

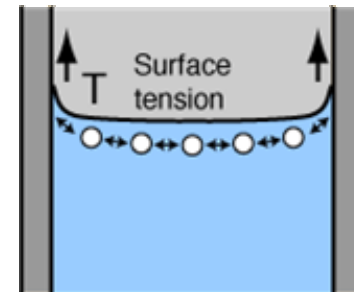
# **MÉTODO DE CUCKOW PARA LA CALIBRACIÓN DE AERÓMETROS UTILIZANDO AGUA DESTILADA ADICIONADA CON UN TENSOACTIVO COMO FLUÍDO PATRÓN**



Ing. Claudia Santo, Joselaine Cáceres  
Laboratorio Tecnológico del Uruguay – LATU  
Montevideo – Uruguay

# INTRODUCCIÓN

- Las calibraciones por el método de Cuckow utilizando agua destilada como líquido patrón son complicadas de realizar debido a la alta tensión superficial del agua y a la variación de la misma con las impurezas que se puedan ir acumulando en la superficie del líquido.
- Esto ocasiona gran variabilidad en la fuerza de tensión superficial sobre el aerómetro, lo que trae consigo altos desvíos estándar así como posibles sesgos en las mediciones



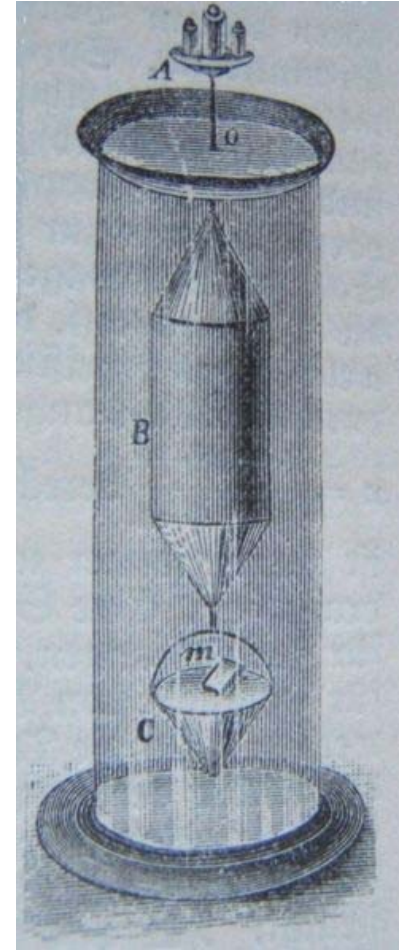
# FUNDAMENTO DEL MÉTODO

- El método de Cuckow de calibración de aerómetros se basa en el principio de Arquímedes.
- Consiste en pesar el aerómetro mientras éste se encuentra parcialmente sumergido, alineando la superficie del líquido con el punto de la escala que se quiere calibrar.
- Normalmente las calibraciones se realizan en 3 puntos, al 10%, 50% y 90% de la escala.



# FUNDAMENTO DEL MÉTODO

- Para desarrollar la ecuación de cálculo se realiza un balance de las fuerzas que actúan en el aerómetro en tres situaciones distintas:
  - Flotando libremente en un líquido de densidad  $\rho_p$  (que por el momento se asume mayor que  $1 \text{ g/cm}^3$ ) a una temperatura  $T_0$
  - Pesado en aire.
  - Pesado mientras es inmerso en un líquido de densidad  $\rho_L$  al mismo nivel que en el caso 1, a temperatura  $T_L$ .



# FUNDAMENTO DEL MÉTODO

- La resolución de las tres situaciones simultáneamente, si se realizan algunas aproximaciones, arroja la siguiente ecuación (1)(2) para el tratamiento de datos.

$$\rho_P = \frac{(\rho_L - \rho_{a2}) \left( L_1 + \frac{\pi D \gamma}{g} \right)}{L_1 - L_2 \left( 1 - \frac{\rho_{a3} - \rho_{a2}}{\rho_{wt}} \right) + \frac{\pi D \gamma_L}{g}} [1 + \beta(T_L - T_0)] + \rho_{a2}$$



# FUNDAMENTO DEL MÉTODO

- $\rho_p$  - densidad correspondiente a la lectura del punto en calibración
- $\rho_L$  - densidad del líquido de trabajo utilizado para la calibración
- $\beta$  - coeficiente volumétrico de expansión térmica del vidrio que esta hecho el aerómetro
- $T_L$  - temperatura del líquido de referencia durante la pesada hidrostática
- $T_0$  - temperatura de referencia del aerómetro
- $\rho_{a2}$  - densidad del aire en el momento de hecha la pesada en aire
- $\rho_{a3}$  - densidad del aire en el momento de hecha la pesada en agua



# FUNDAMENTO DEL MÉTODO

- $\rho_{wt}$  - densidad de las pesas de ajuste de la balanza
- $\gamma$  - tensión superficial de referencia del aerómetro
- $\gamma_L$  - tensión superficial del líquido de calibración
- $g$  - aceleración debida a la gravedad
- $D$  - diámetro medio del vástago del aerómetro
- $L1$  - lectura media de la balanza en la pesada en aire
- $L2$  - lectura media de la balanza en la pesada hidrostática



# EQUIPAMIENTO

- **Balanza analítica: capacidad: 200 g, división 0,1 mg (con posibilidad para pesada por debajo del platillo).**
- **Equipo de termostatación ambiental.**
- **Equipo para medición de tensión superficial.**
- **Termómetro de división 0,1 °C.**
- **Calibre pie de rey**





# MATERIALES

- Soporte para la balanza de modo que permita suspender el aerómetro de su parte inferior.
- Soporte para suspender el aerómetro de la balanza.
- Probeta para contener el agua destilada con el tensoactivo.
- Taras para colgar del vástago del aerómetro en el caso de aerómetros con rango inferior a 1 g/cm<sup>3</sup>.
- Soporte móvil para la probeta (gramil), de forma de poder variar la posición del nivel del líquido, para llevarlo a la posición de calibración deseada.
- Solución al 10% de tritón en agua destilada (tensoactivo).





# PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN

- **Medir el diámetro del vástago del aerómetro en por lo menos 6 puntos a lo largo de la escala (promedio = D).**
- **Ajustar la balanza analítica con su pesa interna.**
- **Colocar el soporte para el aerómetro de la parte inferior de la balanza.**
- **Tarar la misma.**
- **Suspender el aerómetro y tomar por lo menos cuatro lecturas de la balanza (promedio = L1).**
- **Llenar la probeta con agua destilada y agregarle la solución al 10 % del tensoactivo en la proporción prevista (15 gotas por litro de agua destilada).**



# PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN

- Leer la temperatura del agua (TL).
- Colocar el aerómetro dentro de la probeta
- Elevar la probeta hasta que el nivel del líquido alcance la división que se desea calibrar.
- Sumergir el aerómetro dos divisiones más de la posición de calibración y luego regresar a la misma.
- Leer la balanza.
- Repetir los dos pasos anteriores por lo menos 5 veces (promedio de las lecturas = L2).



1,120

1,140

1,160

1,200

1,220



Mac  
Gerr

# PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN

- **Repetir para todas las posiciones de calibración del aerómetro.**
- **Retirar el aerómetro del soporte y verificar el cero de la balanza**
- **Leer nuevamente la temperatura del agua (TL).**
- **Verificar que la variación esté en tolerancia.**
- **Medir la tensión superficial del líquido de calibración.**







# EVALUACIÓN DE LA INFLUENCIA DEL TENSOACTIVO.

- Con el agregado del tensoactivo en las concentraciones especificadas se logra disminuir la tensión superficial del agua destilada a 20 °C de 73 mN/m a alrededor de 40 mN/m.
- Se realizaron mediciones de densidad de la solución de agua destilada con el agregado del tensoactivo con un patrón sólido de volumen calibrado.

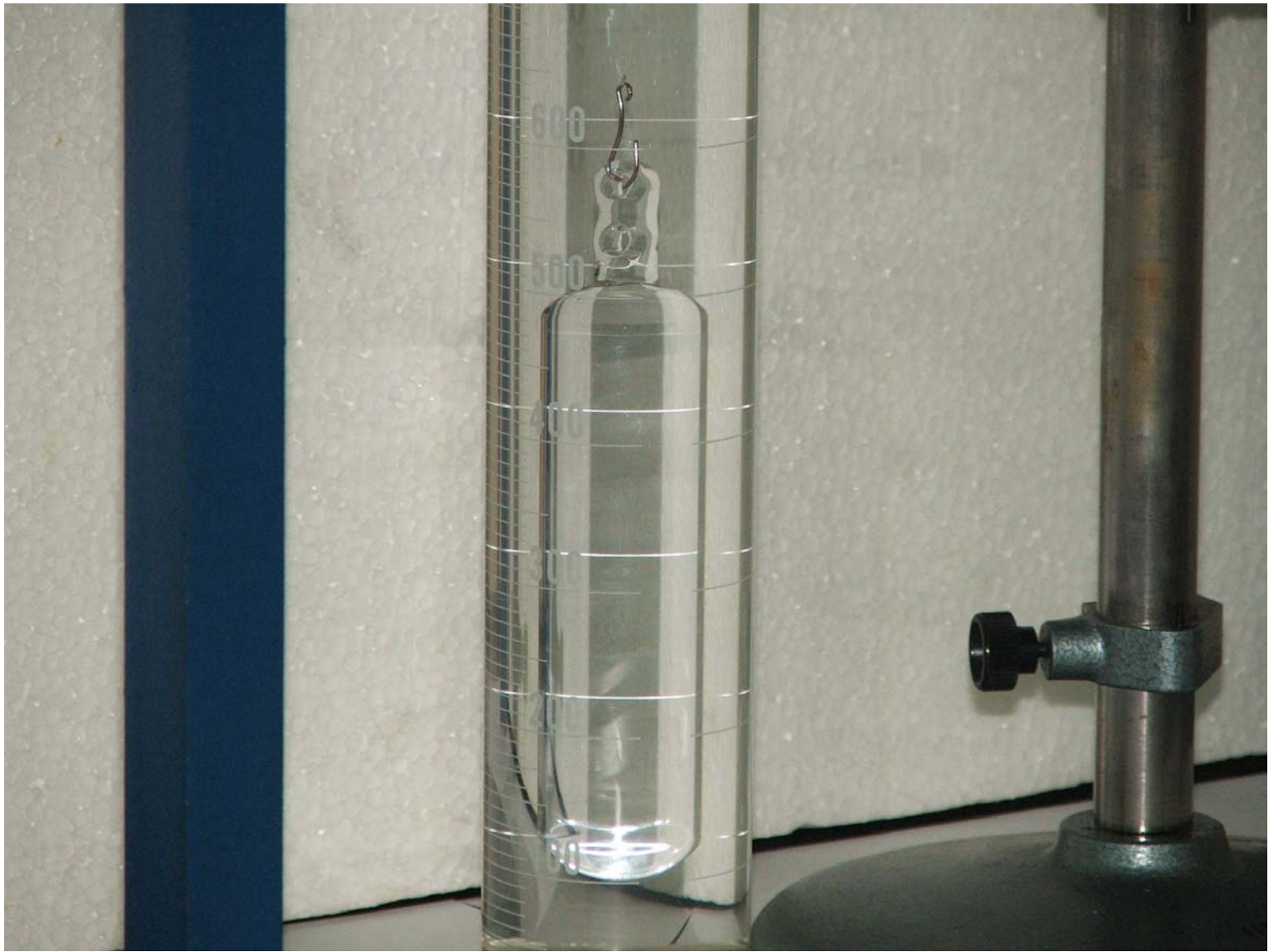
Masa real del patrón sólido=  $(217,42031 \pm 0,00020)$  g

Volumen del patrón sólido=  $(98,67865 \pm 0,00050)$  cm<sup>3</sup>









# EVALUACIÓN DE LA INFLUENCIA DEL TENSOACTIVO.

Temperatura	Densidad agua (ec. Kell) / (g/cm <sup>3</sup> )	Densidad medida/ (g/cm <sup>3</sup> )	Diferencia/ (g/cm <sup>3</sup> )	Incertidumbre expandida en diferencia / (g/cm <sup>3</sup> )
20,02 °C	0,998 196 4	0,998 217 9	2,05 x 10 <sup>-5</sup>	0,96 x 10 <sup>-5</sup>
21,00 °C	0,997 988 8	0,997 992 8	1,40 x 10 <sup>-5</sup>	0,96 x 10 <sup>-5</sup>
22,03 °C	0,997 760 9	0,997 782 9	2,20 x 10 <sup>-5</sup>	0,96 x 10 <sup>-5</sup>



# VALIDACIÓN DEL MÉTODO - REPRODUCIBILIDAD

- Se calibraron dos aerómetros patrón por duplicado, variando el tensoactivo en alguna de las repeticiones:
- **Aerómetro 1:**  
Rango: (0,700 a 0,750) g/cm<sup>3</sup>  
División: 0,0005 g/cm<sup>3</sup>  
Temperatura de referencia: 20 °C  
Tensión superficial de referencia: entre 25,5 y 29 mN/m
- **Aerómetro 2:**  
Rango: (1,200 a 1,250) g/cm<sup>3</sup>  
División: 0,0005 g/cm<sup>3</sup>  
Temperatura de referencia: 20 °C  
Tensión superficial de referencia: 75 mN/m



# Aerómetro 1

Punto calibrado / g/cm <sup>3</sup>	Error evaluado Calibración 1 con Tritón = E1	Error evaluado Calibración 2 con tensoactivo comercial = E2	Incertidumbre expandida del método = U <sub>M</sub>	En
0,710	0,000110	0,000143	0,00014	0,2
0,725	0,000343	0,000377	0,00014	0,2
0,745	0,000314	0,000428	0,00014	0,6



En – Error normalizado =  $(E1-E2)/(2*UM)^{1/2}$

# Aerómetro 2

Punto calibrado / g/cm <sup>3</sup>	Error evaluado Calibración 1 con Tritón = E1	Error evaluado Calibración 2 con tensoactivo comercial = E2	Incertidumbre expandida del método = U <sub>M</sub>	En
1,110	0,000337	0,000383	0,00014	0,2
1,130	0,000261	0,000287	0,00014	0,1
1,145	0,000181	0,000173	0,00014	0,0



En – Error normalizado =  $(E1-E2)/(2*UM)^{1/2}$

# VALIDACIÓN DEL MÉTODO - EXACTITUD

- **Para evaluar la exactitud del método se calibraron los mismos aerómetros comparándose los resultados con los de calibración emitidos por un laboratorio independiente.**

**Se calculó la diferencia de errores normalizada (En) para cada punto calibrado**



# Aerómetro 1

Punto calibrado / g/cm <sup>3</sup>	Error Certificado de Calibración / g/cm <sup>3</sup>	Error medio método Cuckow / g/cm <sup>3</sup>	Incertidumbre Certificado Calibración / g/cm <sup>3</sup>	Incertidumbre del método/ g/cm <sup>3</sup>	En
0,710	0,0001	0,00013	0,0002	0,00014	0,2
0,725	0,0001	0,00036	0,0002	0,00014	0,6
0,745	0,0003	0,00037	0,0002	0,00014	0,1





# Aerómetro 2

Punto calibrado / g/cm <sup>3</sup>	Error Certificado de Calibración / g/cm <sup>3</sup>	Error medio método Cuckow / g/cm <sup>3</sup>	Incertidumbre Certificado Calibración / g/cm <sup>3</sup>	Incertidumbre del método / g/cm <sup>3</sup>	En
1,110	0,0002	0,00036	0,0002	0,00014	0,2
1,130	0,0001	0,00027	0,0002	0,00014	0,4
1,145	0,0001	0,00018	0,0002	0,00014	0,2



# TABLA CON CONTRIBUCIONES DE INCERTIDUMBRE

- Para la estimación de incertidumbre se siguieron los lineamientos de la Guía ISO para cálculo de incertidumbre, utilizando la ecuación de Cuckow como función de transferencia.
- La densidad del agua con tensoactivo se expresó como función de la temperatura utilizando la ecuación para agua destilada saturada en aire (Kell), sumándole una componente extra de incertidumbre por el agregado del tensoactivo (UD).
- La densidad del aire se expresó como función de la temperatura y humedad ambiente y presión atmosférica utilizando la ecuación de Davis.



# TABLA CON CONTRIBUCIONES DE INCERTIDUMBRE

Cantida d	Valor	Incertidumbre Estándar	Grados de Libertad	Coficiente de Sensibilidad	Contribución a Incertidumbre
$\rho_L$	998,030 kg/m <sup>3</sup>	0,017 kg/m <sup>3</sup>			
$\rho_{a2}$	1,1984 kg/m <sup>3</sup>	3,4 x 10 <sup>-3</sup> kg/m <sup>3</sup>			
$L_1$	0,06334278 kg	1,3 x 10 <sup>-7</sup> kg	3	-2350	-3,09 x 10 <sup>-4</sup> kg/m <sup>3</sup>
w	0,0 kg	4,0 x 10 <sup>-7</sup> kg	infinitos	17800	7,19 x 10 <sup>-3</sup> kg/m <sup>3</sup>
D	5,06 x 10 <sup>-3</sup> m	3,9 x 10 <sup>-19</sup> m	5	0,0013	5,10 x 10 <sup>-22</sup> kg/m <sup>3</sup>
dc	0,0 m	1.15 x 10 <sup>-5</sup> m	infinitos	173	1,99 x 10 <sup>-3</sup> kg/m <sup>3</sup>
$\gamma$	0,075 N/m				
$\beta$	2,5 x 10 <sup>-5</sup> 1/°C	1,15 x 10 <sup>-6</sup> 1/°C	infinitos	903	1,04 x 10 <sup>-3</sup> kg/m <sup>3</sup>
$T_L$	<b>20,8 °C</b>	<b>0,0577 °C</b>	<b>infinitos</b>	<b>-0,217</b>	<b>-0,0126 kg/m<sup>3</sup></b>
$T_0$	20,0 °C				
$L_2$	<b>7,347520 x 10<sup>-3</sup> kg</b>	<b>7,67 x 10<sup>-7</sup> kg</b>	<b>4</b>	<b>20100</b>	<b>0,0154 kg/m<sup>3</sup></b>
$\rho_{a3}$	1,19800 kg/m <sup>3</sup>	3,47 x 10 <sup>-3</sup> kg/m <sup>3</sup>	infinitos		
$\rho_P$	1129,7281 kg/m <sup>3</sup>	0,0452 kg/m <sup>3</sup>	infinitos	-1,03 x 10 <sup>-9</sup>	

# TABLA CON CONTRIBUCIONES DE INCERTIDUMBRE

$\gamma_L$	0,03950 N/m	$1,15 \times 10^{-3}$ N/m	infinitos	-32,7	-0,0377 kg/m <sup>3</sup>
Pa	1016,00 hPa	2,89 hPa	infinitos	$-1,34 \times 10^{-4}$	$-3,88 \times 10^{-4}$ kg/m <sup>3</sup>
Ha	47,00 %	2,89 %	infinitos	$1,26 \times 10^{-5}$	$3,66 \times 10^{-5}$ kg/m <sup>3</sup>
Ta	21,0000 °C	0,0577 °C	infinitos	$4,99 \times 10^{-4}$	$2,88 \times 10^{-5}$ kg/m <sup>3</sup>
PI	1016,00 hPa	2,89 hPa	infinitos	$-2,20 \times 10^{-5}$	$-6,36 \times 10^{-5}$ kg/m <sup>3</sup>
HI	47,00 %	2,89 %	infinitos	$2,08 \times 10^{-6}$	$5,99 \times 10^{-6}$ kg/m <sup>3</sup>
tl	21,100 °C	0,115 °C	infinitos	$8,17 \times 10^{-5}$	$9,44 \times 10^{-6}$ kg/m <sup>3</sup>
$\rho_{wt}$	7950,0 kg/m <sup>3</sup>	80,8kg/m <sup>3</sup>	infinitos	$-1,03 \times 10^{-9}$	$-8,31 \times 10^{-8}$ kg/m <sup>3</sup>
Ud	0	$1,15 \times 10^{-5}$ kg/m <sup>3</sup>	infinitos	1130	$6,54 \times 10^{-3}$ kg/m <sup>3</sup>
<b>Ld</b>	<b>1130 kg/m<sup>3</sup></b>	<b>0,0577 kg/m<sup>3</sup></b>	<b>infinito s</b>	<b>-1</b>	<b>-0,0577 kg/m<sup>3</sup></b>
Err	0,2719 kg/m <sup>3</sup>	0,0733 kg/m <sup>3</sup>	4590		

**Err = (0,27 ± 0,15) kg/m<sup>3</sup>**

La incertidumbre declarada es la expandida con un factor de cobertura k=2,0.