

Comparación de los Métodos Utilizados para la Diseminación de los Patrones de Masa de Alta Exactitud y Validación de la Incertidumbre Estimada Mediante Simulación Numérica

Ramírez, Lautaro J., Becerra, Luis O., Peña, Luis M.

Centro Nacional de Metrología
km 4,5 Carretera a Los Cués, 76246, Querétaro, México.
lramirez@cenam.mx

RESUMEN

Este trabajo expone la comparación de distintos métodos de calibración utilizados para la subdivisión/multiplicación del kilogramo. En este trabajo se comparan los valores medios, las incertidumbres y las correlaciones evaluados por los diferentes métodos. Los métodos comparados fueron: "Ortogonal", Gauss Markov, mínimos cuadrados ordinarios y mínimos cuadrados ponderados (solución por operadores de Lagrange), los cuales son los más utilizados por los laboratorios nacionales para la diseminación del kilogramo. Adicionalmente, se comparó la incertidumbre evaluada por los diferentes métodos contra resultados obtenidos por simulación numérica por el método de Monte Carlo.

1. INTRODUCCIÓN

En metrología de masa, el uso de los modelos de subdivisión/multiplicación del kilogramo es una necesidad ya que la trazabilidad de los valores de masa hacia la definición del kilogramo, es a través de los prototipos de platino iridio de valor nominal 1 kg, por ejemplo el k21. Por lo tanto para generar la escala de masa, la calibración de pesas de los diferentes valores nominales desde 1 mg a 1 t o mayores, se requiere comparar pesas de igual valor nominal o una pesa contra un grupo de pesas que en conjunto formen el mismo valor nominal.

En este tipo de modelos de subdivisión/multiplicación (en adelante llamados solo de subdivisión) se realizan mediante una serie de comparaciones que a su vez generan un número igual de ecuaciones en donde las incógnitas son los valores de masa de las pesas (a excepción de la pesa patrón involucrada). Generalmente estos modelos se utilizan por décadas por ejemplo 1 kg a 100 g, o 100 g a 10 g, etc.

El sistema de ecuaciones se resuelve para encontrar los valores de masa de cada una de las pesas que satisfacen la serie de comparaciones dentro de ciertos criterios de ajuste, ya que en la mayoría de los casos se utilizan sistemas de ecuaciones sobredeterminados.

La solución de estos sistemas implica un mayor número de mediciones y el uso de matemáticas más complejas que para la calibración de pesas por comparación una a una, sin embargo, debido a la

necesidad de generar la escala de masa a partir de 1 kg y a la posibilidad de obtener resultados muy confiables al introducir patrones de verificación, estos métodos son recomendados para la calibración de las pesas clase OIML E₁[1].

En el presente trabajo se analiza el desempeño de diferentes métodos de subdivisión.

2. MÉTODOS DE AJUSTE PARA LA SUBDIVISIÓN DEL KILOGRAMO

2.1. Mínimos Cuadrados

La teoría utilizada para la subdivisión del kilogramo es la teoría de los mínimos cuadrados [6]. El modelo de medición es el siguiente:

$$X\beta = Y - e, \quad (1)$$

donde X es una matriz de $m \times n$, llamada matriz de diseño, para este caso formada por ceros y unos, según sea el esquema de comparación; Y es un vector aleatorio de las observaciones en donde se incluyen las correcciones apropiadas, dimensión $m \times 1$, β es el vector columna de los estimados de masa de dimensión $n \times 1$, y e es el vector de errores de $m \times 1$, el cual tiene esperanza matemática cero.

2.2. Mínimos Cuadrados Ordinarios (MCO)

La función a minimizar, en los mínimos cuadrados ordinarios (MCO) es [13],

$$S^2 = (y - \hat{y})^T (y - \hat{y}). \quad (2)$$

La Ec. (2) representa los errores al cuadrado S^2 , donde, \hat{y} es el vector de los aproximados del vector Y .

El estimado $\hat{\beta}$ se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\hat{\beta}_{MCO} = (X^T X)^{-1} X^T Y, \quad (3)$$

en donde los elementos del vector $\hat{\beta}_{MCO}$, son los valores de masa que se reportan como correcciones.

La matriz de varianza-covarianza (en adelante llamada únicamente de covarianza) se obtiene de la siguiente expresión,

$$\text{cov}(\hat{\beta}_{MCO}) = (X^T X)^{-1} \sigma^2 \quad (4)$$

La matriz de covarianza, Ec. (4) contiene en la diagonal principal las varianzas de las pesas y en los demás elementos las covarianzas entre las pesas.

La varianza debida al ajuste de los MCO σ^2 , se obtiene de,

$$\sigma^2 = \frac{e^T e}{m - n} \quad (5)$$

2.3. Mínimos Cuadrados Ponderados (MCP)

Los MCP se resuelven bajo conceptos semejantes a los MCO, sin embargo la función a minimizar es χ^2 ,

$$\chi^2 = (y - \hat{y})^T W^{-2} (y - \hat{y}) \quad (6)$$

La Ec. (6), realmente tendrá una distribución chi-cuadrada, χ^2 con ν grados de libertad cuando el vector de datos Y tenga una distribución normal con varianza W^2 . Cuando esta condición se cumple, la solución del sistema estará dada por,

$$\hat{\beta}_{MCP} = (X^{nT} X^n)^{-1} X^{nT} Y^n \quad (7)$$

con Y^n y X^n ponderados de la siguiente manera [3],

$$X^n = W^{\frac{1}{2}} X, \quad (8)$$

$$Y^n = W^{\frac{1}{2}} Y. \quad (9)$$

La matriz de covarianza se obtiene de la siguiente expresión,

$$\text{cov}(\hat{\beta}_{MCP}) = (X^{nT} X^n)^{-1} X^{nT} W^{-1} (X^{nT} X^n)^{-1} X^{nT}. \quad (10)$$

2.4. Solución Mínimos Cuadrados Ponderados mediante Multiplicadores de Lagrange (MCP-ML).

Este es uno de los métodos más utilizados, en los laboratorios de alta exactitud. Los estimados, se determinan minimizando la Ec. (6) sujeto a la siguiente condición,

$$f(\beta, \hat{y}) = 0 \quad (11)$$

La matriz $(X^T X)^{-1}$ es singular, por lo tanto se le agrega el multiplicador de Lagrange λ , para quitar dicha singularidad. Así, la función a minimizar queda de la siguiente forma [5],

$$\chi^2 = (y - \hat{y})^T W^{-2} (y - \hat{y}) + 2\lambda^T f(\beta, \hat{y}). \quad (12)$$

El estimado del vector de la masa de las pesas se obtiene de la Ec. (7) y la matriz de covarianza de la Ec. (10).

2.5. Método Ortogonal

Este método utiliza las Ecs. (3) y (4) de la solución de MCO, para una matriz de diseño X especialmente elegida para obtener valores no correlacionados en la matriz varianza-covarianza.

Para lograr la matriz de diseño X del modelo ortogonal, algunas de las comparaciones, (renglones de X y sus correspondientes elementos del vector Y), son repetidos o eliminados [4].

2.6. Método de Gauss Markov (GM)

Para el método de Gauss Markov (GM), se asume que Y es una función de varias variables aleatorias, a diferencia de lo que se asume en los métodos anteriores donde se considera que Y es únicamente función de la variabilidad de las indicaciones de la balanza [7]. La función a minimizar es la misma que el de mínimos cuadrados ponderados, Ec. (6); sin embargo, la matriz de ponderación es diferente. El

tratamiento GM [6] propone una matriz de varianza asociada a Y en donde se incluyen todos las componentes de incertidumbre que intervienen en el modelo de medición. Esto arroja una matriz de covarianza completa [7] con respecto a los anteriores métodos.

La matriz de covarianza será la siguiente:

$$W = J_u \phi J_u^T \quad (13)$$

con,

$$J_u = [J_{\Delta L} \quad J_{\rho} \quad J_V \quad J_{ajuste}] ; \quad (14)$$

la cual es una matriz formada por el Jacobiano de Y , que a su vez es la matriz compuesta por los vectores de cada una de las variables del modelo de medición de masa;

$$Y = [\Delta L \quad \rho_a \quad V \quad \varepsilon_{ajuste}] ; \quad (15)$$

y ϕ será la matriz compuesta de matices de varianza covarianza:

$$\phi = \begin{pmatrix} \phi_{\Delta L} & \phi_{\Delta L, \rho_a} & \phi_{\Delta L, V} & \phi_{\Delta L, ajuste} \\ \phi_{\Delta L, \rho_a} & \phi_{\rho_a} & \phi_{\rho_a, V} & \phi_{\rho_a, ajuste} \\ \phi_{\Delta L, V} & \phi_{\rho_a, V} & \phi_V & \phi_{V, ajuste} \\ \phi_{\Delta L, ajuste} & \phi_{\rho_a, ajuste} & \phi_{V, ajuste} & \phi_{ajuste} \end{pmatrix} \quad (16)$$

La Ec. (13) es la generalización de la ley de propagación de incertidumbres al caso multivariable (matricial). La estimación de los valores de masa se obtiene de la siguiente fórmula [7],

$$\hat{\beta} = (X^T W^{-1} X)^{-1} X^T W^{-1} Y ; \quad (17)$$

mientras que su varianza será:

$$\text{cov}(\beta) = (X^T W^{-1} X)^{-1} \quad (18)$$

Los métodos mencionados son tratados con mayor profundidad en [11].

2.7. Simulación Numérica por el método de Monte Carlo

El método de Simulación Numérica por Monte Carlo (SNMC), combina distribuciones de probabilidad de las variables de entrada de acuerdo al modelo de medición y arroja valores para la variable de salida [12]. Sin embargo al igual que en el caso de la aplicación del método GUM, la Simulación Numérica por el Método de Monte Carlo descrita en el suplemento 1 de la GUM [12] no considera el caso multivariable de salida. Sin embargo para la estimación de la incertidumbre de los estimados de salida (estimados de masa de las pesas) se hace la generalización del procedimiento de SNMC al caso multivariable [10].

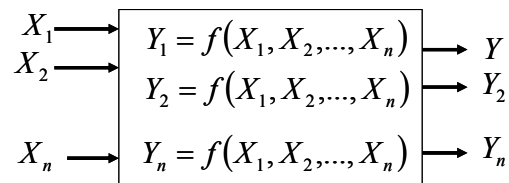


Fig. 1. Modelo de medición con varias variables de entrada y varias variables de salida.

Las distribuciones de probabilidad de las variables de entrada son combinadas de acuerdo al modelo de medición correspondiente y como resultado se obtienen distribuciones de probabilidad de las variables de salida. Para el caso particular de este estudio, las variables de entrada son las diferencias en masa, las densidades del aire, los volúmenes de las pesas, el valor del patrón, etc. y las variables de salida son las masas de las pesas en calibración.

3. EJEMPLO NUMÉRICO: PLANTEAMIENTO DE LAS ECUACIONES MATRICIALES Y DATOS DEL EJEMPLO

Para este trabajo, se tomaron datos de una calibración real donde se consideraron tres ciclos de comparación ABBA para cada y_i (para cada comparación de acuerdo a la matriz de diseño correspondiente) [2]. Para todos los métodos se consideraron como variables del modelo las siguientes entradas,

$$y = \Delta m - \rho_a (V_r - V_q) - \varepsilon_{ajuste} \quad (19)$$

donde Δm es la diferencia en lecturas de la balanza entre la pesa (o grupo de pesas) r y la pesa (o grupo de pesas) q , ρ_a es la densidad del aire al

momento de la medición, V_r es el volumen de la pesa (o grupo de pesas) r , V_q es el volumen de la pesa (o grupo de pesas) q , ε_{ajuste} es el error del ajuste, cuya esperanza matemática es cero, y varianza σ^2 .

Las matrices utilizadas en los distintos métodos varían según el tratamiento de la restricción. A continuación se muestran los diseños utilizados en este estudio.

La ecuación matricial del método Ortogonal queda expresada de la siguiente manera,

$$\begin{pmatrix} 1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ 1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\ -1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ -1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 1 & -1 & 1 \\ 0 & -1 & 1 & -1 & 1 \\ 0 & -1 & 1 & 1 & -1 \\ 0 & -1 & 1 & 1 & -1 \\ 0 & -1 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & -1 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & -1 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & -1 & 1 & 1 \end{pmatrix} * \begin{pmatrix} 500g \\ 200g \\ 200g* \\ 100g \\ 100g* \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} y_1 + m_r \\ y_2 + m_r \\ y_3 \\ y_4 \\ y_5 \\ y_6 \\ y_7 \\ y_8 \\ y_9 \\ y_{10} \\ y_{11} \\ y_{12} \end{pmatrix} \quad (20)$$

La ecuación matricial para GM y MCO queda de la siguiente manera,

$$\begin{pmatrix} -1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ -1 & 1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ 0 & -1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\ 0 & 0 & -1 & 1 & -1 & 1 \\ 0 & 0 & -1 & 1 & 1 & -1 \\ 0 & 0 & -1 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & -1 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -1 & 1 \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} * \begin{pmatrix} 1000g \\ 500g \\ 200g \\ 200g* \\ 100g \\ 100g* \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} y_1 \\ y_2 \\ y_3 \\ y_4 \\ y_5 \\ y_6 \\ y_7 \\ y_8 \\ y_9 \\ y_{10} \\ m_r \end{pmatrix} \quad (21)$$

Es oportuno recalcar que los MCO pueden ser resueltos por medio de multiplicadores de Lagrange, en este caso la restricción deberá incluirse en las ecuaciones y la matriz de diseño será igual a la de los MCP.

La ecuación matricial para el método de MCP-ML es,

$$\begin{pmatrix} -1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ -1 & 1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ 0 & -1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\ 0 & 0 & -1 & 1 & -1 & 1 \\ 0 & 0 & -1 & 1 & 1 & -1 \\ 0 & 0 & -1 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & -1 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -1 & 1 \end{pmatrix} * \begin{pmatrix} 1000g \\ 500g \\ 200g \\ 200g* \\ 100g \\ 100g* \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} y_1 \\ y_2 \\ y_3 \\ y_4 \\ y_5 \\ y_6 \\ y_7 \\ y_8 \\ y_9 \\ y_{10} \end{pmatrix} \quad (22)$$

Los datos de las pesas utilizadas para la comparación de los métodos se presentan en la Tabla 1.

Tabla 1. Datos de las pesas involucradas en la calibración.

Valor (g)	Corrección (mg)	u (k=1) (mg)	Volumen (cm ³)	u (k=1) (cm ³)
1 000	0,003	0,015	124,894	0,025
500	---	---	62,421	0,025
200	---	---	24,983	0,025
200*	---	---	24,981	0,025
100	---	---	12,480	0,001 25
100*	---	---	12,406	0,002

Las diferencias en masa, las densidades del aire y sus correspondientes incertidumbres para las comparaciones relacionadas con las matrices de diseño de las Ecs. (21) y (22) se presentan en la Tabla 2.

Tabla 2. Datos para los métodos Gauss Markov, MCO y MCP.

y_i	Δm (mg)	u (Δm) k=1 (mg)	ρ_a (mg/cm ³)	u (ρ_a) k=1 (mg/cm ³)
1	-0,141 7	0,020 41	0,961 74	0,000 10
2	-0,176 7	0,020 41	0,961 48	0,000 10
3	0,016 7	0,012 91	0,961 57	0,000 10
4	0,043 3	0,014 72	0,961 13	0,000 10
5	-0,083 3	0,011 90	0,960 73	0,000 10
6	0,038 3	0,010 80	0,960 71	0,000 10
7	0,000 0	0,002 89	0,960 32	0,000 10
8	-0,111 7	0,019 15	0,960 12	0,000 10
9	-0,096 7	0,017 80	0,960 20	0,000 10
10	0,000 0	0,002 89	0,959 94	0,000 10

Para la solución mediante el método ortogonal, se eliminan algunas de las comparaciones y otras de ellas se repiten.

Las diferencias en masa, las densidades del aire y sus correspondientes incertidumbres para las comparaciones relacionadas con la matriz de diseño de la Ec. (20) se presentan en la Tabla 3.

Tabla 3 Datos para la comparación mediante el modelo de mínimos cuadrados por matriz ortogonal.

y_i	Δm (mg)	$u(\Delta m)$ k=1 (mg)	ρ_a (mg/cm ³)	$u(\rho_a)$ k=1 (mg/cm ³)
1	-0,141 7	0,020 41	0,961 74	0,000 10
2	-0,176 7	0,020 41	0,961 48	0,000 10
3	0,016 7	0,012 91	0,961 57	0,000 10
4	0,043 3	0,014 72	0,961 13	0,000 10
5	-0,083 3	0,011 90	0,960 73	0,000 10
6	-0,080 0	0,014 43	0,960 73	0,000 10
7	0,038 3	0,010 80	0,960 71	0,000 10
8	0,040 0	0,014 43	0,960 71	0,000 10
9	-0,111 7	0,019 15	0,960 12	0,000 10
10	-0,107 5	0,024 92	0,960 12	0,000 10
11	-0,096 7	0,017 80	0,960 20	0,000 10
12	-0,097 5	0,024 92	0,960 20	0,000 10

Con la intención de comparar en igualdad de circunstancias el desempeño de los diferentes métodos de ajuste, el cálculo de la incertidumbre asociada a cada método fue estimada con las mismas contribuciones de incertidumbres, (masa del patrón, densidad del aire, volúmenes de las pesas, diferencias en masa, ajuste del método). La estimación de la incertidumbre se realizó de acuerdo a los procedimientos recomendados para cada método. A excepción de GM la matriz de covarianza no es completa, solo contiene la incertidumbre tipo A del ajuste, por lo que para MCO, MCP-ML y Ortogonal las contribuciones tipo B se combinan con un factor de proporcionalidad de acuerdo a [3].

Los resultados de cada método se compararon con los resultados obtenidos por simulaciones numéricas, en donde cada simulación utilizó como modelo matemático la correspondiente solución matricial.

Todas las simulaciones se realizaron con la generación de cien mil datos aleatorios para cada una de las distribuciones de probabilidad de las variables de entrada. Se consideraron como

normales todas las distribuciones de probabilidad de las variables de entrada.

Tabla 4. Resultados de la comparación mediante el método Ortogonal.

Pesa	Simulación		Matricial	
	$\hat{\beta}$ (mg)	$u(k=1)$ (mg)	$\hat{\beta}$ (mg)	$u(k=1)$ (mg)
500 g	-0,118	0,029	-0,118	0,014
200 g	0,009	0,025	0,009	0,008
200 g *	-0,012	0,025	-0,012	0,008
100 g	-0,039	0,006	-0,039	0,007
100 g	-0,159	0,007	-0,159	0,007

Tabla 5. Resultados de la comparación mediante el método MCP-ML.

Pesa	Simulación		Matricial	
	$\hat{\beta}$ (mg)	$u(k=1)$ (mg)	$\hat{\beta}$ (mg)	$u(k=1)$ (mg)
500 g	-0,117	0,029	-0,117	0,031
200 g	0,000	0,025	0,000	0,016
200 g *	-0,004	0,025	-0,004	0,016
100 g	-0,060	0,006	-0,060	0,020
100 g *	-0,138	0,007	-0,138	0,020

Tabla 6. Resultados de la comparación mediante el método GM.

Pesa	Simulación		Matricial	
	$\hat{\beta}$ (mg)	$u(k=1)$ (mg)	$\hat{\beta}$ (mg)	$u(k=1)$ (mg)
500 g	-0,118	0,029	-0,118	0,032
200 g	0,007	0,025	0,007	0,018
200 g *	-0,010	0,025	-0,010	0,018
100 g	-0,052	0,007	-0,052	0,017
100 g *	-0,146	0,007	-0,146	0,017

Tabla 7. Resultados de la comparación mediante el método MCO.

Pesa	Simulación		Matricial	
	$\hat{\beta}$ (mg)	$u(k=1)$ (mg)	$\hat{\beta}$ (mg)	$u(k=1)$ (mg)
500 g	-0,118	0,029	-0,118	0,023
200 g	0,007	0,025	0,007	0,013
200 g *	-0,010	0,025	-0,010	0,013
100 g	-0,048	0,007	-0,048	0,013
100 g *	-0,150	0,007	-0,150	0,013

Las simulaciones se realizaron con los programas MATLAB ver. 7 y @Risk v.4.5.0 con la intención de validar la simulación numérica realizada. Los resultados obtenidos por ambos programas no difieren significativamente.

4. EJEMPLO NUMÉRICO: RESULTADOS

Con los datos de las Tablas 1 a 3 se calcularon los valores de masa y las incertidumbres asociadas mediante los diferentes métodos de ajuste. De igual forma estos mismos datos y ecuaciones matriciales se utilizaron para realizar la SNMC (para cada método).

4.1. Estimados e Incertidumbres

Los resultados de la solución matricial y la solución por SNMC se presentan en las Tablas 4 a 7.

En las Figs. 2 a 6 se presentan los resultados para cada pesa, presentados por método de solución, donde el primer resultado corresponde a la simulación y el segundo a la estimación matricial y la incertidumbre evaluada por la generalización de la GUM.

4.2. Correlaciones de las Pesas Involucradas en la Calibración

Todos los métodos estudiados excepto GM, consideran únicamente la incertidumbre tipo A, por tal motivo no se puede obtener de éstos una matriz de covarianza completa. Para las estimaciones mediante la SNMC se pueden obtener los coeficientes de correlación estadística lineal de los cien mil datos resultantes para cada uno de los estimados de salida.

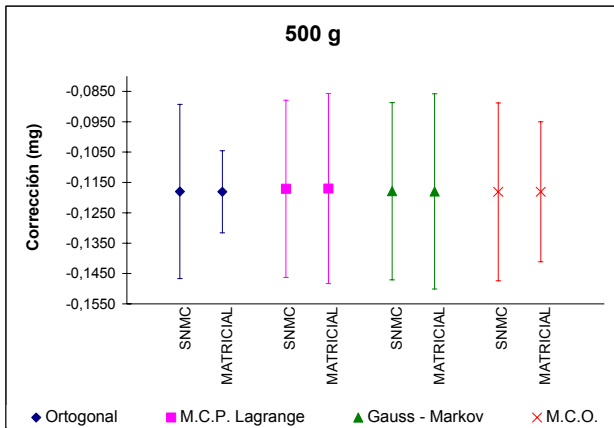


Fig 2. Comparaciones de valores para la pesa de 500 g. Los valores de incertidumbre con k=1.

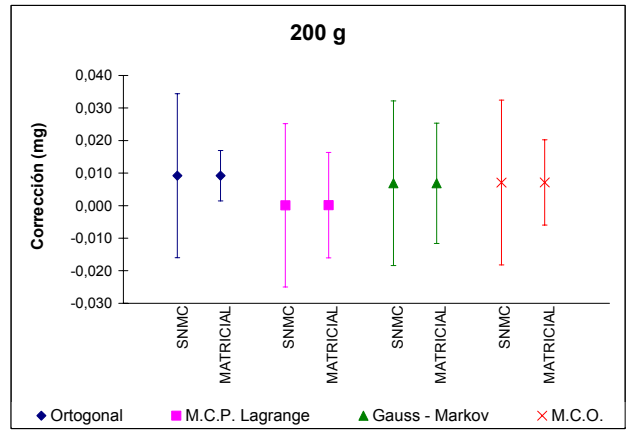


Fig 3. Comparaciones de valores para la pesa de 200 g. Los valores de incertidumbre con k=1.

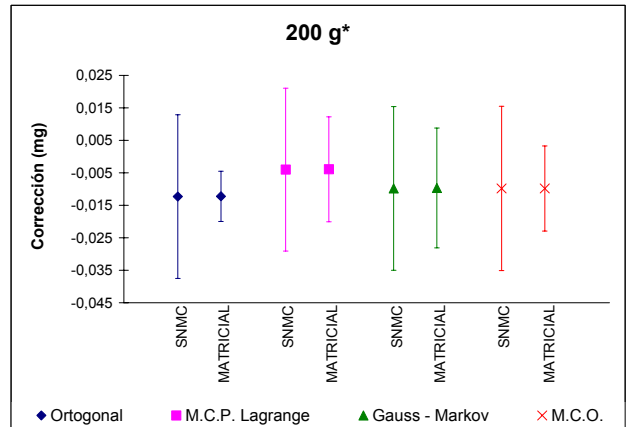


Fig 4. Comparaciones de valores para la pesa de 200 g*. Los valores de incertidumbre con k=1.

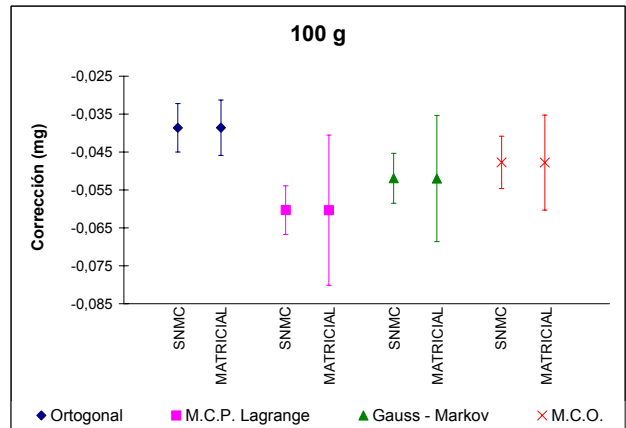


Fig 5. Comparaciones de valores para la pesa de 100 g. Los valores de incertidumbre con k=1.

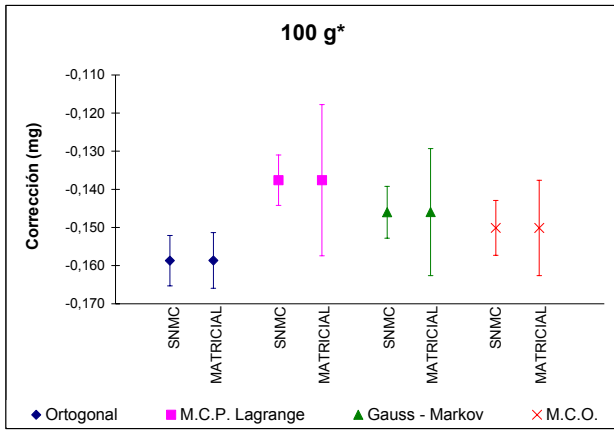


Fig 6. Comparaciones de valores para la pesa de 100 g*. Los valores de incertidumbre con k=1.

Las Tablas 8 a 11 presentan los valores estimados de los coeficientes de correlación evaluados de los resultados de la SNMC de cada método.

Tabla 8. Coeficientes de correlación entre pesas para la SNMC con el modelo del método Ortogonal.

	500 g	200 g	200 g *	100 g	100 g *
500 g	1,00	0,11	0,12	0,22	0,20
200 g		1,00	0,06	0,07	0,05
200 g *			1,00	0,07	0,07
100 g				1,00	0,43
100 g *					1,00

Tabla 9. Coeficientes de correlación entre pesas para la SNMC con el modelo del método MCP-ML.

	1 000 g	500 g	200 g	200 g *	100 g	100 g *
1 000 g	1,00	0,26	0,12	0,12	0,23	0,22
500 g		1,00	0,12	0,13	0,24	0,23
200 g			1,00	0,08	0,05	0,05
200 g *				1,00	0,05	0,05
100 g					1,00	0,86
100 g *						1,00

Tabla 10. Coeficientes de correlación entre pesas para la SNMC con el modelo del método MCO.

	1 000 g	500 g	200 g	200 g *	100 g	100 g *
1 000 g	1,00	0,26	0,12	0,12	0,22	0,21
500 g		1,00	0,13	0,13	0,23	0,22
200 g			1,00	0,07	0,05	0,05
200 g *				1,00	0,05	0,06
100 g					1,00	0,59
100 g *						1,00

Tabla 11. Coeficientes de correlación entre pesas para la SNMC con el modelo del método GM.

	1 000 g	500 g	200 g	200 g *	100 g	100 g *
1 000 g	1,00	0,26	0,11	0,12	0,23	0,22
500 g		1,00	0,12	0,13	0,24	0,23
200 g			1,00	0,06	0,05	0,05
200 g *				1,00	0,06	0,06
100 g					1,00	0,77
100 g *						1,00

La Tabla 12 presenta los coeficientes de correlación entre las pesas obtenidos de la matriz de covarianza de la Ec. (18) de GM.

Tabla 12. Coeficientes de correlación entre pesas para el cálculo matricial para el método GM.

	1 000 g	500 g	200 g	200 g *	100 g	100 g *
1 000 g	1,00	0,50	0,34	0,35	0,19	0,19
500 g		1,00	0,24	0,24	0,13	0,13
200 g			1,00	0,17	0,04	0,04
200 g *				1,00	0,05	0,05
100 g					1,00	0,29
100 g *						1,00

5. DISCUSIÓN

Con relación a los estimados de la masa de las pesas, las diferencias entre los estimados de las diferentes soluciones matriciales coinciden dentro del valor de incertidumbre combinada de la diferencia (error normalizado) a un nivel de confianza de aproximadamente el 95 %.

La diferencia en los estimados de las evaluaciones matriciales se debe principalmente a que en el caso de MCP-ML y GM se ponderan las observaciones y_i , por otro lado, el método ortogonal utiliza una matriz de diseño diferente al resto de los métodos, sin embargo, no se esperan diferencias significativas en los estimados evaluados por los diferentes métodos [6, 9].

Las estimaciones de SNMC coinciden con su correspondiente evaluación matricial en el mejor estimado de la masa de las pesas, sin embargo existe diferencia en las estimaciones de incertidumbre por los métodos matriciales (generalización de la GUM).

Con relación a la incertidumbre de los estimados, se observa que existen diferencias en las

incertidumbres obtenidas de la SNMC respecto a las estimadas mediante la generalización de la GUM de los métodos matriciales, sin embargo, independientemente del modelo matemático utilizado para la SNMC, los valores de incertidumbre resultante de la simulación para cada pesa no difieren significativamente para el ejemplo analizado.

En los métodos de MCP-ML y GM, las incertidumbres estimadas de la pesa de 500 g son semejantes al resultado de la simulación numérica, en la pesas de 200 g la evaluación matricial subestima la incertidumbre con relación a la SNMC, y para las pesas de 100 g, estos métodos sobrestiman la incertidumbre con relación a la SNMC.

En el método Ortogonal se subestima la incertidumbre para todas las pesas a excepción de las pesas de 100 g con relación a la SNMC.

El método de MCO subestima la incertidumbre de las pesas de 500 g y 200 g y sobrestima la incertidumbre de las pesas de 100 g, con relación a la SNMC.

Un resultado importante aparece en el cálculo de las correlaciones, en donde para las pesas de 100 g y 100 g * el coeficiente de correlación obtenido por el método matricial GM arroja un valor del 0,29 en contraste con un valor de 0,77 que se obtiene de la SNMC, lo cual es significativamente diferente.

Los coeficientes de correlación (entre los valores de los estimados de las pesas) obtenidos de la SNMC para el método ortogonal son bajos, siendo el más grande entre las pesas de 100 g, de 0,43.

El coeficiente de correlación entre las pesas de 100 g obtenido de la SNMC para el modelo del MCP-ML es de 0,86 lo que implica una dependencia lineal entre los valores de masa de dichas pesas muy alta.

6. CONCLUSIONES

En el trabajo se analizaron métodos comúnmente empleados por los laboratorios nacionales para la subdivisión del kilogramo y se compararon con su correspondiente Simulación Numérica por el Método de Monte Carlo.

Los estimados de las SNMC no varían de los estimados provenientes de los métodos matriciales correspondientes de manera significativa.

La incertidumbre estimada de las SNMC difiere de la incertidumbre estimada mediante la generalización de la GUM en menor o mayor grado, esta diferencia se presenta en todos los métodos de ajuste.

Los valores de incertidumbre estimados de las SNMC utilizando los diferentes modelos matemáticos (MCO, MCP-ML, GM y Ortogonal) son prácticamente iguales, lo cual implica que las distribuciones de probabilidad de las magnitudes de entrada se propagan de manera muy similar en los diferentes tratamientos.

El método GM utiliza la matriz W para ponderar el ajuste. Dicha matriz W contiene las contribuciones a la varianza de todas las variables del modelo, incluyendo la del ajuste, a diferencia de MCP-ML en donde la ponderación considera únicamente las contribuciones tipo A.

La pesa de 100 g es comúnmente utilizada como referencia para la década subsecuente, por tal motivo es de suma importancia tener estimados confiables y con menor incertidumbre para estas pesas.

La SNMC permite calcular la correlación entre los estimados de masa para el modelo matemático del método Ortogonal [14], el cual, si se realiza mediante el cálculo matricial, no proporciona correlación entre las pesas [4]. Sin embargo, se debe señalar que los coeficientes de correlación resultantes de esta simulación numérica son los más bajos en este método comparados con los del resto

El método GM se ha utilizado para calibraciones en pesas del mismo valor nominal (1 kg) y se ha comparado con la simulación numérica de Monte Carlo sin presentar diferencias significativas [10], sin embargo, la aplicación de estos métodos para el caso de la subdivisión del kilogramo, los valores obtenidos por simulación numérica no corresponden con los obtenidos por el cálculo matricial, posiblemente debido a la configuración de la matriz de diseño.

Los resultados de GM tenderán a parecerse a los resultados de MCP-ML conforme las varianzas de las contribuciones tipo B sean menores en relación a la varianza de la contribución tipo A, debido a la composición de la matriz de ponderación para cada método.

En conclusión, los autores recomiendan emplear el modelo matemático de GM para realizar la simulación numérica por el método de Monte Carlo y mediante ésta calcular los estimados del vector β y sus incertidumbres asociadas.

validación mediante simulación por el método Monte Carlo), Escuela de Ingeniería Química, Universidad de Costa Rica-CENAM, 2008.

REFERENCIAS

- [1] OIML R-111-1 Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃, and M₃ – Part 1: Metrological and technical requirements. Edition 2004.
- [2] L. O. Becerra, J Nava, Incertidumbre en la calibración de pesas por el método ABBA, CENAM, 2004.
- [3] R. Schwartz, M Borys, F. Sholz, Guide to mass determination, with high accuracy, PTB-MA-80e, 2007.
- [4] G.D Chapman, NRC – CNRC Orthogonal Designs for Calibrating Kilogram Submultiples, 2004.
- [5] L. Nielsen, Least-squares estimation using Lagrange multipliers, Metrologia 35, 1998, 115-118.
- [6] W Bich, Variances, Covariances and Restraints in Mass Metrology, Metrologia 27, 1990, 111-116
- [7] W. Bich, M. G. Cox and P. M. Harris, Uncertainty Modelling in Mass Comparisons, Metrologia 30, 1994, 495-502.
- [8] BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML “Guide to the expression of Uncertainty on measurement” Reprinted on 1995.
- [9] W. Bich, The assessment of uncertainty in mass calibration at national laboratory level, EUROMET Project 231, 1994.
- [10] L. Omar Becerra, J. Nava Mediciones de la Cámara Sellada del Patrón Nacional de Masa, Simposio Metrología 2004.
- [11] L. J. Ramírez, L. O. Becerra, L. M. Peña – Informe sobre el estudio de los diferentes métodos de calibración de los submúltiplos del kilogramo – Proyecto del programa SIDEPRO. Jun 2007- Jun 2008, en desarrollo.
- [12] Joint Committee of Guides in Metrology – Evaluation of measurement data – Supplement 1 to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” – Propagation of distributions using Monte Carlo method, 2006-08-29.
- [13] Lira I., Evaluating the measurement uncertainty, Fundamentals and practical guidance, IOP 2002.
- [14] L. J. Ramírez, Establecimiento y preparación para la puesta en marcha del procedimiento del método de Calibración Ortogonal de Masas utilizando un patrón trazable (Comparacion de los métodos de subdivisión y