

OBJETO.

El objeto del presente PROCESO DE CALIBRACIÓN es definir la pauta utilizada en el software CALIBRO para la calibración de balanzas monoplato, que se deriva de los procesos de calibración SCI M-002, de forma que permitan obtener resultados trazables y homogéneos.

CAMPO DE APLICACIÓN.

Las balanzas monoplato consideradas podrán ser mecánicas o electrónicas, con escala continua en todo su campo de medida, comúnmente usadas como balanzas analíticas y de precisión. Estos instrumentos pueden tener también una parte de su escala reservada para hacer medidas diferenciales respecto a unas masas patrón. La relación entre la división de escala y el alcance del campo de medida en estos instrumentos es siempre superior a 10^{-7} . El máximo alcance del campo de medida no es superior a 50 Kg.

PROCESO DE CALIBRACIÓN

Antes de iniciar la calibración debe realizarse una inspección visual para comprobar el buen estado de la balanza a calibrar en lo referente a su estado de limpieza, instalación libre de vibraciones y de fuentes de calor.

La calibración consistirá en la medida de los patrones por parte del instrumento a calibrar, situándose en varios puntos de su escala.

Los patrones utilizados serán del tipo con denominación de MASAS PATRÓN, que se encuentran agrupados en clases de precisión por la Organización Internacional de Metrología Legal (OIML) en su Recomendación Internacional nº 20.

Este equipo de balanzas se podrán calibrar en valor convencional o valor real, según que las masas patrón empleadas en la calibración se utilicen con su valor convencional definido por la Recomendación Internacional nº 33 de la Organización Internacional de Metrología Legal (OIML), o con su valor real. La elección de un tipo de calibración u otro no afectará al esquema general del método del proceso, descrito en este apartado, salvo en lo que se refiere al valor del patrón con su incertidumbre que hay que tomar en consideración, por lo que su tratamiento se incluye en otro apartado, el 5 siguiente, así mismo en el apartado 6 se indican las consideraciones que hay que tomar en la utilización de la balanza según el tipo de calibración seguido.

Las masas patrón empleadas para la calibración se limpiarán previamente con una mezcla de éter y alcohol y una piel que no desprenda partículas. Estos patrones se deberán dejar estabilizar a las condiciones del recinto de calibración durante 12 horas previas a la calibración.

La calibración debe de realizarse en una sala de metrología con temperatura controlada en $20 \pm 1^\circ \text{C}$.

En función de las formas de empleo de que disponen, la calibración se podrá realizar según uno de los dos métodos que se describen a continuación:

Método para la utilización del instrumento en medidas absolutas.

Cuando el instrumento se va a utilizar para efectuar medidas en todo su campo de forma directa, es decir, al colocar sobre el plato de la balanza la masa a determinar, se obtendrá de forma directa el resultado de la medida, se seguirá el siguiente método de calibración.

La calibración se efectúa midiendo masas patrón con la balanza y anotando sus indicaciones.

Las masas patrón serán de una clase de precisión tal que estén determinadas con una incertidumbre que posibilite que la incertidumbre en la materialización del patrón para la calibración nunca sea mayor que 3 veces la incertidumbre de la balanza a calibrar, esperada según los resultados de una calibración anterior. En el caso en el que sea la primera calibración del instrumento a calibrar, la relación indicada en el punto anterior se establecerá con la incertidumbre esperada deducida de indicaciones del fabricante o la que se estime como mínima necesaria para la función del instrumento. Si no existe imposición alguna para la incertidumbre del instrumento a calibrar, la relación se podrá establecer refiriéndose a la división de escala, o refiriéndose a la reproducibilidad máxima indicada por el fabricante en forma de desviación típica. Cuando la incertidumbre individual de las masas patrón utilizadas haya que componerla con otras (de otras masas, de correcciones,...) según los criterios indicados en el apartado 5 siguiente de este proceso de calibración, para materializar el valor del patrón ha de medir por la balanza, la relación mencionada habrá que establecerla respecto de esta incertidumbre del patrón (compuesto o corregido) resultante.

Se podrán componer varias masas patrón para formar nominales no normalizados por la OIML, considerando las indicaciones referidas en el apartado siguiente de este proceso de calibración.

La calibración se realizará en un número de puntos de la escala del instrumento a calibrar entre 5 y 10, distribuidos de forma que el campo de medida quede dividido en intervalos aproximadamente iguales.

En cada uno de estos puntos se reiterarán un número entre 6 y 10 medidas sobre el patrón cuyo nominal lo defina.

Los patrones de masa en cada punto de calibración, los nominales de las masas patrón que los materializan y sus desviaciones correspondientes, y las indicaciones de la balanza, se podrán anotar en cuadros similares a los del ejemplo incluido en este procedimiento.

Método para la utilización del instrumento en medidas diferenciales.

Cuando el instrumento que se va a calibrar dispone de un dispositivo por el que se reserva o se habilita adicionalmente un pequeño campo de medida para realizar medidas de diferencias respecto al patrón, la calibración se realizará siguiendo el método que se expone a continuación. Este método también se puede aplicar a un instrumento

como el descrito en los puntos anteriores pero con el que se mide colocando primero el patrón y después el mensurando, o viceversa, para calcular la diferencia entre ambos que será lo que se considera como resultado para realizar la calibración.

La calibración se efectúa midiendo con la balanza diferencias entre masas patrón y anotando sus indicaciones.

Las diferencias cubrirán el campo de medida de la balanza para pesadas diferenciales.

El campo para medidas diferenciales se tendrá que cubrir para distintas capacidades en el campo continuo de medida directa de la balanza. Como con esta forma de utilización de la balanza se obtienen sus mejores prestaciones metrológicas, su empleo más generalizado es la calibración de juegos de masas patrón normalizados según la OIML a partir de juegos de mejor clase de precisión, por lo que las capacidades en las que se calibra el campo de medidas diferenciales, serán los nominales de las masas normalizadas que entren en su campo continuo de medida.

Las masas patrón serán de una clase de precisión tal que se elegirá según criterios análogos a los indicados en el apartado anterior.

Las diferencias se formarán con dos masas patrón del mismo nominal y distinta desviación al nominal, o con una o más masas que materialicen la diferencia al colocarlas y retirarlas sobre otra u otro conjunto de masas que permanezca en las dos situaciones. En ambos casos se consideraran las indicaciones referidas en el apartado 5 de este proceso de calibración.

La calibración se realizará en al menos 3 puntos de calibración distribuidos tal que el campo de medida quede dividido en intervalos aproximadamente iguales. Si el campo de medida supone una parte negativa y otra positiva, se tendrán que cubrir ambas zonas, materializando la negativa por unas composiciones de masas cuya suma total se encuentre por debajo del nominal del punto en el que se realiza la calibración del campo diferencial. Si el campo de medida diferencial es más pequeño que el nominal más pequeño de las masas normalizadas, se podrá admitir tomar un solo punto de calibración en el mismo creado por la diferencia entre dos masas del mismo nominal, y suponer linealidad en todo el campo.

En cada uno de estos puntos se reiterarán un número de entre 6 y 10 medidas sobre el patrón cuyo nominal lo defina.

Las diferencias patrón, los nominales de las masas patrón que las materializan, sus desviaciones correspondientes, y las indicaciones de la balanza, se podrán anotar en cuadros, similares a los del ejemplo incluido en este procedimiento.

RESULTADOS DE LA CALIBRACIÓN

Método para la utilización del instrumento en medidas absolutas.

Dado que este método se corresponde con la calibración de un instrumento de medidas absolutas con campo de medida continuo, mediante la medida de patrones, con los valores obtenidos, se calcularán los parámetros descritos a continuación :

Se obtiene la media en cada punto de calibración para las N_c indicaciones de la balanza a calibrar X_{cij} .

$$\bar{X}_{ci} = \frac{1}{N_c} \sum_{j=1}^{N_c} X_{cij}$$

Se obtiene la desviación típica en cada punto de calibración para las indicaciones de la balanza a calibrar

$$S_{ci} = \sqrt{\frac{1}{N_c - 1} \sum_{j=1}^{N_c} (X_{cij} - \bar{X}_{ci})^2}$$

Se obtiene la corrección de calibración en cada punto, respecto de la indicación del patrón, de valor X_{oi} , determinando según las indicaciones del apartado 5 de este proceso

$$\Delta \bar{X}_{ci} = X_{oi} - \bar{X}_{ci}$$

Se obtiene la incertidumbre de medida del instrumento a calibrar en cada punto de calibración para el factor de incertidumbre $k=2$ y $n=1$ medida prevista en la utilización del instrumento, teniendo en cuenta la incertidumbre del patrón en cada punto I_{oi} para $K=2$, establecida en el apartado 5 siguiente.

$$I_i = \sqrt{I_{oi}^2 + 4 \cdot w^2 \cdot S_{ci}^2 \left(\frac{1}{N_c} + 1 \right) + 0.44 \cdot \Delta \bar{X}_{ci}^2}$$

donde w es un factor corrector de S_{ci} cuando $N_c < 10$ según la tabla siguiente del documento 19 de 1990 de WECC: "Guidelines for the Expression of Uncertainty of Measurement in Calibrations"

n_c	2	3	4	5	6 y 7	8 y 9	>10
w	7.0	2.3	1.7	1.4	1.3	1.2	1.0

Se le asigna una incertidumbre para toda su escala, como la máxima que se obtenga en cualquiera de los puntos de calibración.

$$I = (I_i) \text{ máx.}$$

Que se puede expresar respecto del alcance C del instrumento

$$\frac{I}{C} \cdot 100 \%$$

como relativa respecto del nominal en cada punto

$$I_{rel} = \left(\frac{I_i}{X_{oi}} \right)_{max} \cdot 100 \%$$

Método para la utilización del instrumento en medidas diferenciales.

Dado que este método se corresponde con la calibración de un instrumento de medidas diferenciales por comparación de dos patrones conocidos, con los valores obtenidos, se calcularán los mismos parámetros que los descritos en el apartado anterior, teniendo ahora en cuenta el nuevo significado de las variables que en ellos intervienen, como se indica a continuación.

X_{cij} son las medidas de diferencias entre los dos patrones indicadas por la balanza para cada nominal

X_{oi} son los valores de las diferencias patrón para cada nominal, determinada según las indicaciones del apartado 5 siguiente.

I_{oi} son las incertidumbres de las diferencias patrón en cada punto para $k=2$, establecida en el apartado 5 siguiente.

DETERMINACIÓN DEL VALOR DE LOS PATRONES DE CALIBRACIÓN.

En este apartado se indican las expresiones para obtener los valores con sus incertidumbres correspondientes, de los patrones utilizados en la calibración descrita en los apartados anteriores de este proceso, en alguno de los casos en los que es necesario realizar composiciones o correcciones con las masas patrón, válidas tanto para trabajar en valor real como en valor convencional con nada más que particularizarlas para el caso correspondiente.

Serán las incertidumbres obtenidas según las expresiones de este apartado, las que deberán utilizarse para comprobar que es mayor de 3 la relación con la incertidumbre esperada en la balanza a calibrar conforme a lo indicado en los apartados anteriores.

En el caso de las correcciones, se podrá prescindir de su aplicación utilizando para la definición del patrón el valor y la incertidumbre certificados para las masas patrón sin más, cuando tanto la corrección como su incertidumbre sean despreciables frente a la incertidumbre propia de las masas o respecto a la esperada para la balanza, debiendo justificarse su relación.

Así mismo para realizar la estimación de las incertidumbres de las expresiones de los valores del patrón, se considera que todas las variables son independientes y que no es de aplicación la contribución de covarianzas por correlación entre ellas.

No se indican las expresiones para los casos que resultan como combinación de algunos de los que si se indican como son los casos en los que aparecen presentes en la definición del patrón composiciones con correcciones, o diferencias con composiciones y correcciones, que se deducirían a partir de las expresiones indicadas.

La terminología empleada va a ser:

x_o = valor del patrón en la calibración.

I_o = incertidumbre del patrón en la calibración.

m_{oc} = valor convencional de la masa patrón.

m_{or} = valor real de la masa patrón.

d_{mo} = densidad de la masa patrón.

I_{dm} = incertidumbre del valor de la densidad de la masa patrón.

d_a = densidad del aire.

I_{da} = incertidumbre del valor de la densidad del aire.

Valor de un patrón formado por la composición de varias masas.

$$x_o = \sum_{l=1}^P m_{0l}$$

con incertidumbre dada por

$$u_{m_o} = \sqrt{\sum_{l=1}^m u_{ml}^2}$$

Valor de una diferencia patrón formada por la composición de varias masas.

$$x_o = m_{o1} - m_{o2}$$

con incertidumbre para k=2 dada por

$$I_o = \sqrt{I_{m1}^2 + I_{m2}^2}$$

Valor del patrón corregido por el empuje del aire

www.gesdocal.es

$$x_o = m_o - m_o \cdot \frac{d_a}{d_{mo}} = m_o + C$$

con incertidumbre en forma relativa y para k=2 dada por

$$\frac{I_o}{x_o} = \sqrt{2 \cdot \left(\frac{I_{mo}}{m_o}\right)^2 + \left(\frac{I_{da}}{d_a}\right)^2 + \left(\frac{I_{dm}}{d_{mo}}\right)^2}$$

si el patrón es una diferencia, las expresiones toman una forma similar

$$x_o = m_o - m_o \cdot \frac{d_a}{d_{mo}} - m_{o2} + m_{o2} \cdot \frac{d_a}{d_{mo2}} = m_{o1} - m_{o2} + C_d$$

con incertidumbre dada

$$\frac{I_o}{x_o} = \sqrt{2 \cdot \left(\frac{I_{m01}}{m_{o1}}\right)^2 + 2 \cdot \left(\frac{I_{m02}}{m_{o2}}\right)^2 + \left(\frac{I_{da}}{d_a}\right)^2 + \left(\frac{I_{dm1}}{d_{mo1}}\right)^2 + \left(\frac{I_{dm2}}{d_{mo2}}\right)^2}$$

si la balanza es electrónica y puede ser ajustada previamente a la medida con masas patrón con la clase y material, o es mecánica con las masas internas de la adecuada

clase y material, la balanza se puede calibrar sin corregir ya que en este caso la corrección la absorbería la electrónica de la balanza por cálculo o resultaría despreciable en la mecánica, y se podría traspasar la desviación que quedara como residual a la incertidumbre. Esto es debido a que las masas empleadas para realizar la calibración serán de un material con una densidad muy parecida a la del ajuste o a las internas por lo que tendrán la misma corrección (diferencia entre las correcciones o corrección diferencial despreciable), lo mismo ocurrirá cuando se midan masas del mismo material. Al medir masas de otros materiales habrá que tener en cuenta la corrección de la forma que se indica en el apartado siguiente.

EMPLEO DE LA BALANZA CON LOS RESULTADOS DE LA CALIBRACIÓN.

Debido a que en las medidas de masa con balanzas siempre se encuentra presente la influencia del empuje del aire, y a que afecta con una magnitud diferente para cada masa según su material, esta influencia habrá que considerarla cuando se midan diferencias de masas e incluso cuando se midan masas con balanzas ajustadas o calibradas con otras masas, por ejemplo medir masas de latón con balanza calibrada con masas de acero, ya que este caso también sería como que si al medir siempre se está realizando una comparación con las masas que se utilizaron en su ajuste y calibración.

A continuación se indican como ejemplos de casos que se pueden presentar, las expresiones completas para la determinación de los valores de una masa en forma convencional o real, a partir de las indicaciones de la balanza, según se haya calibrado en valor convencional o real, como se ha visto en apartados anteriores.

En las expresiones indicadas se ha aplicado una simplificación en el caso de productos y cocientes de binomios que se aproximan a los primeros términos de su resultado.

Estas expresiones se podrán simplificar hasta incluso la indicación de la balanza sin más, en función de que la corrección y la incertidumbre de los términos que no se consideren, sean despreciables frente a la incertidumbre de la balanza en sí o frente a la incertidumbre global necesaria en la determinación, debiendo quedar justificada esa relación.

Al final se incluyen expresiones para determinar el valor con su incertidumbre de la densidad del aire que son necesarios en las determinaciones de parámetros relacionados con el patrón.

La terminología empleada va a ser:

I_b = Indicaciones de la balanza.

I = Incertidumbre de la balanza.

d_{ma} = Densidad de la masa de ajuste (calibración) de la balanza.

I_{dma} = Incertidumbre de la densidad de la masa de ajuste.

m_c = Valor convencional de la masa a determinar.

m_r = valor real de la masa a determinar.

d_m = densidad de la masa a determinar.

I_{dm} = Incertidumbre de la densidad de la masa a determinar.

d_a = Densidad del aire.

I_{da} = Incertidumbre del valor de la densidad del aire.

Obtención del valor convencional de una masa con una balanza calibrada en valor convencional.

$$m_c = I_b \cdot \left(1 - \frac{d_a}{d_{ma}}\right) \cdot \left(1 - \frac{d_a}{d_m}\right)^{-1} \cdot \left(1 - \frac{1,2}{d_{ma}}\right)^{-1} \cdot \left(1 - \frac{1,2}{d_m}\right) = \frac{I_b \cdot C_1 \cdot C_2}{C_3 \cdot C_4}$$

$$m_c = I_b \cdot \left(1 - \frac{d_a}{d_{ma}} + \frac{d_a}{d_m} + \frac{1,2}{d_{ma}} - \frac{1,2}{d_m}\right)$$

con una incertidumbre en valor relativo para k=2 de

$$\frac{I_{mc}}{m_c} = f_c(I_b, I_{d_{ma}}, I_{dm}, I_a) = \sqrt{\left(\frac{I_b}{I_b}\right)^2 + \left(\frac{I_{c1}}{C_1}\right)^2 + \left(\frac{I_{c2}}{C_2}\right)^2 + \left(\frac{I_{c3}}{C_3}\right)^2 + \left(\frac{I_{c4}}{C_4}\right)^2}$$

Obtención del valor real de una masa con una balanza calibrada en valor convencional.

$$m_r = I_b \cdot \left(1 - \frac{d_a}{d_{ma}}\right) \cdot \left(1 - \frac{d_a}{d_m}\right)^{-1} \cdot \left(1 - \frac{1,2}{d_{ma}}\right)^{-1} \cdot \left(1 - \frac{1,2}{8000}\right) = \frac{I_b \cdot C_1 \cdot C_5}{C_3 \cdot C_4}$$

$$m_r = I_b \cdot \left(1 - \frac{d_a}{d_{ma}} + \frac{d_a}{d_m} + \frac{1,2}{d_{ma}} - \frac{1,2}{8000}\right)$$

con una incertidumbre en valor relativo para k=2 de

$$\frac{I_{mr}}{m_r} = f_r(I_b, I_{d_{ma}}, I_{dm}, I_a) = \sqrt{\left(\frac{I_b}{I_b}\right)^2 + \left(\frac{I_{c1}}{C_1}\right)^2 + \left(\frac{I_{c3}}{C_3}\right)^2 + \left(\frac{I_{c4}}{C_4}\right)^2}$$

Obtención del valor convencional de una masa con una balanza calibrada en valor real.

$$m_c = I_b \cdot \left(1 - \frac{d_a}{d_{ma}}\right) \cdot \left(1 - \frac{d_a}{d_m}\right)^{-1} \cdot \left(1 - \frac{1,2}{d_m}\right) \cdot \left(1 - \frac{1,2}{8000}\right)^{-1} = \frac{I_b \cdot C_1 \cdot C_2}{C_3 \cdot C_5}$$

$$m_c = I_b \cdot \left(1 - \frac{d_a}{d} + \frac{d_a}{d_m} + \frac{1,2}{d_m} - \frac{1,2}{8000}\right)$$

con una incertidumbre en valor relativo para k=2 de

$$\frac{I_{mc}}{m_c} = g_c(I_b, I_{d_{ma}}, I_{dm}, I_a) = \sqrt{\left(\frac{I_b}{I_b}\right)^2 + \left(\frac{I_{c1}}{C_1}\right)^2 + \left(\frac{I_{c2}}{C_2}\right)^2 + \left(\frac{I_{c3}}{C_3}\right)^2}$$

Obtención del valor real de una masa con una balanza calibrada en valor real.

$$m_r = I_b \cdot \left(1 - \frac{d_a}{d_{ma}}\right) \cdot \left(1 - \frac{d_a}{d_m}\right)^{-1} = \frac{I_b \cdot C_1}{C_3} = I_b \cdot \left(1 - \frac{d_a}{d_{ma}} + \frac{d_a}{d_m}\right)$$

con una incertidumbre relativa para k=2 de

$$\frac{I_{mr}}{m_r} = g_r(I_b, I_{dma}, I_{dm}, I_a) = \sqrt{\left(\frac{I_b}{I_b}\right)^2 + \left(\frac{I_{c1}}{C_1}\right)^2 + \left(\frac{I_{c3}}{C_3}\right)^2}$$

Fórmula para la determinación de la densidad del aire recomendada por el CIPM (elaborada en 1981 y revisada en 1991), publicada en la revista Metrologia, nº 18 de 1982 y nº 1 de 1992.

$$d_a = \frac{pM_a}{ZRT} \cdot \left[1 - X_v \left(1 - \frac{M_v}{M_a}\right)\right]$$

donde:

La constante molar de los gases es:

$$R = 8,31451 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$$

La masa molar del agua es:

$$M_v = 18,015 \times 10^{-3} \text{ kg mol}^{-1}$$

La masa molar del aire seco es:

$$M_a = [28,9635 + 12,011 (X_{\text{CO}_2} - 0,0004)] \times 10^{-3} \text{ Kg/mol}$$

La fracción molar del vapor de agua es:

$$X_v = (1,00062 + 3,14p + 5,6 t^2) e^{\left(\frac{1,2378847T^2 - 1,9121316T + 33,93711047 - 6,3431645}{T}\right)}$$

Y el factor de compresibilidad:

$$Z = 1 - \frac{p}{T} [1,58123 - 2,9331t + 1,1043t^2 + (5,707 - 2,051t)X_v + (1,898 - 2,376t)]$$

p, t, h y X_{CO2} son las medidas de la presión en **P_a**, temperatura en **°C**, humedad en valor relativo (tanto por 1) y concentración de **CO₂** del aire así como la temperatura termodinámica

$$T = 273273,15 + t$$

Con incertidumbre para k=2 dada por:

cuando se mide la humedad relativa.

$$I_{da} = k \cdot 10^{-4} \sqrt{10^{-2} \cdot u_p^2 + 1,6 \cdot 10^3 \cdot u_T^2 + 8100 \cdot u_h^2 + 1,6 \cdot 10^7 \cdot u_{\text{CO}_2}^2 + 1}$$

cuando se mide la temperatura de rocío.

$$I_{da} = k \cdot 10^{-4} \sqrt{10^{-2} \cdot u_p^2 + 1,6 \cdot 10^3 \cdot u_T^2 + 9 \cdot u_{tr}^2 + 1,6 \cdot 10^7 \cdot u_{co2}^2 + 1}$$

donde:

u_p = Incertidumbre de la medida de la presión del aire para $k=1$, en Pa.

u_T = Incertidumbre de la medida de la temperatura del aire para $k=1$, en K

u_h = Incertidumbre de la medida de la humedad del aire para $k=1$, en valor relativo.

u_{tr} = Incertidumbre de la medida de la temperatura del punto de rocío del aire para $k=1$, en K.

u_{co2} = Incertidumbre de la medida del contenido de CO₂ del aire para $k=1$, en valor relativo, que como no se mide el contenido de CO₂ y se utiliza el valor de 4×10^{-4} asignándole una incertidumbre de 2×10^{-4} para $k=2$ y el término constante es la incertidumbre de la fórmula

Fórmula simplificada para la determinación de la densidad del aire.

$$d_a = \frac{1}{273 \cdot 15 + t} \left[3,4846 \cdot 10^{-3} P - 1 \cdot 3171 \cdot 10^{-3} H \left(1 \cdot 000844 + 3 \cdot 14 \cdot 10^{-8} P \right) (-289 \cdot 37) \right]$$

con incertidumbre dada por

$$I_{da} = k \cdot 10^{-4} \sqrt{10^{-2} \cdot u_p^2 + 1,6 \cdot 10^3 \cdot u_T^2 + 8100 \cdot u_h^2 + 70}$$

cuando se mide en un rango de 10 a 30 °C, 6000 a 90000 Pa y 30 a 90 % de humedad.

www.gesdocal.es



Procedimiento de calibración de balanzas monoplato is licensed under a [Creative Commons Reconocimiento-No comercial-Compartir bajo la misma licencia 3.0 España License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/3.0/es/).

Based on a work at gesdocal.es.