# CALIBRACIÓN DEL VOLUMEN Y MASA DE PESAS SIMULTÁNEAMENTE POR MEDIO DE SERIES CERRADAS

∗Becerra L. Omar (lbecerra@cenam.mx), &Bich Walter (W.Bich@imgc.to.cnr.it)
∗Centro Nacional de Metrología
km. 4,5 Carretera a los Cués, Municipio del Marqués, Querétaro, México
&Instituto di Metrologia "G. Colonnetti"
Strada delle Cacce, 73 - 10135 Torino, Italia

**Resumen:** El siguiente trabajo tiene la finalidad de determinar el valor de volumen y masa simultáneamente de un conjunto de pesas mediante una serie de comparaciones en aire y en agua, analizando los datos mediante un método de optimización.

## INTRODUCCIÓN

En las calibraciones de pesas es necesario conocer su volumen para poder corregir el efecto del empuje del aire. Al calibrar los juegos de pesas en volumen (por medio de pesadas hidrostáticas), se tiene especial dificultad en la calibración de las pesas de valor nominal más pequeño ya que la desviación estándar de la balanza en las pesadas en el líquido afecta mas a las pesas de menor valor nominal, de esta manera se obtiene un mejor estimado del volumen al introducir las pesas en un mayor número de ocasiones.

A continuación se presenta un método para la calibración de un juego de pesas de 1 kg a 100 g [1000, 500, 200, 200(*), 100, 100(*)] simultáneamente en volumen y masa por medio de series cerradas, tomando el valor certificado de dos pesas de 1 kg en volumen y en masa como patrones. Pudiendo ser este esquema diferente en cuanto al número de pesas que intervienen y el alcance involucrado también, por ejemplo 10 g, 5 g, 2 g, 2 g(*), 1 g, y 1 g(*).

### Nomenclatura

| | |
|---|---|
| $m_i$ | masa de la pesa $i$ |
| $m_j$ | masa de la pesa $j$ |
| $V_i$ | volumen de la pesa $i$ |
| $V_j$ | volumen de la pesa $j$ |
| $\alpha_i$ | coeficiente de expansión cúbica de la pesa $i$ |
| $\alpha_j$ | coeficiente de expansión cúbica de la pesa $j$ |
| $\rho_{flui}$ | densidad del fluido (aire o del agua) de la pesada $q$ |
| $t_q$ | temperatura del aire o del agua en la pesada $q$ |
| $\Delta m_q$ | diferencia en masa observada en el aire entre las pesas en la pesada $q$ |
| $\Delta mw_q$ | diferencia en masa observada en el agua entre las pesas en la pesada $q$ |
| $C$ | matriz de coeficientes en las comparaciones y correcciones aplicadas para las pesadas en aire y en agua respectivamente |
| $x_V$ | vector de los volúmenes desconocidos |
| $b$ | vector de las diferencias de masa y correcciones aplicadas en las comparaciones |
| $x_m$ | vector de las masas desconocidas |
| $\Psi_i$ | matriz de varianzas debidas a la magnitud de influencia $i$ |
| $\Phi$ | matriz de la suma de las varianzas combinadas de todas las magnitudes de influencia |
| $n$ | número de renglones de la matriz |
| $m$ | número de columnas de la matriz |
| $\sigma_R^{-2}$ | inversa de la varianza del patrón |
| $Yq_i$ | corrección por temperatura en la pesada $q$ de la pesa $i$ |
| $Ywq_i$ | corrección por temperatura en la pesada $q$ en el agua de la pesa $i$ |

### Desarrollo

El método consiste en realizar una serie de pesadas en agua (o algún otro líquido con densidad conocida y certificada) y otra serie en aire, realizando el mayor número de comparaciones posible entre los patrones siguiendo el esquema que se muestra en la matriz $C$, ver ecuación 1, donde la pesa de valor nominal de 1000 g es el patrón y las demás son pesas a calibrar de las cuales se desconoce la masa, el volumen y la densidad.

Es importante señalar que todas las comparaciones se tomarán como independientes unas de otras, tanto de la serie de mediciones en agua como la serie de mediciones en aire, por lo que pueden emplearse instrumentos para pesar independientes. Es importante señalar que se deben realizar primero las comparaciones en agua, y que después de éstas, se deja ambientar el juego de pesas para poder realizar las comparaciones en aire, ya que las comparaciones en el aire servirán para la calibración de masa y no recomendable mojar ni limpiar las pesas una vez que han sido calibradas, de igual forma el patrón que se utilizará para las comparaciones en aire es diferente al que se utilizara en agua para evitar introducir en el líquido al patrón que es referencia en masa por que se alteraría su valor.

En cada una de las comparaciones en el agua se debe de tomar la temperatura del agua y las condiciones ambientales (presión atmosférica, temperatura del aire, y humedad relativa ó punto de rocío) en las comparaciones en el aire, para determinar la densidad del agua y la densidad del aire respectivamente [4].

Matriz C, comparaciones entre las pesas, en aire y en agua.

$$\begin{bmatrix} 1000 & 500 & 200 & 200(*) & 100 & 100(*) \\ -1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ -1 & 1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ 0 & -1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\ 0 & 0 & -1 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & -1 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -1 & 1 \end{bmatrix} \tag{1}$$

Cada uno de los renglones de la matriz anterior representa una comparación entre pesas o conjuntos de pesas, cuya ecuación que describe cada una de estas comparaciones es la siguiente,

$$m_i - r_{flui} V_i \left[1 + \left(a_i \left(t_q - 20\right)\right)\right] - m_j + r_{flui} V_j \left[1 + \left(a_j \left(t_q - 20\right)\right)\right] - \left(\Delta m_q\right) = 0 \tag{2}$$

Al realizar dos conjuntos de pesadas, una en aire y otra en agua, se obtienen dos ecuaciones matriciales correspondientes, ver ecuaciones 3 y 4

3)

$$\begin{bmatrix} -1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ -1 & 1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ 0 & -1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\ 0 & 0 & -1 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & -1 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -1 & 1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} m_{1000w} \\ m_{500} \\ m_{200} \\ m_{200(*)} \\ m_{100} \\ m_{100(*)} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} r_{w1} Yw1_{1000w} & -r_{w1} Yw1_{500} & -r_{w1} Yw1_{200} & -r_{w1} Yw1_{200(*)} & -r_{w1} Yw1_{100} & 0 \\ r_{w2} Yw2_{1000w} & -r_{w2} Yw2_{500} & -r_{w2} Yw2_{200} & -r_{w2} Yw2_{200(*)} & 0 & -r_{w2} Yw2_{100(*)} \\ 0 & r_{w3} Yw3_{500} & -r_{w3} Yw3_{200} & -r_{w3} Yw3_{200(*)} & -r_{w3} Yw3_{100} & 0 \\ 0 & r_{wa4} Yw4_{500} & -r_{w4} Yw4_{200} & -r_{w4} Yw4_{200(*)} & 0 & -r_{w4} Yw4_{100(*)} \\ 0 & 0 & r_{w5} Yw5_{200} & -r_{w5} Yw5_{200(*)} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & r_{w6} Yw6_{200} & 0 & -r_{w6} Yw6_{100} & -r_{w6} Yw6_{100(*)} \\ 0 & 0 & 0 & r_{w7} Yw7_{200(*)} & -r_{w7} Yw7_{100} & -r_{w7} Yw7_{100(*)} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & r_{w8} Yw8_{100} & -r_{w8} Yw8_{100(*)} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} V_{1000w} \\ V_{500} \\ V_{200} \\ V_{200(*)} \\ V_{100} \\ V_{100(*)} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \Delta mw_1 \\ \Delta mw_2 \\ \Delta mw_3 \\ \Delta mw_4 \\ \Delta mw_5 \\ \Delta mw_6 \\ \Delta mw_7 \\ \Delta mw_8 \end{bmatrix}$$

4)

$$\begin{bmatrix} -1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ -1 & 1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ 0 & -1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\ 0 & 0 & -1 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & -1 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -1 & 1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} m_{1000} \\ m_{500} \\ m_{200} \\ m_{200(*)} \\ m_{100} \\ m_{100(*)} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} r_{a1} Y1_{1000} & -r_{a1} Y1_{500} & -r_{a1} Y1_{200} & -r_{a1} Y1_{200(*)} & -r_{a1} Y1_{100} & 0 \\ r_{a2} Y2_{1000} & -r_{a2} Y2_{500} & -r_{a2} Y2_{200} & -r_{a2} Y2_{200(*)} & 0 & -r_{a2} Y2_{100(*)} \\ 0 & r_{a3} Y3_{500} & -r_{a3} Y3_{200} & -r_{a3} Y3_{200(*)} & -r_{a3} Y3_{100} & 0 \\ 0 & r_{a4} Y4_{500} & -r_{a4} Y4_{200} & -r_{a4} Y4_{200(*)} & 0 & -r_{a4} Y4_{100(*)} \\ 0 & 0 & r_{a5} Y5_{200} & -r_{a5} Y5_{200(*)} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & r_{a6} Y6_{200} & 0 & -r_{a6} Y6_{100} & -r_{a6} Y6_{100(*)} \\ 0 & 0 & 0 & r_{a7} Y7_{200(*)} & -r_{a7} Y7_{100} & -r_{a7} Y7_{100(*)} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & r_{a8} Y8_{100} & -r_{a8} Y8_{100(*)} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} V_{1000} \\ V_{500} \\ V_{200} \\ V_{200(*)} \\ V_{100} \\ V_{100(*)} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \Delta m_1 \\ \Delta m_2 \\ \Delta m_3 \\ \Delta m_4 \\ \Delta m_5 \\ \Delta m_6 \\ \Delta m_7 \\ \Delta m_8 \end{bmatrix}$$

Restando la ecuación 3 a la ecuación 4, los valores correspondientes al patrón pasando al lado derecho de la igualdad, y agregando el valor del volumen del patrón como restricción al sistema, la ecuación queda de la forma (ver ecuación 5),

$$\begin{bmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & c_{14} & c_{15} & c_{16} \\ c_{21} & c_{22} & c_{23} & c_{24} & c_{25} & c_{26} \\ c_{31} & c_{32} & c_{33} & c_{34} & c_{35} & c_{36} \\ c_{41} & c_{42} & c_{43} & c_{44} & c_{45} & c_{46} \\ c_{51} & c_{52} & c_{53} & c_{54} & c_{55} & c_{56} \\ c_{61} & c_{62} & c_{63} & c_{64} & c_{65} & c_{66} \\ c_{71} & c_{72} & c_{73} & c_{74} & c_{75} & c_{76} \\ c_{81} & c_{82} & c_{83} & c_{84} & c_{85} & c_{86} \\ c_{91} & c_{92} & c_{93} & c_{94} & c_{95} & c_{96} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} V_{1000\,w} \\ V_{500} \\ V_{200} \\ V_{200(*)} \\ V_{100} \\ V_{100(*)} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} m_{1000} - m_{1000\,w} - r_{a1} V_{1000} Y1_{1000} + r_{w1} V_{1000\,w} Yw1_{1000\,w} + \Delta m_1 - \Delta mw_1 \\ m_{1000} - m_{1000\,w} - r_{a2} V_{1000} Y2_{1000} + r_{w2} V_{1000\,w} Yw2_{1000\,w} + \Delta m_2 - \Delta mw_2 \\ \Delta m_3 - \Delta mw_3 \\ \Delta m_4 - \Delta mw_4 \\ \Delta m_5 - \Delta mw_5 \\ \Delta m_6 - \Delta mw_6 \\ \Delta m_7 - \Delta mw_7 \\ \Delta m_8 - \Delta mw_8 \\ V_{1000\,w} \end{bmatrix} \quad 5)$$

donde los elementos de la primer matriz son los siguientes,

$c_{11} = 0$
$c_{12} = r_{w1} Yw1_{500} - r_{a1} Y1_{500}$
$c_{13} = r_{w1} Yw1_{200} - r_{a1} Y1_{200}$
$c_{14} = r_{w1} Yw1_{200(*)} - r_{a1} Y1_{200(*)}$
$c_{15} = r_{w1} Yw1_{100} - r_{a1} Y1_{100}$
$c_{16} = 0$
$c_{21} = 0$
$c_{22} = r_{w2} Yw2_{500} - r_{a2} Y2_{500}$
$c_{23} = r_{w2} Yw2_{200} - r_{a2} Y2_{200}$
$c_{24} = r_{w2} Yw2_{200(*)} - r_{a2} Y2_{200(*)}$
$c_{25} = 0$
$c_{26} = r_{w2} Yw2_{100(*)} - r_{a2} Y2_{100(*)}$
$c_{31} = 0$
$c_{32} = r_{a3} Y3_{500} - r_{w3} Yw3_{500}$
$c_{33} = r_{w3} Yw3_{200} - r_{a3} Y3_{200}$
$c_{34} = r_{w3} Yw3_{200(*)} - r_{a3} Y3_{200(*)}$
$c_{35} = r_{w3} Yw3_{100} - r_{a3} Y3_{100}$
$c_{36} = 0$
$c_{41} = 0$
$c_{42} = r_{a4} Y4_{500} - r_{w4} Yw4_{500}$
$c_{43} = r_{w4} Yw4_{200} - r_{a4} Y4_{200}$
$c_{44} = r_{w4} Yw4_{200(*)} - r_{a4} Y4_{200(*)}$
$c_{45} = 0$
$c_{46} = r_{w4} Yw4_{100(*)} - r_{a4} Y4_{100(*)}$
$c_{51} = 0$
$c_{52} = 0$
$c_{53} = r_{a5} Y5_{200} - r_{w5} Yw5_{200}$
$c_{54} = r_{w5} Yw5_{200(*)} - r_{a5} Y5_{200(*)}$
$c_{55} = 0$
$c_{56} = 0$
$c_{61} = 0$
$c_{62} = 0$
$c_{63} = r_{a6} Y6_{200} - r_{w6} Yw6_{200}$
$c_{64} = 0$
$c_{65} = r_{w6} Yw6_{100} - r_{a6} Y6_{100}$
$c_{66} = r_{w6} Yw6_{100(*)} - r_{a6} Y6_{100(*)}$
$c_{71} = 0$
$c_{72} = 0$
$c_{73} = 0$
$c_{74} = r_{a7} Y7_{200(*)} - r_{w7} Yw7_{200(*)}$
$c_{75} = r_{w7} Yw7_{100} - r_{a7} Y7_{100}$
$c_{76} = r_{w7} Yw7_{100(*)} - r_{a7} Y7_{100(*)}$
$c_{81} = 0$
$c_{82} = 0$
$c_{83} = 0$
$c_{84} = 0$
$c_{85} = r_{a8} Y8_{100} - r_{w8} Yw8_{100}$

$$c_{86} = r_{w8}Yw8_{100(*)} - r_{a8}Y8_{100(*)}$$
$$c_{91} = 1$$
$$c_{92} = 0$$
$$c_{93} = 0$$
$$c_{94} = 0$$
$$c_{95} = 0$$
$$c_{96} = 0$$

que es de la forma

$$Cx_V = b \quad (6)$$

Esta ecuación matricial se puede resolver por mínimos cuadrados ordinarios [1] para obtener una primera aproximación de los valores de los volúmenes de las pesas,

$$\hat{x}_{V(OLS)} = \left(C^T C\right)^{-1} C^T b \quad (7)$$

la matriz de varianza del ajuste de mínimos cuadrados ordinarios se obtiene de la siguiente manera,

$$\Psi_{V(fit)} = \frac{\left(b - C\hat{x}_V\right)\cdot\left(b - C\hat{x}_V\right)^T}{n-m} \quad (8)$$

Ahora se puede obtener el valor de los volúmenes mediante el método de Mínima Varianza [1] aplicando la siguiente expresión,

$$\hat{x}_{V(MV)} = \hat{x}_{V(OLS)} + \left(C^T\Phi^{-1}C + R^{-1}\right)^{-1} C^T\Phi^{-1}\left(b - C\hat{x}_{V(OLS)}\right) \quad (9)$$

donde $\Phi^{-1}$ es la inversa de la versión matricial de la incertidumbre combinada de la Guía ISO para la expresión de la incertidumbre en las mediciones [3],

$$\Phi = \sum_{i=1}^{n} \Psi_i \quad (10)$$

$$u_Y^{\,2} = \sum_{i=1}^{n} \left(\frac{\partial Y}{\partial x_i} u_{x_i}\right)^2 \quad (11)$$

Que incluye todas las componentes de incertidumbre que influyen en la medición del volumen de las pesas (temperatura del agua, densidad del agua, temperatura del aire, densidad del aire, coeficientes de expansión, diferencias de masa de las pesadas en agua y diferencias de masa de las pesadas en aire, además de $\Psi_{V(fit)}$).[2]

La matriz $R^{-1}$ es una matriz cuadrada de 6 x 6 en el cual el elemento (1,1) se encuentra la inversa de la varianza del volumen del patrón,

$$R^{-1} = \begin{bmatrix} s_R^{-2} & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (12)$$

La incertidumbre de los volúmenes de las pesas se obtiene de la raíz cuadrada de los elementos de la diagonal principal de la siguiente matriz cuadrada,

$$\operatorname{cov}\left(x_{V(MV)} - x_{V(OLS)}\right) = \left(C^T\Phi^{-1}C + R^{-1}\right)^{-1} \quad (13)$$

**Cálculo del valor de masa**

Con el valor del volumen de las pesas obtenidos de 9, se calculan los valores de la masa de las pesas, de la ecuación matricial 4, donde ahora con los volúmenes conocidos se pueden despejar los valores de masa, por lo tanto la ecuación matricial queda de la forma, (ver ec. 14)

$$\begin{bmatrix} 0 & 1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ 0 & 1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ 0 & -1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\ 0 & 0 & -1 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & -1 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -1 & 1 \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} m_{1000} \\ m_{500} \\ m_{200} \\ m_{200(*)} \\ m_{100} \\ m_{100(*)} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} m_{1000} - r_{a1}\left[V_{1000}Y1_{1000} - \left(V_{500}Y1_{500} + V_{200}Y1_{200} + V_{200(*)}Y1_{200(*)} + V_{100}Y1_{100}\right)\right] + \Delta m_1 \\ m_{1000} - r_{a2}\left[V_{1000}Y2_{1000} - \left(V_{500}Y2_{500} + V_{200}Y2_{200} + V_{200(*)}Y2_{200(*)} + V_{100(*)}Y2_{100(*)}\right)\right] + \Delta m_2 \\ - r_{a3}\left[V_{500}Y3_{500} - \left(V_{200}Y3_{200} + V_{200(*)}Y3_{200(*)} + V_{100}Y3_{100}\right)\right] + \Delta m_3 \\ - r_{a4}\left[V_{500}Y4_{500} - \left(V_{200}Y4_{200} + V_{200(*)}Y4_{200(*)} + V_{100(*)}Y4_{100(*)}\right)\right] + \Delta m_4 \\ - r_{a5}\left[V_{200}Y5_{200} - V_{200(*)}Y5_{200(*)}\right] + \Delta m_5 \\ - r_{a6}\left[V_{200}Y6_{200} - \left(V_{100}Y6_{100} + V_{100(*)}Y6_{100(*)}\right)\right] + \Delta m_6 \\ - r_{a7}\left[V_{200(*)}Y7_{200(*)} - \left(V_{100}Y7_{100} + V_{100(*)}Y7_{100(*)}\right)\right] + \Delta m_7 \\ - r_{a8}\left(V_{100}Y8_{100} + V_{100(*)}Y8_{100(*)}\right) + \Delta m_8 \\ m_{1000} \end{bmatrix} \quad (14)$$

La cual es de la forma $Cx_m = b$ (15)

Que se puede resolver siguiendo el procedimiento descrito anteriormente desde la ecuación 7 hasta la ecuación 13, adaptada al cálculo de masa.

**Discusión**

El presente método ofrece la posibilidad de reducir la incertidumbre en la calibración del volumen pesas, así como simultáneamente determinar el valor de masa utilizando para ello las mediciones en el aire que son necesarias para la calibración del volumen de las mismas. El método de ajuste de Mínima Varianza es utilizado actualmente en la calibración de la masa de pesas, pero puede utilizarse como método de ajuste de datos con grandes ventajas en las mediciones de volumen y densidad de sólidos, como puede ser en las calibraciones de patrones sólidos de densidad, por comparación 1 - 3, donde se puede introducir al esquema de comparación una o dos restricciones y dos o tres sólidos como incógnitas.

**REFERENCIAS**


[**1**] Bich, Walter; **Variances, Covariances and Restraints in Mass Metrology**, Metrologia 27, 111-116 (1990)

[**2**] Bich, Walter; Cox, M.G.; Harris P.M.; **Uncertainty Modelling in Mass Comparisons**; Metrologia 1993/94, 30, 495-502

[**3**] ISO, **Guide to the expression of uncertainty in measurement**, first edition, 1993, corrected and reprinted 1995, Geneve, Switzerland.

**[4]** Becerra, Luis Omar, **Determinación de la Densidad de sólidos y líquidos**, CNM-MMM-PT-002