ” program, obtaining the following values: 1.6 ± 0.1 % and 2.1 ± 0.2 % for Sb-free steel and Sb-steel, respectively.

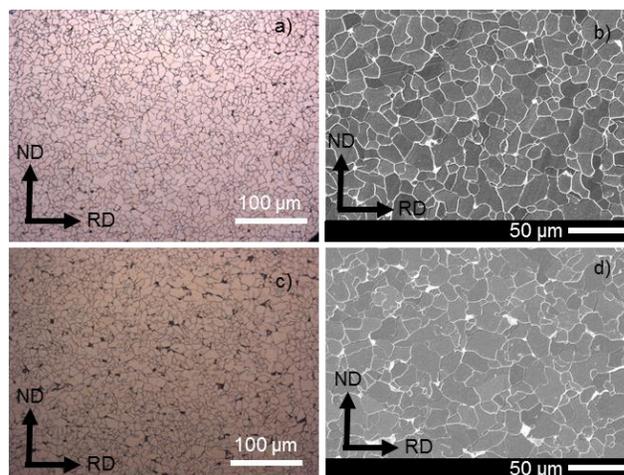


Fig. 3. Microstructure of hot rolled steels a,b) Sb-free steel and c,d) Sb-steel.

The A_{C1} and A_{C3} critical transformation temperatures of Sb-free steel and Sb-steel were determined by the derivative of dilation curve and are presented in Table 2. A_{C1} and A_{C3} are 38° and 53° lower in the steel obtained at laboratory scale.

Table 2. A_{C1} and A_{C3} temperatures of Sb-free steel and Sb-steel.

Nomenclature	A_{C1} ($^\circ\text{C}$)	A_{C3} ($^\circ\text{C}$)
Sb-free steel	838	983
Sb-steel	800	930

3.2. Influence of intercritical annealing on Sb-steel

The intercritical annealing temperature applied to the Sb-steel was 850°C , this temperature was selected in order to be within the two-phase field region. Figs. 4a and 4b show the microstructure of the Sb-steel after 6 h of intercritical annealing. As can be seen, the microstructure is constituted by a mixture of small and large grains, with equiaxial and columnar morphology, respectively. The amount of carbides and pearlite is lower than in the Sb-steel without intercritical annealing (see Figs. 3a and 3b). Figs. 4c and 4d shows the microstructure of the Sb-steel after 12 h of intercritical annealing. In this case, only columnar grains and remaining cementite at grain boundaries are observed.

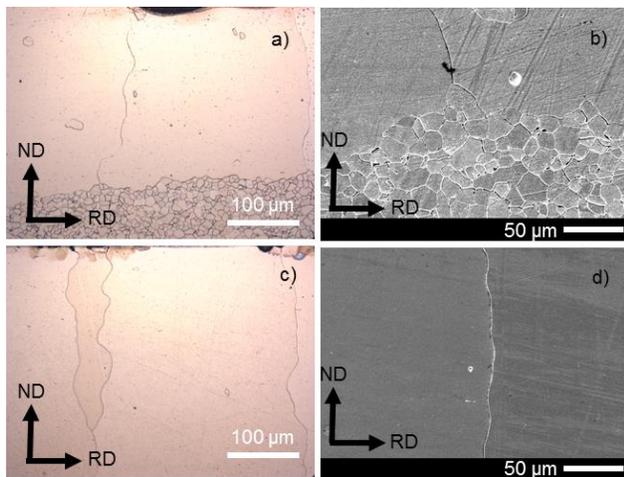


Fig. 4. Microstructure of Sb-steel after intercritical annealing at 850°C for: a,b) 6 h and c,d) 12 h.

Table 3 shows the evolution of carbon in the Sb-steel after intercritical annealing for 6 and 12 h. It is observed that, during intercritical annealing, there is a decarburization process, which causes a reduction of C content of about 42 % and 65 % after 6 and 12 h, respectively.

Table 3. Carbon content of Sb-Steel during intercritical annealing treatment (850 °C).

Time (h)	Carbon (wt %)
0	0.071
6	0.041
12	0.025

3.3. Recrystallization of cold-rolled Sb-free steel and Sb-steel

Hot-rolled steels with a thickness of 2.3 mm (Sb-free steel and Sb-steel) were cold rolled to 0.5 mm and then thermally treated at different temperatures. Figs. 5a and 5b show the microstructure of the Sb-free steel after cold rolling showing deformed grains elongated in the rolling direction. Figs. 5c and 5d show the microstructure of the Sb-free steel after thermal treatment at 950 °C for 8 min. In this case, equiaxed ferrite grains with average grain size of about 14.6±0.4 μm are observed.

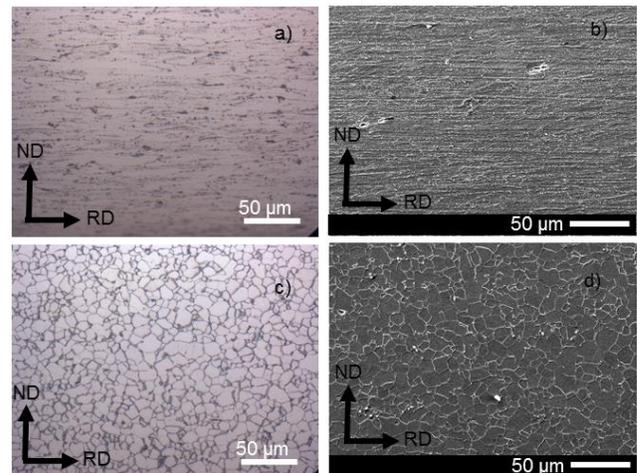


Fig. 5. Microstructure of Sb-free steel: a,b) cold-rolled condition, and c,d) after annealing at 950 °C for 8 min.

The microstructures of Sb-steel after cold rolling and subsequent annealing at 950 °C for 8 min are presented in Figs. 6a and 6b, respectively. Deformed grains elongated mainly in the rolling direction are observed after cold rolling. However, after annealing, the microstructure is characterized by the presence of equiaxed grains with an average grain size of about 32.2 ± 0.8 μm (Figs. 6c and 6d).

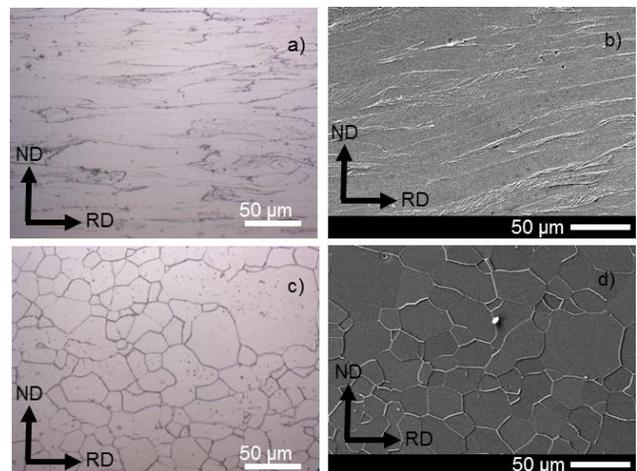


Fig. 6. Microstructure of Sb-steel after: a,b) cold rolling and c,d) 950 °C for 8 min.

Table 4 shows the average grain size, 95 % CI, and % RA of Sb-free steel and Sb-steel, for the different recrystallization temperatures. It can be seen that the grain size increases with the temperature of the recrystallization treatment, reaching the largest grain size at 950 °C in both steels.

Table 4. Grain size of cold-rolled steels, after recrystallization heat treatment.

Condition of final annealing	Sb-free steel	Sb-steel
	Grain size (µm), 95 % CI, % RA	Grain size (µm), 95 % CI, % RA
750 °C, 8 min	11.2 ± 0.4, 0.2, 1.8	20.6 ± 3.6, 0.8, 8.0
850 °C, 8 min	11.5 ± 0.1, 0.0, 0.5	23.9 ± 0.2, 0.1, 0.9
950 °C, 8 min	14.6 ± 0.4, 0.2, 1.8	32.2 ± 0.8, 0.4, 3.6

3.4. Core loss as a function of final annealing.

Core losses of Sb-free steel and Sb-steel are presented as a function of recrystallization temperature in Fig. 7. For comparison, the values corresponding to the cold-rolled condition are also included (CR). The thickness of cold-rolled and thermally treated samples was 0.5 mm. It can be seen that; core loss decreases as the treatment temperature increases. In general, core loss values in Sb-steel are lower than in Sb-free steel.

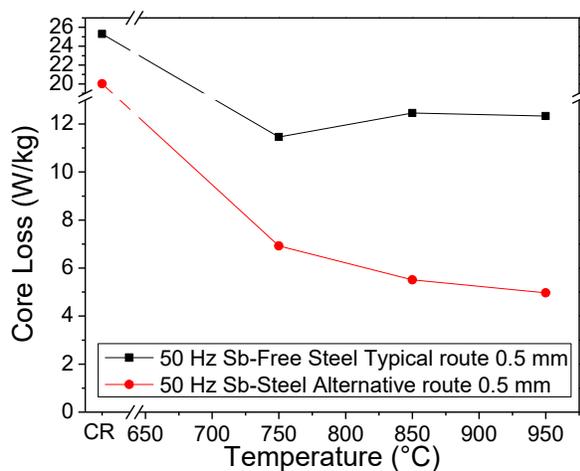


Fig. 7. Core loss as a function of recrystallization temperature.

4. DISCUSSION

According to Fig. 3, Sb does not have a significant effect on the microstructure of electrical steels after hot rolling. Both Sb-free steel and Sb-steel show a microstructure consisting of a matrix of equiaxed ferrite grains with carbides and pearlite islands.

However, it is observed that the proportion of carbides and pearlite in the Sb-steel is higher than the one observed in the Sb-free steel. This difference is related to the difference in carbon content. Furthermore, the effect of composition on the transformation temperature of electrical steels has already been extensively studied [11, 25], however, the effect of Sb on these temperatures has not yet been reported. As demonstrated in the present investigation Sb causes a reduction of both A_{c1} and A_{c3} critical transformation temperatures, causing changes in the two-phase field region (α -ferrite + γ -austenite). The intercritical annealing at 850° C to which the Sb-steel was subjected is then conducted at temperatures within the two-phase field region, leading to the development of fully columnar microstructures after 12 h. This time is larger than the one reported by different authors for steels without Sb [6, 26], which suggests that grain growth occurs more slowly. This can be related to the fact that Sb can retard the boundary motion in electrical steels as reported elsewhere [12, 14]. The carbon content of Sb-steel (0.07 wt % C) is also higher than the one reported in those works (0.05 wt % C) [6, 26]. It has been reported that the columnar grain growth is controlled by the isothermal austenite to ferrite transformation induced by decarburization. Therefore, it is possible, that the slowest rate for the columnar grain growth is also associated with the higher amount of carbon.

After cold rolling, up to 0.5 mm, both steels presented a microstructure constituted of deformed grains which were elongated in a direction parallel to the rolling direction. Further recrystallization, promotes the formation of equiaxed ferrite grains, and the size is higher for a higher temperature. The size of the recrystallized grains in Sb-steel samples is higher than in Sb-free steel samples.

Core loss values in Sb-steel samples were 40%, 56% and 60% lower than in Sb-free steel samples, after final annealing at 750 °C, 850 °C and 950 °C, respectively. The reduction in core loss is directly related to the increment of grain size, carbides removal due to decarburization and higher amount of Sb. The lowest loss value obtained was 4.97 W/kg for the Sb-steel after recrystallization at 950 °C. This value is similar to that reported in other works related to non-oriented electrical steels containing Sb [16, 25]. On the one hand, the thickness of the sheet in this work is similar to that reported (0.5 mm); on the other hand, the content of antimony and carbon is higher than that reported in those works (around 0.1 wt. % Sb and 0.02 wt % C, 0.05 wt % Sb and 0.002 wt % C, respectively). Therefore, our electrical steel should have a higher

core loss, because it is known that the increase in carbon content increases the core loss [16]. Since the core loss is similar in both, Sb contributes to the decrease of this parameter.

5. CONCLUSIONS

Intercritical annealing applied to hot-rolled steels prior to cold rolling, promotes the development of columnar grains in non-oriented Si-Al-Sb electrical steel sheets. This particular growth is associated with the austenite to ferrite transformation that takes place due to the steel decarburization. The higher C and Sb contents retard the decarburization process and the rate of columnar grains growth. The increase in the recrystallization temperature causes an increase in grain size, being the effect more significant at 950 °C. Grain size of Si-Al-Sb steel sheets was larger than that of Si-Al steel sheets, which is attributed to the larger grain size before cold rolling and the lower amount of carbon in solution or as carbides. The reduction in core loss is then associated to the larger grain size, lower amount of C and higher amount of Sb.

ACKNOWLEDGMENTS

Fernando Hernández N. would like to thank CONACYT for the financial support through the postdoctoral fellowship. Emmanuel Gutiérrez C. would like to thank CONACYT for the Cátedra assigned at the Institute of Metallurgy of the Autonomous University of San Luis Potosí (IM-UASLP). The facilities at the IM-UASLP and the technical assistance from Rosa Lina Tovar, Nubia Arteaga Larios, Izanami López Acosta, Francisco Botello Rionda, and Fernando Rodríguez Juárez is duly recognized.

BIBLIOGRAPHY

- [1] A. Ling-Zi et al., "Fabrication of high-performance low silicon non-oriented electrical steels by a new method: Low-finishing-temperature hot rolling combined with batch annealing", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 546, 168907, 2022.
- [2] K. Matsuoka and M Kondo, "Energy saving technologies for railway traction motor", *IEEEJ Trans* 5: 278–284, 2010.
- [3] N. Leugning, et al., "Material design for low-loss non-oriented electrical steel for energy efficient drives", *Materials* 14, 6588, 2021.
- [4] F. Fiorillo, "Soft magnetic materials", Wiley Encyclopedia of Electrical and Electronics Engineering. Copyright, 2016.
- [5] Y. He and E. J. Hilinski, "Textures of Non-Oriented Electrical Steel Sheets Produced by Skew Cold Rolling and Annealing", *Metals*, 12, 17, 2022.
- [6] E. J. Gutierrez-Castañeda and A. Salinas-Rodríguez, "Effect of annealing prior to cold rolling on magnetic and mechanical properties of low carbon non-oriented electrical steels". *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 323, 2524–2530, 2011.
- [7] I. L. Sauer, et al. "A comparative assessment of Brazilian electric motors performance with minimum efficiency standards", *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 41, 308–318, 2015.
- [8] O. Yoshihiko, et al., "Recent development of non-oriented electrical steel in JFE steel", *JFE TECHNICAL REPORT* No. 21, 2016.
- [9] A. Salinas-Rodríguez and E. J. Gutierrez-Castañeda, "Processing and microstructure of grain non-oriented electrical steel strips with improved magnetic properties", *Materials Science Forum* Vols. 706-709, 2800-2805, 2012.
- [10] H. Ortiz Rangel, et al., "Effect of annealing prior to cold rolling on the microstructure evolution and energy losses of low-Si, ultra-low-C hot-rolled electrical steel", *Metals* 10, 957, 2020.
- [11] C. Pei, et al., "Effects of different alloy composition on phase transformation of non-oriented electrical steel", *Applied Mechanics and Materials* 423-426, 290-293, 2013.
- [12] C. Pei, et al., "Effects of different alloy composition on magnetic properties of non-oriented electrical steel", *Applied Mechanics and Materials* 423-426, 286-289, 2013.
- [13] M. Godec, et al., "Scanning tunneling microscopy study of Sb-alloyed electrical steel sheet", *Applied Surface Science*, 143, 1-5, 1999.
- [14] S. K. Chang and W. Y. Huang, "Texture effect on magnetic properties by alloying specific elements in non-grain oriented silicon steels", *ISIJ International*, 45, 6 918-922, 2005.
- [15] S. S. Baik, et al., "Optimization of magnetic flux density in electrical steels: Slater-Pauling pattern repetition in multicomponent alloys". *Physical Review B* 85, 052402, 2012.
- [16] N. Calvillo, et al. "Influence of thickness and chemical composition of hot-rolled bands on

- the final microstructure and magnetic properties of non-oriented electrical steel sheets subjected to two different decarburizing atmospheres”, *Metals* 7, 229, 2017.
- [17] M. Ferreira Rodríguez, et al., “Texture and magnetic properties improvement of a 3% Si non-oriented electrical steel by Sb addition”, *Journal of magnetism and magnetic materials* 331, 24–27, 2013.
- [18] H. Li, “Effect of rolling reduction on microstructure, texture and magnetic properties of twin-roll casting non-oriented 6.5 wt% Si electrical steel”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 546, 168897, 2022.
- [19] G. O. Fulop, et al., “High saturation magnetic induction and low magnetostriction of a novel ferritic Fe-Ti alloy compared to a non-oriented silicon steel”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 527, 167702, 2021.
- [20] A. A. Almeida, and F. J. Gomes-Landgraf, “Magnetic Aging, Anomalous and Hysteresis Losses”, *Materials Research*, 22(3), e20180506, 2019.
- [21] Y. Wang, et al., “Texture Adjustment of Hot-Rolled Fe-1.6 wt% Si Non-oriented Electrical Steel Sheet by Annealing Processes”, *Metals and Materials International*, 2022.
- [22] Y. He, et al., “Processing non-oriented electrical steels using inclined/skew rolling schemes”. *Energy Materials* 51-59, 2017.
- [23] S. Steentjes, et al., “On the effect of material processing: microstructural and magnetic properties of electrical steel sheets”. 2014 4th International Electric Drives Production Conference (EDPC), 1-7, 2014.
- [24] E. J. Gutiérrez Castañeda, et al., “An EBSD investigation on the columnar grain growth in non-oriented electrical steels assisted by strain induced boundary migration”. *Materials Letters* 252, 42–46, 2019.
- [25] G. Sahoo, et al., “Recrystallization behaviour and texture of non-oriented electrical steels”, *Materials Science and Engineering: A* 734, 229-243, 2018.
- [26] M. Hernández-Miranda, et al., “Evolution of microstructure and texture in low-carbon grain non-oriented electrical steels processed from solid-state columnar microstructures”, *Metallography, Microstructure, and Analysis* 10, 876–889, 2021.

ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EXPANDIDA DE LA CALIBRACIÓN USANDO EL FOTÓMETRO DE REFERENCIA ESTÁNDAR SRP 55 DE COLOMBIA EN CANTIDAD DE SUSTANCIA PARA OZONO

Carmen Elena Zapata Sánchez - Tiberio Benavides Hernández - Jeniffer Ochoa Henao - Jaison Galvis López
Facultad de Minas, Universidad Nacional de Colombia
Medellín, Colombia.
(604) 4309888 ext 46390, calaire_med@unal.edu.co

Resumen

Se estimó la incertidumbre expandida para la calibración de equipos bajo prueba con el Fotómetro de Referencia Estándar SRP 55 de Colombia. Calibración para dar trazabilidad a las mediciones de ozono en Colombia al Sistema Internacional, bajo la implementación de la metodología EPA-454/B-13-004/October 2013 Transfer Standards For The Calibration of Ambient Air Monitoring Analyzers For Ozone. Dicha estimación se expresó en una ecuación polinómica grado 3 que contempla un presupuesto de fuentes de incertidumbre.

Palabras clave: Fotómetro Estándar de Referencia; SRP 55; CALAIRE; Incertidumbre expandida; Ozono; EPA; NIST; BIPM.

1. INTRODUCCIÓN

El Ozono es uno de los contaminantes del aire que requiere ser medido con altos niveles de precisión por los efectos causados en la salud humana y la vegetación, por lo cual, la Universidad Nacional de Colombia, Sede Medellín, decidió aunar esfuerzos, a través del laboratorio de Calidad del Aire, CALAIRE, dando trazabilidad a las mediciones de este contaminante en Colombia a estándares de nivel mundial del orden de NIST y el BIPM. Por lo que adquirió el Fotómetro de Referencia Estándar SRP 55 y así puso a disposición del país y la región un equipo patrón primario desarrollado por NIST y la Agencia de Protección del Medio Ambiente de los Estados Unidos (US-EPA), el cual se trata de un instrumento fotométrico para ensayos de hasta 1000 nmol/mol (ppb) de Ozono en atmósferas controladas de calibración, cuya medición está basada en la aplicación de la llamada ley de Lambert-Beer considerando el valor de la sección transversal de $1147,6 \times 10^{-20} \text{ cm}^2 \text{ molécula}^{-1}$. El diseño del SRP NIST consiste de un sistema de doble celda, donde cada celda se intercambia entre muestra y referencia durante el ciclo variable del instrumento.

1.1. Objetivo

Estimar la incertidumbre expandida al llevar a cabo el proceso de calibración en el laboratorio CALAIRE para encontrar la Capacidad de Medición y Calibración (CMC) y así reportar mediciones confiables acordes a la norma ISO/IEC 17025 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración.

2. CONTENIDO

El laboratorio de Calidad de Aire Calaire, está acreditado ante el Organismo Nacional de Colombia ONAC, en el alcance:

Calibración de fotómetros: $0 \text{ nmol/mol} < x \leq 500 \text{ nmol/mol}$ (ppb).

Magnitud: Cantidad de sustancia / Fracción de cantidad de sustancia de ozono en aire ambiente

Código de acreditación: **18-LAC-014**.

Como parte del cumplimiento de los requisitos de la ISO/IEC 17025 en su versión más reciente, Calaire implementó buenas prácticas de laboratorio, adquirió la infraestructura y los patrones de medición para tener control de las magnitudes de influencia que precisa el método y así mismo, capacitó su personal para realizar la verificación e implementación del método EPA-454/B-13-004/October 2013 Transfer Standards For The Calibration of Ambient Air Monitoring Analyzers For Ozone [1].

2.1. Estimación de la Incertidumbre

El laboratorio CALAIRE realizó el análisis del presupuesto de incertidumbre del SRP 55 realizado por NIST y del registro de los datos que genera el software de reporte y control después de una calibración; siendo este el punto de partida para el desarrollo de la metodología realizada por el laboratorio.

2.2. Definición de Fuentes

Estimadas las fuentes involucradas que afectan directamente la incertidumbre en el proceso de calibración, se consideraron los factores de incertidumbre por regresión lineal, repetibilidad y la incertidumbre del patrón SRP 55. En cuanto a la incertidumbre del patrón SRP 55 se tomó el valor de 0,33 nmol/mol establecido en el informe de intercomparación. Se realizó regresión cuadrática que ajusta los datos de mejor manera que la regresión lineal y se estimó la incertidumbre en los puntos de calibración de la prueba.

Analizando lo realizado, el laboratorio CALAIRE identificó que el comportamiento creciente relacional entre la fracción de cantidad de Ozono e incertidumbre de la misma, no cumplía con la regresión cuadrática en el rango de calibración usado 0 nmol/mol a 500 nmol/mol por lo que identificó el error de asumir 0,33 nmol/mol como único valor de incertidumbre del patrón SRP 55; en tal sentido resolvió tomar la ecuación completa del reporte NIST como resumen del presupuesto de fuentes de incertidumbre para la calibración del SRP 55, donde el valor 0,33 nmol/mol sigue influenciando en mayor medida la incertidumbre, pero esta vez estando dentro de la ecuación da sentido a la relación creciente; a mayor fracción de cantidad de Ozono mayor incertidumbre en la medición y la regresión cuadrática sigue siendo usada para representar dicho comportamiento hasta este punto de la fase preliminar de estimación de la incertidumbre. Esto se confirmó con software comercial Microsoft Excel y software libre Python.

2.3. Fase evolutiva

En el camino de estimar la incertidumbre el laboratorio CALAIRE se encontró con varias oportunidades de mejora para la estimación de la incertidumbre. A continuación, se hace un breve recuento de estas.

2.3.1. Actualización a noviembre de 2017

Después de que el laboratorio CALAIRE recibió auditoría interna como requisito de preparación para acreditación ante el Organismo Nacional de Acreditación de Colombia ONAC, identificó que el informe de intercomparación emitido por NIST presentaba novedades en algunas de las fórmulas, dando lugar a que el Coordinador de Metrología realizara un análisis detallado identificando todos los aspectos a mejorar en dicho informe, los cuales se

reportaron por medio de un comunicado a NIST, quienes asintieron en su corrección.

El laboratorio continuó buscando como mejorar la estimación de la incertidumbre de la calibración y siguiendo las recomendaciones del informe de intercomparación del SRP 55 que NIST emitió [2], donde recomienda mejorar el control de las condiciones ambientales del laboratorio para mejorar la estabilidad del SRP 55, adecuando la infraestructura del laboratorio. Resueltas estas recomendaciones el laboratorio se dio a la tarea de confirmar la estimación de incertidumbre que aporta el SRP 55 en el informe 646.03-16-054 [2], comparando los datos obtenidos en el F-PSMT-03 "Características de funcionamiento SRP" (documentación interna del Laboratorio CALAIRE) que se capturan de los reportes de estabilidad "Diagnostic Test Report Stability Monitor" (reporte entregado por el Software de calibración de NIST) desde diciembre de 2016. La evaluación se realizó aplicando el criterio de desviación estándar de los "ratios" de los ciclos del 1 al 10, los cuales deben ser menores 0,000030 (magnitud adimensional). Se encontró que el valor de la estabilidad para el SRP 55 estaba alrededor de 0,26 nmol/mol que corresponde a los "Ratios of Intensities, D" logrando actualizar el valor de 0,33 nmol/mol reportado por NIST anteriormente. El laboratorio después de realizar las pruebas mencionadas tomó la decisión de trabajar con un valor de estabilidad de 0,28 nmol/mol ya que éste, es el valor estimado para el SRP en el BIPM-NIST [2]. Se evidencia su importancia entre las diferentes fuentes de incertidumbre, considerando su aporte significativo entre las evaluadas en el reporte de NIST.

2.3.1.1. Complementando el presupuesto de fuentes de incertidumbre.

El certificado de intercomparación de NIST del SRP 55 contempla todo lo concerniente al uso del equipo patrón y establece una ecuación para la incertidumbre en la calibración. Con ella el laboratorio CALAIRE incluyó, la incertidumbre por regresión lineal y por repetibilidad, dando paso para que se incluya a su presupuesto de fuentes de incertidumbre, la contemplada por resolución del patrón SRP 55 y por resolución del Equipo Bajo Prueba (EBP). En este paso se decidió mejorar el ajuste al realizar una regresión polinómica de grado 3 y se constató que siga siendo creciente en el intervalo de calibración 0 nmol/mol a 500 nmol/mol.

2.3.2. Actualización a noviembre 2018

Para la estimación de la incertidumbre en pro de encontrar la mejor capacidad de medición y calibración CMC, el laboratorio CALAIRE procedió a tomar una calibración bajo las mejores condiciones y usando el “mejor dispositivo existente”, correspondiendo a un equipo Thermo 49C SN 59756-324, patrón retenido y denominado Nivel 2; se estimó la incertidumbre para dicha calibración teniendo en cuenta el presupuesto de las fuentes de incertidumbre para el primer punto de fracción de cantidad de Ozono 50 nmol/mol, tales como: incertidumbre por regresión lineal, incertidumbre por repetibilidad, incertidumbre por el patrón usado (SRP 55), incertidumbre por resolución del patrón usado (SRP 55), incertidumbre por resolución del Equipo Bajo Prueba. No se toma la estimación de la CMC para el punto cero 0 nmol/mol (ppb) debido que, en él, no se encuentra la presencia de la magnitud a medir (Fracción molar de Ozono). Como resultado del ejercicio se estimó para el punto de fracción de cantidad de ozono 50nmol/mol una incertidumbre de valor 0,62nmol/mol.

Una vez estimada la CMC de 0,62 nmol/mol (ppb) y en concordancia con el numeral 9,5 del documento CEA-3.0-06 de ONAC [3], se modificó el formato F-PSMT-01 Certificado de Calibración, de forma que la ecuación de incertidumbre entregada al cliente sea calculada teniendo en cuenta la CMC como valor mínimo a reportar. Se agregó un condicional al informe de calibración para evitar el reporte de una incertidumbre inferior a la CMC y se calculó la ecuación polinómica grado 3 forzando el intercepto a cero para encontrar la función $(y-b) = m_3 * x^3 + m_2 * x^2 + m_1 * x$ y a partir de esta garantizar la ecuación de cálculo de incertidumbre del cliente consecuente con el reporte de la CMC.

2.3.3. Actualización a febrero de 2019

Después de la visita realizada por el Organismo Nacional de Acreditación de Colombia ONAC y dando respuesta a las conclusiones al que el ente acreditador llegó, el laboratorio CALAIRE realizó las siguientes mejoras.

Actualizó el informe de calibración en su sección de incertidumbre. Esta vez no se tomó un solo punto de calibración 50 nmol/mol (ppb) sino toda la ecuación hallada como CMC con el “mejor equipo existente” en calibración, el Nivel 2, Thermo 49C.

A continuación, las constantes de la ecuación hallada que se usará como el modelo matemático en la evaluación de la CMC.

$$u(x)_{exp} = m_3 * x^3 + m_2 * x^2 + m_1 * x + b \quad (1)$$

Dónde:

x = Valor de fracción de cantidad Ozono solicitada

$m_3 = -0,0000000182$

$m_2 = 0,0000171$

$m_1 = 0,00061$

$b = 0,62$

El ente acreditador, ONAC, también concluyó respecto a la necesidad de evaluar todos los puntos de fracción de cantidad en el rango de calibración de los equipos, para lo cual el laboratorio, procede realizando otra calibración a su Nivel 2, Thermo 49C, en otros puntos diferentes a los habitualmente generados, para garantizar que la ecuación sea siempre creciente, cómo el comportamiento físico y modelamiento del proceso lo indica, en el rango de calibración de 0 nmol/mol a 500 nmol/mol. Dichos puntos fueron: 0; 50; 100; 150; 200; 250; 300; 350; 450; 500 y 0nmol/mol. Finalmente se comprobó el comportamiento creciente en el rango de calibración.

Después de dar solución a las conclusiones del ente acreditador, al laboratorio CALAIRE, el 09 de abril de 2019, le es otorgada la acreditación en la NTC ISO IEC 17025:2005 por parte de ONAC, convirtiéndose en el primer laboratorio acreditado con un SRP en el país.

2.3.4. Actualización de 2020 - 2022

Para este periodo el laboratorio implementa cambios hacia la digitalización y virtualidad, que obliga la emergencia sanitaria decretada por la pandemia.

Se implementa la generación de informes de calibración en medio digital, con marcas y seguridad respaldada en código QR. Se termina de virtualizar todo el sistema de gestión para atender auditorías de seguimiento y renovación de la acreditación ante ONAC.

Las actualizaciones comprendidas en este intervalo de tiempo versionaron el formato F-PSMT-01 Certificado de Calibración, de versión 7 a 10.

Dichas actualizaciones están basadas en la automatización con una macro, del formato F-PSMT-01 Certificado de Calibración, para hacer más seguro y rápido el tratamiento de los datos de la

calibración y de las condiciones ambientales de la misma. Así mismo facilita la supervisión del informe. Se mejoró el reporte de las cifras significativas en la expresión de la incertidumbre, cómo también de los datos numéricos a lo largo del formato F-PSMT-01 para adaptarlo al SI (Sistema Internacional).

Una de las actualizaciones consiste en especificar la dirección de repositorio de los archivos a tratar: los de calibración y los de las condiciones ambientales. La macro toma estos archivos originales de datos y extrae la información de la calibración y la ubica en el formato F-PSMT-01, evitando así errores en la acción de búsqueda y copiado de los datos manualmente, y reduciendo sustancialmente el tiempo de dicha actividad.

Otra actualización a destacar, incluyó la regla de decisión, para el ajuste o no de la pendiente e intercepto del Equipo Bajo Prueba.

La regla de decisión se redacta de la siguiente manera:

REGLA DE DECISIÓN:

Para determinar cuándo un Equipo Bajo Prueba requiere ajuste o no, se aplica el concepto de **regla de decisión binaria con zona de seguridad** (ver Nota 1), la cual establece que el resultado estará limitado a dos opciones, para nuestro caso se refiere a la decisión de hacer *Ajuste* o *no hacer Ajuste*.

La **zona de seguridad** que se usa en la regla de decisión corresponde al cálculo del límite inferior y superior del intervalo de calibración, considerando la incertidumbre de cada punto medido por EBP y comparado con la tolerancia.

Nota 1: La regla de decisión se establece de acuerdo a los documentos “Guía para establecer reglas de decisión en la declaración de conformidad ILAC-G8:09/2019” [4] y la “Evaluación de datos de medición – El papel de la incertidumbre de medida en la evaluación de la conformidad JCGM 106:2012”:

A continuación, se explica la regla de decisión de forma gráfica.

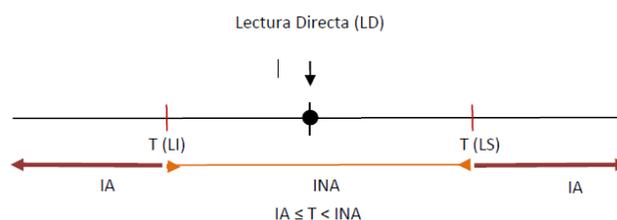


Fig. 1. Regla de decisión.

- Donde:
 LD: Lectura Directa
 LI: Límite Inferior
 LS: Límite Superior
 T: Tolerancia
 IA: Intervalo de Ajuste
 INA: Intervalo de No Ajuste

Teniendo como supuesto que la tolerancia es el 1%, se evalúan las 2 posibles opciones a aplicar de la regla de decisión:

- a) $LD \pm U(x) = 0,99\% < 1\%$, el resultado queda en el Intervalo de No Ajuste (INA)
- b) $LD \pm U(x) = 1,01\% \leq 1\%$ el resultado queda Intervalo Ajuste (IA)

- Donde:
 U(x): Incertidumbre de LD (Lectura Directa)

3 RESULTADOS

3.1 Estabilidad del SRP 55

La estabilidad del SRP es la componente dominante de aporte a la incertidumbre del SRP 55, está estimado un valor de 0,28 para un SRP según el BIPM. La estabilidad hace referencia a la relación de intensidades (ratio of intensities) y se perturba por las condiciones ambientales de temperatura y humedad al interior laboratorio, al tener condiciones óptimas de condiciones ambientales se logra una mejor estabilidad en el funcionamiento del SRP.

Periodo de evaluación: 2018-09-11 a 2022-02-14	Estabilidad Promedio SRP 55	Estabilidad Estimada BIPM
Promedio	0,24	0,28

Tabla 1. Estabilidad del SRP 55

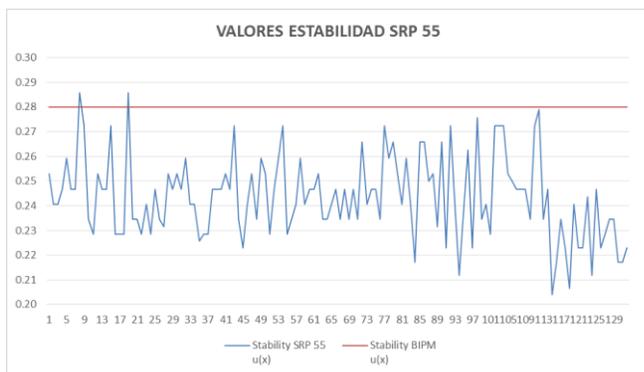


Fig. 2. Estabilidad del SRP 55.



Fig. 3. SRP 55.

A continuación, se muestra teóricamente como se trataron las fuentes de incertidumbre consideradas en el presupuesto de fuentes de incertidumbre del laboratorio CALAIRE.

3.2 Incertidumbre de la regresión lineal

Como apoyo académico se recurrió a las referencias de EURACHEM [5] y Análisis de Regresión [6] para estimar la incertidumbre de la regresión lineal u_{Reg} . Se estableció, con criterio del laboratorio CALAIRE, teniendo en cuenta lo estipulado en el método “p = 8” donde “p” es el número de repeticiones por cada punto de fracción de cantidad de ozono y “n = 12”, donde “n” es el número de parejas de puntos de fracción de cantidad de ozono realizados en la prueba, la cual contiene 10 puntos a lo largo del intervalo de calibración (> 0 y ≤ 500) nmol/mol y dos puntos ceros, uno al comienzo y otro al final de la prueba.

$$u_{Reg} = \frac{s}{B_1} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(C_0 - \bar{C})^2}{S_{XX}}} \quad (2)$$

3.3 Incertidumbre por repetibilidad

Se calculan los residuales entre el valor que arroja el SRP 55 y el resultado del Equipo Bajo Prueba que corresponde a las 8 tomas de muestras por punto de fracción de cantidad ozono y a las 12 parejas de puntos de fracción de cantidad de ozono y se halla con esta base de datos la incertidumbre por repetibilidad.

$$u_{Rep} = S_p / \sqrt{n} \quad (3)$$

Donde:

S_p = Desviación Estándar Poblacional

n = total de datos

3.4 Incertidumbre del equipo patrón

La ecuación se extrae del certificado entregado por NIST “646.03-16-054-SRP55” [2]

$$u_{Patrón} = \sqrt{(0,33)^2 + (2,92 * 10^{-3} * X)^2} \text{ nmol/mol} \quad (4)$$

Donde:

x = Valor de fracción de cantidad Ozono

3.5 Incertidumbre por resolución

El SRP 55 tiene una resolución de 0,01 mientras que los equipos bajo prueba tienen resolución típica de 0,1. Se tiene en cuenta las resoluciones para la estimación de la incertidumbre en cada caso por resolución con la siguiente ecuación.

$$u_{Res} = \frac{\text{resolución}}{2 * \sqrt{3}} \quad (5)$$

3.6 Incertidumbre combinada

Se procedió a combinar todas las incertidumbres del presupuesto de incertidumbre con la raíz cuadrada de la suma de los cuadrados de las incertidumbres del presupuesto de incertidumbres de calibración para el laboratorio CALAIRE.

$$u_{Combinada} = \sqrt{u_{Reg}^2 + u_{Rep}^2 + u_{Patrón}^2 + u_{Res Patrón}^2 + u_{Res EBP}^2} \tag{6}$$

Dónde:

- u_{Reg} = Incertidumbre por regresión lineal
- u_{Rep} = Incertidumbre por repetibilidad
- $u_{Patrón}$ = Incertidumbre del equipo patrón
- $u_{Res Patrón}$ = Incertidumbre por resolución patrón
- $u_{Res EBP}$ = Incertidumbre por resolución EBP
- EBP = Equipo bajo prueba

3.7 Incertidumbre expandida

La incertidumbre expandida es una función del valor de fracción de cantidad de ozono con un factor $k = 2$ logrando así un nivel de confianza de aproximadamente del 95%. Para su estimación se evaluaron las incertidumbres por la regresión lineal, incertidumbre por repetibilidad, resolución del patrón SRP 55, incertidumbre del patrón SPR 55 y la resolución de Equipo Bajo Prueba.

3.8 Estabilidad del Nivel 2

El estándar de transferencia Nivel 2 es un patrón retenido el cual se compara con el SRP 55 para observar tendencias en el comportamiento de las pendientes e intercepto en las calibraciones que se realizan de forma periódica. También sirve para evaluar desviaciones que se puedan presentar en las calibraciones de los Equipos Bajo Prueba.



Fig. 4. Thermo 49C, Nivel 2 (patrón retenido).

El comportamiento del Nivel 2 se evalúa respecto a los límites de comparación de pendiente e intercepto entre los SRP. Al Nivel 2 no se le realizan modificaciones o ajuste en su configuración de pendiente e intercepto y se mantienen constantes la pendiente (O3 COEF) correspondiente a un valor de 1,000 e Intercepto (O3 BKG) correspondiente a un valor de 0,0. La tendencia de la pendiente y el intercepto se pueden observar en las figuras 5 y 6 respectivamente.

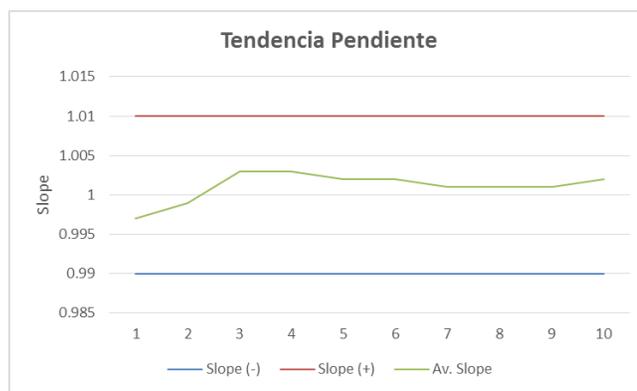


Fig. 5. Tendencia de la pendiente del Nivel 2.

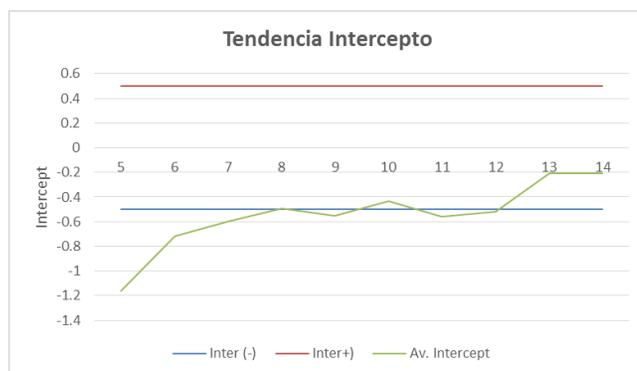


Fig. 6. Tendencia del intercepto del Nivel 2.

4 DISCUSIÓN

El mejoramiento de la infraestructura del laboratorio permitió ofrecer unas condiciones de funcionamiento óptimas para el SRP 55, lo que se vió reflejado en la mejora de la estabilidad del equipo, que se constató con las pruebas de estabilidad realizadas durante el periodo 2018 a 2022 (ver Tabla 1 y Figura 2).

La implementación de la regla de decisión binaria con zona de seguridad, ayuda a determinar cuándo un

Equipo Bajo Prueba requiere ajuste o no de su pendiente e intercepto.

El continuo desarrollo y mejoramiento de formatos y su automatización, facilitan el desarrollo de la calibración de fotómetros con el SRP 55 y minimiza al máximo errores en la misma.

Como trabajo a futuro se revisará la incertidumbre acorde a los CMC que recomienda el MRA-CIPM, la cual propaga completamente el modelo de medición usando mínimos cuadrados generalizados o totales [7] y no los ordinarios [3, 5] a fin de comparar los resultados e incertidumbres que se presentan.

5 CONCLUSIONES

A partir de la confirmación de los cálculos y realizando una adecuada identificación de fuentes de incertidumbre, se logró hallar la ecuación para que el cliente obtenga el valor de estimación de la incertidumbre en cada punto de fracción de cantidad de Ozono que generé o mida su equipo.

Se mejoró el formato de calibración F-PSMT-01 Certificado de Calibración en la estimación de la incertidumbre al implementar el redondeo a dos cifras significativas y en la presentación automática de la ecuación, al cumplimiento del reporte de incertidumbre mayor a la CMC y su expresión en número de cifras significativas en concordancia con la capacidad de medición y la expresión del resultado con su incertidumbre de la GUM [8].

Se mejoró el formato de calibración F-PSMT-01 Certificado de Calibración al implementar la automatización del mismo para facilitar su diligenciamiento y la actividad de supervisión en pro del aseguramiento de la validez de los resultados (Ver Anexo 1 Digital).

Se implementó una regla de decisión binaria con zona de seguridad, con el propósito de determinar cuándo un Equipo Bajo Prueba requiere o no el ajuste de su pendiente e intercepto.

REFERENCIAS

- [1] U.S Environmental Protection Agency, EPA-454/B-13-004/October 2013 Transfer Standards For The Calibration of Ambient Air Monitoring Analyzers For Ozone.
- [2] Norris J. E., Report of Calibration Service ID No.: 37520C Validation of NIST Standard Reference Photometer, serial number 55, National Institute of Standards and Technology, Material Measurement Laboratory Chemical Sciences Division, NIST, USA, 2016.
- [3] Organismo Nacional de Acreditación de Colombia, CEA-3.0-06 (Antes CEA-4.1-06) (Antes CEA-06) Versión 03 Criterios Específicos para la Estimación y Declaración de la Incertidumbre de Medición en la Calibración, Colombia, 2021.
- [4] ILAC Cooperación Internacional de Acreditación de Laboratorios, Guía para establecer reglas de decisión en la declaración de conformidad ILAC-G8:09/2019
- [5] Williams, A. Ellison, S. Cuantificación de la Incertidumbre en Medidas Analíticas, 3^{ra} edición inglesa, Williams, A. Ellison, S., 2012. https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/QUAM2012_P1_ES.pdf
- [6] Novales A, Análisis de Regresión, Universidad Complutense, 2010. <https://www.ucm.es/data/cont/docs/518-2013-11-13-Analisis%20de%20Regresion.pdf>
- [7] CCQM Working Group on Gas Analysis - BIPM <https://www.bipm.org/en/committees/cc/ccqm/wg/ccqm-gawg> GAWG guidance documents CCQM-GAWG/10-03 Harmonisation of CMCs for ozone, Martin Milton, Joële Viallon 05/10/2010
- [8] Centro Español de Metrología Edición Digital 1 en español (Traducción 1^a Ed. Sept. 2008), Primera edición septiembre 2008 (original en inglés), Guía para la Expresión de la incertidumbre de medida.

ANEXO 1

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN

CALIBRATION CERTIFICATE

Fecha de emisión: 2022-03-01 Código del Servicio: INT05 Identificación del Certificado: INT0509756-204

Cliente: CALIAIRE Universidad Nacional de Colombia Sede Medellín, Laboratorio CALIAIRE

Fecha de recepción: 2022-02-22

Fecha de calibración: Calibración Fatmetro 2022-02-22 a 2022-03-01

Numero de páginas de este certificado: 5

El presente informe de calibración es el resultado de la calibración de los instrumentos de medida de laboratorio de la Universidad Nacional de Colombia, Sede Medellín, Laboratorio CALIAIRE, de acuerdo con el procedimiento de calibración establecido en el Manual de Procedimientos de Calibración de Instrumentos de Medida de Laboratorio de la Universidad Nacional de Colombia, Sede Medellín, Laboratorio CALIAIRE. Este informe de calibración es válido para el uso de los instrumentos de medida de laboratorio de la Universidad Nacional de Colombia, Sede Medellín, Laboratorio CALIAIRE, de acuerdo con el procedimiento de calibración establecido en el Manual de Procedimientos de Calibración de Instrumentos de Medida de Laboratorio de la Universidad Nacional de Colombia, Sede Medellín, Laboratorio CALIAIRE.

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN

CALIBRATION CERTIFICATE

Fecha de emisión: 2022-03-01 Código del Servicio: INT05 Identificación del Certificado: INT0509756-204

5.2 Relación de Verificación

Equipos Nivel 1 a (ERP 55) y Equipos Nivel 2 ó Equipo bajo prueba (ERP) durante 6 días

Fecha:	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Numero de Puntos:	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Punto Nivel 1 ¹ :	-0.2	47.2	86.8	134.7	175.3	223.1	272.4	312.4	369.3	402.2	438.8	-0.1
Desv. Están. Nivel 1:	0.1	0.1	0.1	0.1	0.2	0.1	0.2	0.1	0.2	0.1	0.2	0.2
Equipos Nivel 2 ¹ :	-0.4	46.7	86.9	134.7	175.2	223.0	272.2	312.3	367.9	402.5	438.8	-0.1
Desv. Están. Nivel 2 ¹ :	0.3	0.4	0.4	0.4	0.3	0.4	0.4	0.3	0.4	0.4	0.3	0.4
% Diferencia:	-0.9	-0.8	-0.8	-0.2	-0.1	-0.1	-0.1	0.0	0.0	-0.1	0.1	0.1

Figura 3/3

VB/CEZ

Lugar de Calibración: Carrera 85 No. 714 - Nucleo de Valdeir - Bodega 19A - 401 Torcaza - Laboratorio Calibración

F:R04-Division 03

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN

CALIBRATION CERTIFICATE

Fecha de emisión: 2022-03-01 Código del Servicio: INT05 Identificación del Certificado: INT0509756-204

1. TRAZABILIDAD

Elaboración de calidad del aire CALIAIRE, custodia, asegura y mantiene la trazabilidad de los patrones de trabajo utilizados en estas mediciones, con cadenas nacionales e internacionales referenciadas al sistema métrico de unidades (SI).

2. DESCRIPCIÓN DE PATRONES

Equipo	Serie	ID Central de Calibración	Fecha Caduc.
Calibrador de Referencia Estándar - MET ERP 55	55	378302	3014-03-16
Calibrador de Temperatura	491	404969	3001-03-24
Sensores de Presión Barométrica	MT32026	210204-P16330	3001-03-24
Calibración de Procesos	2095016	SE-01-1382	2001-12-01
Módulo de Puntos	4041175	CAP-3222	2022-01-21
Módulo de Flujos	146594	15685	2001-11-24
Sensores de Temperatura y Humedad	20170676	LH-1804L-17-36330	2001-12-08

3. METODO DE CALIBRACIÓN

Para la calibración se empleó el método de fotometría de coque EPA-454-B-13-004/October 2013 Transfer Standards For The Calibration of Ambient Air Monitoring Analyzers For Coarse.

4. CONDICIONES AMBIENTALES

Fecha	Día 1	Día 2	Día 3	Día 4	Día 5	Día 6
Temperatura Ambiente (°C)	20.5	22.2	21.8	21.4	20.9	20.9
Humedad (%)	0.8	0.7	0.6	0.8	0.2	0.4
Presión (mmHg)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.1	0.1
Velocidad del Viento (km/h)	0.5	0.9	0.9	0.7	0.8	0.9
Velocidad del Viento (m/s)	0.5	0.9	0.9	0.7	0.8	0.9
Presión (mmHg)	802.19	803.23	802.16	803.86	803.88	803.76
Desv. Están.	0.8	0.8	0.6	0.4	0.6	0.6

5. RESULTADOS DE CALIBRACIÓN

5.1 Parámetros de configuración del Fatmetro del Equipo Bajo Prueba (ERP) (Pendiente/ Intercepto):

Valor Inicial	Pendiente	Intercepto (mmol/mol)
SLOPE	1.000	OFFSET: 0.0
Valor Final	SLOPE: 1.000	OFFSET: 0.0

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN

CALIBRATION CERTIFICATE

Fecha de emisión: 2022-03-01 Código del Servicio: INT05 Identificación del Certificado: INT0509756-204

5.3 Valores de Pendientes e Interceptos Nivel 2 ó Equipo Bajo Prueba (ERP)

Día	Pendiente	Intercepto (0)	Reg. Lineal
Día 1	1.000	1.001	-0.26
Día 2	1.000	1.000	-0.09
Día 3	1.000	1.000	-0.13
Día 4	1.000	1.000	-0.22
Día 5	1.000	1.000	0.01
Día 6	1.000	1.001	-0.26
Promedio	1.000	1.001	-0.19

5.4 Desviación Estándar Relativa de Pendientes e Interceptos

Desviación Estándar Relativa de Pendientes (%)	Desviación Estándar Relativa de Interceptos (%)
0.08%	0.11

5.5 Relación de Verificación (para Estándar de Transferencia Nivel 2 ó ERP)

Concentración Estándar de O₃ = $\frac{1}{10}$ (Conc. Indicada - (0))

Concentración Estándar de O₃ = $\frac{1}{1.001}$ (Conc. Indicada - (-0.19))

Figura 3/3

VB/CEZ

Lugar de Calibración: Carrera 85 No. 714 - Nucleo de Valdeir - Bodega 19A - 401 Torcaza - Laboratorio Calibración

F:R04-Division 03



CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN

CALIBRATION CERTIFICATE

Fecha de emisión: Issue date:	2022-03-01	Código del Servicio:	INT05	Identificación del Certificado:	INT050976-024
----------------------------------	------------	-------------------------	-------	------------------------------------	---------------

6. INCERTIDUMBRE

La incertidumbre expandida es una función del valor de concentración con un factor de cobertura $k = 2$ ligada a una probabilidad de cobertura del 95%. Para su cálculo se usó la incertidumbre por la regresión lineal, incertidumbre por repetibilidad, resolución del patrón SRP 55, incertidumbre del patrón SRP 55 y la resolución de cada tipo prueba.

$$U_{exp} = m_2 \cdot x^2 + m_1 \cdot x + b \text{ nmol/mol}$$

x = Concentración generada del objeto bajo prueba.

$$U_{exp} = -3,77E-04 \cdot x^2 + 1,68E-05 \cdot x^2 + 7,48E-04 \cdot x + 0,63$$

Note: los valores de x están comprendidos en el rango de calibración de: 0 nmol/mol a 500 nmol/mol

7. OBSERVACIONES

- 1. Este certificado no tiene validez.
- 2. Anular o alterar el contenido según las indicaciones del fabricante.
- 3. Emitido en PDF.
- 4. Método oficial del fabricante.

FIRMA AUTORIZADA
Authorized signature

[Signature]
Coordinador de Laboratorio
Laboratory Head



SELO
LABO

FIN DEL CERTIFICADO

Simposio Metrología 2022
Obra creada por el Centro Nacional de Metrología,
km 4.5 carretera a Los Cues, El Marqués, Querétaro, CP 76246.
Fecha de publicación: noviembre 2024
La versión final fue editada en formato de Documento Portable, PDF.

Coordinación de compilación:
Carlos Alberto Galván Hernández

Compilación:
Ana Lilia López Sánchez
Luis Manuel Peña Pérez
Héctor Alfonso Castillo Matadamas
Jorge Koelliker Delgado
Marco Antonio Rodríguez Guerrero
Alfredo Arturo Elías Juárez
Norma González Rojano

Ilustración
Oscar Ramos Monzalvo