



CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA

INCERTIDUMBRE EN LA CALIBRACIÓN DE PESAS POR EL MÉTODO ABBA

Luis Omar Becerra Santiago
Jorge Nava Martínez

Nota: El presente ejercicio ha sido desarrollado bajo aspectos didácticos y lleva por esto algunas simplificaciones. Para aplicarlo a un caso específico, deben tomarse en cuenta los resultados particulares de esa medición o calibración, informes y certificados de calibración, características de los equipos, métodos, condiciones ambientales, habilidades del personal y todos los elementos relevantes particulares de ese sistema de medición.

El Marqués, Qro., México, Enero de 2004.

ESTE DOCUMENTO SE HA ELABORADO CON RECURSOS DEL GOBIERNO MEXICANO. SÓLO SE PERMITE SU REPRODUCCIÓN SIN FINES DE LUCRO Y HACIENDO REFERENCIA A LA FUENTE:

Becerra L. O. y Nava J., Incertidumbre en la calibración de pesas por el método ABBA. CENAM, Enero 2004. Disponible en <[http:// www.cenam.mx](http://www.cenam.mx)>

INCERTIDUMBRE EN LA CALIBRACIÓN DE PESAS POR EL MÉTODO ABBA

Luis Omar Becerra Santiago, Jorge Nava Martínez

2004-01-27

Resumen. El método ABBA es el más utilizado para obtener la diferencia de masa entre la pesa patrón y la pesa desconocida en la calibración. Debido a la secuencia de calibración este método disminuye el efecto de la deriva a corto plazo que se presenta en los instrumentos para pesar además de introducir la corrección por la sensibilidad del instrumento para pesar en el momento de la calibración.

En el presente trabajo se muestra las fuentes de incertidumbre en la calibración de pesas. El método ABBA se emplea para obtener la diferencia entre la pesa desconocida y la pesa patrón (Δm), sin embargo el modelo descrito para la medición de masa es el mismo cuando se calibra por comparación contra patrones sin importar el método de comparación (ABBA, AB, AB1B₂,..., B_nA, etc)

1. Principio de Medición

El método comúnmente utilizado en la determinación de la masa de un objeto es comparando la fuerza gravitacional que se ejerce sobre el plato receptor de carga de una balanza debida al objeto contra la fuerza ejercida por una pesa de valor conocido (patrón de masa) del mismo valor nominal, en el resultado de dicha comparación interviene la fuerza debida al empuje del aire o fuerza de flotación, (esta fuerza esta en función del volumen o de la densidad de dichos objetos y la densidad del aire), las fuerzas que actúan sobre la pesa son,

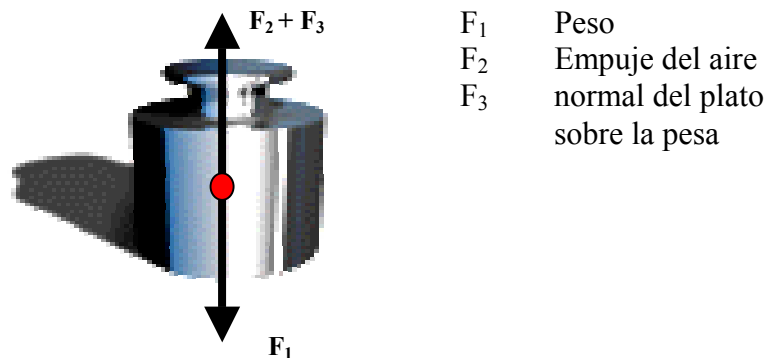


Fig. 1.- Fuerzas que actúan en un cuerpo en equilibrio colocado sobre el plato de una balanza. F₁ =Peso, F₂ = Empuje del aire y F₃= normal del plato sobre la pesa

La ecuación de equilibrio del cuerpo se escribe,

$$F_1 - (F_2 + F_3) = 0 \quad (1)$$

Nota: Existen dos fuerzas adicionales F_T (fuerza debida a la convección del aire cuando la pesa no se encuentra en estabilidad térmica con éste) y F_M (fuerza debida a la interacción magnética entre la pesa y la balanza), ambas se suponen de valores despreciables para este cálculo.

donde:

$F_1 = m \cdot g$	es la fuerza gravitacional (peso),
m	es la masa del objeto,
g	es la aceleración de la gravedad local,
$F_2 = \rho_a \cdot V \cdot g$	es la fuerza de empuje del aire (por el principio de Arquímedes) o flotación,
ρ_a	es la densidad del aire,
V	es el volumen del objeto,
$F_3 = F_1 - F_2$	es la fuerza normal ejercida por el plato de la balanza sobre la pesa y es igual a la diferencia entre la fuerza ejercida por el peso del artefacto menos el empuje que experimenta el cuerpo debido a la densidad del aire,
$L_b = F_3 = k \cdot \theta_c$	es la lectura de la balanza y es igual a la fuerza F_3
k	es una constante de proporcionalidad, aproximada a la gravedad por la calibración del instrumento,
θ_c	es la respuesta de la balanza en unidades de la balanza.

Sustituyendo las expresiones para las fuerzas en la ecuación 1 se obtiene,

$$mg - \rho_a Vg = k\theta_c \quad (2a)$$

que es lo mismo que

$$m - \rho_a V = L_b \quad (2b)$$

ecuación conocida como básica de pesada.

La determinación de la masa se hace por comparación contra una referencia que es una pesa de valor de masa conocido (pesa patrón).

Si se combinan la ecuación 2b aplicada a pesada de la pesa patrón con la correspondiente de la pesa desconocida se obtiene la ecuación 3a,

$$m_x - \rho_a V_x - m_p + \rho_a V_p = L_{bmx} - L_{bmp} \quad (3a)$$

ó

$$m_x - m_p + \rho_a (V_p - V_x) = L_{bmx} - L_{bmp} \quad (3b)$$

Nota: Los subíndices p y x representan la pesa patrón y la pesa desconocida respectivamente.

El miembro derecho de la igualdad anterior es la diferencia en lectura que hay entre la pesa muestra respecto a la pesa patrón.

La calibración de pesas clase E₂ e inferiores se realiza en valor de masa convencional, la recomendación 33 de la OIML (Organisation Internationale de Métrologie Légale) define la masa convencional,

$$m^c \left(1 - \frac{\rho_{ac}}{\rho_c} \right) = m \left(1 - \frac{\rho_{ac}}{\rho} \right) \quad (4)$$

donde:

- m^c es la masa convencional de la pesa (objeto),
- m es el valor de la masa de la pesa (objeto),
- ρ_{ac} es el valor convencional la densidad del aire 1,2 kg/m³ a condiciones de referencia (20 °C)
- ρ_c es la densidad de referencia 8 000 kg/m³,
- ρ es la densidad de la pesa (objeto).

Incluyendo en la ecuación 3b el valor convencional de la densidad del aire obtenemos la siguiente ecuación 5, que es la ecuación de pesada en valor de masa convencional,

$$m_x^c = m_p^c - (\rho_a - 1,2)(V_p - V_x) + \Delta m \quad (5)$$

donde:

- Δm es la diferencia de masa entre la pesa desconocida y la patrón.

Existen varios métodos de comparación, en este trabajo se detallará el método de sustitución doble conocido también como método de Borda, el cuál es el mas utilizado para la calibración de pesas de alta exactitud así como para el ajuste de pesas mayores a 50 kg que se utilizan en la verificación de instrumentos para pesar de alto alcance.

El método consiste en colocar una pesa patrón (A) sobre el plato de la balanza de igual valor nominal que la pesa desconocida (B) con la finalidad de obtener una diferencia de lecturas entre ambas pesas. Las balanzas presenten una deriva a corto plazo (corrimiento del cero) cuyo efecto se disminuye con la secuencia de calibración ABBA, tabla 1, además de permitir colocar una pesa de sensibilidad que permite determinar como su nombre lo indica la sensibilidad de la balanza en la parte de la escala óptica de la balanza que se esta trabajando en el momento de la calibración,

LECTURA	PESA SOBRE EL PLATO DE LA BALANZA
L ₁	A (pesa patrón)
L ₂	B (pesa desconocida)
L ₃	B + ps (más una pesa de sensibilidad)
L ₄	A + ps (más una pesa de sensibilidad)

Tabla 1.- Lecturas en el método de doble sustitución.

donde,

L_i	son las lecturas de la balanza en divisiones
A	es la pesa patrón
B	es la pesa desconocida
ps	es una pesa pequeña normalmente de 10 a 20 veces la diferencia esperada entre la pesa patrón y la pesa muestra.

Para determinar la diferencia de masa entre las pesas se utiliza la ecuación 6,

$$\Delta m = \Delta L \cdot Sb \quad (6)$$

donde la diferencia de lecturas (ΔL) entre las pesas, obtenida en divisiones de la balanza,

$$\Delta L = \left[\frac{(L_2 - L_1) + (L_3 - L_4)}{2} \right] \quad (7)$$

y la inversa de la sensibilidad del instrumento para pesar (Sb) se calcula de la siguiente forma,

$$Sb = \left(\frac{m_{ps}^c}{L_3 - L_2} \right) \left(1 - \frac{\rho_a - 1,2}{\rho_{ps}} \right) \quad (8)$$

por lo tanto el modelo matemático para la determinación del valor de masa convencional de una pesa es,

$$m_x^c = m_p^c - (\rho_a - 1,2)(V_p - V_x) + \Delta L Sb \quad (9a)$$

la cual puede ser expresada en función de la densidad de los materiales toma la forma de la ecuación 9b,

$$m_x^c = \frac{m_p^c \cdot \left(1 - \frac{\rho_a - 1,2}{\rho_p} \right) + \Delta L Sb}{\left(1 - \frac{\rho_a - 1,2}{\rho_x} \right)} \quad (9b)$$

donde:

m_x^c	es la masa convencional de la pesa desconocida (objeto) en mg
m_p^c	es la masa convencional de la pesa patrón en mg
ρ_a	es la densidad del aire en el laboratorio en mg/cm^3
1,2	es la densidad del aire convencional en mg/cm^3
V_p	es el volumen de la pesa patrón en cm^3
V_x	es el volumen de la pesa a desconocida (objeto) en cm^3

ρ_p	es la densidad de la pesa patrón en mg/cm ³
ρ_x	es la densidad de la pesa desconocida en mg/cm ³
ΔL	es el promedio de las lecturas de la balanza en divisiones div
Sb	es la sensibilidad inversa de la balanza en mg/div

La densidad del aire se calcula mediante la ecuación propuesta por el BIPM [2], en función de temperatura del aire en el laboratorio, la presión barométrica y la humedad relativa principalmente.

2. Identificación de las fuentes de incertidumbre

Las fuentes de incertidumbre de la calibración de masa convencional son las siguientes,

2.1. Incertidumbre de la masa convencional de la pesa patrón

La incertidumbre de la masa convencional del patrón se obtiene del certificado de calibración.

2.2. Incertidumbre del volumen de la pesa patrón

La incertidumbre del volumen del patrón se obtiene del certificado de calibración. Se desprecia el efecto debido a la expansión térmica de la pesa, ya que en la calibración ambas pesas son de acero inoxidable.

2.3. Incertidumbre del volumen de la pesa desconocida

Del certificado de calibración del volumen se obtiene la incertidumbre expandida, de la cual se calcula la incertidumbre estándar

2.4. Incertidumbre del promedio de las lecturas del instrumento para pesar (balanza)

Las fuentes de incertidumbre de la diferencia de las lecturas de masa entre la pesa patrón y la desconocida que se calcula de las lecturas de la balanza se obtiene de la desviación estándar de la media de los ciclos que se realizan en la medición,

2.5. Incertidumbre de la sensibilidad inversa

La incertidumbre de la sensibilidad inversa se obtiene de la desviación estándar de la media de los ciclos que se realizan en la medición. Se asume que las fuentes de incertidumbre debidas al valor convencional de la pesa de sensibilidad y a la densidad de ésta no afectan significativamente a la estimación de la incertidumbre.

2.6. Incertidumbre de la densidad del aire

La incertidumbre de la densidad del aire se estima mediante la combinación de 5 fuentes de incertidumbre,

2.6.1. La incertidumbre debida a la presión atmosférica

La incertidumbre de la presión atmosférica se obtiene a su vez de tres componentes,

i. La incertidumbre de calibración del barómetro

La incertidumbre de calibración del barómetro se obtiene del certificado de calibración expresada como incertidumbre expandida con un factor de cobertura

ii. La incertidumbre debida a la resolución del barómetro

La incertidumbre estándar de la resolución del barómetro cuyo último dígito significativo representa cambios de d_B unidades.

iii. La incertidumbre debida a la variación de la presión atmosférica durante la calibración

La incertidumbre debida la variación de la presión atmosférica se estima asumiendo que varia linealmente en el periodo que dura la calibración, debido a esta consideración se asume una distribución de probabilidad triangular

2.6.2. Incertidumbre debida a la temperatura

Al igual que en la incertidumbre debida a la presión atmosférica la incertidumbre debida a la temperatura del aire se obtiene de los siguientes componentes,

i. Incertidumbre debida a la calibración del termómetro

La incertidumbre de calibración del termómetro se obtiene del certificado de calibración expresada como incertidumbre expandida con un factor de cobertura

ii. Incertidumbre debida a la resolución del instrumento,

La incertidumbre estándar de la resolución del termómetro cuyo último dígito significativo representa cambios de d_T unidades.

iii. Incertidumbre debida a la variación de temperatura durante la calibración

La incertidumbre debida la variación de la temperatura se estima asumiendo que varia linealmente en el periodo que dura la calibración, debido a esta consideración se asume una distribución de probabilidad triangular.

2.6.3. Incertidumbre debida a la humedad relativa del aire

De manera similar la incertidumbre de la humedad relativa del aire se estima de los siguientes factores

i. Incertidumbre de calibración del higrómetro

La incertidumbre de calibración del higrómetro se obtiene del certificado de calibración expresada como incertidumbre expandida con un factor de cobertura

ii. Incertidumbre debida a la resolución del higrómetro

La incertidumbre estándar de la resolución del higrómetro cuyo último dígito significativo representa cambios de d_H unidades.

iii. Incertidumbre debida a la variación de la humedad relativa del aire durante la calibración,

La incertidumbre debida la variación de la humedad relativa se estima asumiendo que varia linealmente en el periodo que dura la calibración, debido a esta consideración se asume una distribución de probabilidad triangular

2.6.4. Incertidumbre debida a la constante R de los gases ideales

La incertidumbre de R se obtiene de tablas como una incertidumbre estándar [2]

2.6.5. Incertidumbre debida al ajuste de la ecuación para la determinación de la densidad del aire

La incertidumbre de la ecuación se ofrece como una incertidumbre estándar expresada como incertidumbre relativa [2].

2.7. La resolución de la balanza

La componente debida a la resolución finita de la balanza se obtiene asumiendo un tipo de distribución uniforme,

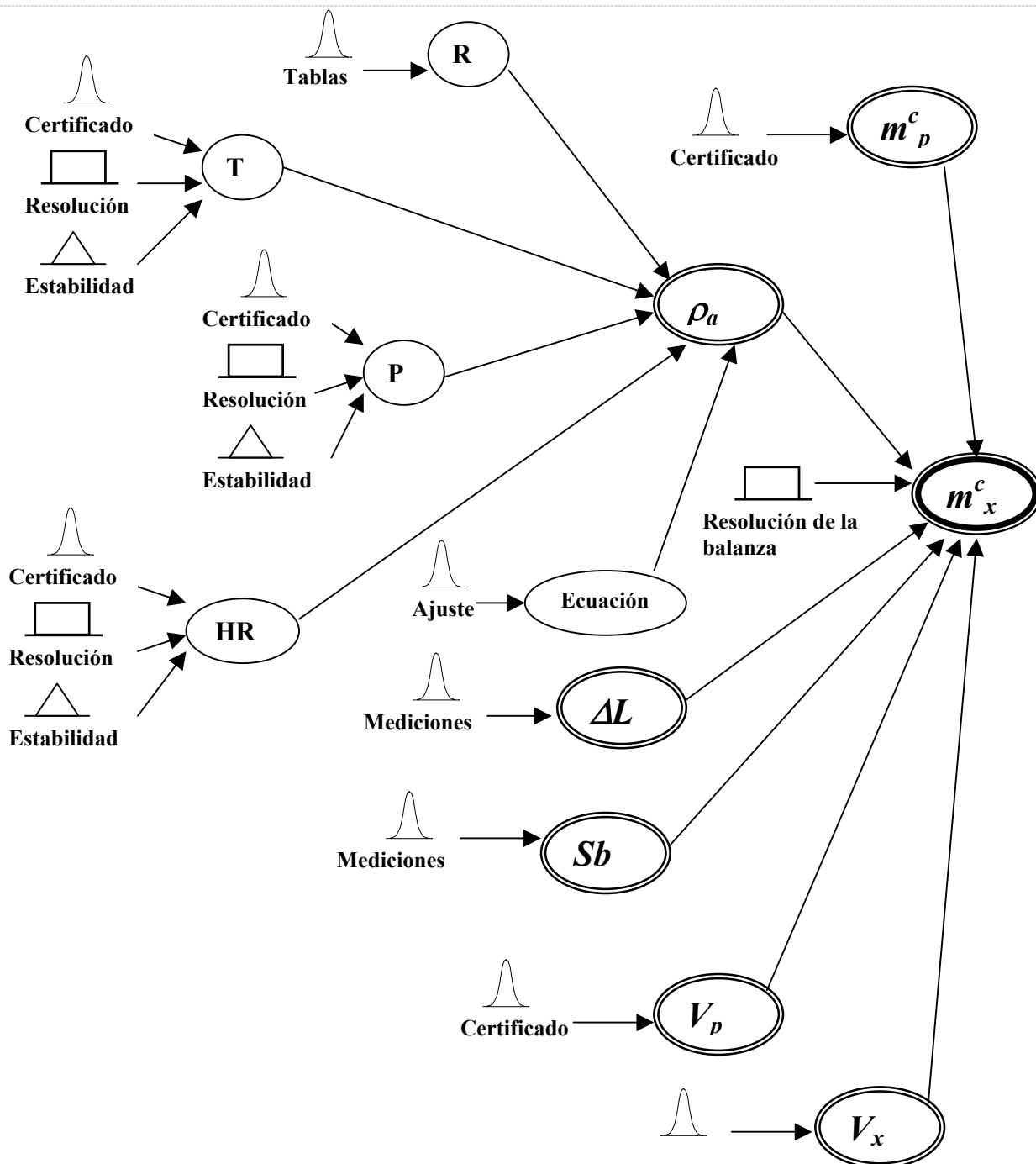


Fig. 2.- Diagrama de árbol de las fuentes de incertidumbre en la calibración de masa convencional

3. Cuantificación y Reducción

La cuantificación y reducción se desarrollará mediante un ejemplo numérico.

Datos de la pesa patrón obtenidos del certificado de calibración

Masa convencional $1 \text{ kg} + 0,032 \text{ mg} \pm 0,16 \text{ mg} (k=2)$

Volumen $124,23 \text{ cm}^3 \pm 0,03 \text{ cm}^3 (k=2)$

k es el factor de cobertura declarado en el certificado de calibración. La calibración se hará con una balanza comparadora con alcance máximo de 1 100 g y resolución 0,01 mg

Condiciones ambientales medidas, inicial y final

$t_1 = 20,5 \text{ }^\circ\text{C}$ $h_1 = 45,3\%$ $p_1 = 80\,960 \text{ Pa}$

$t_2 = 20,7 \text{ }^\circ\text{C}$ $h_2 = 46,0\%$ $p_2 = 81\,020 \text{ Pa}$

La incertidumbre de calibración de los sensores con un factor de cobertura de 2 son,

$$u_{ct} = 0,05 \text{ }^\circ\text{C}, \quad u_{ch} = 2\% \quad u_{cp} = 20 \text{ Pa}$$

El mejor estimado de la densidad del aire se obtiene utilizando la ecuación del BIPM [2] de acuerdo al promedio de las variables ambientales,

$$\rho_a = 0,955\,7 \text{ mg/cm}^3$$

el volumen de la pesa desconocida obtenido del certificado de calibración,

Valor nominal 1 kg

Volumen $127,32 \text{ cm}^3 \pm 0,03 \text{ cm}^3 (k=2)$

Datos de la pesa de sensibilidad obtenidos del certificado de calibración

Masa convencional $50 \text{ mg} + 0,000\,2 \text{ mg} \pm 0,001\,4 \text{ mg} (k=2)$

Densidad $7\,200 \text{ mg/cm}^3$

Las lecturas de la calibración se encuentran en la tabla 2,

Ciclo/Lectura	L1	L2	L3	L4	ΔL	S_b	
C1	0,00	-1,04	48,99	50,01	-1,030	0,9994	
C2	0,01	-0,99	49,03	50,05	-1,010	0,9996	
C3	0,06	-0,98	49,03	50,03	-1,020	0,9998	
C4	0,09	-0,93	49,04	50,13	-1,055	1,0006	
C5	0,11	-0,90	49,10	50,16	-1,035	1,0000	
C6	0,17	-0,83	49,15	50,16	-1,005	1,0004	
					Promedio	-1,025 8	0,99997
Corrección de la pesa muestra en valor de masa convencional					$m_x^c =$	-1,75 mg	

Tabla 2.- Tabla de lecturas en la calibración de la pesa,

Nota: En caso de utilizar la ecuación 9a, se puede determinar directamente la corrección o el valor de masa convencional, ya que el valor nominal de las pesas se elimina de ambos lados de la igualdad, a diferencia del uso de la ecuación 9b.

3.1. Masa Convencional del Patrón

El certificado de calibración de la pesa patrón declara una incertidumbre de 0,16 mg con $k=2$, por lo tanto para obtener la incertidumbre estándar se divide la incertidumbre expandida entre el factor de cobertura,

$$u_{mp} = \frac{U_{mp}}{k} = \frac{0,16}{2} = 0,08 \text{ mg}$$

3.2. Volumen del patrón

EL certificado de calibración del patrón indica una incertidumbre del volumen de 0,03 cm³ con $k=2$

$$u_{vp} = \frac{U_{vp}}{k} = \frac{0,03}{2} = 0,015 \text{ cm}^3$$

3.3. Volumen de la pesa muestra

El certificado de calibración del volumen de la pesa muestra declara una incertidumbre del volumen de 0,03 cm³ con un factor de cobertura igual a 2

$$u_{vx} = \frac{U_{vx}}{k} = \frac{0,03}{2} = 0,015 \text{ cm}^3$$

3.4. Diferencias de lecturas

La diferencia de las lecturas se obtiene de la desviación estándar de la media de los seis ciclos, tabla 3

$$u_{\Delta L} = \frac{1}{\sqrt{6}} \cdot \sqrt{\frac{1}{5} \sum_{i=1}^6 (\Delta L_i - \bar{\Delta L})^2} = 0,0075 \text{ div}$$

3.5. Sensibilidad inversa de la balanza

La incertidumbre de la sensibilidad inversa se obtiene de la combinación de la desviación estándar de la media de los ciclos,

$$u_{sb1} = \frac{1}{\sqrt{6}} \cdot \sqrt{\frac{1}{5} \sum_{i=1}^6 (Sb_i - \bar{Sb})^2} = 1,9 \times 10^{-4} \text{ mg/div}$$

3.6. Densidad del aire

3.6.1. Incertidumbre debida a la presión barométrica

i. Incertidumbre de calibración del barómetro

La incertidumbre estándar se obtiene al dividir la incertidumbre expandida entre el factor de cobertura

$$u_{p1} = \frac{U_B}{k} = \frac{20}{2} = 10 \text{ Pa}$$

ii. La incertidumbre debida a la resolución del barómetro

La incertidumbre estándar se obtiene asumiendo una distribución de probabilidad rectangular

$$u_{p2} = \frac{d_B}{\sqrt{12}} = \frac{10}{\sqrt{12}} = 2,9 \text{ Pa}$$

iii. La incertidumbre debida a la variación de la presión atmosférica durante la calibración

La incertidumbre estándar se obtiene al asumir una distribución de probabilidad triangular

$$u_{p3} = \frac{p_+ - p_-}{\sqrt{24}} = \frac{81020 - 80960}{\sqrt{24}} = 12,3 \text{ Pa}$$

La incertidumbre combinada debida a la presión barométrica,

$$u_p = \sqrt{u_{p1}^2 + u_{p2}^2 + u_{p3}^2} = 16 \text{ Pa}$$

3.6.2. Incertidumbre de la temperatura del aire

i. Incertidumbre de calibración del termómetro

$$u_{t1} = \frac{U_T}{k} = \frac{0,05}{2} = 0,025 \text{ °C}$$

ii. La incertidumbre debida a la resolución del termómetro

$$u_{t2} = \frac{d_T}{\sqrt{12}} = \frac{0,01}{\sqrt{12}} = 0,003 \text{ °C}$$

iii. La incertidumbre debida a la variación de la temperatura del aire durante la calibración

$$u_{t3} = \frac{T_+ - T_-}{\sqrt{24}} = \frac{20,7 - 20,5}{\sqrt{24}} = 0,041 \text{ } ^\circ\text{C}$$

La incertidumbre combinada debida a la temperatura del aire,

$$u_t = \sqrt{u_{t1}^2 + u_{t2}^2 + u_{t3}^2} = 0,048 \text{ } ^\circ\text{C}$$

3.6.3. Incertidumbre de la humedad relativa del aire

i. Incertidumbre de calibración del higrómetro

$$u_{h1} = \frac{U_H}{k} = \frac{2}{2} = 1 \text{ } \%$$

ii. La incertidumbre debida a la resolución del higrómetro

$$u_{h2} = \frac{d_H}{\sqrt{12}} = \frac{1}{\sqrt{12}} = 0,29 \text{ } \%$$

iii. La incertidumbre debida a la variación de la humedad relativa del aire durante la calibración

$$u_{h3} = \frac{H_+ - H_-}{\sqrt{24}} = \frac{46 - 45,3}{\sqrt{24}} = 0,14 \text{ } \%$$

La incertidumbre combinada debida a la humedad relativa del aire,

$$u_h = \sqrt{u_{h1}^2 + u_{h2}^2 + u_{h3}^2} = 1,1 \text{ } \%$$

3.6.4. Constante R de los gases de los gases ideales

$$u_R = 84 \times 10^{-7} \text{ J/mol K}$$

3.6.5. Incertidumbre del ajuste de la ecuación

$$u_{ec} = (1 \times 10^{-4}) (0,9557) = 9,557 \times 10^{-5} \text{ mg/cm}^3$$

La incertidumbre de la densidad del aire se obtiene de la combinación de las fuentes de incertidumbre [2],

$$u_{\rho_a} = \sqrt{(c_p u_p)^2 + (c_t u_t)^2 + (c_h u_h)^2 + (c_R u_R)^2 + (c_{ec} u_{ec})^2} = 0,0003 \text{ mg/cm}^3.$$

Los coeficientes de sensibilidad tienen los siguientes valores,

$$c_p = \frac{\partial \rho_a}{\partial p} = 1,1865 \times 10^{-5} \text{ mg cm}^{-3} \text{ Pa}^{-1}$$

$$c_t = \frac{\partial \rho_a}{\partial t} = -0,00356678 \text{ mg cm}^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$$

$$c_h = \frac{\partial \rho_a}{\partial h} = -0,0108473 \text{ mg cm}^{-3}$$

$$c_R = \frac{\partial \rho_a}{\partial R} = -0,11494916 \text{ mg cm}^{-3} \text{ J}^{-1} \text{ mol K}$$

$$c_{ec} = 1$$

3.7. Resolución de la balanza

$$u_d = \frac{0,01}{\sqrt{12}} = 0,0029 \text{ mg}$$

4. Combinación

Los coeficientes de sensibilidad c_x de cada fuente x en base de la ecuación 5 son,

4.1. Masa convencional del patrón

$$c_{m_p^c} = \frac{\partial m_x^c}{\partial m_p} = 1$$

4.2. Volumen del patrón

$$c_{V_p} = \frac{\partial m_x^c}{\partial V_p} = -(\rho_a - 1,2) = 0,2442541 \text{ mg/cm}^3$$

4.3. Volumen de la pesa desconocida

$$c_{V_x} = \frac{\partial m_x^c}{\partial V_x} = \rho_a - 1,2 = -0,2442541 \text{ mg/cm}^3$$

4.4. Promedio de las lecturas de la balanza

$$c_{\Delta L} = \frac{\partial m_x^c}{\partial \Delta L} = Sb = 0,99997 \text{ mg/div}$$

4.5. Sensibilidad inversa de la balanza

$$c_{Sb} = \frac{\partial m_x^c}{\partial Sb} = \Delta L = -1,0258 \text{ div}$$

4.6. Densidad del aire

$$c_{\rho_a} = \frac{\partial m_x^c}{\partial \rho_a} = V_p - V_x = 3,09 \text{ cm}^3$$

4.7. Resolución de la balanza

$$c_d = 1$$

La contribución de cada fuente de incertidumbre se obtiene finalmente multiplicando su respectivo factor de sensibilidad con su incertidumbre estándar: $u_i(y) = c_i \cdot u(x_i)$.

Suponiendo que todas las variables son independientes la incertidumbre combinada de la masa convencional de la pesa desconocida se obtiene por la suma cuadrática de las contribuciones individuales:

$$u_{m_x^c} = \sqrt{\sum_i [c_i \cdot u(x_i)]^2} = 0,081 \text{ mg}$$

5. Grados efectivos de libertad

Los grados efectivos de libertad se estiman con la ecuación de Welch-Satterthwaite [1] tomando en cuenta las componente de incertidumbre y sus grados de libertad correspondientes,

Variable	Grados de libertad	Fuente
Masa del patrón	100	Certificado
Volumen del patrón	100	Certificado
Volumen de la pesa desconocida	100	Certificado
Densidad del aire	279	Ecuación W-S
Presión atmosférica	207	Ecuación W-S
Temperatura	166	Ecuación W-S
Humedad relativa	120	Ecuación W-S
Constante R	50	90 % de confianza
Ecuación	50	90 % de confianza
Diferencia de Lecturas	5	Mediciones (n-1)
Sensibilidad inversa de la balanza	5	Mediciones (n-1)

Aplicando la ecuación de Welch-Satterhwaite los grados efectivos de libertad de la calibración de la masa convencional de la pesa desconocida son,

$$v_{ef} = \frac{u_Y^4}{\sum_i^n \frac{u_{xi}^4}{v_i}} = \frac{u_{mx}^4}{\frac{u_{mp}^4}{v_{mp}} + \frac{u_{vp}^4}{v_{vp}} + \frac{u_{vx}^4}{v_{vx}} + \frac{u_{\Delta L}^4}{v_{\Delta L}} + \frac{u_{Sb}^4}{v_{Sb}} + \frac{u_{\rho\alpha}^4}{v_{\rho\alpha}} + \frac{u_d^4}{v_d}} = 102 \quad (30)$$

6. Incertidumbre expandida, informe del resultado

La incertidumbre expandida se obtiene al multiplicar la incertidumbre estándar combinada por el factor de cobertura correspondiente para el nivel de confianza deseado. En este ejemplo el nivel de confianza deseado es del 95,45% por lo tanto le corresponde un factor de cobertura de 2,025 [1]

$$U_{m_x^c} = k \cdot u_{m_x^c} = 2,025 \times 0,081 = 0,164 \text{ mg}$$

El resultado de la calibración se expresa como

Valor Nominal	Corrección en masa convencional	Incertidumbre (95,45% aprox.)	Grados de libertad
1 kg	-1,75 mg	± 0,17 mg	102

7. Discusión

Particularmente en este ejemplo numérico la fuente de incertidumbre que mayor impacto tiene en la estimación de la incertidumbre se debe a la masa convencional del patrón, situación que no necesariamente se presenta en otras calibraciones de pesas, ya que la componente debida al promedio de lecturas y a la sensibilidad inversa pueden ser mucho mayores dependiendo de la desviación estándar de la balanza y la resolución de ésta.

En calibración de pesas es práctica común expresar la incertidumbre con un factor de cobertura $k=2$, sin embargo es conveniente que se declaren los grados efectivos de libertad de la calibración

$$U_{m_x} = k \cdot u_{m_x} = 2 \times 0,081 = 0,162 \text{ mg}$$

Sin embargo por el redondeo a 2 dígitos significativos la incertidumbre expandida toma el mismo valor en este caso particular

Valor Nominal	Corrección en masa convencional	Incertidumbre (k=2)	Grados de libertad
1 kg	-1,75 mg	± 0,17 mg	102

La Recomendación R-111 de la OIML establece que la incertidumbre expandida de la calibración de la masa convencional con un factor de cobertura $k=2$ no debe ser mayor a un tercio del Error Máximo Tolerado de la clase de exactitud de la pesa, en este caso el EMT de la pesa es $\pm 1,5$ mg, por lo tanto la incertidumbre de la calibración es adecuada la clase de exactitud de la pesa desconocida, sin embargo la pesa no cumple con el error máximo tolerado para su clase ya que al sumar la corrección a la incertidumbre sobrepasa el EMT.

Referencias

- [1] BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML “**Guide to the expression of Uncertainty on measurement**” Reimpresa en 1995.
- [2] CENAM, Becerra Luis O., “**Determinación de la densidad de sólidos y líquidos**”,
- [3] CENAM, División de Masa y Densidad, “**Notas del Curso Básico de Metrología de Masa**”.
- [4] OIML Recomendación 111 “**Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₂, M₃**”, 1994
- [5] OIML Recomendación 33, “**Conventional value of the result of weighing in air**”, 1979

Autor(es): M. en C. Luis Omar Becerra, Coordinador Científico de la División de Masa y Densidad, CENAM. lbecerra@cenam.mx, Tel (52) 4 2 11 05 00 ext 3602; Fax (52) 4 2 15 39 04

Ing. Jorge Nava, Responsable del Laboratorio de Patrones de Referencia, División de Masa y Densidad, CENAM. jnava@cenam.mx, Tel (52) 4 2 11 05 00 ext 3541; Fax (52) 4 2 15 39 04

Anexo A: Presupuesto de incertidumbre

N°	Magnitud de entrada X_i Fuente de incertidumbre	Valor estimado x_i	Fuente de información	Incertidumbre original	Tipo, Distribución	Incertidumbre estándar $u(x_i)$	Grados de libertad	Coefficiente de sensibilidad c_i	Contribución $u_i(y)$
1	Corrección del Patrón m_p	+0,032 mg	Certificado de calibración	0,16 mg	B normal, k=2	0,08 mg	100	1	8×10^{-2} mg
2	Volumen del Patrón V_p	124,23 cm ³	Certificado de calibración	0,03 cm ³	B normal, k=2	0,015 cm ³	100	0,244 2541 mg/cm ³	$3,7 \times 10^{-3}$ mg
3	Volumen de la pesa desconocida V_x	127,32 cm ³	Certificado de calibración	0,03 cm ³	B normal, k=2	0,015 cm ³	100	-0,244 2541 mg/cm ³	$3,7 \times 10^{-3}$ mg
4	Diferencia de Lecturas ΔL	-1,025 8 div	Mediciones repetidas	0,007 5 div	A Normal, k=1	0,007 5 div	5	0,999 97 mg /div	$7,463 \times 10^{-3}$ mg
5	Sensibilidad inversa de la balanza Sb	0,999 97 mg/div	Mediciones repetidas	$1,9 \times 10^{-4}$ mg/div	A Normal, k=1	$1,9 \times 10^{-4}$ mg/div	5	-1,025 8 div	$1,94 \times 10^{-4}$ mg
6	Densidad del aire ρ_a	0,955 7 mg/cm ³	Combinación de incertidumbres Anexo A-1	0,000 3 mg/cm ³	B Normal, k=1	0,000 3 mg/cm ³	279	3,09 cm ³	$8,804 \times 10^{-4}$ mg
7	Resolución de la balanza	---	Indicación digital	0,01 mg	B normal, k=1	$2,89 \times 10^{-3}$ mg	100	1	$2,89 \times 10^{-3}$ mg
	Corrección de la masa convencional m_x^c	-1,75 mg	---	---	---	$V_{ef}(m_x)$ ---	102	$u_{m_x^c} =$	$\pm 0,081$ mg

Tabla 3.- Presupuesto de incertidumbre en la calibración de la masa convencional

Anexo A-1: Presupuesto de incertidumbre para la densidad del aire

N°	Magnitud de entrada X_i Fuente de incertidumbre	Valor estimado x_i	Fuente de información	Incertidumbre original	Tipo, Distribución	Incertidumbre estándar $u(x_i)$	Grados de libertad	Coefficiente de sensibilidad C_i	Contribución $u_i(y)$
1	Presión atmosférica	80990 Pa	Combinación de incertidumbres	16 Pa	B normal, k=1	16 Pa	207	$1,1865 \times 10^{-5}$ $\text{mg cm}^{-3} \text{ Pa}^{-1}$	$19,1 \times 10^{-5} \text{ mg/cm}^3$
1.1	Calibración del barómetro	---	Certificado	20 Pa	B normal, k=2	10 Pa	100	1	10 Pa
1.2	Resolución del barómetro	---	Resolución digital	10 Pa	B rectangular, k=1	2,9 Pa	100	1	2,9 Pa
1.3	Estabilidad de la presión atm.	---	Variación de la presión	60 Pa	B Triangular, k=1	12,2 Pa	100	1	12,2 Pa
2	Temperatura del aire	20,6	Combinación de incertidumbres	0,048 °C	B normal, k=1	0,048 °C	166	$-0,003 566 78$ $\text{mg cm}^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$	$17 \times 10^{-5} \text{ mg/cm}^3$
2.1	Calibración del Termómetro	---	Certificado	0,05 °C	B normal, k=2	0,025 °C	100	1	0,025°C
2.2	Resolución del termómetro	---	Resolución digital	0,01 °C	B rectangular, k=1	0,003 °C	100	1	0,003 °C
2.3	Estabilidad de la temperatura	---	Variación de la temperatura	0,2 °C	B Triangular, k=1	0,041 °C	100	1	0,041 °C
3	Humedad Relativa del aire	45,65 %	Combinación de incertidumbres	1,1 %	B Normal, k=1	1,1 %	120	$0,010 847 3 \text{ mg}$ cm^{-3}	$11,4 \times 10^{-5} \text{ mg/cm}^3$
3.1	Calibración del higrómetro	---	Certificado	2 %	B normal, k=2	1 %	100	1	1 %
	Continúa...								

	...continuación								
3.2	Resolución del higrómetro	---	Resolución digital	1 %	B rectangular, k=1	0,3 %	100	1	0,3 %
3.3	Estabilidad de la H.R.	---	Variación de la H.R.	0,7 %	B Triangular, k=1	0,14 %	100	1	0,14 %
4	Constante R de los Gases	8,314 51 J mol ⁻¹ K ⁻¹	Tablas	8,4 x 10 ⁻⁶ J mol ⁻¹ K ⁻¹	B Normal, k=1	8,4 x 10 ⁻⁶ J mol ⁻¹ K ⁻¹	50	-0,114 949 16 mg cm ⁻³ J ⁻¹ mol K	9,7 x 10 ⁻⁷ mg/cm ³
5	Ajuste de la ecuación	---	Tablas	1 x 10 ⁻⁴	B Relativa, normal k=1	9,557 x 10 ⁻⁵ mg/cm ³	50	1	9,557 x 10 ⁻⁵ mg/cm ³
	Densidad del aire	0,955 7 mg/cm³	---	---	---	$V_{ef(\rho_a)}$	279	$u_{\rho_a} =$	±0,000 3 mg/cm³

Tabla 4.- Presupuesto de Incertidumbre en la determinación de la densidad del aire