

Ensayo de Aptitud en Determinación de Masa Convencional por Subdivisión

El método de subdivisión no es utilizado comúnmente en un laboratorio de metrología acreditado. En algunos casos, donde la economía podría no ser un inconveniente, por ejemplo: trazabilidad interna, comparación de mediciones, verificaciones intermedias, mejora de incertidumbre de medición ó la disponibilidad de un solo patrón de referencia, puede tomarse en consideración la selección del método de subdivisión como un método alternativo, en lugar del método de comparación por sustitución para la calibración de pesas. Actualmente existen laboratorios de metrología acreditados en el mundo que realizan y ofrecen servicios de calibración de pesas de clase E₁ por el método de subdivisión.



En esta edición de *La Guía MetAs*, se presenta las actividades realizadas de forma conjunta y compartida por MetAs y LAPEM de un ensayo de aptitud, por esquema de comparación de mediciones, para evaluar el desarrolló y uso del método de subdivisión/multiplicación de 1 kg descrito en un procedimiento de calibración de pesas para la determinación su masa convencional.

El ensayo de aptitud también tiene el propósito de detectar las posibles tendencias de la aptitud evaluada debido a los factores de influencia como: el desempeño del personal, la selección del instrumento para pesar, la determinación de volumen de las pesas muestras, el diseño de esquema de pesada y el cálculo de matrices por computadora.

Somos su Relevo a la Calidad

La Guía MetAs, es el boletín periódico de MetAs & Metrólogos Asociados.

En *La Guía MetAs* se presentan noticias de la metrología, artículos e información técnica seleccionada por los colaboradores de MetAs & Metrólogos Asociados, que deseamos compartir con nuestros colegas, usuarios, clientes, amigos y con todos aquellos relacionados con la metrología técnica e industrial.

Calle: Jalisco # 313. Colonia: Centro
49 000, Cd. Guzmán, Zapotlán El Grande, Jalisco, México
Teléfono & Fax: 01 (341) 4 13 61 23 & 4 14 69 12 con tres líneas
E-mail: laguiametas@metas.com.mx. Web: www.metas.com.mx

Servicios Metroológicos:

Laboratorio de Calibración:

Presión, Alto Vacío, Temperatura, Humedad, Eléctrica, Vibraciones, Masa, Densidad y Volumen

Ingeniería:

Selección de Equipos, Desarrollo de Sistemas de Medición y Software, Reparación y Mantenimiento

Gestión Metroológica:

Subcontratación de Servicios, Outsourcing, Selección de Proveedores, Confirmación Metroológica

Consultoría:

Capacitación, Entrenamiento, Asesoría, Auditorías, Ensayos de Aptitud, Sistemas de Calidad

ENSAYO DE APTITUD EN DETERMINACIÓN DE MASA CONVENCIONAL POR SUBDIVISIÓN

Benjamín Soriano⁽¹⁾, David Jacobo⁽²⁾, Manuel Segura⁽¹⁾, Federico Rodríguez⁽²⁾
⁽¹⁾ MetAs & Metrólogos Asociados

Calle: Jalisco # 313, Colonia: Centro, Cd. Guzmán, Jalisco, México.
(341) 413 6123 & 414 6912 con tres líneas. metas@metas.com.mx

⁽²⁾ LAPEM. Laboratorio de Pruebas de Equipos y Materiales
Calle: Av. Apaseo Ote. s/n, Cd. Industrial, Irapuato, Guanajuato, México.
(462) 623 9446. david.jacobo@cfe.gob.mx

Resumen: El método de subdivisión para la determinación de la masa convencional, es usado en la calibración de pesas de clase de exactitud OIML R 111, E₂ y mejores, por los institutos nacionales de metrología, para establecer la escala de masa por la transferencia de la unidad de la masa de su patrón de referencia nacional de 1 kg. Un procedimiento de calibración para la determinación de la masa convencional de pesas por el método de subdivisión fue desarrollado para un Laboratorio de Metrología, y mediante un ensayo de aptitud se evaluó el desarrollo y uso del método de subdivisión descrito en el procedimiento de calibración.

1. INTRODUCCIÓN

Este trabajo presenta las actividades realizadas de forma conjunta y compartida por MetAs y LAPEM de un ensayo de aptitud, por esquema de comparación de mediciones, para evaluar el desarrollo y uso del método de subdivisión/multiplicación de 1 kg descrito en un procedimiento de calibración de pesas para la determinación su masa convencional.

El ensayo de aptitud también tiene el propósito de detectar las posibles tendencias de la aptitud evaluada debido a los factores de influencia como: el desempeño del personal, la selección del instrumento para pesar, la determinación de volumen de las pesas muestras, el diseño de esquema de pesada y el cálculo de matrices por computadora.

1.1. Antecedentes

Los laboratorios de metrología en la calibración de pesas utilizan principalmente el método de comparación por sustitución (este método es a menudo llamado el método Borda) con una pesa o varias pesas de referencia, las cuales deben ser una clase de exactitud superior y de valores nominales iguales o similares a las pesas muestras.

El método de subdivisión es usado principalmente en la calibración de pesas de clase de exactitud OIML R 111, E₂ y mejores en los institutos nacionales de metrología, cuando se requiere la exactitud más alta, para establecer la escala de masa por la transferencia de la unidad de la masa

de su patrón de referencia nacional de 1 kg. Cuando se realiza la calibración de las pesas de clase E₁ menores a 1 g, el método de subdivisión es el más fuertemente recomendado [1].

El método de subdivisión no es utilizado comúnmente en un laboratorio de metrología acreditado. En algunos casos, donde la economía podría no ser un inconveniente, por ejemplo: trazabilidad interna, comparación de mediciones, verificaciones intermedias, mejora de incertidumbre de medición ó la disponibilidad de un solo patrón de referencia, puede tomarse en consideración la selección del método de subdivisión como un método alternativo, en lugar del método de comparación por sustitución para la calibración de pesas. Actualmente existen laboratorios de metrología acreditados en el mundo que realizan y ofrecen servicios de calibración de pesas de clase E₁ por el método de subdivisión.

2. DESARROLLO

Todas las actividades fueron ejecutadas de forma conjunta y compartida por ambos laboratorios para el logro de este trabajo.

Un conjunto de 4 pesas cilíndricas con botón de valores nominales de 100 g a 500 g (500 g, 200 g, 200* g, 100 g), descritas en la tabla 1, de un juego de pesas de 26 piezas de clase F₁, marca Häfner Gewichte GmbH, modelo 7706EJ, son usadas como las pesas muestras para realizar la calibración, con un coeficiente de expansión de volumen de $48,0 \cdot 10^{-6}$

⁶ K⁻¹. Las incertidumbres declaradas de masa convencional, volumen y densidad, en las tablas, son para un factor de cobertura $k = 2$.

Valor nominal	500 g	200 g	200* g	100 g
Volumen (cm³) @ 20 °C ± U (k=2)	62,89 ± 0,79	25,16 ± 0,32	25,16 ± 0,32	12,58 ± 0,16
Densidad ± U (k=2)	7 950 ± 100 mg/cm ³ (fabricante)			

Tabla. 1 Pesas muestras.

Dos patrones de referencia, con un coeficiente de expansión de volumen de $46,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ para el método de subdivisión son descritos en la tabla 2.

	Patrón No. 1	Patrón No. 2
Valor nominal	1 kg, E ₂	1 kg, E ₁
Marca	Häfner	Sartorius
Modelo/NS	9510EJ/2090705	YCS01651/31000982
Masa Convencional ± U (k=2)	1 kg - 0,07 mg ± 0,53 mg	1 kg + 0,00 mg ± 0,16 mg
Volumen (cm³) @ 20 °C ± U (k=2)	124,87 ± 0,25 (certificado)	124,841 ± 0,05 (certificado)
Densidad ± U (k=2)	8 008 ± 16,0 mg/cm ³	8 010 ± 3,2 mg/cm ³

Tabla. 2 Pesas patrón de referencia.

Se realizó una determinación de masa convencional de las pesas muestras, de acuerdo con el procedimiento establecido, por el método de comparación por sustitución doble, con las pesas patrón de 100 g a 500 g de un juego de pesas de clase E₁, marca Sartorius, modelo YCS01651, No. de serie 31000982.

Posteriormente, la masa convencional de las pesas muestras son determinadas con el procedimiento, por el método de subdivisión/multiplicación, elaborado por cada laboratorio. Los procedimientos fueron desarrollados usando el diseño de pesada de la referencia [1].

Una vez realizadas todas las determinaciones de masa convencional, se comparan los dos resultados de calibración por el método de subdivisión contra los resultados de calibración por el método de comparación por sustitución.

Las calibraciones de las pesas muestras fueron realizadas en el aire con comparadora de masa

modelo AT 1005 y AT 201. El cálculo de la densidad del aire fue realizado de acuerdo a la referencia [2].

3. DETERMINACIÓN DE MASA CONVENCIONAL

El documento de la Organización Internacional de Metrología Legal, OIML R 111-1, en el anexo C, calibración de pesas o juego de pesas, menciona dos métodos para la determinación de masa convencional de pesas o juego de pesas. El método de comparación por sustitución y el método de subdivisión/multiplicación que aplica solo para juegos de pesas [1].

3.1. Determinación de masa convencional (comparación por sustitución)

En la determinación de masa convencional, de las pesas muestras, por el método de comparación por sustitución se realiza mediante la ecuación:

$$m_m^c = m_r^c - (\rho_a - 1,2) \cdot (V_r - V_m) + \Delta m \quad (1)$$

Donde:

- m_m^c masa convencional de la pesa muestra,
- m_r^c masa convencional de la pesa de referencia
- ρ_a densidad del aire,
- V_r volumen de la pesa de referencia,
- V_m volumen de la pesa muestra,
- Δm diferencia de pesada observada entre la pesa muestra y la pesa de referencia.

La diferencia de pesada observada se determina mediante las siguientes ecuaciones:

$$\Delta m = \overline{\Delta L} \cdot \overline{Sb} \quad (2)$$

$$\Delta L_i = \left(\frac{(L_2 - L_1) + (L_3 - L_4)}{2} \right) \quad (3)$$

$$Sb_i = \left(\frac{m_{ps}}{L_3 - L_2} \right) \quad (4)$$

Donde:

- $\overline{\Delta L}$ diferencia de indicaciones entre las pesas del instrumento para pesar,
- \overline{Sb} sensibilidad inversa del instrumento para pesar,
- m_{ps} masa convencional de pesa de sensibilidad,
- $L_{1,2,3 \text{ y } 4}$ indicaciones del instrumento para pesar,
- L_1 indicación por la pesa patrón,
- L_2 indicación por la pesa muestra,
- L_3 indicación por la pesa muestra + m_{ps} .
- L_4 indicación por la pesa patrón + m_{ps} .

Las pesas patrón deben ser de valores nominales iguales o similares a las pesas muestras, y de una clase de exactitud superior o de un error máximo tolerado (EMT) menor o igual a un tercio de la pesa muestra.

Los resultados de calibración de cada pesa muestra mostrados en la tabla 3, se obtuvieron de 6 ciclos de pesada (ABBA), entre la pesa muestra y la pesa patrón.

Pesa	Masa Convencional (g)	Incertidumbre ($k=2$, mg)
500 g	500,000 83	$\pm 0,20$
200 g	200,000 17	$\pm 0,08$
200* g	200,000 14	$\pm 0,08$
100 g	100,000 16	$\pm 0,06$

Tabla. 3 Resultados de calibración por el método de comparación por sustitución.

La referencia de temperatura para el volumen de las pesas muestras es de 20 °C. Si las mediciones son realizadas a una temperatura diferente, el volumen debe ser recalculado para 20 °C, haciendo uso del coeficiente de expansión de volumen, γ . Los factores de influencia más significativos fueron evaluados y aplicados a los resultados.

3.2. Determinación de masa convencional (subdivisión)

En la determinación de masa convencional, de las pesas muestras, por el método de subdivisión. Una pesa individual o una combinación de pesas son comparadas contra otra combinación de pesas del mismo valor nominal, por pesada de acuerdo a un diseño de pesada (esquema de pesada) descrito en la referencia [1].

1 kg (Patrón Ref)	Vs	500 + 200 + 200* g + 100 g
1 kg (Patrón Ref)	Vs	500 + 200 + 200* g + 100*g
500 g	Vs	200 + 200* g + 100 g
500 g	Vs	200 + 200* g + 100* g
200 g + 100 g	Vs	200* g + 100* g
200 g + 100 g	Vs	200* g + 100* g
200 g + 100* g	Vs	200* g + 100 g
200 g + 100* g	Vs	200* g + 100 g
200 g	Vs	100 g + 100* g
200 g	Vs	100 g + 100* g
200* g	Vs	100 g + 100* g
200* g	Vs	100 g + 100* g

Tabla. 4 Diseño de pesada.

Este diseño de pesada describe 12 comparaciones, de combinaciones diferentes en pesas con un valor nominal total igual, generando un sistema de ecuaciones sobre-determinado, donde algunas comparaciones son duplicadas para simplificar los cálculos. Por el método de ajuste de mínimos cuadrados, la masa convencional y su desviación estándar son encontrados.

Este sistema de ecuaciones de pesada es representada en notación matricial como:

$$X\beta = y - e \tag{5}$$

Donde:

- X matriz del sistema de ecuaciones de pesada con coeficientes +1, -1 ó 0,
- β vector de los valores de masa convencional desconocidos de las pesas muestras,
- y vector de las diferencias de pesadas corregidas en el instrumento para pesar,
- e errores desconocidos de las observaciones.

De la ecuación 5 se conduce a las ecuaciones normales:

$$(X^T X)\beta = X^T Y \tag{6}$$

$$\langle \beta \rangle = (X^T X)^{-1} X^T Y \tag{7}$$

$$\langle \beta \rangle = Ly \tag{8}$$

L es conocida como la matriz de solución; $(X^T X)^{-1}$ es la inversa de la matriz simétrica de $(X^T X)$.

El sistema contiene solamente las ecuaciones de pesada. Por esta razón, El sistema no puede ser

resuelto, porque el determinante de $(X^T X)$ es cero y la inversa de $(X^T X)$ no es posible. Esta matriz puede resolverse adicionando el valor de masa convencional de la pesa patrón de referencia (condición de restricción) a las ecuaciones normales, el cual es llamado el método de multiplicadores de Lagrange. El ajuste de mínimos cuadrados además proporciona la matriz de varianza-covarianza para los valores de masa convencional calculados de $\langle \beta \rangle$, donde la varianza es necesaria para la evaluación de la incertidumbre. Este método se explica en mayor detalle en las siguientes referencias [4], [5], [6] y [7].

El primer renglón de la matriz X describe que la pesa patrón de referencia de 1 kg es comparada contra las pesas muestras de 500 g + 200 g + 200* g + 100 g.

La pesa de 100* g es designada como un patrón de verificación para el aseguramiento de la calidad de los resultados de calibración por el método de subdivisión.

Se utilizó el esquema de pesada siguiente:

$$X \cdot \beta = \begin{matrix} & \text{1 kg} & \text{500 g} & \text{200 g} & \text{200 *g} & \text{100 g} & \text{100 *g} \\ \begin{matrix} 1 \\ 1 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{matrix} & \begin{matrix} -1 \\ -1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{matrix} & \begin{matrix} -1 \\ -1 \\ -1 \\ -1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{matrix} & \begin{matrix} -1 \\ -1 \\ -1 \\ -1 \\ -1 \\ -1 \\ -1 \\ -1 \\ -1 \\ -1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \end{matrix} & \begin{matrix} -1 \\ 0 \\ -1 \\ 1 \\ 1 \\ -1 \\ -1 \\ 0 \\ -1 \\ -1 \\ -1 \\ -1 \\ -1 \end{matrix} & \begin{matrix} 0 \\ -1 \\ 0 \\ -1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ -1 \\ -1 \\ -1 \\ -1 \\ -1 \\ -1 \end{matrix} \end{matrix} \begin{matrix} \beta_1 \\ \beta_2 \\ \beta_3 \\ \beta_4 \\ \beta_5 \\ \beta_6 \end{matrix} \quad (9)$$

En este trabajo se realizó el método de subdivisión con la pesa patrón de referencia No. 1 generando el vector y_1 y con la pesa patrón de referencia No. 2 generando el vector y_2 . Las pesadas son realizadas por sustitución doble y las diferencias observadas y_1 y y_2 fueron leídas en unidades de miligramos:

$$y = \begin{matrix} y_1 \\ y_2 \\ y_3 \\ y_4 \\ y_5 \\ y_6 \\ y_7 \\ y_8 \\ y_9 \\ y_{10} \\ y_{11} \\ y_{12} \end{matrix} ; y_1 = \begin{matrix} -1,355 \\ -1,264 \\ 0,153 \\ 0,390 \\ 0,243 \\ 0,234 \\ -0,203 \\ -0,163 \\ 0,127 \\ 0,112 \\ 0,157 \\ 0,111 \end{matrix} ; y_2 = \begin{matrix} -1,407 \\ -1,176 \\ 0,140 \\ 0,320 \\ 0,260 \\ 0,252 \\ -0,155 \\ -0,147 \\ 0,137 \\ 0,137 \\ 0,124 \\ 0,126 \end{matrix} \quad (10)$$

Las diferencias de pesadas corregidas en el instrumento para pesar $(m^c_r - m^c_m)i$ de acuerdo a la ecuación 1 se expresa de la siguiente forma:

$$y = -\Delta m + (\rho_a - 1,2)(V_1 - V_2) \quad (11)$$

V_1, V_2 volumen de las pesas, o total del volumen de cada grupo de pesas. V_1 sustituye la pesa patrón de referencia y V_2 sustituye la pesa muestra.

Los vectores β_1 y β_2 valores de masa convencional desconocidos de las pesas muestras para cada pesa patrón de referencia, de acuerdo a la ecuación 8 son:

$$\beta_1 = \begin{matrix} -0,07 \\ 0,755 \\ 0,228 \\ 0,209 \\ 0,147 \\ -0,054 \end{matrix} ; \beta_2 = \begin{matrix} 0,00 \\ 0,761 \\ 0,261 \\ 0,216 \\ 0,156 \\ -0,048 \end{matrix} \quad (12)$$

4. RESULTADOS DE CALIBRACIÓN

Se obtuvieron resultados de calibración de las pesas muestras por el método de comparación por sustitución mostrados en la tabla 3, y por el método de subdivisión con dos diferentes pesas patrón de referencia. Las incertidumbres fueron evaluadas de acuerdo a la referencia [9].

4.1. Resultados por el método de subdivisión

Los valores obtenidos de las pesas muestras determinados por el método de subdivisión utilizando la pesa patrón de referencia de No.1 son:

Pesa muestra	Masa Convencional (g)	Incertidumbre ($k=2$, mg)
500 g	500,000 755	$\pm 0,320$
200 g	200,000 228	$\pm 0,130$
200* g	200,000 209	$\pm 0,130$
100 g	100,000 147	$\pm 0,069$

Tabla. 5 Resultados método de subdivisión, pesa patrón de referencia No.1.

Los valores obtenidos de las pesas muestras determinados por el método de subdivisión utilizando la pesa patrón de referencia de No.2 son:

Pesa muestra	Masa Convencional (g)	Incertidumbre ($k=2$, mg)
500 g	500,000 761	$\pm 0,193$
200 g	200,000 261	$\pm 0,078$
200* g	200,000 216	$\pm 0,078$
100 g	100,000 156	$\pm 0,041$

Tabla. 6 Resultados método de subdivisión, pesa patrón de referencia No.2.

5. ANÁLISIS DE RESULTADOS

En orden de comparar los resultados del ensayo. La desviación normalizada fue calculada usando una ecuación 13 modificada de la descrita en [10] y [11] para un factor de cobertura $k = 2$ de acuerdo a la referencia [9].

Los resultados del ensayo de aptitud son satisfactorios en general. Las desviaciones normalizadas menores que 1 son satisfactorios. Los resultados no son satisfactorios cuando las desviaciones normalizadas son ligeramente más

que 1 cuando se usa la incertidumbre estimada para el cálculo de la desviación normalizada.

Los resultados de calibración por el método de subdivisión son comparados contra el valor de la masa convencional y la estimación de su incertidumbre expandida por el método de comparación por sustitución, que son tomados como los valores de referencia de las pesas muestras, debido a que el laboratorio tiene el procedimiento de calibración de pesas por sustitución ya bien establecido. No se consideró la correlación por la trazabilidad común que mantienen los patrones de referencia utilizados.

$$E_n = \frac{m_{subdiv} - m_{c-sust}}{\sqrt{U_{subdiv}^2 + U_{c-sust}^2}} \quad (13)$$

Donde:

m_{c-sust} valor de masa convencional de la pesa muestra por sustitución,

U_{c-sust} incertidumbre expandida de la pesa muestra por sustitución,

m_{subdiv} valor de masa convencional de la pesa muestra por subdivisión,

U_{subdiv} incertidumbre expandida de la pesa muestra por subdivisión.

5.1. Análisis de resultados

Los resultados de la desviación normalizada son presentados en la tabla 7 y 8.

Pesa Muestra	$m_{subdiv} - m_{c-sust}$ (mg)	$\sqrt{U_{subdiv}^2 + U_{c-sust}^2}$ (mg)	E_n
500 g	-0,075	0,376	-0,20
200 g	0,058	0,151	0,39
200* g	0,069	0,151	0,46
100 g	-0,013	0,089	-0,15

Tabla. 7 E_n método de subdivisión, pesa patrón de referencia No. 1.

Pesa Muestra	$m_{subdiv} - m_{c-sust}$ (mg)	$\sqrt{U_{subdiv}^2 + U_{c-sust}^2}$ (mg)	E_n
500 g	-0,069	0,276	-0,25
200 g	0,091	0,110	0,82
200* g	0,076	0,110	0,69
100 g	-0,004	0,069	-0,06

Tabla. 8 E_n método de subdivisión, pesa patrón de referencia No. 2.

La figura 1, presenta el resultado promedio de cada pesa muestra y la incertidumbre expandida, calibrada con la pesa patrón No. 1 y No. 2 por el método de subdivisión. Observamos en cada pesa muestra que ambos resultados están muy cerca entre sí, y que forman una cadena de resultados enlazados, debido al esquema de pesadas. Así mismo, los resultados reflejan la existencia de una mayor confianza, que no existen pesadas erróneas con el instrumento para pesar.

Los resultados están enlazados en forma de cadena de medición con el valor de masa convencional de la pesa patrón correspondiente, por lo que, el error del valor de masa convencional de la pesa patrón será la mayor fuente de influencia en los resultados de calibración.

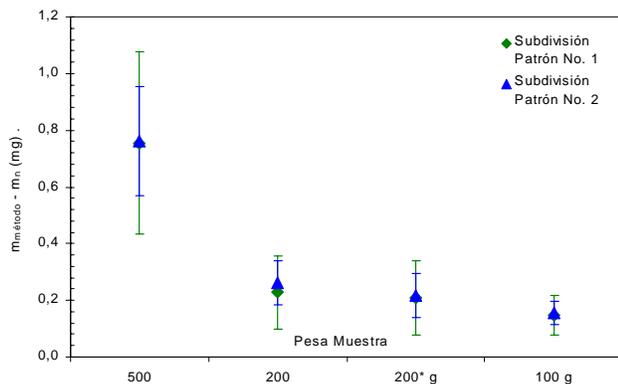


Fig. 1 Diferencia de resultados de subdivisión.

La incertidumbre expandida de cada pesa muestra es mayor que la diferencia que se observa entre los resultados de calibración por sustitución y por subdivisión mostrados en la figura 2. En el caso de la pesa muestra de 500 g (EMT = 2,5 g) la diferencia es 0,075 mg y en la pesa muestra de 100 g (EMT = 0,5 g) la diferencia es 0,013 mg.

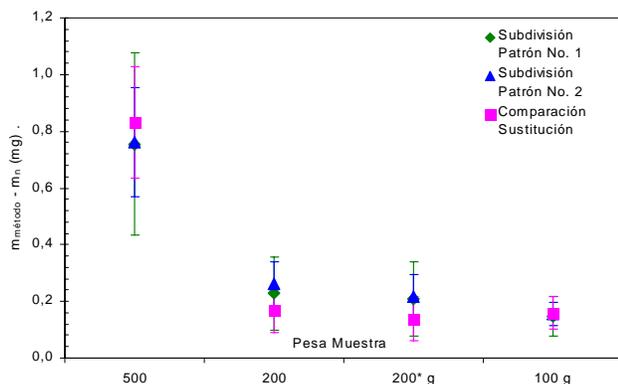


Fig. 2 Diferencia de resultados en ambos métodos.

La figura 3, presenta que todos los resultados de calibración están dentro del error máximo tolerado de cada pesa muestra.

En la figura 4, se observa que la desviación normalizada en los resultados de calibración por subdivisión de cada pesa muestra, son satisfactorios al comparar con el método de comparación por sustitución. Para asegurar que es bien empleado el método de subdivisión se elabora un aseguramiento de la calidad de los resultados de calibración descrito en la sección 6.

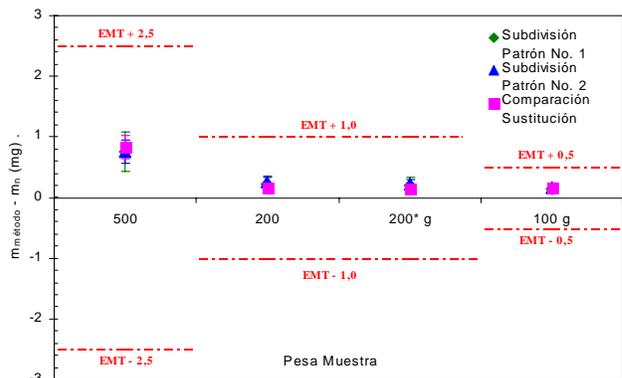


Fig. 3 Diferencia de pesas muestras + EMT.

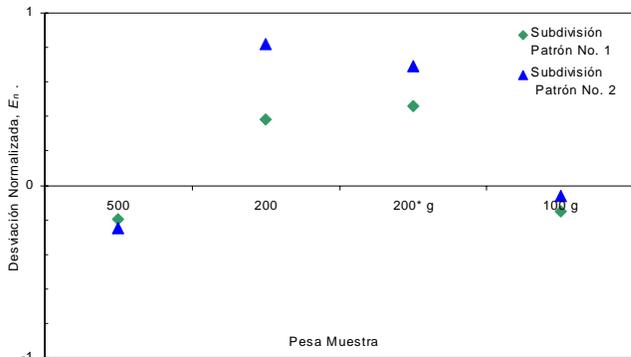


Fig. 4 E_n de resultados de subdivisión.

6. ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS RESULTADOS DE CALIBRACIÓN

Las cartas de control son usadas para mantener el proceso de calibración de pesas bajo control estadístico, evaluando la corrección y documentar la desviación estándar del proceso de calibración [14].

En un proceso de calibración bien controlado, las fallas en la prueba *t* y la prueba *F* pueden ser, entre otros factores, debidas a una indicación equivocada o al colocar incorrectamente las pesas sobre el receptor de carga del instrumento para pesar.

Estos datos pueden ser graficados en una carta de control para ser sujetos a un análisis estadístico riguroso. En base a este análisis estadístico, los resultados de calibración podrían ser corregidos y/o acciones correctivas deberán ser realizadas.

6.1. Prueba t

La prueba t compara los valores de corrección de masa convencional observada y aceptada, del patrón de verificación de 100* g, para evaluar la estabilidad de sus valores de corrección de masa convencional.

$$t = \frac{|m_{observ} - m_{accept}|}{S} \quad (14)$$

Donde:

m_{observ} corrección de masa convencional observada del patrón de verificación,

m_{accept} corrección de masa convencional aceptada del patrón de verificación,

S desviación estándar observada de los datos históricos.

La corrección de masa convencional observada (m_{observ}) en el método de subdivisión aplicando la pesa patrón No. 1 es igual a 54 μ g. Y la corrección de masa convencional aceptada m_{accept} es calculada de los datos históricos del patrón de verificación de 100* g.

$$m_{accept} = [48 + 50 + 48 + 54 + 51 + 48 + 48 + 54 + 52 + 54] / 10 = 50,7$$

Entonces t es igual a:

$$t = |54 - 50,7| / 2,7 = 1,24$$

El límite usado, para ser considerado aceptable, el valor absoluto de la prueba t debe ser menor que 2,3. El límite es obtenido de una tabla de los valores críticos de t , para un grado de libertad de 9 (10 datos históricos - 1) y para un nivel de confianza de $\alpha = 0,05$, $p = 0,95$ [14].

6.2. Prueba F

La prueba F verifica el desempeño del instrumento para pesar, de valores de la desviación estándar observada y aceptada del instrumento para pesar [14]. Estos valores de desviación estándar son

calculados, al obtener el vector y (ecuación 10), de las diferencias de masa convencional observadas.

$$F = \frac{S_{observ}^2}{S_{accept}^2} \quad (15)$$

Donde:

S_{observ} desviación estándar observada del instrumento para pesar,

S_{accept} desviación estándar aceptada del instrumento para pesar.

En un ciclo de pesada (ABBA), una desviación estándar observada (S_{observ}) del instrumento para pesar es igual a 60 μ g. Y la desviación estándar aceptada S_{accept} es calculada de los datos históricos del instrumento para pesar.

$$S_{accept} = [[(40)^2 + (60)^2 + (10)^2 + (30)^2 + (10)^2 + (60)^2 + (20)^2 + (20)^2 + (10)^2 + (40)^2] / 10]^{1/2} = 35$$

Entonces F es igual a:

$$F = 60^2 / 35^2 = 2,9$$

El límite usado, para ser considerado aceptable, el valor de la prueba F , debe ser menor que 3,3. El límite es obtenido de una tabla de los valores críticos de F , para un grado de libertad S_{observ} de 2 y de S_{accept} de 20 y para un nivel de confianza de $\alpha = 0,05$, $p = 0,95$ [14].

DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

El desarrollo del procedimiento de calibración por el método de subdivisión, aumentó la confiabilidad de los resultados de calibración del método de comparación por sustitución debido al grado de concordancia entre los valores promedios de las pesas muestras encontrados de ambos métodos, sin considerar que la incertidumbre en ambos métodos fue muy similar.

La ejecución del método de subdivisión necesita un mayor número de pesadas que el método de comparación por sustitución, afectando de manera directa al costo de su realización. Sin embargo, en los casos descritos al inicio de este trabajo, donde la economía podría no ser un inconveniente, tiene los beneficios adicionales de una confiabilidad más grande en los resultados de calibración, al incluir una cierta redundancia en las pesadas.

El esfuerzo de tiempo podría ser todavía mayor cuando los juegos de pesas son menores a 1 kg, en el caso de tener la necesidad de siempre completar el juego hasta 1 kg con pesas propias del laboratorio.

Por otro lado, se requiere mayor pericia y un nivel de conocimiento matemático y estadístico avanzado, por parte del metrólogo, para supervisar el ajuste de los cálculos y el desarrollo de este método.

Este ejercicio deberá ampliarse para establecer nuevos diseños de esquemas de pesada, con el propósito de mejorar el desempeño el método de subdivisión de acuerdo con los instrumentos para pesar, los patrones de referencia, y a los patrones de verificación del laboratorio.

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos al Ing. Sergio Ochoa de LAPEM, por la facilidades otorgadas a la realización de este trabajo.

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. International Organization of Legal Metrology, 2004.
- [2] Davis R.S. Equation for the Determination of the Density of Moist Air. *Metrologia* 29, 1981/1991, pp. 67-70.
- [3] Giacomo, P. Equation for the Determination of the Density of Moist Air. *Metrologia* 18, 1982, pp. 33-40.
- [4] Schwartz, R.: Guide to mass determination with high accuracy. PTB-Report MA-40, Braunschweig, Abril 1995.
- [5] Schwartz, R.: Realization of the PTB's mass scale from 1 mg to 10 kg, PTB-Report MA-21, Braunschweig, 1991.
- [6] Kochsiek M, Gläser M, *Comprehensive Mass Metrology*, Wiley-VCH, 2000.
- [7] Adriona Valcu, Test procedures for Class E1 weights at the Romanian National Institute of Metrology: Calibration of mass standards by subdivision of the kilogram, OIML Bulletin, Vol. XLII, No. 3, Julio 2001, pp.11-16.
- [8] Nadya Vladimirova, A bilateral comparison in the range from 1 mg to 20 kg, National center of Metrology, Denver, Julio 1987.
- [9] Guide to the Expression of uncertainty in measurement ISO TAG 4 WG3. BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, OIML, 1995.
- [10] Document No. 8, Noramet, 1998.
- [11] EAL-P7, EAL Interlaboratory Comparisons, European cooperation for Accreditation of Laboratories, 1996.
- [12] ISO/IEC Guide 43, Guide: Development and operation of laboratory proficiency testing. International Organization for Standardization. International Electrotechnical Commission, 1984.
- [13] Quinn, T. J. Paper: Guidelines for key comparisons carried out by Consultative Committees. BIPM, 1997.
- [14] Jones F.E., Schoonover R. M. Handbook of Mass Measurement, CRC Press, 2002.