

# Mejora de la Incertidumbre en la Calibración de Densímetros de Inmersión

En esta edición de *La Guía MetAs* les presentamos el trabajo realizado por MetAs & Metrólogos Asociados como presentación oral, en el foro del Simposio de Metrología 2014 "20 Aniversario en Beneficio de la Nación", organizado por el Centro Nacional de Metrología (CENAM, México), en la ciudad de Santiago de Querétaro, Querétaro, México, del 6 al 10 de octubre del 2014. Dicho trabajo, ya forma parte de la compilación titulada "Simposio de Metrología Memorias 2014", que a continuación se cita:

Centro Nacional de Metrología, *Simposio de Metrología Memorias 2014*, [en línea], México, CENAM, Octubre 2014, formato PDF, Disponible en: <http://www.cenam.gob.mx/memorias/doctos/Memorias%20SM2014.pdf>, ISBN 978-607-96162-9-8.

Desde octubre de 2007, el laboratorio de calibración de densidad de MetAs, ha ofrecido servicios acreditados para la calibración de densímetros de inmersión, al mismo tiempo que un plan de trabajo de mejoras para asegurar sus mediciones. Este trabajo resume las mejoras realizadas y el beneficio de una incertidumbre menor en la calibración de densímetros de inmersión por el método de Cuckow.

## *Apasionados por la Metrología*

*La Guía MetAs*, es el boletín electrónico de difusión periódica del Centro de Metrología MetAs & Metrólogos Asociados.

En *La Guía MetAs* se presentan: noticias de la metrología, artículos e información técnica; seleccionada por nuestros colaboradores, que deseamos compartir con Usted, colegas, usuarios, clientes, estudiantes, amigos y en fin, con todos aquellos interesados o relacionados con la metrología técnica e industrial.

Calle: Antonio Caso # 246. Colonia: Centro  
49 000, Cd. Guzmán, Zapotlán El Grande, Jalisco, México  
Teléfono & Fax: 01 (341) 4 13 61 23 multi-línea  
E-mail: [laguiametas@metas.com.mx](mailto:laguiametas@metas.com.mx). Web: [www.metas.com.mx](http://www.metas.com.mx)



### Servicios Metrológicos:

#### Laboratorio de Calibración:

Presión, Alto Vacío, Temperatura Contacto & Radiación, Humedad, Eléctrica, Vibraciones, Masa, Densidad, Volumen y Óptica

#### Ingeniería:

Venta de Instrumentos, Desarrollo de Sistemas de Medición y Software, Reparación, Mantenimiento

#### Gestión Metrológica:

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

#### Consultoría:

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

# MEJORA DE LA INCERTIDUMBRE EN LA CALIBRACIÓN DE DENSÍMETROS DE INMERSIÓN

Soriano Cardona Juan Benjamín, Segura Galindo Juan Manuel y Bonilla Mendoza Elizabeth  
MetAs & Metrólogos Asociados  
Antonio Caso # 246, Colonia Centro, Ciudad Guzmán, Jalisco, México.  
(341) 413 6123, benjamín.soriano@metas.com.mx

**Resumen:** Desde octubre de 2007, el laboratorio de calibración de densidad de MetAs, ha ofrecido servicios acreditados para la calibración de densímetros de inmersión, al mismo tiempo que un plan de trabajo de mejoras para asegurar sus mediciones. En 2013, se completó un ciclo de mejoras de seis años y los resultados en la incertidumbre reflejan los cambios realizados. Este trabajo resume las mejoras realizadas y el beneficio de una incertidumbre menor en la calibración de densímetros de inmersión por el método de Cuckow.

## 1. INTRODUCCIÓN

Cuando se estableció el laboratorio de calibración de densidad para la calibración de densímetros de inmersión en el año 2007, existían diferencias muy amplias de incertidumbres declaradas entre los laboratorios acreditados que estaban siendo autorizados. Estos laboratorios contaban con los mismos equipos o similares y el método de Cuckow. Tampoco se conocían resultados de comparaciones entre los laboratorios, para demostrar la aptitud de determinar el valor de corrección de densidad, además de evaluar las contribuciones a la incertidumbre de medida de los densímetros de inmersión.

Por lo tanto, durante la evaluación de la incertidumbre a ser declarada, existía duda de las contribuciones de incertidumbres para cada una de las magnitudes de entrada del método de Cuckow. Por lo que, se decidió elegir, en base al uso previsto, una incertidumbre expandida de  $0,17 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ .

No obstante, la incertidumbre que podíamos alcanzar siguió siendo un cuestionamiento a resolver en los años siguientes.

## 2. PLAN DE MEJORA DE LA INCERTIDUMBRE

A partir de la incertidumbre actual, se estableció un plan de mejora de ésta, como se muestra en la figura 1.

El plan toma en cuenta la ecuación, la temperatura del líquido, la densidad y la tensión superficial del líquido, la limpieza de la espiga del densímetro de

inmersión, la formación del menisco y la alineación de la posición vertical de la escala.



**Fig. 1.** Plan de mejora de la incertidumbre.

La evaluación de los cambios fueron validados con las acciones siguientes:

1) Calibración de un densímetro de inmersión previamente calibrado en CENAM con una escala de 15 a 22 % vol.

2) Calibración de un densímetro de inmersión, en la marca de la escala de la espiga de 0,0 % vol, con una escala de 0 a 10 % vol.

El densímetro de inmersión de 15 a 22 % vol fue elegido, puesto que en este intervalo se tiene la mejor división mínima en unidades de  $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ , con un valor de  $0,107 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$  en la marca de 16,0 % vol.

Para el densímetro de inmersión de 0 a 10 % vol, se verificó que la marca de 0,0 % vol, intersectara la superficie cuando se dejó flotar libremente en el agua, con una densidad conocida por la ecuación de referencia de M. Tanaka et al <sup>[1]</sup>.

## 2.1. ECUACIÓN

La ecuación fue actualizada de acuerdo a los modelos matemáticos presentados en [2] y [3], en donde se indica, que la densidad del líquido a la cual flotará libremente el densímetro de inmersión es calculada por la ecuación (1):

$$\rho_x = (\rho_L [1 + \alpha(t_L - t_0)] - \rho_{ai} [1 + \alpha(t_a - t_0)]) \cdot \left[ \frac{m_a + \frac{\pi D \gamma_x}{g}}{m_a - m_L + \frac{\pi D \gamma_L}{g}} \right] + \rho_{ai} [1 + \alpha(t_a - t_0)] - \varepsilon_d \quad (1)$$

Es importante, no omitir que los valores de  $m_a$  y  $m_L$ , son el resultado de la masa convencional del densímetro de inmersión en el aire y el agua, corregida por la fuerza debida al empuje del aire. Esta fuerza está en función de la densidad de las pesas patrón usadas durante la determinación de la masa convencional del densímetro de inmersión en el aire y el agua.

## 2.2. TEMPERATURA DEL LÍQUIDO

Para mejorar la temperatura del líquido, fue necesario hacer los cambios siguientes:

- 1) Un control de temperatura que circula el agua alrededor del tubo de medición a la temperatura de referencia, por medio de un baño termostático de marca TAMSON, con una estabilidad de 0,05 °C.
- 2) Un tanque termostático nuevo con capacidad de 6,8 L alrededor del tubo de medición de vidrio con capacidad de 3,3 L y con un diámetro de 10 cm para el líquido de referencia.
- 3) La resolución del sistema de medida de temperatura del líquido de referencia es de 0,01 °C. Este sistema se compone de un RTD Pt-100  $\Omega$  de 4 hilos con un indicador HP 34401A caracterizados por el método de Callendar-Van Dusen.

Además, fue necesario identificar el gradiente de 0,1 °C, debido a la no uniformidad de la temperatura, que podría tener entre la distancia del termómetro, colocado en la pared del tubo de medición, y el espacio donde se coloca el cuerpo del densímetro de inmersión.

## 2.3. DENSIDAD Y TENSIÓN SUPERFICIAL DEL LÍQUIDO

La densidad del agua fue mejorada, por realizar lo anteriormente descrito, de manera que, se consigue una mejor exactitud de la determinación de la densidad del agua alrededor del cuerpo del densímetro de inmersión.

Por otra parte, la tensión superficial del líquido de referencia está en función de su temperatura. En la referencia [4], están las tablas internacionales de la International Association for the Properties of Steam (IAPS), en donde podemos encontrar los valores de tensión superficial del agua desde 0,01 °C hasta 374 °C y una ecuación de interpolación, la cual representa los valores en las tablas.

## 2.4. LIMPIEZA DE LA ESPIGA DEL DENSÍMETRO Y FORMACIÓN DEL MENISCO

La forma y tamaño del menisco depende en gran parte de la limpieza de la superficie de la espiga del densímetro de inmersión. La formación adecuada del menisco es asegurada como buena práctica del laboratorio, al utilizar en la limpieza jabón líquido alcalino, como el recomendado para instrumentos de vidrio para laboratorio. Por último, se hace correr agua bidestilada por la espiga, a fin de revisar que el agua se desplaza uniformemente a lo largo de la escala de ésta.

## 2.5. ALINEACIÓN

Para intersectar correctamente la superficie del agua con la marca de la escala, es necesario alinear la posición vertical de la escala. Esto es, al empezar, se observa ligeramente por debajo del plano de la superficie del líquido, a fin de que identifiquemos la formación de una elipse, y luego se eleva la visión hasta que esta se convierta en una recta, de modo que la marca de la escala sea parte de esta línea. Además, se utilizó un fondo oscuro por detrás del tubo de medición, el cual está posicionado aproximadamente una división abajo de la marca. Una vez que se alinea el densímetro de inmersión, se eleva el nivel del agua (líquido utilizado para la calibración), con el fin de que se revise que el menisco no se deforme, esto es, no cambie su forma y tamaño.

Finalmente, con un entrenamiento constante en la alineación de la posición vertical de la escala con la superficie del líquido, se mejoró la desviación estándar de las indicaciones de la masa del densímetro de inmersión cuando es inmerso en el agua desde 3,6 mg hasta 1,6 mg.

**3. INCERTIDUMBRE EN EL LABORATORIO**

La masa del densímetro de inmersión, la densidad del agua, la tensión superficial del agua y la división mínima de la escala del densímetro de inmersión son las contribuciones principales a la incertidumbre en el laboratorio, como se muestran en la figura 2.

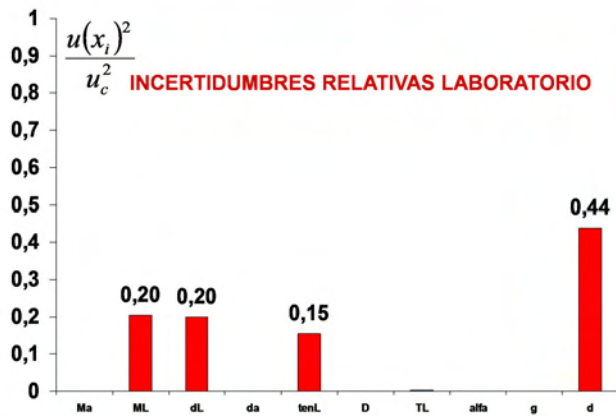


Fig. 2. Incertidumbres relativas laboratorio.

En el análisis de las contribuciones a la incertidumbre fue importante revisar tal como se evalúa en los institutos nacionales de metrología. Este análisis está presentado en la referencia [5].

**3.1. INCERTIDUMBRE EN LOS INSTITUTOS NACIONALES DE METROLOGÍA (INM)**

En los reportes finales de los ensayos de aptitud de EUROMET.M.D-K4 [6] y SIM.M.D-K4 [7] están los resultados de estos ensayos, en donde se puede analizar la incertidumbre estándar, tal como se evalúa en los institutos nacionales de metrología, como se muestran en la figuras 3 y 4.

Las mejores incertidumbres estándares, pertenecen a los institutos nacionales de metrología que cuentan con una cámara CCD, para la alineación de

la superficie del líquido con la marca de la escala. Sin embargo, algunos institutos nacionales de metrología que usaron una lupa manual, obtuvieron resultados satisfactorios tal como los otros.

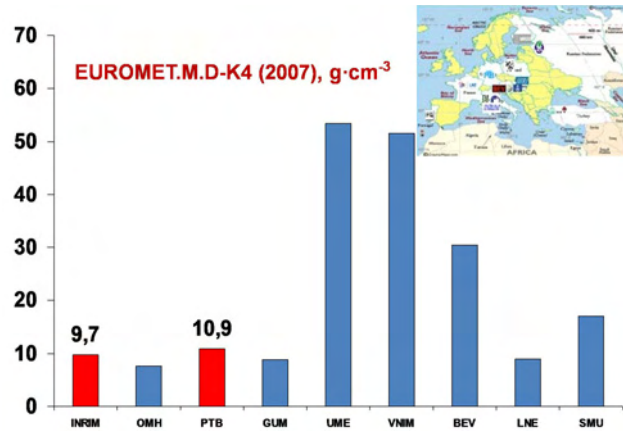


Fig. 3. Incertidumbres en EUROMET.M.D-K4.

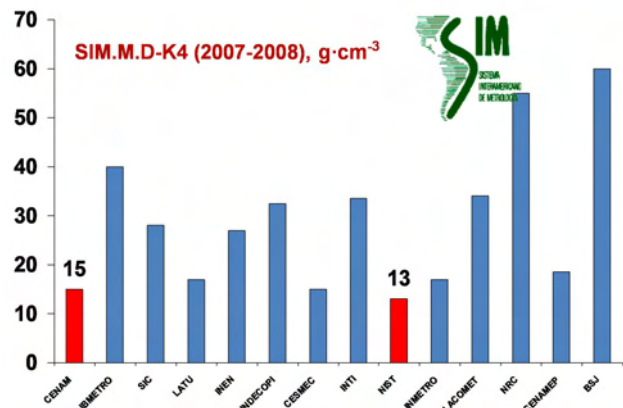


Fig. 4. Incertidumbres en SIM.M.D-K4.

La densidad del líquido es la contribución principal a la incertidumbre en los institutos nacionales de metrología, que cuenta con una cámara CCD, de acuerdo a la referencia [3]. Esta contribución a la incertidumbre es mostrada en la figura 5. Y en el caso de que, no se mida la de tensión superficial con un tensiómetro, ésta se convierte en otra contribución principal a la incertidumbre.

En resumen, de los resultados de estos ensayos de aptitud entre los institutos nacionales de metrología (INM) del INRIM, PTB, NIST y CENAM, observamos una incertidumbre estándar promedio de 0,012 kg·m<sup>-3</sup>, como se muestra en la figura 6.

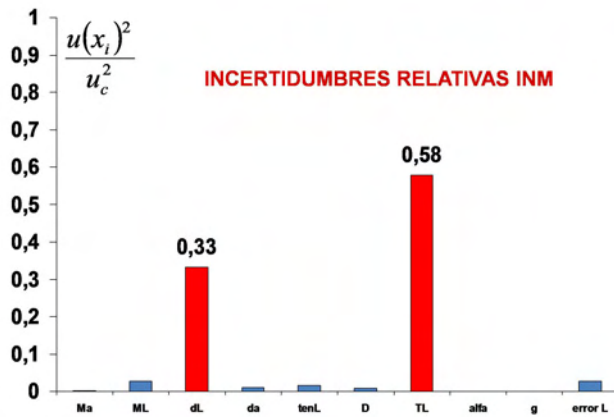


Fig. 5. Incertidumbres relativas INM.

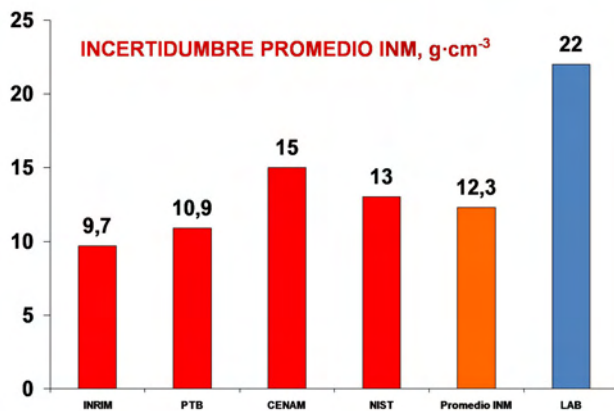


Fig. 6. Incertidumbre promedio INM.

Finalmente, consideramos una incertidumbre estándar de 0,022 kg·m<sup>-3</sup> en el laboratorio para la calibración de densímetros de inmersión con las validaciones realizadas en el plan de mejora. El presupuesto de esta incertidumbre estándar está presentado en la referencia [5].

#### 4. INCERTIDUMBRE MEJORADA

En 2011, con la participación en el ensayo de aptitud CENAM-EMA-DEN-01-2011, como se muestra en la figura 7, se comprobó que las mejoras habían logrado disminuir la incertidumbre del laboratorio, la cual fue al menos dos veces mayor que en los institutos nacionales de metrología, como se muestra en la figura 6.



Fig. 7. Final del plan de mejora de la incertidumbre.

En los resultados del ensayo de aptitud, observamos un error normalizado máximo de 0,38, para la marca de la escala calibrada de 801 kg·m<sup>-3</sup> con una incertidumbre estándar de 0,022 kg·m<sup>-3</sup>, como se muestra en la figura 8.

El proceso de la limpieza de la espiga del densímetro de inmersión, y la formación del menisco deben estar bajo una supervisión constante, de manera que pueda asegurarse la incertidumbre deseada.

Todas las mejoras tomaron un papel importante, para obtener una incertidumbre menor.

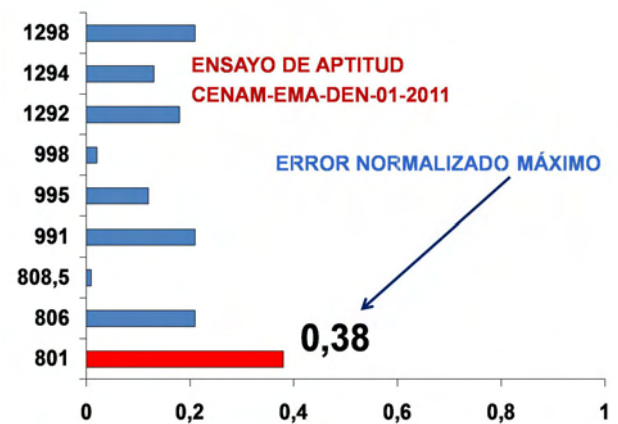


Fig. 8. Error normalizado de ensayo.

## 5. CONCLUSIONES

Las incertidumbres declaradas entre los laboratorios acreditados deben converger a una incertidumbre menor, puesto que todos cuentan con los mismos equipos o similares y el método de Cuckow.

Por otra parte, se logró un entrenamiento del personal, que se refleja en la desviación estándar de la alineación de la posición vertical de la escala con la superficie del líquido.

## REFERENCIAS

- [1] M. Tanaka, G. Girard, R. S. Davis, A. Peuto, N. Bignell, [NMIJ, BIPM, IMGIC, NML], "Recommended table for the density of water between 0 °C and 40 °C based on recent experimental reports", *Metrologia*, vol. 38, no. 4, pag. 301–309, 2001.
- [2] L. M. Peña, J. C. Pedraza, L. O. Becerra, C. A. Galván, "An new image processing system for hydrometers calibration developed at CENAM", *IMEKO 20th TC3, 3rd TC16 and 1st TC22 International Conference*, 2007.
- [3] S. Lorefice, A. Malengo, "Calibration of hydrometers", *Meas. Sci. Technol*, vol. 17, pag. 2560-2566, 2006.
- [4] N. B. Vargaftik, B.N. Volkov, and L. D. Voljak "International Tables of the Surface Tension of Water", *J. Phys. Chem. Ref. Data*, vol. 12, No. 3, 1983.
- [5] J. B. Soriano, J. M. Segura "Evaluación de contribuciones de incertidumbres en la calibración de densímetros de inmersión", *XXIV Congreso Nacional de Metrología*, Mérida, Yucatán, México, 2013.
- [6] S. Lorefice, A. Malengo, et al., "Comparison of the calibrations of high-resolution hydrometers for liquid density determinations", *EUROMET Project 702 - EUROMET.M.D-K4*, 2007.
- [7] L. O. Becerra, "Final report of comparison of the calibrations of hydrometers for liquid density determination between SIM laboratories", *SIM.M.D-K4*, 2009.