

Universidad Nacional de Ingeniería

Facultad de Ciencias



Trabajo de Suficiencia Profesional

**“Calibración volumétrica de recipientes metálicos de 5 galones
de clase de exactitud 0,1”**

Para obtener el título profesional de Ingeniero Físico

Elaborado por:

Jonathan Julio López García
0009-0004-9923-1120

Asesor:

Dra. María Esther Quintana Caceda
0000-0002-2677-6179

**Lima – Perú
2025**

Citar/How to cite	López García [1]
Referencia/Reference	[1] J. López García, " <i>Calibración volumétrica de recipientes metálicos de 5 galones de clase de exactitud 0,1</i> " [Trabajo de Suficiencia Profesional]. Lima (Perú): Universidad Nacional de Ingeniería, 2025.
Estilo/Style: IEEE (2020)	

Citar/How to cite	(López, 2025)
Referencia/Reference	López, J. (2025). <i>Calibración volumétrica de recipientes metálicos de 5 galones de clase de exactitud 0,1</i> . [Trabajo de Suficiencia Profesional]. Repositorio institucional Cybertesis UNI.
Estilo/Style: APA (7ma ed.)	

Dedicatoria

*A mis padres Julio y Ketty que están en el cielo, por sus enseñanzas, valores
principios, y a mi familia por el soporte.
También a los amigos que contribuyeron con su apoyo y asesoría en esta tesis.*

Resumen

En la industria del petróleo, se realizan transferencias de custodia todos los días, en las refinerías de petróleo, en el cual almacenan grandes cantidades de combustible, como también en los grifos, al momento de realizar el llenado de los tanques de combustible de los automóviles. En tal sentido es que se debe llevar a cabo un estricto control metrológico por parte de las empresas que realizan este tipo de transferencia de fluido. Como parte de su control metrológico es que los grifos realizan verificaciones constantes de los dispensadores de combustible, es por esta razón que usan recipientes volumétricos de metal llamados comercialmente seraphines cuya capacidad volumétrica es de solo 5 galones, y les sirve para verificar que estos instrumentos realicen el despacho correcto del volumen que se visualiza en su indicador. Pero para poder llevar este control es que se deberá realizar la calibración de estos recipientes volumétricos para poder determinar el error de su volumen contenido, y que ésta deberá estar dentro los márgenes permitidos según lo establecido por normativas nacionales y metrológicas, por tal motivo se implementó la calibración volumétrica de estos instrumentos.

Abstract

In the oil industry, custody transfers are made every day, in oil refineries which store large amounts of fuel, as well as in the taps, at the time of filling the fuel tanks of cars, in this sense is that a strict metrological control must be carried out by companies that perform this type of fluid transfer. As part of its metrological control is that the taps perform constant checks of the fuel dispensers, is for this reason that use metal volumetric containers called commercially seraphines whose volumetric capacity is only 5 gallons, and serves to verify that these instruments perform the correct dispatch of the volume displayed on its indicator. But to be able to carry out this control is that the calibration of these volumetric containers must be carried out to determine the error of its contained volume, and that this must be within the margins allowed according to the established by national and metrological regulations, for such reason the volumetric calibration of these instruments was implemented.

Tabla de Contenido

Resumen	iv
Abstract	v
CAPITULO I: INTRODUCCIÓN	1
1.1 Resumen y antecedentes	1
1.1.1 Resumen	1
1.1.2 Antecedentes	2
1.2 Objetivos Generales y Específicos	2
1.2.1 Objetivo General	2
1.2.2 Objetivo Específico	3
1.3 Importancia para la implementación de estos procedimientos de calibración	3
CAPÍTULO II: FORMULACIÓN DEL PROBLEMA	4
2.1 Problema general y Específico	4
2.1.1 Problema General	4
2.1.2 Problema Específico	5
2.2 Hipótesis General y Específico	6
2.2.1 Hipótesis General	6
2.2.2 Hipótesis Específico	7
CAPÍTULO III: REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	8
3.1 Marco Teórico	8
3.1.1 Bases teóricas de la metrología	8
3.1.2 Fundamento teórico de los métodos de calibración	18
3.2 Marco Conceptual	26
CAPÍTULO IV: MÉTODO Y MATERIALES	29
4.1 Procedimiento de calibración por el Método Volumétrico	29
4.1.1 Equipos y materiales usados para el método volumétrico	29
4.1.2 Proceso de calibración	32
4.1.3 Modelo Matemático	36

4.1.4	Cálculo de incertidumbre de medición del volumen medido	39
4.1.5	Presupuesto de incertidumbre del modelo matemático	51
4.2	Procedimiento de calibración por el Método Gravimétrico	53
4.2.1	Equipos y materiales usados para el método gravimétrico	53
4.2.2	Condiciones de calibración	54
4.2.3	Proceso de calibración	55
4.2.4	Modelo Matemático	57
4.2.5	Cálculo de incertidumbre	59
4.2.6	Presupuesto de incertidumbre del modelo matemático	70
CAPÍTULO V: RESULTADOS Y ANÁLISIS		72
5.1	Datos obtenidos para el procedimiento de calibración de un medidor volumétrico de clase de exactitud 0,1 para la validación del método	72
5.2	Datos obtenidos para el procedimiento de calibración de medidores volumétricos por método gravimétrico	81
5.3	RESULTADOS COMERCIALES OBTENIDOS Y PROYECCIÓN	90
CONCLUSIONES		92
RECOMENDACIONES		93
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS		94
ANEXOS		96

LISTA DE TABLAS

Tabla 1	Clases de exactitud de los medidores volumétricos metálicos	20
Tabla 2.	Clase de exactitud de las balanzas.	26
Tabla 3.	Valores de incertidumbre estándar para factores adicionales	51
Tabla 4.	Presupuesto de incertidumbre para calibrar un medidor volumétrico de 5 galones.	52
Tabla 5.	Incertidumbre estándar de la densidad del agua (g/cm^3).....	64
Tabla 6.	Presupuesto de incertidumbre para la calibración de un M.V. de 5 galones	70
Tabla 7.	Valores de la temperatura del agua en M.V.P y M.V.C.	72
Tabla 8.	Resultados del certificado de calibración del medidor volumétrico patrón.	74
Tabla 9	Resultados obtenidos en cada una de las mediciones realizadas al M.V.C.....	77
Tabla 10.	Volumen, corrección e incertidumbre obtenidos del M.V.C. por el laboratorio evaluado.....	79
Tabla 11.	Volumen, corrección e incertidumbre obtenidos del M.V.C. por el laboratorio referente.....	79
Tabla 12.	Resultados obtenidos en la calibración del medidor volumétrico PT-MVOL-02.....	82
Tabla 13.	Instrumento a evaluar	83
Tabla 14.	Resultados obtenidos por ambos laboratorios de calibración.	83
Tabla 15.	Datos obtenidos en las calibraciones del medidor PT-MVOL-02	85
Tabla 16.	Obtención del rango.....	85
Tabla 17.	Prueba t para dos muestras suponiendo varianzas iguales.....	88
Tabla 18	Proyección comercial para el año 2025 debido a la acreditación del procedimiento implementado.	90

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Diferentes diseños de medidores patrones	22
Figura 2.	Diferentes diseños de tanques de prueba.	23
Figura 3	Diferentes diseños de tanques de prueba de clase de exactitud 0,2 y 0,5.	24
Figura 4.a	Vista frontal del termómetro digital PT-TDIG-01	30
Figura 4.b	Vista posterior del termómetro digital PT-TDIG-01	30
Figura 5.	Medidor volumétrico patrón de clase de exactitud 0,02 y código de identificación PT-MVOL-02	31
Figura 6.	Pipeta graduada de código de identificación PT-PIPE-01.	32
Figura 7.	Balanza digital PT-BALD-11 cuya división mínima es de 0,1 g.	54
Figura 8	Interpolación de los resultados de calibración del termómetro digital patrón.....	74
Figura 9.	Prueba de normalidad de los valores de volumen obtenidos en la calibración del MV.C.	78
Figura 10.	Prueba de normalidad de los resultados obtenidos en la calibración del PT-MVOL-02	82
Figura 11	Prueba de normalidad de los datos obtenidos por el operador A.	87
Figura 12	Prueba de normalidad de los datos obtenidos por el operador B.	88
Figura 13	% de Participación de Venta Anuales por Servicios de Calibración de M.V.M. (Enero- Setiembre)	91

CAPITULO I: INTRODUCCIÓN

1.1 Resumen y antecedentes

1.1.1 Resumen

La presente investigación detalla el proceso de implementación que se desarrolló en una empresa de metrología para la acreditación de calibración de medidores volumétricos,

Los métodos de calibración que son ampliamente usados por las empresas de metrología en el país, para el proceso de calibración de los medidores volumétricos metálicos son los métodos volumétrico y gravimétrico. Pero para elegir el método a usar, se deberá tener en consideración parámetros de exactitud requerida por parte del instrumento bajo calibración, instrumentos patrones que servirán para brindar la trazabilidad deseada, competencia del personal para realizarla calibración, y también los demás requerimientos que las directrices del Instituto Nacional de la Calidad y la norma ISO/IEC 17025:2017 hace mención.

En el desarrollo del informe de tesis, se podrá apreciar que los medidores metálicos de cuello graduado son ampliamente usados en la comprobación de dispositivos instalados en los sistemas de medición que se usan para distribución de combustible de tal modo que estos puedan cumplir con ciertos requisitos técnicos y comerciales. El uso de estos instrumentos en todos los niveles apropiados de fabricación, distribución e inspección de volumen ayudara a promover la precisión y uniformidad requerida en el comercio.

En el desarrollo de este informe, también se tratará temas relacionados a la construcción, fabricación de medidores volumétricos de metal que son usados para contener y entregar y que cumplan especificaciones técnicas suministradas por normas nacionales establecidas por el Instituto Nacional de la Calidad las cuales adaptaremos para aprobación de modelo y clasificación de clase para este tipo de

instrumentos.

1.1.2 Antecedentes

En el mundo de la metrología el uso de medidores volumétricos metálicos se ha dado con mayor frecuencia, para el almacenamiento de productos tales como el vino, leche, alcohol y disoluciones de alcohol y agua, para el uso de controles metrológicos y verificación e inspección de medidores de agua de uso doméstico, verificación de tanques volumétricos verticales, horizontales y cisternas, en diferentes industrias, petroleras y alimentarias.

En el Perú, el ente regulador INACAL, exige que estos instrumentos de almacenamiento y medida deban ser calibrados para poder llevar un mejor control metrológico de los productos y puedan tener una mejor confiabilidad en las mediciones, para lo cual deberán ser calibrados por entidades acreditadas, llevando así a una gran competencia comercial y una carrera por obtener la acreditación bajo la norma ISO/IEC 17025.

La acreditación que otorga el INACAL cuenta con el reconocimiento del ILAC (Cooperación Internacional de Acreditación de Laboratorios), esta es para desarrollar y facilitar un comercio seguro mediante la promoción de la aceptación de calibraciones acreditadas.

1.2 Objetivos Generales y Específicos

1.2.1 Objetivo General

Desarrollar un procedimiento interno para la calibración de medidores volumétricos metálicos por el método volumétrico que ofrezca mayor productividad económica en la industria de la metrología.

1.2.2 Objetivo Especifico

- Desarrollar un procedimiento para la calibración volumétrica de un medidor de clase de exactitud 0.1 y gravimétrica de un medidor de clase de exactitud 0,02.
- Validar el procedimiento para la calibración de medidores volumétricos metálicos por el método volumétrico y gravimétrico para obtener la acreditación ante el INACAL, tal como indica las directrices de acreditación.
- Determinar la incertidumbre de medición para procedimientos de calibración de medidores volumétricos metálicos mediante el método gravimétrico y volumétrico.

1.3 Importancia para la implementación de estos procedimientos de calibración

La importancia para la implementación de estos procedimientos de calibración, radican en los requerimientos comerciales que el área de ventas tuvo en los últimos 9 meses, y bajo el estudio mercadológico que se realizó para poder concretar que era indispensable la implementación de estos dos procedimientos para después realizar su póstuma acreditación.

CAPÍTULO II: FORMULACIÓN DEL PROBLEMA

2.1 Problema general y Específico

2.1.1 Problema General

En la actualidad existen demasiadas empresas de metrología en el país como: ANALYTICAL LABORATORY E.I.R.L, LO JUSTO S.A.C, otros.; varias de ellas acreditadas bajo la norma ISO/IEC 17025, algunas en proceso de acreditación y otras que aún no tienen acreditación en dicha norma. Pero la mayoría de ellas tienen una particularidad que los hace común, que siempre buscan la acreditación en magnitudes como masa, temperatura y presión volviendo estas magnitudes como las más comunes y fáciles de acreditar, hablando de forma metrológica.

En la empresa KOSSODO METROLOGIA S.A.C (KOSSOMET) en donde actualmente trabajo, tiene acreditado bajo la norma ISO/IEC 17025 ante el INACAL las magnitudes de masa, temperatura, presión y pequeños volúmenes, y comercialmente , existe demasiada competencia, esto provoca que los costos económicos no sean del todo favorables, por esta razón, y también por el requerimiento constante de los servicios de calibración de medidores volumétricos metálicos, por ello se implementará un procedimiento de calibración de estos instrumentos, debido a que en la actualidad son dejados de lado por parte de las instituciones particulares de metrología.

En la actualidad, solo existen 4 empresas que dentro de su rubro prestan este servicio acreditado, y que por la norma NMP 009:1999 Sistemas de medición para líquidos distintos al agua: Medidores Volumétricos Patrones; estos instrumentos deben ser calibrados por entidades acreditadas, esto se hace porque estos medidores sirven para el control metrológico de los contómetros volumétricos que son muy usados en la industria del petróleo para la transferencia de custodia.

El problema general de la empresa es que no se ha desarrollado la implementación de un procedimiento para la calibración de medidores volumétricos metálicos, a pesar de que existen demasiados requerimientos por parte de nuestros clientes, que solicitan que calibremos sus instrumentos. Al no tener implementado este servicio ocasiona que no se generen más ingresos a la empresa, y nos deja fuera de la competencia metrológica que existe en nuestro país, es la implementación a la que se tiene que someter la empresa para generar más ingresos, rentabilidad y poder ser más competitivo en el campo de la metrología.

2.1.2 Problema Específico

Como se observará en el presente informe, el proceso de calibración de medidores volumétricos metálicos de clase de exactitud 0,1 serán calibrados por un tipo de medidor cuya característica metrológica cumpla la regla de oro de la metrología, esta es, que la clase de exactitud del medidor volumétrico patrón un tercio de la clase de exactitud del instrumento que se va a calibrar, en términos matemáticos, significa lo siguiente:

$$Clase\ del\ patrón \leq \frac{1}{3} Clase\ del\ I.B.C.$$

Donde:

I.B.C. : Instrumento Bajo Calibración

Como se logra apreciar en la formula, al implementar un procedimiento para calibrar medidores volumétricos metálicos de clase de exactitud 0,1 entonces deberemos tener un patrón cuya clase de exactitud sea:

$$Clase\ del\ patrón \leq \frac{1}{3} * (0,1) = 0,0\hat{3}$$

Por lo tanto, se requerirá un patrón que tenga una clase de exactitud igual a 0,03. En la actualidad en la compañía de metrología KOSSOMET, se recomendó adquirir un medidor volumétrico cuya clase de exactitud sea igual a 0,02 que es mucho menor que la requerida según la ecuación anterior.

Pero existe una interrogante ante la adquisición de este tipo de medidor volumétrico, ¿Existe un método que permita calibrar este tipo de medidores volumétricos?

En la actualidad muchas de las empresas de Metrología que se dedican a brindar servicios de calibración de medidores volumétricos metálicos de clase 0,1 deberán tener como patrón a un medidor de clase 0,02. No solo esas empresas, sino también aquellas que brindan servicio de cubicación de tanques, las empresas cubicadoras. Por lo tanto, se presenta una nueva problemática, y es la razón por la cual se tienen objetivos específicos.

Muchos de estas empresas cuentan con estos tipos de medidores de buena clase, sin embargo, no existe en el mercado demasiada competencia para brindar este tipo de servicio, se especificaría que es un tipo de negocio algo descuidado en el país, por eso es el motivo de que se generen nuevas pérdidas que la empresa cuantifica cada mes cuando otras empresas de metrología y cubicación requieren el servicio de calibración de sus medidores de clase 0,02.

2.2 Hipótesis General y Específico

2.2.1 Hipótesis General

Es factible desarrollar un procedimiento de calibración interno por parte de la empresa para poder calibrar estos medidores volumétricos usados en diferentes ámbitos de la industria, de tal modo que se pueda también desarrollar otro procedimiento que calibre estos medidores volumétricos patrones de mayor exactitud.

2.2.2 Hipótesis Específico

- Es factible determinar las correcciones de estos instrumentos de medida volumétrica, considerando objetivamente todas las posibles fuentes de error de los instrumentos patrones usados para dicho proceso.
- Es factible que el procedimiento propio indique los pasos a seguir para desarrollar efectivamente el proceso de calibración que se realizarían en el cliente así como en el laboratorio de calibración.
- Es factible que, una vez realizado todo el proceso de implementación de ambos procedimientos, se pueda obtener la acreditación ante el INACAL (Instituto Nacional de la Calidad).

CAPÍTULO III: REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

3.1 Marco Teórico

3.1.1 Bases teóricas de la metrología

Metrología

La metrología es una rama de la física, y es considerada como la ciencia de las mediciones y como tal estas consideran: desarrollo de un procedimiento, el cálculo de la incertidumbre y los errores de medición en su campo de medida.

La tarea de la metrología consiste incluye la preparación de una base teórica para el sistema de unidades de medida asociadas con todas las cantidades físicas mensurables; creando métodos para reproducir estas unidades de medida, con la exactitud máxima que se logra con el tiempo. Las investigaciones en la rama de la teoría de los errores, estimación de la incertidumbre en las mediciones, las transmisiones de las unidades son otras de las cosas que también entran en el campo de la metrología.

Por otro lado, la industria demanda cada vez más poder realizar mediciones más confiables, seguras y oportunas, ello por lo tanto obliga a la perfección el desarrollo continuo de los instrumentos de medición, así como los métodos y procedimientos de medición a emplear.

Por esta razón, la metrología no puede limitarse solo a investigaciones puramente científicas, en principio, los más importantes resultados de estas investigaciones deben ser llevados hasta una realización práctica.

Calibración

Es el proceso de comparación entre las indicaciones de dos instrumentos que miden la misma magnitud, siendo uno de ellos el instrumento a evaluar contra un instrumento patrón cuya indicación es el valor referencial, y estos valores serán reportados en un documento llamado certificado de calibración. (Anexo A)

Una forma de expresar la calibración es como una función de calibración, declaración, grafico de calibración, curva de calibración o también mediante una tabla de calibración. En algunos casos, los valores obtenidos durante calibración se pueden sumar o multiplicar por los valores medidos con su correspondiente incertidumbre. En ocasiones se confunde la calibración con el ajuste, estos son dos términos totalmente diferentes, ya que el primero hace referencia a la diferencia entre el valor medido y el valor convencionalmente verdadero, y el segundo hace referencia a llevar el valor medido más cercano al valor convencionalmente verdadero. (Vocabulario Internacional de Metrología, 2012, p. 37)

Verificación intermedia

En el campo de la metrología, como parte del aseguramiento metrológico, se requiere que los patrones usados en los procesos de calibraciones pasen por un proceso de verificación y que estos cumplan con ciertos criterios específicos del fabricante, o cumplan con algún requerimiento de una norma metrológica. El proceso de comprobación intermedia es usado frecuentemente en la metrología legal debido a que se establece la conformidad de estos resultados, y estas a su vez se plasman en un documento denominado informe de verificación. Deberá quedar claro que no toda verificación es una validación, ya que para este último se requiere de más criterios metrológicos que se verán más adelante. (Vocabulario Internacional de Metrología, 2012, p. 39)

Incertidumbre de medida

La incertidumbre de medida es un valor no negativo el cual no es medido, por el contrario, es una estimación que se calcula del modelo matemático al cual se refiere a los resultados de medición que describe la dispersión del valor medido.

Establecer un parámetro como la desviación típica, en el cual la incertidumbre se denominaría incertidumbre típica, o un múltiplo de ella, o también la media amplitud de un intervalo con una probabilidad de cobertura dada.

La resolución de un instrumento de medida o también la especificación técnica del fabricante se conoce como media amplitud (manuales de equipos, parámetros máximos de tolerancia u otros)

Debemos entender que la incertidumbre de la medición consta de muchos factores que afectan el sesgo de medición.

Los componentes generales de la incertidumbre de la medición se dividen en tipo A y tipo B.

En forma general se debe entender que la incertidumbre asociada a una medición es única e invariable, y que cualquier alteración que se haga en el proceso de medición para obtener el valor medido, exigirá de un cambio en la estimación de la incertidumbre de medida. (Vocabulario Internacional de Metrología, 2012, p. 34)

Incertidumbre tipo A

La evaluación de la incertidumbre de mediciones tipo A es el resultado del análisis estadístico de valores luego de una medición, bajo determinadas condiciones. El método más común para determinar la incertidumbre de este tipo de medición es por medio de la varianza experimental de las observaciones ejecutadas durante la medición. El modelo matemático de este tipo de evaluación de incertidumbre se obtiene por la esperanza matemática de una magnitud que variable aleatoria (al azar), la cual se ha obtenido de una serie de n observaciones

independientes bajo las mismas condiciones de medición. (Vocabulario Internacional de Metrología, 2012, p. 35)

$$\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n q_k,$$

donde:

$\bar{q}$: Valor medio de las n mediciones (media aritmética, esperanza matemática).

n : Número de mediciones realizadas en el proceso de medición.

q_k : Observaciones independientes.

Una vez obtenida la esperanza matemática, se procede a calcular la desviación típica estándar s de las observaciones independientes q_k , de la siguiente forma:

$$s(q_k) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^n (\bar{q} - q_k)^2}.$$

La evaluación de la incertidumbre del tipo A es, por lo tanto:

$$U_A = \frac{s(q_k)}{\sqrt{n}}$$

Incetidumbre tipo B

La evaluación de incertidumbre se obtiene de manera diferente al análisis estadístico de una serie de observaciones, se obtiene a través de decisión científica basada en toda la información disponible acerca de la variabilidad de la magnitud bajo estudio, como: , especificaciones de fábrica, resultados anteriores, deriva, datos de certificados de calibración anteriores, incertidumbres asignados a valores de referencia procedentes de libros y manuales. Para la evaluación de este tipo de incertidumbre es modelo matemático es variable. (Vocabulario Internacional de Metrología, 2012, p. 35)

Incetidumbre típica combinada de medida

Se denomina esta incertidumbre una la combinación de las incertidumbres típicas individuales de cada componente asociados a las magnitudes de entrada de

un modelo establecido, las cuales son estándares del tipo A y del tipo B. Su valor es la raíz cuadrada de la suma de los cuadrados de cada término, siendo esto, las varianzas y covarianzas de dichas magnitudes. Esta incertidumbre típica combinada es expresada como $u_c(y)$, y depende de cada componente de entrada de las incertidumbres $u(x_i)$. Y se expresa matemáticamente de la siguiente manera: (Vocabulario Internacional de Metrología, 2012, p. 36)

$$y = f(x_1; x_2; \dots; x_n),$$

Incetidumbre típica relativa de medida

Este tipo de incertidumbre relaciona la incertidumbre típica combinada con el valor absoluto del valor medido. Esta incertidumbre típica relativa es la más usada en la metrología de grandes volúmenes y flujo. (Vocabulario Internacional de Metrología, 2012, p. 36)

Factor de cobertura

Es un número mayor a 1 que multiplica una incertidumbre típica combinada para obtener una incertidumbre expandida. Normalmente usa el símbolo k , y se obtiene a partir de los grados de libertad efectivos que se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1

Relación de los grados de libertad con el factor de cobertura

v_{eff}	1	2	3	4	5	6	7	8	10	20	50	∞
k	13,97	4,53	3,31	2,87	2,65	2,52	2,43	2,37	2,28	2,13	2,05	2,00

Nota: La notación v_{eff} representa los grados efectivos de libertad, y la notación k representa el factor de cobertura. (Vocabulario Internacional de Metrología, 2012, p. 37)

Incertidumbre expandida de medida

Esta incertidumbre es la incertidumbre global, se obtiene de multiplicar el factor de cobertura k y la incertidumbre típica combinada $u_c(y)$. La incertidumbre expandida es un valor estimado, el cual define un intervalo con nivel de confianza de la medición. La fórmula matemática para el cálculo es: (Vocabulario Internacional de Metrología, 2012, p. 36)

$$U = k * u_c(y),$$

donde:

U : Incertidumbre expandida.

k : Factor de cobertura.

$u_c(y)$: Incertidumbre típica combinada.

Tipo de distribuciones

Antes de realizar la combinación de contribuciones de la incertidumbre que presentan distribuciones de probabilidad diferentes, es necesario que se conozcan las incertidumbres iniciales como distribuciones estándar. Con ello se determina la distribución estándar establecida a cada origen de incertidumbre. Existen tres tipos de distribuciones, normal, rectangular y triangular.

Distribución Normal

Llamado también como distribución Gaussiana cuya función de densidad es dado por:

$$f(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{\frac{-(x-\mu)}{2\sigma^2}}$$

Donde: $-\infty < x < +\infty$

Con parámetros: $-\infty < \mu < +\infty$ y $\sigma > 0$

Este tipo de distribución son los más usados en la estadística aplicada. En la Metrología esta distribución ayuda a determinar el comportamiento de un grupo de datos en torno a un valor central. (Norma Metrológica Peruana NTP-ISO 3534-1, 2015, p. 62)

Distribución Rectangular

Es un tipo de distribución continua la cual tiene la siguiente función de densidad:

$$f(x) = \frac{1}{b - a}$$

Donde: $a \leq x \leq b$

La media para este tipo de distribución uniforme es:

$$\bar{x} = \frac{a + b}{2}$$

En la Metrología este tipo de distribución es usado para la determinación de incertidumbre que depende de la resolución o deriva del instrumento de medición. (Norma Metrológica Peruana NTP-ISO 3534-1, 2015, p. 62)

Error Máximo Permitido (E.M.P.)

Se define como el valor extremo del error de medida respecto al valor referencial conocido, este E.M.P. está reglamentado por algunas normas metrológicas y/o por especificaciones del fabricante del instrumento de medición o sistema de medida. (Vocabulario Internacional de Metrología, 2012, p. 51)

Error de medida

En la metrología el error de medida es la relación matemática que se da por la diferencia entre el valor medido de una magnitud y un valor de referencia, este valor de referencia puede ser la indicación del patrón de medida, un valor convencional,

o conjunto de valores verdaderos medidos, cuyo error e incertidumbre de medida son conocidos, los mismos que se usan para las calibraciones. (Vocabulario Internacional de Metrología, 2012, p. 32)

Error sistemático de medida

Procede de una acumulación por mediciones repetidas, pudiendo ser constante o variar de forma predecible. Para este error sistemático, se considera el valor de referencia, el cual tiene una incertidumbre despreciable. Las causas que producen este error sistemático podrían en algunos casos, ser conocidos o no, y la forma de compensar el error es estableciendo una corrección a la medición realizada. (Vocabulario Internacional de Metrología, 2012, p. 32)

Principio de medida

Un fenómeno físico o químico es considerado como base para realizar la medición. (Vocabulario Internacional de Metrología, 2012, p. 28)

Procedimiento de calibración

Es un conjunto de pasos a seguir por el metrólogo, para poder realizar un proceso de medición, la cual referencia un principio de medida y un método estandarizado (normalizado). Este documento incluye los cálculos matemáticos necesarios para poder obtener el resultado de medida. (Vocabulario Internacional de Metrología, 2012, p. 28)

Resultado de medida

Se obtiene de una medición que incluye valores correspondientes a una mejor estimación de la medición y su estimación de incertidumbre. Lo más usado

para representar el resultado de una medida, es un valor único acompañado de la incertidumbre de medida.

En os casos en la que incertidumbre es despreciable, solo se representa el resultado de medida como un valor único medido. Esta es la forma más adoptada en diferentes ámbitos de las industrias, ya que consideran la incertidumbre de medida despreciable frente al resultado de medida obtenido. (Vocabulario Internacional de Metrología, 2012, p. 29)

Magnitud

Es un rasgo característico de un fenómeno físico, químico y biológico, de un objeto o sustancia, expresada cualitativa y cuantitativamente mediante números y referencia, que puede ser una combinación del procedimiento de medida, la unidad de medida, material de referencia o de forma separada. Varias referencias establecen símbolos a las magnitudes. No olvidar que la magnitud que se define en este trabajo hace referencia a una magnitud del tipo escalar, sin embargo, existen magnitudes vectoriales, tales como la fuerza, el campo eléctrico y magnitudes tensoriales. (Vocabulario Internacional de Metrología, 2012, p. 15)

Mensurando

El mensurando es establece como la magnitud que se medirá cuando se realiza la calibración o cualquier tipo de medición. Para poder especificar el mensurando, se debe tener conocimiento de la naturaleza de la magnitud a medir, de la descripción del fenómeno del cuerpo o sustancia, y todos los componentes que se presentan en el momento de realizar las mediciones, las cuales pertenecen a las propiedades de dicha magnitud a medir. (Vocabulario Internacional de Metrología, 2012, p. 27)

Unidad de medida

Se define como la comparación de dos magnitudes de la misma naturaleza expresada mediante un número. Las magnitudes que tienen la misma dimensión se designan con el mismo nombre y símbolo. (Vocabulario Internacional de Metrología, 2012, p. 18)

Exactitud de medida

Se relaciona a la cercanía que se tiene en la medición de un valor, respecto al valor verdadero de la medida. La forma más convencional que se usa en la metrología para representar la exactitud de medida es mediante el error, se dice que cuanto más pequeño es el error de media, entonces la medición es más exacta. (Vocabulario Internacional de Metrología, 2012, p. 31)

Clase de exactitud

Categoría de instrumento de medición que cumplen ciertos requisitos metrológicos destinados y están diseñados para mantener límites especificados. Una clase de exactitud es habitualmente indicada por un número o símbolo adoptado por convención y llamado índice de clase. (Vocabulario Internacional de Metrología, 2012, p. 31)

Precisión de medida

Este término se refiere a la proximidad de mediciones que se obtiene de un conjunto de mediciones, de un mismo objeto o fenómeno, bajo ciertas condiciones determinadas. La forma matemática más convencional de representar la precisión de una medida es mediante la dispersión de datos, tales como la desviación típica, la varianza o el coeficiente de variación. (Vocabulario Internacional de Metrología, 2012, p. 31)

Validación de Método

Proceso para corroborar que dicho método cuenta con la capacidad consistente para el uso adecuado en aplicaciones requeridas y evaluar su desempeño. El proceso de validación consiste en la comprobación que dicho procedimiento cumpla con los requerimientos metrológicos que se requiere para el uso previsto. Dicho cumplimiento deberá ser dado por ciertos parámetros técnicos tales como la veracidad, precisión y robustez. (La adecuación al uso de los métodos analíticos EURACHEM, 2016, p. 8)

Verificación de Métodos

La verificación del método consiste en la aportación objetiva que cierto procedimiento cumple los requerimientos técnicos metrológicos que se necesita para el desarrollo y uso del procedimiento para la calibración de ciertos equipos de medición. (La adecuación al uso de los métodos analíticos EURACHEM, 2016, p. 8)

Organismo Evaluador de la conformidad (OEC)

Es un organismo que se encarga de desarrollar actividades de evaluación de la conformidad, estos organismos los laboratorios de ensayo, calibración, muestreo, inspección las cuales pueden ser sujetos de acreditación. (Criterios para la trazabilidad de las mediciones – DA-acr-12D, 2018, 3)

3.1.2 Fundamento teórico de los métodos de calibración

Método Volumétrico

Este método consiste en la determinación volumétrica del instrumento bajo calibración, para lo cual se usará un medidor volumétrico de referencia (patrón

volumétrico cuya clase de exactitud metrológica es superior a la clase de exactitud metrológica del medidor a calibrar). La determinación volumétrica del instrumento bajo calibración se realiza por dos formas, siendo la primera, por transferencia volumétrica del instrumento patrón a una temperatura de referencia hacia el instrumento volumétrico a calibrar. Y la segunda forma de calibración es por el volumen contenido en el medidor volumétrico de referencia el cual es entregado por el medidor volumétrico a calibrar, esta forma de calibrar es por drenado gravimétricamente o por presión de aire.

Para ambas formas de calibración se deberá usar como líquido neutral el agua potable, esto es porque es más usado para mediciones volumétricas referenciales. (NMP-009 “Sistemas de Medición para líquidos distintos al agua: Medidores Volumétrico”, 1999, p. 3)

Método Gravimétrico

Este método consiste en la determinación volumétrica del medidor bajo calibración de forma indirecta usando los parámetros de masa y densidad del líquido de prueba, el cual se establecerá correcciones correspondientes al volumen, para lo cual se deberá considerar las condiciones ambientales de temperatura ambiental, humedad relativa y presión atmosférica en el ambiente donde se desarrolla las mediciones.

El proceso de medición consiste en el pesado del instrumento bajo calibración (o el contenedor donde descargara el medidor volumétrico a calibrar) vacío y luego lleno, considerando la correcta lectura del dispositivo indicador de volumen del instrumento a calibrar. El líquido utilizado para este método es generalmente agua destilada, cuya conductividad eléctrica deberá ser menor a 4 $\mu\text{S/cm}$. (ISO 4787, 2021, p.2)

Clases de exactitud de los medidores volumétricos metálicos

En el mundo de la metrología de grandes volúmenes, los medidores volumétricos se clasifican de acuerdo con sus errores máximos permitidos y la incertidumbre de medida, de tal modo que esta deberá estar dentro de un quinto del error máximo permitido (E.M.P.) en los ensayos de aprobación de modelo y dentro de la tercera parte del error máximo permitido para los ensayos de verificación de este.

Para la determinación de la incertidumbre de medida del medidor volumétrico a calibrar se deberán tomar en consideración los aportes por parte del instrumento patrón, termómetros digitales, también de instrumentos de condiciones ambientales, y por parte del instrumento bajo calibración.

A continuación, se muestra la tabla .1 en el cual se podrá apreciar las clases de exactitud de los medidores volumétricos con sus respectivas incertidumbres. (NMP-009 “Sistemas de Medición para líquidos distintos al agua: Medidores Volumétrico”, 1999, p. 3)

Tabla 1

Clases de exactitud de los medidores volumétricos metálicos

Clase de exactitud del medidor volumétrico a calibrar	Incertidumbre de cada medidor volumétrico patrón
0,1	$\leq 0,03$
0,2	$\leq 0,06$
0,5	$\leq 0,16$

Nota: El símbolo $\leq$ indica que la incertidumbre de medición del medidor volumétrico patrón usado deberá ser al valor indicado en la tabla 1. (PC-003 Procedimiento de calibración de medidores volumétricos metálicos - Método Volumétrico, 2000, p. 4)

Diseños de medidores volumétricos metálicos

Los medidores volumétricos metálicos son diseñados como instrumentos contenedores de volumen líquido, tales como el agua, leche, vino, alcohol en agua,

o derivados de petróleo. Los medidores volumétricos patrones se clasifican diseños, estos debido a los diferentes usos que se darán. Siendo los medidores de clase 0,1 los más usados en la industria del petróleo, y en lo que más se centra este informe, se pasara a detallar el diseño del medidor volumétrico de clase de exactitud 0,1. Existen los medidores volumétricos patrones y los tanques de prueba. (NMP-009 “Sistemas de Medición para líquidos distintos al agua: Medidores Volumétrico”, 1999, p. 3)

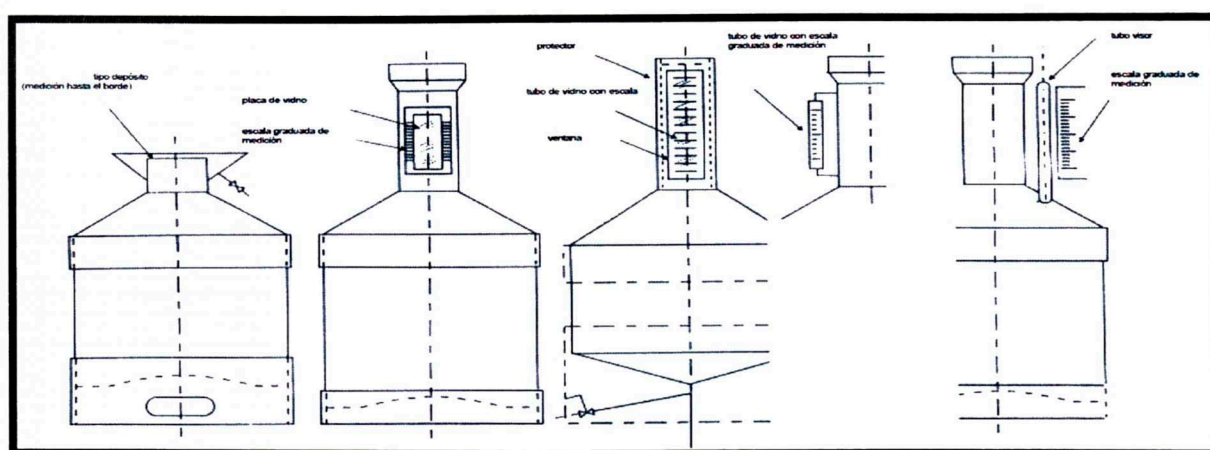
- **Medidores Patrones**

Los medidores patrones deberán tener un cuello suficientemente grande para poder evitar los diferentes problemas del entrapamiento del líquido, aire, vapor, para efectos de limpieza del medidor. A su vez también deberán ser de un tamaño pequeño de tal manera que pueda tener la sensibilidad correcta, esta es para poder presenciar cualquier cambio en el nivel del líquido. Una forma de corroborar que el medidor volumétrico patrón tiene la sensibilidad correcta es que, si una diferencia del nivel del volumen añadida deberá ser de 2 mm, de tal modo que esta diferencia volumétrica sea igual al error máximo permitido del medidor volumétrico patrón y que dicho ancho de las marcas no sobrepase la quinta parte de la longitud de una división de escala. El medidor volumétrico patrón estará provisto de una escala graduada, de tal modo que las marcas graduadas de la escala deberán el volumen nominal con un incremento de hasta el 1% de dicho volumen y con un decremento de hasta -1% del volumen nominal, estas marcas deberán ser visibles en la escala de vidrio que contiene el medidor volumétrico patrón, en caso no se presente estas marcas en tubo visor, entonces se podrá instalar una placa metálica inoxidable a prueba de corrosión en la cual se pueda imprimir los niveles graduados de la escala. Dicha escala podrá ser desplazable hacia arriba o hacia abajo Figura.1 de tal modo que permita el ajuste del volumen

nominal del medidor volumétrico patrón. Éstas marcas de escala sobre la placa metálica deberán estar grabadas en ambos lados del tubo visor. Se considerará que el diámetro del tubo visor es suficientemente grande para asegurar que la capilaridad no introduzca incertidumbres adicionales. El tipo más usado como tubo visor para la lectura del menisco es el tipo boro silicato. (NMP-009 “Sistemas de Medición para líquidos distintos al agua: Medidores Volumétrico”, 1999, p. 3)

Figura 1

Diferentes diseños de medidores patrones



Nota. Tomado de la norma NMP-009 “Sistemas de Medición para líquidos distintos al agua: Medidores Volumétrico”

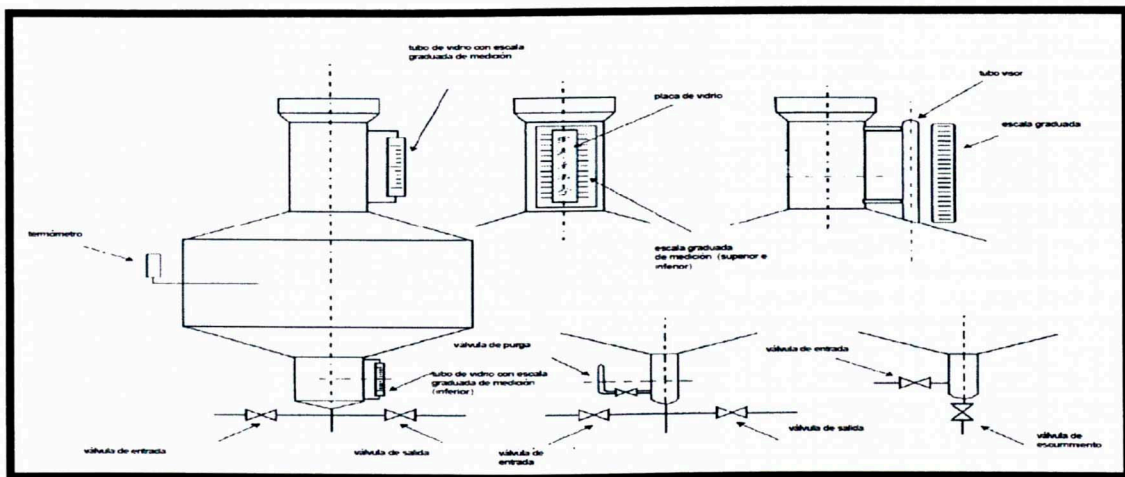
- **Tanques de prueba**

Los tanques de prueba son recipientes que contienen válvulas de descarga o válvulas de evacuación en la parte inferior del cuerpo principal, estos tanques deberán estar diseñados de tal manera que en la parte inferior contengan un cuello con un tubo visor que permita realizar el ajuste en cero del tanque de prueba. Los requerimientos técnicos antes descritos, tal como se describió para los medidores volumétricos patrones, también deberán cumplirse para este tipo de tanques de prueba. El cuello visor deberá tener placas de vidrio o tubos de

vidrio fijados al cuello de tal modo que permita grabar las marcas de la escala correspondientes a su capacidad nominal y considerando la variación volumétrica de al menos el 1 % de su volumen nominal. Estos tanques deberán tener un sistema que permita la medición de la temperatura interna del líquido contenido en su estructura, este tipo de sistema podría ser un termo pozo y/o penetradores termométricos y esta deberá llegar al centro geométrico del tanque de prueba tal como indica la figura 2. (NMP-009 “Sistemas de Medición para líquidos distintos al agua: Medidores Volumétrico”, 1999, p. 4)

Figura 2.

Diferentes diseños de tanques de prueba.



Nota. Tomado de la norma NMP-009 “Sistemas de Medición para líquidos distintos al agua: Medidores Volumétrico”

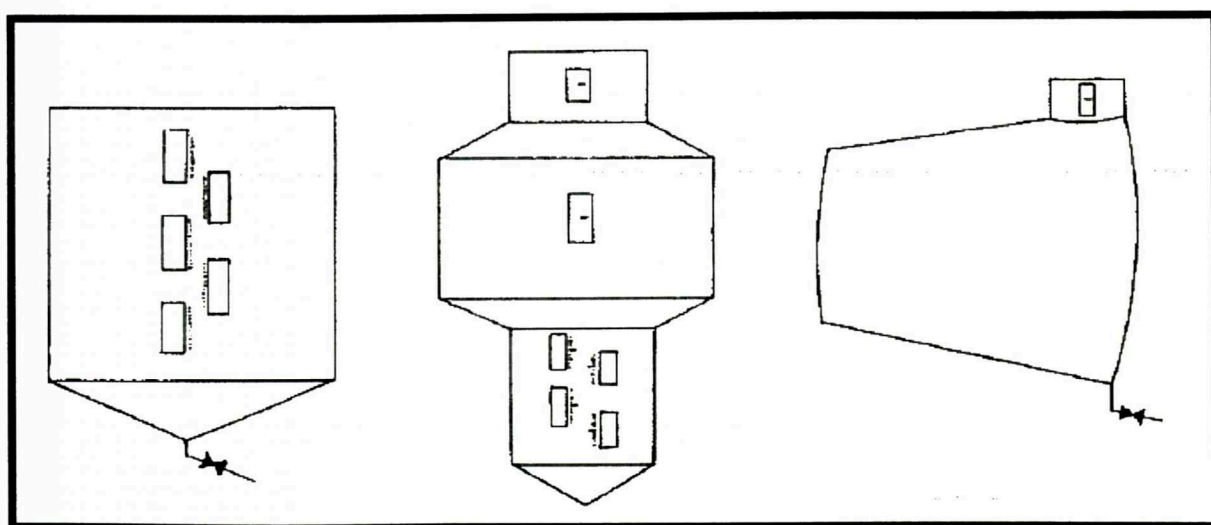
- **Otros tipos de medidores volumétricos**

Existen otros tipos de medidores cuya clase de exactitud es inferior a las ya mostradas anteriormente, estos tipos de medidores sirven para contener leche, vino, alcohol, cerveza y también derivados del petróleo. y son usados en diferentes industrias, sobre todo como tanques contenedores de producto para el consumo en el proceso industrial. Estos tipos de tanques son de clase de

exactitud 0,2 y 0,5. Su forma geométrica más usada para estos tipos de medidores es cilíndrica, o varios cilindros unidos por troncos de cono, las cuales deberán tener tubos visores para su correcta lectura y visualización del ascenso del líquido en su interior tal como se aprecia en la figura 3. (NMP-009 "Sistemas de Medición para líquidos distintos al agua: Medidores Volumétrico", 1999, p. 3)

Figura 3

Diferentes diseños de tanques de prueba de clase de exactitud 0,2 y 0,5.



Nota. Tomado de la norma NMP-009 "Sistemas de Medición para líquidos distintos al agua: Medidores Volumétrico"

Materiales usados para la fabricación de medidores volumétricos

Los medidores volumétricos metálicos deberán ser construidos por un material que garantice la rigidez suficiente y permanencia de su capacidad volumétrica durante el uso que se le dará, deberá también permitir su limpieza interna y externa, siendo la superficie lo más liso posible, y esto se hace para poder garantizar el escurrimiento completo del líquido contenido dentro del medidor, no presentando retención de líquido de tal modo que no se obtengan lecturas erróneas en su proceso de calibración y/o verificación especialmente en el ensayo de

repetibilidad del instrumento bajo evaluación. En algunos casos, los medidores deberán tener un recubrimiento de protección y no deberá presentar ni abolladura ni rajadura, esto se hará para los medidores volumétricos cuyo material de fabricación sea de hierro galvanizado. (LVD-003 “Sistemas de Medición para líquidos distintos al agua: Medidores Volumétrico”, 1999, p. 3)

Los medidores volumétricos patrones, deberán ser fabricados en su mayoría de acero inoxidable, acero dulce con una cubierta interior adecuado u otros materiales. (NMP-009 “Sistemas de Medición para líquidos distintos al agua: Medidores Volumétrico”, 1999, p. 3)

Instrumento de pesaje

Instrumento utilizado para determinar la masa de un cuerpo usando la fuerza de la gravedad sobre este. De acuerdo con el uso que se le da a este instrumento, se clasifican en instrumento de funcionamiento automático e instrumento de funcionamiento no automático. (Norma Metrología Peruana – NMP 003, 2009, 1)

Instrumento de pesaje de funcionamiento no automático (balanza)

Instrumento que necesita de un operario durante el proceso de pesaje para poder determinar si el resultado del peso obtenido es o no aceptable. Esta decisión deberá tomarse con inteligencia tales como tomar una acción cuando una indicación del instrumento es estable o ajustar la masa de la carga pesada y poder tomar una decisión con respecto a la aceptación de cada resultado de pesaje al obtener una indicación de la balanza. (NMP-003 “Instrumento de pesaje de funcionamiento no automático”, 2009, p. 1)

Clases de exactitud de las balanzas

La clasificación de las balanzas se hará de acuerdo con la resolución, al cociente obtenido entre la capacidad máxima de la balanza, la carga mínima y el valor de verificación e . En la tabla 2. Se proporciona la división de verificación, el número de divisiones de escala de verificación y la capacidad mínima en función de las clases de exactitud de las balanzas. (NMP-003 “Instrumento de pesaje de funcionamiento no automático”, 2009, p. 31)

Tabla 2.

Clase de exactitud de las balanzas.

Clases de exactitud	División de escala verificación, e	Numero de divisiones de escala de verificación $n = \text{Max}/e$		Capacidad mínima, Min (Límite inferior)
		Mínimo	Máximo	
I	$0.001 \text{ g} \leq e^*$	50 000	∞	100 e
II	$0.001 \text{ g} \leq e \leq 0.05 \text{ g}$	100	100 000	20 e
	$0.1 \text{ g} \leq e$	5000	100 000	50 e
III	$0.1 \text{ g} \leq e \leq 2 \text{ g}$	100	10 000	20 e
	$5 \text{ g} \leq e$	500	10 000	20 e
III	$5 \text{ g} \leq e$	100	1 000	10 e

Fuente: La notación * indica que no es posible ensayar y verificar un instrumento con $e < 1 \text{ mg}$ esto es debido a la incertidumbre de las cargas de ensayo. (NMP-003 “Instrumento de pesaje de funcionamiento no automático”, 2009, p. 33)

3.2 Marco Conceptual

Volumen

Espacio ocupado por un cuerpo extendido en tres dimensiones largo ancho y alto. El volumen es una magnitud física derivada cuya unidad en el sistema internacional de unidades (SI) es el metro cubico (m^3) el cual es igual al volumen de un cubo cuyas aristas miden 1 m. La expresión matemática del volumen es:

$$V = \int_{i=n}^n \int_{i=n}^n \int_{i=1}^n dx dy dz$$

Masa

La masa es una magnitud física que expresa la cantidad de materia de un cuerpo contenida en el espacio, medida por la inercia de este y cuya magnitud en el sistema internacional de unidades SI es el kilogramo kg.

Densidad

Definido como la masa por unidad de volumen y cuya expresión es g/cm³. Su particularidad es que esta magnitud varía con la temperatura y la presión de los cuerpos se especifica para un valor base de la temperatura que en los líquidos suele ser de 0 °C a 15 °C y en los gases de 0 °C y para un valor estándar de la presión de 1 atmósfera.

Temperatura

Es una magnitud física fundamental muy importante en la vida cotidiana y que se realizan millones de mediciones para diferentes procesos industriales, laboratorios, la ciencia y tecnología en general. La temperatura viene asociada a la energía de las moléculas, cuanto mayor energía tengan estas, entonces la temperatura del cuerpo será mayor.

Temperatura de referencia

Es la temperatura a la cual la medida de capacidad está destinada a vaciar o contener su capacidad nominal. La temperatura de referencia para las calibraciones en el mundo de la metrología del volumen es de 20 °C.

Volumen Nominal

Este es el volumen teórico indicado en el medidor volumétrico patrón o a calibrar. Sirve como medida referencial para procesos de medición y calibración.

Volumen Medido

Es el volumen leído en la medida volumétrica del patrón o medida volumétrica a calibrar.

Dilatación térmica

Se expresa como coeficiente de dilatación del volumen, que representa el aumento relativo al volumen producido por un aumento de la temperatura, y está definido por:

$$\alpha_v = \frac{1}{V} \frac{dV}{dT}$$

Donde V es el volumen inicial del líquido y T la temperatura. Su unidad de medida es la inversa del grado Celsius $^{\circ}\text{C}^{-1}$ y depende de la forma que se realiza el proceso.

Tiempo de goteo

Tiempo que se aguarda, una vez finalizado el vaciado para el drenaje del líquido adherido a las paredes interiores de la medida de capacidad. Generalmente es de 30 s.

Menisco

Superficie curvada de una columna de líquido que es cóncava o convexa en dependencia de si el líquido humedece o no las paredes del tubo donde se forma el menisco. (GMP 3, 2013, p. 1)

CAPÍTULO IV: MÉTODO Y MATERIALES

Los métodos que se desarrollaron para la implementación de estos procedimientos en la empresa fueron:

- El Método Volumétrico
- El Método Gravimétrico

4.1 Procedimiento de calibración por el Método Volumétrico

El método de transferencia volumétrica consiste en la comparación volumétrica entre el volumen entregado por un medidor volumétrico patrón tantas veces sea necesario hasta completar la capacidad volumétrica del medidor volumétrico a calibrar con la indicación total del medidor bajo calibración.

4.1.1 Equipos y materiales usados para el método volumétrico

Los equipos usados para la calibración de los medidores volumétricos metálicos por este método serán patrones calibrados por una entidad acreditada, y deberán cumplir los requerimientos técnicos de exactitud e incertidumbre para el uso adecuado.

Para la calibración se requiere lo siguientes patrones:

- Termómetro Digital

Cuya resolución sea de 0,1 °C calibrado por una entidad acreditada. En la figura 4.a y 4.b se tiene el termómetro digital de código de identificación PT-TDIG-01 del laboratorio de grandes volúmenes y flujo.

Figura 4.a

Vista frontal del termómetro digital PT-TDIG-01

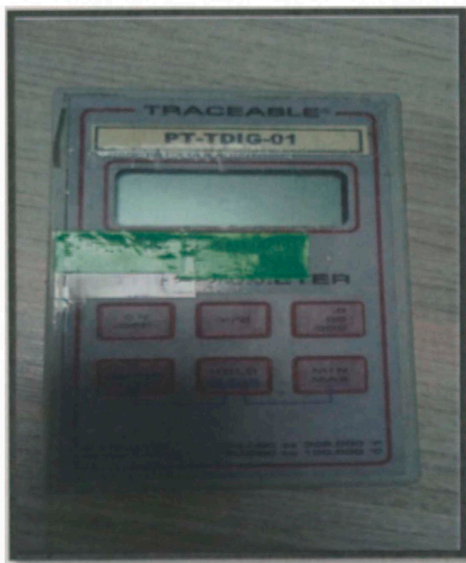


Figura 4.b

Vista posterior del termómetro digital PT-TDIG-01



Nota. Fotografía tomada en las instalaciones del laboratorio de calibración. Como se aprecia en la imagen, el instrumento presenta el sticker de calibración.

El instrumento de calibración fue calibrado por una entidad acreditada, tal como se indica en el anexo A del presente informe.

Figura 4.a

Vista frontal del termómetro digital PT-TDIG-01

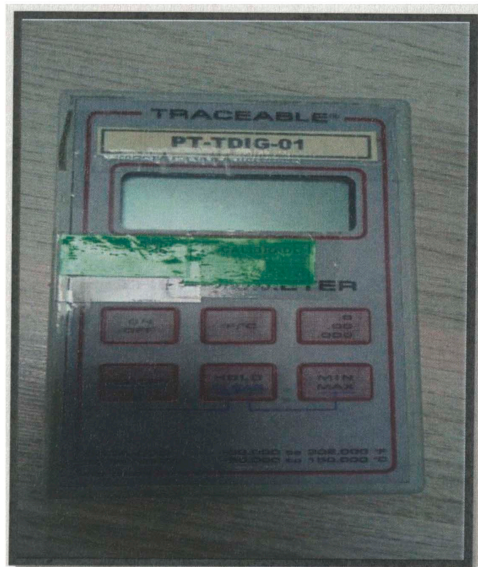


Figura 4.b

Vista posterior del termómetro digital PT-TDIG-01



Nota. Fotografía tomada en las instalaciones del laboratorio de calibración. Como se aprecia en la imagen, el instrumento presenta el sticker de calibración.

El instrumento de calibración fue calibrado por una entidad acreditada, tal como se indica en el anexo A del presente informe.

- Medidor Volumétrico patrón de clase 0,02:

Medidor volumétrico patrón de capacidad volumétrica de 5 galones y cuya clase de exactitud es 0,02. Este instrumento deberá presentar una incertidumbre de tal manera que sea menor o igual a la tercera parte de la clase de exactitud del instrumento a calibrar, tal como se indicó en la tabla 1. La figura 5 muestra el medidor volumétrico de código de identificación PT-MVOL-02 en las instalaciones del laboratorio de calibración.

Figura 5.

Medidor volumétrico patrón de clase de exactitud 0,02 y código de identificación PT-MVOL-02



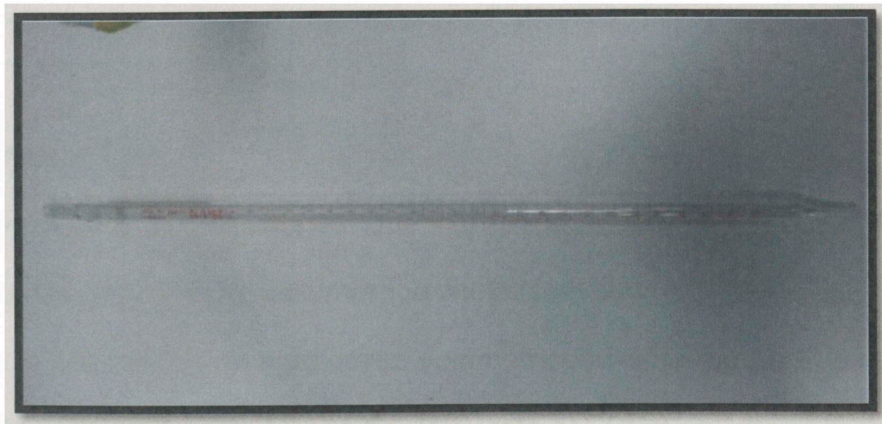
Nota. Fotografía tomada en las instalaciones del laboratorio de calibración.

- Material Volumétrico tipo Ex

Material diseñado para contener su cantidad indicada después de transcurrido el tiempo de descarga determinado en sus indicaciones, se usará para poder realizar la división de escala y el ajuste del menisco, este instrumento calibrado por una entidad acreditada serán las pipetas y matraces aforados. En la figura 6. se tiene la pipeta de 25 mililitros de código de identificación PT-PIPE-01.

Figura 6.

Pipeta graduada de código de identificación PT-PIPE-01.



4.1.2 Proceso de calibración

El proceso de calibración consta de un solo llenado del medidor volumétrico patrón de clase 0,02. Este medidor volumétrico tiene la particularidad de tener el ajuste automático, esto quiere decir que automáticamente el medidor cerra la capacidad volumétrica, llegando a entregar el volumen nominal indicado en su escala omitiendo así el ajuste del menisco del medidor volumétrico patrón. Con la cantidad volumétrica, Se procederá a seguir los siguientes pasos para llevar a cabo el proceso de calibración de los medidores volumétricos metálicos de clase 0,1 (serafín).

Condiciones de calibración

La calibración se realizará en las instalaciones en las instalaciones del laboratorio de calibración en el laboratorio de volumen y flujo. Durante la calibración, la temperatura ambiental de trabajo deberá ser $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ y debe estar estable al menos $3\text{ }^{\circ}\text{C}$, se deberá registrar el valor de la temperatura ambiental, la humedad relativa ambiental y la presión, se deberá monitorear el medio ambiente de tal modo que, durante la calibración, no se producirá condensación de la humedad, esto se monitoreará para evitar el punto rocío produciendo gotas en el tubo visor y ocasionando una lectura errónea en el menisco. La calibración deberá realizarse en ausencia de fuentes de calor, rayos solares, hornos, etc.

Operaciones

En todas las operaciones que conlleven el proceso de instalación y desinstalación del medidor volumétrico metálico patrón de clase de exactitud 0,02 para la calibración de medidores volumétricos metálicos de clase 0,1; 0,2 y/o 0,5. El personal técnico deberá llevar puesto el EPP's necesarios para evitar accidentes en el área de trabajo.

Tareas previas

- a) Realizar una inspección visual que el medidor volumétrico esta no debe presentar fugas, abolladuras, tenga la escala en buenas condiciones (esto es que se pueda visualizar cada uno de los números impresos en la escala adherida al medidor, el visor de la escala no se encuentre rajado o roto, ni exista cualquier condición que pueda dificultar su calibración. Si no se cumple con algunos de estos requisitos no se procederá con la calibración.

- b) Llenar el medidor con agua hasta la marca correspondiente a su capacidad nominal, esperar de 15 a 30 minutos según la capacidad nominal del medidor (a mayor capacidad mayor tiempo) y verificar que el nivel del líquido se encuentre en la misma posición. No deben aparecer gotas de líquido sobre la superficie externa del medidor. Tener especial atención en las uniones soldadas del cuerpo, el visor de la escala y las válvulas. Vaciar el medidor volumétrico. De presentarse fugas, no se procederá con la calibración.
- c) En el caso el medidor volumétrico metálico patrón presente un ducto de descarga, ubicarlo de tal manera que este ducto se encuentre a una altura superior a la de la boca del medidor a calibrar. En todos los casos la descarga del medidor patrón debe ser por gravedad y libremente.
- d) Seleccionar el medidor volumétrico metálico patrón, de tal manera que la clase de exactitud del medidor volumétrico patrón sea la tercera parte de la clase de exactitud del medidor volumétrico a calibrar, también, que el volumen nominal del patrón sea un múltiplo menor o igual a la capacidad del medidor volumétrico a calibrar.
- e) Nivelar el medidor volumétrico a calibrar y el medidor volumétrico patrón.
- f) Medir y registrar las condiciones ambientales iniciales (temperatura, humedad y presión).
- g) Llenar el medidor volumétrico patrón con agua hasta la capacidad nominal del patrón y también llenar de agua el medidor volumétrico a calibrar, esto se hace para un pre- humedecimiento previo a la calibración, luego vaciar y dejar escurrir por un tiempo aproximado de 30 segundos (este tiempo es contado a partir del instante en que cae la primera gota)
- h) En aquellos medidores volumétricos que tengan una escala inferior, entonces realizar el ajuste a la capacidad cero. Para poder así tener una correcta lectura en la escala superior.

- i) Una vez realizado el pre-humedecimiento de ambos medidores, proceder con el llenado del medidor volumétrico patrón con agua, verificar que no haya presencia de burbujas de aire.
- j) Medir y registrar la temperatura del agua (esto se hace solo para la primera y última vez que se va a vaciar) y esperar a que el nivel del líquido se haya estabilizado definitivamente.
- k) Efectuar el ajuste del menisco a la indicación cero del visor del medidor volumétrico patrón, considerando el valor de corrección que aparece en su certificado de calibración.
- l) Entregar el líquido del medidor volumétrico patrón al medidor volumétrico a calibrar.
- m) Medir y registrar la temperatura inicial del agua en el medidor a calibrar.
- n) Realizar la transferencia del medidor volumétrico patrón hacia el medidor volumétrico a calibrar.
- o) Una vez que se haya vertido todo el volumen con el medidor volumétrico patrón igual a la capacidad del medidor volumétrico a calibrar, marcar la posición del menisco sobre la escala usando un plumón de tinta indeleble.
- p) Medir y registrar la temperatura final del agua en el medidor que se calibrará. Retire el sensor de temperatura (la variabilidad de volumen provocadas por las gotas de agua que quedan en el sensor se considera en el presupuesto de incertidumbre como factores adicionales)
- q) Vaciar el medidor volumétrico a calibrar y repetir los pasos del (i) al (q) una vez más. La diferencia de los resultados obtenidos debe ser menor o igual a la mitad del error máximo permisible. De no ser, se deberá repetir el procedimiento hasta conseguirlo.
- r) Desplazar la escala hasta que la indicación de cero quede justo en medio de estas dos marcas y luego precintar.

- s) Registrar las lecturas de volumen correspondientes a las dos marcas de plumón. Estos son los dos primeros valores de volumen válidos para los cálculos.
- t) Realizar por lo menos una medición más (pasos del (i) al (q)) y registrar la lectura de volumen (tercer valor de volumen)
- u) Todos los datos obtenidos del medidor volumétrico metálico bajo calibración, los datos del medidor volumétrico metálico patrón y de los datos obtenidos de la calibración deberán ser registrados en el formato de calibración.

4.1.3 Modelo Matemático

El modelo matemático y que sirve para la determinación del volumen en el proceso de calibración del medidor volumétrico metálico de 5 galones (serafín) es el siguiente:

$$V_C = NV_p[1 - \gamma_p(t_{0p} - t_p) + \beta(t_C - t_p) + \gamma_C(t - t_C)] + \Delta V$$

(1)

Donde:

V_C : Volumen del medidor volumétrico a calibrar a la temperatura de referencia t .

N : Relación de números enteros entre los volúmenes nominales del medidor volumétrico a calibrar y el medidor volumétrico patrón.

V_p : Volumen del medidor volumétrico patrón a la temperatura de referencia

t_{0p} .

t_{0p} : Temperatura de referencia del medidor volumétrico patrón.

t : Temperatura de referencia del medidor volumétrico a calibrar.

t_p : Temperatura del líquido en el medidor volumétrico patrón.

t_C : Temperatura del líquido en el medidor volumétrico a calibrar.

γ_c : Coeficiente de expansión térmica cubica del medidor volumétrico a calibrar.

γ_p : Coeficiente de expansión térmica cubica del medidor volumétrico patrón.

β : Coeficiente de expansión térmica cubica del líquido (agua) a la temperatura promedio el cual es dado por $(t_p + t_c)/2$.

ΔV : Cantidad de agua añadida o retirada.

La temperatura media del líquido en el medidor volumétrico patrón, t_p , es:

$$t_p = \frac{t_p^{inicial} - t_p^{final}}{2}$$

(2)

En caso se use más de un medidor volumétrico patrón para el proceso de calibración, entonces se deberá ampliar la ecuación (1) para cada medidor volumétrico patrón usado.

Determinación de error y de error porcentual de medida

La indicación del error E del medidor volumétrico a calibrar será la diferencia entre el valor del volumen nominal V_N y el volumen leído o volumen obtenido $V_{leído}=V_{obtenido}=V_C$, (calculado según la ecuación (1)), donde el valor de V_C es el volumen entregado por el medidor volumétrico patrón a la misma temperatura de referencia t (después de aplicar las respectivas correcciones térmicas).

$$E = V_N - V_C$$

(3)

El volumen estimado del medidor volumétrico a calibrar V_{0C} a la temperatura de

referencia t, al valor nominal V_N (asumiendo linealidad en la escala) será:

$$V_{0C} = V_N - E \quad (4)$$

El error porcentual de medida se determina de la siguiente manera:

$$\%E = \left(\frac{V_N - V_C}{V_C} \right) * 100 \quad (5)$$

Donde:

V_C : Volumen leído en la escala del medidor volumétrico a calibrar

V_N : Volumen nominal del medidor volumétrico a calibrar.

Determinación del valor de la división de escala

- Estando el medidor volumétrico a calibrar lleno hasta la marca cero. Vaciar el contenido del matraz sobre el medidor volumétrico a calibrar. La capacidad del matraz seleccionada según el alcance de indicación de escala del medidor volumétrico a calibrar.
- Contar el número de líneas desplazadas desde la marca cero hasta la nueva posición del menisco y registrarla como "n" (Obs. Se puede subdividir la división de escala por criterio del observador para una mejor aproximación de "n").
- Determinar el valor de división mínima d (en %) por medio de la ecuación:

$$d(\%) = \frac{V_{ag}}{(n) * V_{nominal}} * 100 \quad (6)$$

Donde:

V_{ag} : Volumen agregado.

n : Número de líneas desplazadas (numero de divisiones por encima del cero que se ha desplazado el menisco)

4.1.4 Cálculo de incertidumbre de medición del volumen medido

Para el cálculo de la incertidumbre, se tomará el modelo matemático de la ecuación (1), la cual es usado para el cálculo del volumen para una iteración (esto es, para un primer llenado completo del medidor volumétrico a calibrar), por lo tanto, se tiene lo siguiente:

$$V_{C_i} = NV_{p_i} [1 - \gamma_p(t_p^{ref} - t_{p_i}) + \beta_w(t_{C_i} - t_{p_i}) + \gamma_C(t_C^{ref} - t_{C_i})] + \Delta V + \delta V_{menisco} + \delta V_{factor\ adi} \quad (7)$$

Las fuentes de la incertidumbre de medición del volumen del medidor volumétrico a calibrar son los siguientes:

- Medidor Volumétrico Patrón V_p .
- Temperatura del agua del medidor volumétrico patrón t_p .
- Temperatura del agua del medidor volumétrico a calibrar t_C .
- Coeficiente de expansión térmica cúbica del medidor volumétrico patrón γ_p .
- Coeficiente de expansión térmica cúbica del medidor volumétrico a calibrar γ_C .
- Coeficiente de dilatación térmica cúbica del agua β_w .
- Cantidad de agua adicionado o retirado ΔV .
- Lectura del menisco $\delta V_{menisco}$.
- Repetibilidad de la medida $\delta V_{repet.}$.
- Factores adicionales $\delta V_{factor\ adi}$.

Hay que tener en cuenta que para el cálculo de la incertidumbre se deben considerar que todos los errores de los patrones usados son previamente corregidos.

La ecuación anterior es utilizada para calcular el volumen en una primera iteración, el proceso de calibración se deberá desarrollar al menos 3 veces para poder tener una media aritmética de mediciones y una desviación estándar de medición, por lo tanto, desarrollando la ecuación anterior para un conjunto de mediciones hechas, se tiene:

$$\bar{V} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n V_{C_i} + \Delta V + \delta V_{menisco} + \delta V_{factor\ adi}$$

(8)

$$V = \bar{V}_C = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n N V_{p_i} [1 - \gamma_p(t_p^{ref} - t_{p_i}) + \beta_w(t_{C_i} - t_{p_i}) + \gamma_C(t_C^{ref} - t_{C_i})] + \Delta V + \delta_{menisco} + \delta_{factor\ adi}$$

(9)

Por lo tanto, desarrollando la ecuación anterior, se tiene la ecuación fundamental para el cálculo de la incertidumbre del volumen del serafín:

$$V = \bar{V}_C = N \bar{V}_p [1 - \gamma_p(t_p^{ref} - \bar{t}_p) + \beta_w(\bar{t}_C - \bar{t}_p) + \gamma_C(t_C^{ref} - \bar{t}_C)] + \Delta V + \delta_{menisco} + \delta_{factor\ adi}$$

(10)

De la ecuación (10) se puede observar que se tiene 10 parámetros que contribuyen al cálculo de la incertidumbre los cuales son los siguientes $F = \{\bar{V}_C, \bar{V}_p, \bar{t}_p, \bar{t}_C, \gamma_p, \gamma_C, \beta_w, \Delta V, \delta V_{menisco}, \delta V_{factor\ adi}\}$. Con las contribuciones ya establecidas, se procederá a calcular la incertidumbre combinada, para lo cual

usaremos la ecuación de la propagación de la incertidumbre, la cual es:

$$u^2(V) = \sum_{i=1}^{10} \left(\frac{\partial V}{\partial x_i} u(x_i) \right)^2 = \sum_{i=1}^{10} [C_i]^2 * u^2(x_i) \quad (11)$$

De la ecuación se tiene que C_i es el coeficiente de sensibilidad y $u(x_i)$ es la incertidumbre asociada a cada término de influencia.

Desarrollando la ecuación se tiene:

$$\begin{aligned} u^2(V) = & \left[\frac{\partial V}{\partial \bar{V}_p} \right]^2 u^2(\bar{V}_p) + \left[\frac{\partial V}{\partial \bar{V}_C} \right]^2 u^2(\bar{V}_C) + \left[\frac{\partial V}{\partial \bar{t}_p} \right]^2 u^2(\bar{t}_p) + \left[\frac{\partial V}{\partial \bar{t}_C} \right]^2 u^2(\bar{t}_C) + \\ & \left[\frac{\partial V}{\partial \gamma_p} \right]^2 u^2(\gamma_p) + \left[\frac{\partial V}{\partial \gamma_C} \right]^2 u^2(\gamma_C) + \left[\frac{\partial V}{\partial \beta_w} \right]^2 u^2(\beta_w) + \left[\frac{\partial V}{\partial \Delta V} \right]^2 u^2(\Delta V) + \\ & \left[\frac{\partial V}{\partial \delta_{menisco}} \right]^2 u^2(\delta_{menisco}) + \left[\frac{\partial V}{\partial \delta_{factor\ adi}} \right]^2 u^2(\delta_{factor\ adi}) \end{aligned} \quad (12)$$

Expresando la ecuación (12) en forma simplificada de cada uno de los parámetros que influyen en el cálculo de la incertidumbre se tiene:

$$u^2(V) = u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + u_4^2 + u_5^2 + u_6^2 + u_7^2 + u_8^2 + u_9^2 + u_{10}^2 \quad (13)$$

La incertidumbre expandida se calcula como:

$$U(V) = k * u(V) = k * \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + u_4^2 + u_5^2 + u_6^2 + u_7^2 + u_8^2 + u_9^2 + u_{10}^2} \quad (13)$$

Los grados efectivos de libertad se determinan con la fórmula de Welch-Satterthwaite dado por la siguiente ecuación:

$$v_{eff} = \frac{u^4}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4}{v_i}} \quad (14)$$

Donde:

v_{eff} : Grados efectivos de libertad.

u : Incertidumbre combinada.

u_i : Componente de la incertidumbre combinada.

v_i : Grado de libertad de cada componente.

Con ello se calcula el factor de cobertura k con un nivel de confianza del 95,45 %, dado por la siguiente ecuación:

$$k = t_p(v_{eff}) = t_{95,45 \%}(v_{eff}) \quad (15)$$

Donde:

v_{eff} : Grados efectivos de libertad

$t_{95,45 \%}$: Factor que se obtiene a partir de la distribución t de student, los valores se pueden obtener de la tabla G.2 de (JCGM, 2008)

Finalmente, la incertidumbre de medición expandida se determina como:

$$U(V) = t_{95,45 \%}(v_{eff}) * u(V) = k * u(V) \quad (16)$$

A continuación, detallaremos la manera de calcular cada uno de los términos.

Debido a la repetibilidad del instrumento

Se aplica las propiedades de las derivadas parciales a la ecuación (10) para el cálculo de $C_{\bar{v}}$ y considerando una distribución de probabilidad normal se obtiene:

$$C_{\bar{v}} = \frac{\partial v}{\partial \bar{v}} = 1 \quad (17)$$

La incertidumbre por repetibilidad del instrumento se determina de la siguiente manera:

$$u(\bar{V}) = \frac{s_{\bar{V}_C}}{\sqrt{n}} \quad (18)$$

$$s_{\bar{V}_C} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (V_{C_i} - \bar{V}_C)^2} \quad (19)$$

Por lo tanto:

$$u(\bar{V}_C) = \frac{1}{\sqrt{n}} \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (V_{C_i} - \bar{V}_C)^2} \quad (20)$$

Con los valores de $C_{\bar{V}_C}$ y $u(\bar{V})$ obtenemos el valor de u_1 :

$$u_1 = |C_{\bar{V}_C}| * u(\bar{V}_C) = |1| * \frac{1}{\sqrt{n}} \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (V_{C_i} - \bar{V}_C)^2} \quad (21)$$

Por lo tanto:

$$u_1 = |1| * \frac{1}{\sqrt{n}} \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (V_{C_i} - \bar{V}_C)^2} \quad (22)$$

Debido al medidor volumétrico patrón

Aplicando análogamente las derivadas parciales para calcular C_{V_p} se tiene:

$$C_{\bar{V}} = \frac{\partial V}{\partial V_p} = \frac{\bar{V}_C}{V_p} \quad (23)$$

La incertidumbre debida al patrón es dada por el certificado de calibración del medidor volumétrico patrón y también debida a su deriva, por lo tanto, esta incertidumbre será dado por:

$$u(\bar{V}_p) = \sqrt{(u_{cal}(\bar{V}_p))^2 + (u_{deriva}(\bar{V}_p))^2} = \sqrt{\left(\frac{U_{certificado}}{k}\right)^2 + \left(\frac{\delta_{deriva}}{\sqrt{12}}\right)^2} \quad (24)$$

Donde:

$$u(\delta_{deriva}) = corrección_{t-1} - corrección_t \quad (25)$$

$corrección_{t-1}$: Corrección del patrón de su certificado anterior.

$corrección_t$: Corrección del patrón del certificado actual.

Donde $k=2$ es el coeficiente de cobertura.

Con los valores de $C_{\bar{V}_p}$ y $u(\bar{V}_p)$, obtenemos el valor de u_2 :

$$u_2 = \left| C_{\bar{V}_p} \right| * u(\bar{V}_p) = \left| \frac{\bar{V}_C}{\bar{V}_p} \right| * \sqrt{\left(\frac{U_{certificado}}{k} \right)^2 + \left(\frac{\delta_{deriva}}{\sqrt{12}} \right)^2} \quad (26)$$

Por lo tanto

$$u_2 = \left| \frac{\bar{V}_C}{\bar{V}_p} \right| * \sqrt{\left(\frac{U_{certificado}}{k} \right)^2 + \left(\frac{\delta_{deriva}}{\sqrt{12}} \right)^2} \quad (27)$$

Debido a la temperatura del medidor volumétrico patrón

Aplicando las derivadas parciales para calcular $C_{\bar{t}_p}$ se tiene lo siguiente:

$$C_{\bar{t}_p} = \frac{\partial V}{\partial \bar{t}_p} = \bar{V}_p (\gamma_p - \beta) \quad (28)$$

La incertidumbre debida a la temperatura medida en el patrón será dada por lo siguiente:

$$u(\bar{t}_p) = \sqrt{u_{cal}^2 + u_{res}^2 + u_{der.}^2 + u_{\Delta t}^2} \quad (29)$$

Donde:

u_{cal} : Incertidumbre de calibración del termómetro digital patrón, y se calcula

como $u_{cal} = \frac{U_{certificado}}{k}$.

u_{res} : Incertidumbre por la resolución del termómetro patrón, y se calcula como

$$u_{res} = \frac{resol}{2\sqrt{3}}.$$

$u_{der.}$: Incertidumbre debida a la deriva del instrumento patrón, y se calcula como $u_{der.} = \frac{deriva}{\sqrt{12}}$.

$u_{\Delta t}$: Incertidumbre de la temperatura media del agua provocada por las diferencias de temperatura (y los gradientes de temperatura) que se pueden medir o estimar entre la parte inferior o superior del instrumento en calibración, este valor se puede medir en diferentes lugares representativos; habiendo definido t_{max} y t_{min} como la temperatura máxima y mínima encontrada, la desviación estándar de una distribución rectangular, a saber, $u_{\Delta t} = \frac{t_{max}-t_{min}}{\sqrt{12}}$.

Expresando $u(\bar{t}_p)$ con todos los términos encontrados, se tiene:

$$u(\bar{t}_p) = \sqrt{\left(\frac{U_{certificado}}{k}\right)^2 + \left(\frac{resol}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{deriva}{\sqrt{12}}\right)^2 + \left(\frac{t_{max}-t_{min}}{\sqrt{12}}\right)^2} \quad (30)$$

Con los valores de $C_{\bar{t}_p}$ y $u(\bar{t}_p)$, obtenemos el valor de u_3 :

$$u_3 = |C_{\bar{t}_p}| * u(\bar{t}_p) = |\bar{V}_p(\gamma_p - \beta)| * \sqrt{\left(\frac{U_{certificado}}{k}\right)^2 + \left(\frac{resol}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{deriva}{\sqrt{12}}\right)^2 + \left(\frac{t_{max}-t_{min}}{\sqrt{12}}\right)^2} \quad (31)$$

Por lo tanto

$$u_3 = |\bar{V}_p(\gamma_p - \beta)| * \sqrt{\left(\frac{U_{certificado}}{k}\right)^2 + \left(\frac{resol}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{deriva}{\sqrt{12}}\right)^2 + \left(\frac{t_{max}-t_{min}}{\sqrt{12}}\right)^2} \quad (32)$$

Debido a la temperatura del medidor volumétrico a calibrar

Aplicando las derivadas parciales para calcular $C_{\bar{t}_C}$ se tiene lo siguiente:

$$C_{\bar{t}_C} = \frac{\partial V}{\partial \bar{t}_C} = N\bar{V}_p(\beta - \gamma_C) \quad (33)$$

La incertidumbre debida a la temperatura medida en el patrón será dada por lo siguiente:

$$u(\bar{t}_C) = \sqrt{u_{cal}^2 + u_{res}^2 + u_{der.}^2 + u_{\Delta t}^2} \quad (34)$$

Donde:

u_{cal} : Incertidumbre de calibración del termómetro digital patrón, y se calcula

como $u_{cal} = \frac{U_{certificado}}{k}$.

u_{res} : Incertidumbre por la resolución del termómetro patrón, y se calcula como

$$u_{res} = \frac{resol}{2\sqrt{3}}.$$

$u_{der.}$: Incertidumbre debida a la deriva del instrumento patrón, y se calcula

como $u_{der.} = \frac{deriva}{\sqrt{12}}$.

$u_{\Delta t}$: Incertidumbre de la temperatura media del agua provocada por las diferencias de temperatura (y los gradientes de temperatura) que se pueden medir o estimar entre la parte inferior o superior del instrumento en calibración, este valor se puede medir en diferentes lugares representativos; habiendo definido t_{max} y t_{min} como la temperatura máxima y mínima encontrada, la desviación estándar de una distribución rectangular, a saber, $u_{\Delta t} = \frac{t_{max}-t_{min}}{\sqrt{12}}$.

Expresando $u(\bar{t}_C)$ con todos los términos encontrados, se tiene:

$$u(\bar{t}_C) = \sqrt{\left(\frac{U_{certificado}}{k}\right)^2 + \left(\frac{resol}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{deriva}{\sqrt{12}}\right)^2 + \left(\frac{t_{max}-t_{min}}{\sqrt{12}}\right)^2} \quad (35)$$

Con los valores de $C_{\bar{t}_C}$ y $u(\bar{t}_C)$, obtenemos el valor de u_3 :

$$u_4 = |C_{\bar{t}_C}| * u(\bar{t}_C) = |\bar{V}_p(\beta - \gamma_C)| *$$

$$\sqrt{\left(\frac{U_{certificado}}{k}\right)^2 + \left(\frac{resol}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{deriva}{\sqrt{12}}\right)^2 + \left(\frac{t_{max}-t_{min}}{\sqrt{12}}\right)^2} \quad (36)$$

Por lo tanto

$$u_4 = |\bar{V}_p(\beta - \gamma_c)| * \sqrt{\left(\frac{U_{certificado}}{k}\right)^2 + \left(\frac{resol}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{deriva}{\sqrt{12}}\right)^2 + \left(\frac{t_{max}-t_{min}}{\sqrt{12}}\right)^2} \quad (37)$$

Debido al coeficiente de dilatación térmica cúbica del material del medidor volumétrico patrón

Aplicando las derivadas parciales a la ecuación (10) se tiene:

$$C_{\gamma_p} = \frac{\partial V}{\partial \gamma_p} = -\bar{V}_p(t_p^{ref} - \bar{t}_p) \quad (38)$$

La incertidumbre debida a la dilatación térmica cubica del medidor es dado por el coeficiente de dilatación térmica cubica del material del cual está fabricado el medidor volumétrico, este coeficiente de dilatación térmica esta dado por datos del fabricante

Una vez obtenido el coeficiente de dilatación térmica, una incertidumbre aceptable en este tipo de coeficiente es considerar una variación de $\pm 10 \%$ del valor del coeficiente con una distribución rectangular, por lo tanto, se tiene:

$$u(\gamma_p) = \frac{0,2*\gamma_p}{\sqrt{12}} \quad (39)$$

Con los valores de C_{γ_p} y $u(\gamma_p)$, obtenemos el valor de u_5 :

$$u_5 = |C_{\gamma_p}| * u(\gamma_p) = |-\bar{V}_p(t_p^{ref} - \bar{t}_p)| * \frac{0,2*\gamma_p}{\sqrt{12}} \quad (40)$$

Por lo tanto

$$u_5 = |-\bar{V}_p(t_p^{ref} - \bar{t}_p)| * \frac{0,2*\gamma_p}{\sqrt{12}} \quad (41)$$

Debido al coeficiente de dilatación térmica cúbica del material del medidor volumétrico a calibrar

Aplicando las derivadas parciales a la ecuación (10) se tiene:

$$C_{\gamma_C} = \frac{\partial V}{\partial \gamma_C} = \bar{V}_p(t_C^{ref} - \bar{t}_C) \quad (42)$$

La incertidumbre debida a la dilatación térmica cubica del medidor es dado por el coeficiente de dilatación térmica cubica del material del cual está fabricado el medidor volumétrico, este coeficiente de dilatación térmica esta dado por datos del fabricante, en caso no se tenga información sobre este coeficiente entonces guiarse por tabla 1.

Una vez obtenido el coeficiente de dilatación térmica, una incertidumbre aceptable en este tipo de coeficiente es considerar una variación de $\pm 10 \%$ del valor del coeficiente con una distribución rectangular, por lo tanto, se tiene:

$$u(\gamma_C) = \frac{0,2*\gamma_C}{\sqrt{12}} \quad (43)$$

Con los valores de C_{γ_C} y $u(\gamma_C)$, obtenemos el valor de u_6 :

$$u_6 = |C_{\gamma_C}| * u(\gamma_C) = |-\bar{V}_p(t_C^{ref} - \bar{t}_C)| * \frac{0,2*\gamma_C}{\sqrt{12}} \quad (44)$$

Por lo tanto

$$u_6 = |\bar{V}_p(t_C^{ref} - \bar{t}_C)| * \frac{0,2*\gamma_C}{\sqrt{12}} \quad (45)$$

Debido al coeficiente de expansión térmica cubica del agua

Aplicando las derivadas parciales a la ecuación (10) se tiene lo siguiente:

$$C_\beta = \frac{\partial V}{\partial \beta} = \bar{V}_p(\bar{t}_C - \bar{t}_p) \quad (46)$$

La incertidumbre estándar de la dilatación térmica cubica del agua es:

$$u(\beta) = 2 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \quad (47)$$

Con los valores de C_β y $u(\beta)$, obtenemos el valor de u_7 :

$$u_7 = |C_\beta| * u(\beta) = |\bar{V}_p(\bar{t}_c - \bar{t}_p)| * 2 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \quad (48)$$

Por lo tanto:

$$u_7 = |\bar{V}_p(\bar{t}_c - \bar{t}_p)| * 2 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \quad (49)$$

Debido a la cantidad de agua añadida o eliminada

Aplicando las derivadas parciales a la ecuación (10) se tiene:

$$C_{\Delta V} = \frac{\partial V}{\partial \Delta V} = 1 \quad (50)$$

La incertidumbre debido a la cantidad de agua añadida o eliminada es dada por la incertidumbre expandida $U_{cal}(\Delta V)$ del instrumento patron que se uso para realizar este proceso de remoción o agregación de volumen, puede ser un medidor volumétrico de capacidad volumétrica pequeña, o un material volumétrico de vidrio calibrado:

$$u(\Delta V) = \frac{U_{cal}(\Delta V)}{k} \quad (51)$$

Con los valores de $C_{\Delta V}$ y $u(\Delta V)$, obtenemos el valor de u_8 :

$$u_8 = |C_{\Delta V}| * u(\Delta V) = |1| * \frac{U_{cal}(\Delta V)}{k} \quad (52)$$

Por lo tanto:

$$u_8 = |1| * \frac{U_{cal}(\Delta V)}{k} \quad (53)$$

Debido a la lectura del menisco

Aplicando la derivada parcial a la ecuación (10) se calcula el coeficiente de sensibilidad C_δ :

$$C_{\delta_{menisco}} = \frac{\partial v}{\partial \delta_{menisco}} = 1 \quad (54)$$

La incertidumbre debida a la lectura del menisco se calcula de la siguiente manera (considerando que proviene de una distribución rectangular):

$$u(\delta_{menisco}) = \frac{d/n_d}{\sqrt{3}} \quad (55)$$

Donde:

d : División de escala del medidor a calibrar.

n_d : Numero de partes en que se puede dividir “d” visualmente.

Con el valor de $C_{\delta_{menisco}}$ y $u(\delta_{menisco})$ se calcula el valor de u_9 , de la siguiente manera:

$$u_9 = |C_{\delta_{menisco}}| * u(\delta_{menisco}) = 1 * \frac{d/n_d}{\sqrt{3}} \quad (56)$$

Por lo tanto:

$$u_9 = |1| * \frac{d/n_d}{\sqrt{3}} \quad (57)$$

Debido a factores adicionales

Hay algunos factores de incertidumbre adicionales que pueden contribuir a la incertidumbre combinada:

- Burbujas de aire en el agua.
- Variación en la cantidad de residuo líquido.
- Pérdida por gotas remanentes en el sensor de temperatura o evaporación (para evitar pérdidas por evaporación, una buena recomendación de laboratorio

es cerrar la parte superior del medidor volumétrico a calibrar con una tapa; cuando la calibración se realiza con múltiples entregas del medidor volumétrico patrón, el llenado debe realizarse a través de una abertura más pequeña)

En la tabla 3. se tiene un cuadro de incertidumbre debido a estos factores externos, las cuales se considerarán para aportar a la incertidumbre estándar.

Tabla 3.

Valores de incertidumbre estándar para factores adicionales

Factores de incertidumbre adicionales	Volumen Nominal										
	2 L	5 L	10 L	20 L	50 L	100 L	200 L	400 L	500 L	1000 L	2000 L
Burbujas de aire en el agua (mL)	0.02	0,05	0,1	0,2	0,5	1	2	4	5	10	20
Perdida por evaporación (mL)	0.03	0.014	0.25	0,51	1.3	2,6	5.2	10,4	13	26	52
Variación en la cantidad de residuo líquido (mL)	0.24	0.45	0.55	0.68	1.7	3,4	6.8	13.6	17	34	68
TOTAL (mL)	0.29	0,514	0,9	1,39	3,5	7	14	28	35	70	140

Por lo tanto, para la incertidumbre debido a factores adicionales, será el total que se muestra de la tabla 3. Y dependerá de la capacidad volumétrica del medidor volumétrico a calibrar. Para el caso de medidores volumétricos cuya capacidad volumétrica y escala este en galones, se tomará el valor de la tabla 3 convertido.

4.1.5 Presupuesto de incertidumbre del modelo matemático

El presupuesto de incertidumbre se obtendrá de todas las fuentes de incertidumbre detalladas en 4.1.4, las cuales serán representadas en la tabla 4.

Tabla 4.

Presupuesto de incertidumbre para calibrar un medidor volumétrico de 5 galones.

Magnitud (fuente de incertidumbre)	Valor Estimado o X_i	Función de densidad de probabilidad	Incertidumbre estándar $u(\delta_i)$	Coefficiente de sensibilidad C_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y) = C_i * u(\delta_i)$
Debido a la repetibilidad del instrumento	$\bar{V}_C$	Normal	$\frac{1}{\sqrt{n}} * \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (V_{C_i} - \bar{V}_C)^2}$	$ 1 $	$u_1 = \frac{1}{\sqrt{n}} \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (V_{C_i} - \bar{V}_C)^2}$
Debido al medidor volumétrico patrón	$\bar{V}_p$	Rectangular	$\sqrt{\left(\frac{U_{certificado}}{k}\right)^2 + \left(\frac{\delta_{derivada}}{\sqrt{12}}\right)^2}$	$\left \frac{\bar{V}_C - \Delta V}{\bar{V}_p}\right $	$u_2 = \left \frac{\bar{V}_C - \Delta V}{\bar{V}_p}\right * \sqrt{\left(\frac{U_{certificado}}{k}\right)^2 + \left(\frac{\delta_{derivada}}{\sqrt{12}}\right)^2}$
Debido a la temperatura del instrumento patrón	$\bar{t}_p$	Normal	$u(\bar{t}_p)$	$ \bar{V}_p(\gamma_p - \beta) $	$u_3 = \bar{V}_p(\gamma_p - \beta) * u(\bar{t}_p)$
Debido a la temperatura del instrumento a calibrar	$\bar{t}_C$	Normal	$u(\bar{t}_C)$	$ \bar{V}_p(\beta - \gamma_C) $	$u_4 = \bar{V}_p(\beta - \gamma_C) * u(\bar{t}_C)$
Debido al coeficiente de dilatación térmica cubica del medidor patrón	γ_p	Rectangular	$\frac{0,2 * \gamma_p}{\sqrt{12}}$	$ \bar{V}_p(t_p^{ref} - \bar{t}_p) $	$u_5 = \bar{V}_p(t_p^{ref} - \bar{t}_p) * \frac{0,2 * \gamma_p}{\sqrt{12}}$
Debido al coeficiente de dilatación térmica cubica del medidor a calibrar	γ_C	Rectangular	$\frac{0,2 * \gamma_C}{\sqrt{12}}$	$ \bar{V}_p(t_C^{ref} - \bar{t}_C) $	$u_6 = \bar{V}_p(t_C^{ref} - \bar{t}_C) * \frac{0,2 * \gamma_C}{\sqrt{12}}$
Debido al coeficiente de dilatación térmica cubica del agua	β	Rectangular	$ \bar{V}_p(\bar{t}_C - \bar{t}_p) $	$2 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	$u_7 = 2 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} * \bar{V}_p(\bar{t}_C - \bar{t}_p) $
Debida a la cantidad de agua añadida o eliminada	ΔV	Rectangular	$\sqrt{\left(\frac{U_{certificado}}{k}\right)^2 + \left(\frac{\delta_{derivada}}{\sqrt{12}}\right)^2}$	$ 1 $	$u_8 = \sqrt{\left(\frac{U_{certificado}}{k}\right)^2 + \left(\frac{\delta_{derivada}}{\sqrt{12}}\right)^2}$
Debido a la lectura del menisco	$\delta_{menisco}$	Rectangular	$\frac{\alpha}{\sqrt{3}}$	$ 1 $	$u_9 = \frac{\alpha}{\sqrt{3}}$
Debido a factores adicionales	$\delta_{factor\ adi}$	Rectangular	$u(\delta_{fact. adic.})$	$ 1 $	$u_{10} = u(\delta_{fact. adic.})$
Incertidumbre combinada $u(y)$					$u(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^{10} u_i^2(y)}$
Incertidumbre expandida $U((k = t_{95,45} \%(v_{eff})))$					$U = k * u(y)$

4.2 Procedimiento de calibración por el Método Gravimétrico

El método gravimétrico consiste en la obtención del volumen en función de la densidad del líquido y la masa del líquido contenido de la descarga total del volumen nominal del instrumento bajo calibración.

4.2.1 Equipos y materiales usados para el método gravimétrico

Los equipos usados para la calibración de los medidores volumétricos metálicos por este método serán patrones calibrados por una entidad acreditada, y deberán cumplir los requerimientos técnicos de exactitud e incertidumbre para el uso adecuado.

Para la calibración se requiere lo siguientes patrones:

- Termómetro Digital.

Como se indicó en 4.1.1 el termómetro para este procedimiento deberá tener una resolución de 0,1 °C y una incertidumbre de calibración de 0,1 °C.

- Balanza digital de clase II.

Balanza digital de clase de exactitud II cuya resolución sea menor o igual a 1/10 del error máximo permitido del medidor volumétrico a calibrar. En la figura 7 se tiene la balanza de código de identificación PT-BALD-11 cuya capacidad máxima es de 36 kg y división mínima 0,1 g.

Figura 7.

Balanza digital PT-BALD-11 cuya división mínima es de 0,1 g.



Nota. Fotografía tomada en las instalaciones del laboratorio de calibración.

- Material volumétrico de vidrio.

Como se indicó en 4.1.1 este instrumento será usado para la determinación de la escala y el ajuste del menisco del medidor volumétrico a calibrar.

- Termómetro ambiental, para medir las condiciones ambientales.
- Higrómetro, para medir la humedad relativa del medio ambiente.
- Barómetro, para medir la presión atmosférica.
- Como líquido fundamental para la calibración se requiere agua destilada cuya conductividad sea menor o igual a 4 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

4.2.2 Condiciones de calibración

Previamente a la calibración se debe verificar el estado físico del medidor volumétrico a calibrar. Para esto se llena completamente con agua potable para verificar si existe o no fugas en las soldaduras, uniones, en el visor o en válvulas del medidor. Si hubiese alguna condición que no permita la calibración del instrumento (puede ser fuga, rotura, rajadura, suciedad, óxidos, etc.), no se procederá con la calibración y por lo tanto se procederá a su devolución.

Los datos y mediciones de la calibración se anotarán en el registro de calibración.

Limpiar el medidor a calibrar con un detergente adecuado de tal manera que no exista residuos de grasa ni cualquier otra sustancia en el interior, enjuagarlo por lo menos 2 o 3 veces con agua destilada.

Como se trata de un instrumento tipo Ex podrá mantenerse lleno con agua destilada hasta poco antes de la calibración o vacío, pero siempre el tiempo suficiente para que alcance la temperatura ambiente (no menos de 60 minutos). Un factor crítico pero que influye sobre la exactitud de las mediciones en los medidores con escala no automática es el ajuste del menisco por lo que éste debe efectuarse con mucho cuidado.

Otro factor crítico es la medición de la temperatura del agua, ésta debe realizarse teniendo en cuenta el tiempo de respuesta del termómetro

El medidor volumétrico y la balanza deberán estar nivelados. Si no es así, se debe hacer la nivelación utilizando los tornillos de ajuste o tomando las medidas necesarias.

4.2.3 Proceso de calibración

Para realizar el proceso de calibración se deberán llevar a cabo las respectivas tareas:

- a) Anotar en el registro de calibración indicando previamente, las características generales del instrumento a calibrar (alcance de indicación, marca, modelo, número de serie, código de identificación). Si el instrumento no presenta número de serie (u otra identificación) se le debe asignar un número de identificación, el cual se graba en el instrumento y se anota en el registro de calibración.

- b) Registrar las características de la balanza y del termómetro, las condiciones ambientales, el volumen a ser medido, así como el error máximo permisible asignado al instrumento.
- c) Teniendo el medidor volumétrico lleno de agua destilada, vaciarlo dejando escurrir el agua por 30 segundos. Luego no debe secarse por dentro, pero si por fuera.
- d) Llenar el medidor volumétrico con agua destilada, evitando la formación de burbujas en el interior. Si el medidor es de cero automático llenar el medidor hasta unos pocos milímetros por encima de la línea de indicación nominal y realizar el ajuste del cero con la válvula de ajuste automático.
- e) Si el medidor volumétrico no es automático entonces realizar el ajuste del menisco a la línea de indicación, de preferencia con la ayuda de una pipeta Pasteur u otra pipeta.
- f) Coger el recipiente donde se descargará el agua, ponerlo en la balanza y registrar su masa (masa del recipiente vacío).
- g) Descargar el agua del medidor volumétrico sobre el recipiente evitando las salpicaduras. Cuando la descarga haya terminado, dejar escurrir por 30 segundos contados a partir de la primera gota que aparezca, salvo que se especifique otro tiempo de escurrido.
- h) Pesar el recipiente con agua y registrar la indicación de la balanza.
- i) Medir la temperatura del agua en el recipiente y registrarla. Para el caso en el cual el medidor volumétrico a calibrar tenga una capacidad volumétrica, convertido en masa, mayor a la capacidad máxima de la balanza a calibrar, entonces se deberá medir la temperatura al inicio de la descarga y al final de la última descarga, estos dos valores se deberán promediar para obtener el valor de la temperatura del líquido dentro del medidor a calibrar. La

variación de temperatura del agua con respecto al tiempo no deberá exceder en 1 °C/h entre la primera descarga y la última descarga.

- j) Repetir los pasos del d) al h) hasta obtener por lo menos tres mediciones.
- k) Determinar el valor de la división de escala como se detalla más adelante, siempre y cuando el medidor cuente con escala.
- l) Al final de la calibración se procederá a colocar los precintos de seguridad y etiquetas.

4.2.4 Modelo Matemático

El modelo matemático que se usara para la calibración de medidores de clase 0,02 es la siguiente:

El volumen vertido por el instrumento en una sola medición es V_i a la temperatura de referencia de 20 °C, está dado por:

$$V_i = (I_{fi} - I_{0i}) \left(\frac{1}{\rho_{wi} - \rho_a} \right) \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_b} \right) [1 - \gamma * (t_i - 20)] \quad \dots$$

(58)

Donde:

I_{fi} : Lectura de la balanza cuando se pasa el recipiente con agua en la medición i .

I_{0i} : Lectura de la balanza cuando se pasa el recipiente vacío en la medición i .

ρ_a : Densidad del aire, calculada a las condiciones ambientales medidas (temperatura, presión y humedad relativa).

ρ_b : Densidad real de las pesas de la balanza cuando éstas son ajustadas a su masa nominal, o densidad de preferencia para la cual han sido ajustadas las pesas, o cuando se utiliza una balanza electrónica sin pesas, la densidad (de referencia) de las pesas con las cuales ésta ha sido ajustada.

Como generalmente no se conoce el valor, se puede considerar un valor genérico que abarca todo el rango de densidad de pesas de acero inoxidable: $7\,950\text{ kg/m}^3 \pm 140\text{ kg/m}^3$ ($k=2$)

ρ_{wi} : Densidad del agua calculada a la temperatura t_i , cuyo valor se puede estimar según el método sugerido en el anexo B.

γ : Coeficiente de expansión térmica cúbica del instrumento; su valor se puede extraer del catálogo del fabricante de la marca del instrumento. Si no se puede tener esta información, se podrá asumir uno de los valores mostrados en la siguiente tabla de acuerdo con el material del instrumento.

t_i : Temperatura del agua en la medición i . Para un medidor volumétrico de capacidad volumétrica, convertido en masa, mayor a la capacidad máxima de la balanza, entonces esta temperatura será dada por:

$$t_i = \frac{t_{inicial_i} + t_{final_i}}{2} \quad (59)$$

El volumen vertido por el instrumento a la temperatura de referencia de $20\text{ }^\circ\text{C}$ (V_{20}) se calcula como el promedio de los valores obtenidos en cada medición:

$$V_{20} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N V_i + \delta_m \quad (60)$$

Donde:

N : Numero de mediciones realizadas.

δ_m : Corrección por lectura de menisco, cuyo valor más probable es cero, pero su incertidumbre es diferente de cero.

La corrección encontrada D , estará dada por:

$$D = V_{20} - V_{nom}$$

Donde:

V_{nom} : Volumen nominal indicado en el instrumento a calibrar, no tiene incertidumbre por ser un valor de referencia.

4.2.5 Cálculo de incertidumbre

A continuación, se procederá realizar el cálculo de la incertidumbre, para lo cual la ecuación (58) deberá tomar la siguiente forma:

De la siguiente ecuación:

$$V_i = (I_{fi} - I_{0i}) \left(\frac{1}{\rho_{wi} - \rho_a} \right) \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_b} \right) [1 - \gamma * (t_i - 20)] \quad (61)$$

Reemplazamos la ecuación anterior en la ecuación (6) tenemos lo siguiente:

$$V_{20} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left[(I_{fi} - I_{0i}) \left(\frac{1}{\rho_{wi} - \rho_a} \right) \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_b} \right) [1 - \gamma * (t_i - 20)] \right] + \delta_m \quad (62)$$

Reemplazando la ecuación anterior en el cálculo del valor de D tenemos:

$$D = V_{20} - V_{nom} = \left(\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left[(I_{fi} - I_{0i}) \left(\frac{1}{\rho_{wi} - \rho_a} \right) \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_b} \right) [1 - \gamma * (t_i - 20)] \right] + \delta_m \right) - V_{nom} \quad (63)$$

La relación funcional a partir de la cual se expresará el cálculo de la incertidumbre de la corrección del volumen dado por la ecuación (63) estará dada por:

$$D = f(V_{20}; I_f; I_0; \rho_w; \rho_a; \rho_b; \gamma; t; \delta_m) \quad (64)$$

La incertidumbre estándar combinada u_c de la corrección del volumen D se puede calcular a partir de la fórmula de propagación de incertidumbres:

$$u_c^2(D) = \sum_{i=1}^m \left[\frac{\partial f}{\partial x_i} \right]^2 * u^2(x_i) = \sum_{i=1}^N C_i^2 * u^2(x_i) \quad (65)$$

Donde:

$$C_i = \frac{\partial D}{\partial x_i} : \text{Coeficientes de sensibilidad.}$$

x_i : Magnitudes de influencia (V_{20} ; I_f ; I_0 ; ρ_w ; ρ_a ; ρ_b ; γ ; t ; δ_m).

$u(x_i)$: Incertidumbre estándar de la estimación de la magnitud de influencia x_i .

m : Número de magnitudes de influencia (en este caso $m = 9$).

Desarrollando la ecuación se tiene:

$$\begin{aligned} u_C^2(D) = & \left[\frac{\partial f}{\partial V_{20}} \right]^2 * u^2(V_{20}) + \left[\frac{\partial f}{\partial I_f} \right]^2 * u^2(I_f) + \left[\frac{\partial f}{\partial I_0} \right]^2 * u^2(I_0) + \left[\frac{\partial f}{\partial \rho_w} \right]^2 * \\ & u^2(\rho_w) + \left[\frac{\partial f}{\partial \rho_a} \right]^2 * u^2(\rho_a) + \left[\frac{\partial f}{\partial \rho_b} \right]^2 * u^2(\rho_b) + \left[\frac{\partial f}{\partial \gamma} \right]^2 * u^2(\gamma) + \left[\frac{\partial f}{\partial t} \right]^2 * u^2(t) + \\ & n * \left[\frac{\partial f}{\partial \delta_m} \right]^2 * u^2(\delta_m) \end{aligned} \quad (66)$$

Donde:

n : Número de veces que se hace el ajuste del menisco en una medición.

Expresando la ecuación de forma simplificada, se tiene:

$$u_C^2(D) = u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + u_4^2 + u_5^2 + u_6^2 + u_7^2 + u_8^2 + n * u_9^2 \quad (67)$$

La incertidumbre expandida U , estará dada por:

$$U = k * \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + u_4^2 + u_5^2 + u_6^2 + u_7^2 + u_8^2 + n * u_9^2} \quad (68)$$

Donde:

$k = 2$; factor de cobertura tomado para un nivel de confianza de aproximadamente 95 %.

A continuación, se detalla la manera de calcular cada término:

Debido a la repetibilidad del instrumento

Aplicando las propiedades de las derivadas parciales a la ecuación (63) para el cálculo de C_1 y considerando una distribución de probabilidad normal para la incertidumbre estándar por repetibilidad, se obtiene:

$$C_1 = \frac{\partial f}{\partial V_{20}} = 1 \quad (69)$$

La incertidumbre por repetibilidad del instrumento se determina de la siguiente manera:

$$u(V_{20}) = \frac{s}{\sqrt{N}} = \sqrt{\frac{1}{N(N-1)} \sum_{i=1}^N (V_i - V_{20})^2} \quad (70)$$

Con los valores de C_1 y $u(V_{20})$; obtenemos el valor de u_1 :

$$u_1 = |C_1| * u(V_{20}) = |1| * \sqrt{\frac{1}{N(N-1)} \sum_{i=1}^N (V_i - V_{20})^2} \quad (71)$$

Por lo tanto:

$$u_1 = |1| * \sqrt{\frac{1}{N(N-1)} \sum_{i=1}^N (V_i - V_{20})^2} \quad (72)$$

Debido a la lectura de la balanza cuando se pesa el recipiente lleno de agua

Aplicando las derivadas parciales a la ecuación (63) con respecto a I_L para el cálculo de C_2 se obtiene lo siguiente:

$$C_2 = \frac{\partial f}{\partial I_f} \quad (73)$$

$$C_2 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{\partial V_i}{\partial I_f} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left(\frac{1}{\rho_{wi} - \rho_a} \right) \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_b} \right) [1 - \gamma * (t_i - 20)] = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{V_i}{(I_{fi} - I_{0i})} \quad (74)$$

Por lo tanto, $|C_2|$ es dado por:

$$|C_2| = \left| \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{V_i}{(I_{fi} - I_{0i})} \right| \quad (75)$$

Ahora calculamos la incertidumbre $u(I_{fi})$; el cual es la incertidumbre estándar de la lectura de la balanza cuando el recipiente está lleno de agua. Su valor se calcula reemplazando el valor máximo de la masa obtenida al pesar el instrumento con agua de las N mediciones, en la ecuación de la incertidumbre de la balanza y dividiendo el resultado entre el factor de cobertura usado en la calibración de la balanza (generalmente $k=2$). La ecuación y el factor de cobertura mencionados se encuentran en el certificado de calibración de la balanza y esta forma de cálculo corresponde a una distribución de probabilidad normal.

Teniendo el valor de $|C_2|$ y el valor de $u(I_{fi})$, encontramos el valor de u_2 de la siguiente manera:

$$u_2 = |C_2| * u(I_f) = \left| \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{V_i}{(I_{fi} - I_{oi})} \right| * u(I_f) \quad (76)$$

Por lo tanto:

$$u_2 = \left| \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{V_i}{(I_{fi} - I_{oi})} \right| * u(I_f) \quad (77)$$

Debido a la lectura de la balanza cuando se pesa el recipiente vacío

Aplicando las derivadas parciales a la ecuación (63) con respecto a I_L para el cálculo de C_3 se obtiene lo siguiente:

$$C_3 = \frac{\partial f}{\partial I_0} \quad (78)$$

$$C_3 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{\partial V_i}{\partial I_0} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left(\frac{-1}{\rho_{wi} - \rho_a} \right) \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_b} \right) [1 - \gamma * (t_i - 20)] =$$

$$\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{-V_i}{(I_{fi} - I_{oi})} \quad (79)$$

Por lo tanto, $|C_3|$ es dado por:

$$|C_3| = \left| \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{-V_i}{(I_{fi} - I_{oi})} \right| \quad (80)$$

Ahora calculamos la incertidumbre $u(I_{oi})$; el cual es la incertidumbre estándar de la lectura de la balanza cuando se pesa el recipiente vacío. Su valor se calcula de manera similar al caso anterior (distribución de probabilidad normal)

Teniendo el valor de $|C_3|$ y el valor de $u(I_{oi})$, encontramos el valor de u_3 de la siguiente manera:

$$u_3 = |C_3| * u(I_E) = \left| \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{-V_i}{(I_{fi} - I_{oi})} \right| * u(I_0) \quad (81)$$

Por lo tanto:

$$u_3 = \left| \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{-V_i}{(I_{fi} - I_{oi})} \right| * u(I_0) \quad (82)$$

Observación: Comparando las expresiones para u_2 y u_3 se deduce que la única diferencia está en $u(I_0)$ y $u(I_f)$.

Además, como se sabe que la incertidumbre de una pesada es directamente proporcional a la masa siempre se cumple que: $u(I_0)$ es menor que $u(I_f)$.

Por lo tanto: $u_3 < u_2$

Debido a la densidad del agua

Aplicando las derivadas parciales a la ecuación (63) con respecto a ρ_w para el cálculo de C_4 se obtiene lo siguiente:

$$C_4 = \frac{\partial f}{\partial \rho_w} \quad (83)$$

$$C_4 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{\partial V_i}{\partial \rho_w} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left(\frac{-(I_{Li} - I_{Ei})}{(\rho_{wi} - \rho_a)^2} \right) \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_b} \right) [1 - \gamma * (t_i - 20)] =$$

$$\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{-V_i}{(\rho_{wi} - \rho_a)} \quad (84)$$

Por lo tanto, $|C_4|$ es dado por:

$$C_4 = \left| \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{-V_i}{(\rho_{wi} - \rho_a)} \right| \quad (85)$$

Ahora calculamos la incertidumbre $u(\rho_w)$; esta incertidumbre se calculará en el anexo B y tendrá una distribución de probabilidad normal. Cuando la temperatura del agua se encuentra en el intervalo: $15\text{ }^{\circ}\text{C} \leq t \leq 27\text{ }^{\circ}\text{C}$ y se mide con una incertidumbre estándar de $0,07\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $0,20\text{ }^{\circ}\text{C}$ la incertidumbre estándar $u(\rho_w)$, asociada al valor de densidad obtenido con esta formula está dado por la siguiente tabla 5.

Tabla 5.

Incertidumbre estándar de la densidad del agua (g/cm^3)

T ($^{\circ}\text{C}$)	Incertidumbre estándar de t ($^{\circ}\text{C}$)							
	0,07	0,08	0,1	0,12	0,14	0,16	0,18	0,2
15	12.5	13.8	16.5	19.3	22.2	25.1	28.0	31.0
16	13.1	14.6	17.6	20.6	23.7	26.9	30.1	33.2
17	13.8	15.4	18.6	21.9	25.3	28.6	32.1	35.5
18	14.5	16.2	19.6	23.2	26.8	30.4	34.0	37.7
19	15.2	17.0	20.7	24.4	28.2	32.1	35.9	39.8
20	15.8	17.7	21.7	25.6	29.7	33.7	37.8	41.9
21	16.5	18.5	22.6	26.8	31.1	35.4	39.6	43.9
22	17.1	19.3	23.6	28.0	32.5	37.0	41.4	46.0
23	17.8	20.0	24.6	29.2	33.8	38.5	43.2	47.9
24	18.4	20.7	25.5	30.3	35.2	40.1	45.0	49.9
25	19.0	21.5	26.4	31.5	36.5	41.6	46.7	51.8
26	19.6	22.2	27.3	32.6	37.8	43.1	48.4	53.6
27	20.2	22.9	28.2	33.6	39.1	44.5	50.0	55.5

Nota. Tomado del procedimiento de calibración PC-015 Edición 2015.

Teniendo el valor de $|C_4|$ y el valor de $u(\rho_w)$, encontramos el valor de u_4 de la siguiente manera:

$$u_4 = |C_4| * u(\rho_w) = \left| \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{-V_i}{(\rho_{wi} - \rho_a)} \right| * u(\rho_w) \quad (86)$$

Por lo tanto:

$$u_4 = \left| \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{-V_i}{(\rho_{wi} - \rho_a)} \right| * u(\rho_w) \quad (87)$$

Debido a la densidad del aire

Aplicando las derivadas parciales a la ecuación (63) con respecto a ρ_a para el cálculo de C_5 se obtiene lo siguiente:

$$C_5 = \frac{\partial f}{\partial \rho_a} \quad (88)$$

$$C_5 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{\partial V_i}{\partial \rho_a} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (I_{fi} - I_{0i}) \left[\left(\frac{1}{\rho_{wi} - \rho_a} \right) \left(\frac{-1}{\rho_b} \right) + \left(\frac{1}{\rho_{wi} - \rho_a} \right)^2 \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_b} \right) \right] [1 - \gamma * (t_i - 20)] \quad (89)$$

Desarrollando tenemos:

$$C_5 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N V_i \left[\frac{1}{\rho_{wi} - \rho_a} - \frac{1}{\rho_b - \rho_a} \right] \quad (90)$$

Por lo tanto, $|C_5|$ es dado por:

$$C_5 = \left| \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N V_i \left[\frac{1}{\rho_{wi} - \rho_a} - \frac{1}{\rho_b - \rho_a} \right] \right| \quad (90)$$

Ahora calculamos la incertidumbre $u(\rho_a)$; esta incertidumbre se calculará en el anexo B y tendrá una distribución de probabilidad normal.

La incertidumbre de la densidad del aire se calcular de la siguiente fórmula:

$$u(\rho_a) = \rho_a \sqrt{(2,2 \times 10^{-5})^2 + (-4 \times 10^{-3} u_t)^2 + (10^{-3} u_p)^2 + (-9 \times 10^{-5} u_h)^2 + (0,4 u_{x_{CO_2}})^2} \quad (90)$$

Teniendo el valor de $|C_5|$ y el valor de $u(\rho_a)$, encontramos el valor de u_5 de la siguiente manera:

$$u_5 = |C_5| * u(\rho_a) = \left| \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N V_i \left[\frac{1}{\rho_{wi} - \rho_a} - \frac{1}{\rho_b - \rho_a} \right] \right| * u(\rho_a) \quad (91)$$

Por lo tanto:

$$u_5 = \left| \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N V_i \left[\frac{1}{\rho_{wi} - \rho_a} - \frac{1}{\rho_b - \rho_a} \right] \right| * u(\rho_a) \quad (92)$$

Debido a la densidad de las pesas

Aplicando las derivadas parciales a la ecuación (63) con respecto a ρ_b para el cálculo de C_6 se obtiene lo siguiente:

$$C_6 = \frac{\partial f}{\partial \rho_b} \quad (93)$$

$$C_6 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{\partial V_i}{\partial \rho_b} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (I_{Li} - I_{Ei}) \left(\frac{\rho_a}{(\rho_{wi} - \rho_a) \rho_b^2} \right) [1 - \gamma * (t_i - 20)] =$$

$$\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{V_i \rho_a}{\rho_b (\rho_b - \rho_a)} \quad (94)$$

Por lo tanto, $|C_6|$ es dado por:

$$C_6 = \left| \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{V_i \rho_a}{\rho_b (\rho_b - \rho_a)} \right| \quad (95)$$

Ahora calculamos la incertidumbre estándar de la determinación de la densidad de las pesas $u(\rho_b)$; el cual se determina a partir de la incertidumbre mencionada anteriormente, considerando una distribución de probabilidad normal.

Es decir: $u(\rho_b) = \frac{140}{2} \text{ kg/m}^3$

Teniendo el valor de $|C_6|$ y el valor de $u(\rho_b)$, encontramos el valor de u_6 de la siguiente manera:

$$u_6 = |C_6| * u(\rho_b) = \left| \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{V_i \rho_a}{\rho_b (\rho_b - \rho_a)} \right| * \frac{140}{2} \text{ kg/m}^3 \quad (96)$$

Por lo tanto:

$$u_6 = \left| \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{V_i \rho_a}{\rho_b(\rho_b - \rho_a)} \right| * 70 \text{ kg/m}^3 \quad (97)$$

Debido al coeficiente de expansión térmica cúbica del material

Aplicando las derivadas parciales a la ecuación (63) con respecto a γ para el cálculo de C_7 se obtiene lo siguiente:

$$C_7 = \frac{\partial f}{\partial \gamma} \quad (98)$$

$$C_7 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{\partial V_i}{\partial \gamma} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left(\frac{I_{fi} - I_{oi}}{\rho_{wi} - \rho_a} \right) \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_b} \right) (20 - t_i) = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{V_i(20 - t_i)}{1 - \gamma^*(t_i - 20)} \quad (99)$$

Por lo tanto, $|C_7|$ es dado por:

$$C_7 = \left| \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{V_i(20 - t_i)}{1 - \gamma^*(t_i - 20)} \right| \quad (100)$$

Ahora calculamos la incertidumbre estándar del coeficiente de expansión térmica cúbica del material. Esta incertidumbre se determina considerando una distribución de probabilidad rectangular para la variación máxima en el coeficiente de expansión térmica cúbica mencionada anteriormente. Como por lo general solo se conoce el valor del coeficiente de expansión térmica cubica del material dado por el fabricante, entonces se puede considerar como incertidumbre el 10% del valor del coeficiente de expansión y a este le atribuimos una distribución de probabilidad rectangular quedando como incertidumbre estándar lo siguiente:

$$u(\gamma) = \frac{0,1\gamma}{\sqrt{3}} \quad (101)$$

Teniendo el valor de $|C_7|$ y el valor de $u(\gamma)$, encontramos el valor de u_7 de la siguiente manera:

$$u_7 = |C_7| * u(\gamma) = \left| \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{V_i(20 - t_i)}{1 - \gamma^*(t_i - 20)} \right| * \frac{0,1\gamma}{\sqrt{3}} \quad (102)$$

Por lo tanto:

$$u_7 = \left| \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{V_i(20-t_i)}{1-\gamma^*(t_i-20)} \right| * \frac{0,1\gamma}{\sqrt{3}} \quad (103)$$

Debido a la temperatura del agua

Aplicando las derivadas parciales a la ecuación (63) con respecto a t para el cálculo de C_8 se obtiene lo siguiente:

$$C_8 = \frac{\partial f}{\partial t} \quad (104)$$

$$C_8 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{\partial V_i}{\partial t} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left(\frac{I_{fi} - I_{oi}}{\rho_{wi} - \rho_a} \right) \left(\frac{\rho_a}{\rho_b} - 1 \right) \gamma = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{-V_i \gamma}{1 - \gamma^*(t_i - 20)} \quad (105)$$

Por lo tanto, $|C_8|$ es dado por:

$$C_8 = \left| \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{-V_i \gamma}{1 - \gamma^*(t_i - 20)} \right| \quad (106)$$

Ahora calculamos la incertidumbre estándar de la determinación de la temperatura del agua $u(t)$; su valor se puede estimar a partir del certificado de calibración del termómetro dividido entre su factor de cobertura.

Teniendo el valor de $|C_8|$ y el valor de $u(t)$, encontramos el valor de u_8 de la siguiente manera:

$$u_8 = |C_8| * u(t) = \left| \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{-V_i \gamma}{1 - \gamma^*(t_i - 20)} \right| * u(t) \quad (107)$$

Donde $u(t)$ se determina como:

$$u(t) = \sqrt{\left(\frac{s_{term}}{\sqrt{10}} \right)^2 + \left(\frac{u_{term}}{k_{term}} \right)^2 + \left(\frac{\delta_{term}}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left(\frac{a_{term}}{\sqrt{3}} \right)^2} \quad (108)$$

Siendo:

s_{term} : Desviación estándar obtenida en la prueba de repetibilidad del termómetro. El valor de 10 que se acompaña a la s_{term} es el numero de mediciones realizadas en esa prueba.

U_{term} : Incertidumbre indicada en el certificado de calibración del termómetro.

k_{term} : Factor de cobertura indicado en el certificado de calibración del termómetro digital.

δ_{term} : Deriva del termómetro a través del tiempo.

a_{term} : Aproximación de la lectura del termómetro realizada por el metrologo.

Se determina como la mitad de su resolución

La incertidumbre expandida del valor medido U_t se calcula como:

$$U_t = 2 * u(t) \quad (109)$$

Donde se ha considerado una distribución de probabilidad normal, un factor de cobertura de $k=2$. Para un nivel de confianza aproximadamente del 95 %. Por lo tanto:

$$u_8 = \left| \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{-V_i \gamma}{1 - \gamma * (t_i - 20)} \right| * u(t) \quad (110)$$

Debido a la lectura del menisco en el instrumento

Aplicando las derivadas parciales a la ecuación (63) con respecto a δ_m para el cálculo de C_9 se obtiene lo siguiente:

$$C_9 = \frac{\partial f}{\partial \delta_m} = |1| \quad (111)$$

Ahora calculamos la incertidumbre estándar de la lectura del menisco $u(\delta_m)$; su valor se puede estimar de la siguiente manera:

$$u(\delta_m) = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (112)$$

Donde:

a : Semiancho de una distribución rectangular de valores posibles en la lectura del menisco (ver sección 4.3.7 de la "Guía para la expresión de la Incertidumbre de la Medición"

Teniendo el valor de $|C_9|$ y el valor de $u(\delta_m)$, encontramos el valor de u_9 de la siguiente manera:

$$u_9 = |C_9| * u(\delta_m) = |1| * \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (113)$$

Por lo tanto:

$$u_9 = |1| * \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (114)$$

4.2.6 Presupuesto de incertidumbre del modelo matemático

El presupuesto de incertidumbre será dado de todas las contribuciones anteriormente calculadas, y se expresará en la tabla 6.

Tabla 6.

Presupuesto de incertidumbre para la calibración de un M.V. de 5 galones

Magnitud (Fuente de incertidumbre)	Valor estimado X_i	Función densidad de probabilidad	Incertidumbre estándar $u(x_i)$	Coficiente de sensibilidad C_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y) = C_i * u(x_i)$
Repetibilidad del instrumento	V_{20}	Normal	$\frac{s}{\sqrt{n}}$	$ 1 $	$u_1 = 1 * \frac{s}{\sqrt{n}}$
Lectura de la balanza cuando se pesa el recipiente lleno	I_f	Normal	$u(I_f)$	$\left \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{V_i}{(I_{fi} - I_{0i})} \right $	$u_2 = \left \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{V_i}{(I_{fi} - I_{0i})} \right * u(I_f)$
Lectura de la balanza cuando se pesa el recipiente vacío	I_0	Normal	$u(I_0)$	$\left \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{-V_i}{(I_{fi} - I_{0i})} \right $	$u_3 = \left \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{-V_i}{(I_{fi} - I_{0i})} \right * u(I_0)$
Densidad del agua	ρ_w	Normal	$u(\rho_w)$	$\left \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{-V_i}{(\rho_{wi} - \rho_a)} \right $	$u_4 = \left \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{-V_i}{(\rho_{wi} - \rho_a)} \right * u(\rho_w)$
Densidad del aire	ρ_a	Normal	$u(\rho_a)$	$\left \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N V_i \left[\frac{1}{\rho_{wi} - \rho_a} - \frac{1}{\rho_b - \rho_a} \right] \right $	$u_5 = \left \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N V_i \left[\frac{1}{\rho_{wi} - \rho_a} - \frac{1}{\rho_b - \rho_a} \right] \right * u(\rho_a)$
Densidad de las pesas	ρ_b	Normal	$u(\rho_b)$ $= 70 \frac{kg}{m^3}$	$\left \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{V_i \rho_a}{\rho_b (\rho_b - \rho_a)} \right $	$u_6 = \left \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{V_i \rho_a}{\rho_b (\rho_b - \rho_a)} \right 70 \frac{kg}{m^3}$

Coefficiente de expansión cubica del material	γ	Rectangular	$u(\gamma) = \frac{\gamma}{\sqrt{3}}$	$\left \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{V_i(20 - t_i)}{1 - \gamma(t_i - 20)} \right $	$u_7 = \left \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{V_i(20 - t_i)}{1 - \gamma(t_i - 20)} \right \cdot \frac{\gamma}{\sqrt{3}}$
Temperatura del agua	t	Normal	$u(t) = \frac{U}{k}$	$\left \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{-V_i \gamma}{1 - \gamma(t_i - 20)} \right $	$u_8 = \left \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{-V_i \gamma}{1 - \gamma(t_i - 20)} \right \frac{U}{k}$
Lectura del menisco	δ_m	Rectangular	$u(\delta_m) = \frac{a}{\sqrt{3}}$	$ 1 $	$u_9 = 1 \cdot \frac{a}{\sqrt{3}}$

Incertidumbre estándar combinada

$$u_c(y) = \sum_{i=1}^9 c_i^2 u_i^2$$

Incertidumbre expandida $U_{(k=2)} = k \cdot u_c(y)$

$$U = 2 \cdot \left(\sum_{i=1}^9 c_i^2 u_i^2 \right)$$

CAPÍTULO V: RESULTADOS Y ANÁLISIS

Se presentan los resultados que son obtenidos en la calibración de dos medidores volumétricos metálicos de clase 0,1 y 0,02 calibrados por el método volumétrico y gravimétrico respectivamente.

5.1 Datos obtenidos para el procedimiento de calibración de un medidor volumétrico de clase de exactitud 0,1 para la validación del método.

Los siguientes datos fueron obtenidos en el proceso de calibración de un medidor volumétrico de 5 galones de clase de exactitud 0,1.

La validación del método se realizará usando el parámetro de veracidad, para esto se deberá realizar la comparación de los datos obtenidos con un laboratorio acreditado por el INACAL. El laboratorio acreditado fue el primero en realizar la calibración del medidor volumétrico metálico (serafin). La tabla 7 muestra los resultados obtenidos en el proceso de calibración

Tabla 7.

Valores de la temperatura del agua en M.V.P y M.V.C.

Nº de descargas	Temperatura del M.V.P. (°C)	Temperatura del M.V.C. (°C)	Volumen leído en el M.V.C. (gal)
1	22,5	22,5	5
1	22,3	22,2	5
1	22,1	22,0	5
1	22,1	22,0	5
1	22,1	22,1	5

Con los valores obtenidos, se procede a calcular los volúmenes determinados en cada proceso de medición. Para lo cual usaremos la ecuación:

$$V_C = NV_p[1 - \gamma_p(t_{0p} - t_p) + \beta(t_C - t_p) + \gamma_C(t - t_C)] + \Delta V$$

Reemplazando los valores obtenidos para cada proceso de medición, se deberán tomar los valores medidos más sus respectivas correcciones.

Para el caso del termómetro se deberán tomar las correcciones de su certificado de calibración, las cuales se muestran en el anexo A. Del mismo modo se deberá tomar las correcciones obtenidas en el certificado de calibración del medidor volumétrico patrón.

1er Volumen Obtenido

El valor del volumen obtenido en este proceso se determina de la siguiente manera:

$$V_C = NV_p[1 - \gamma_p(t_{0p} - t_p) + \beta(t_C - t_p) + \gamma_C(t - t_C)] + \Delta V$$

Para determinar el valor del volumen, es necesario calcular el valor de los siguientes parámetros corregidos:

- Medidor Volumétrico Patrón V_p .
- Temperatura del agua del medidor volumétrico patrón t_p .
- Temperatura del agua del medidor volumétrico a calibrar t_C .
- Coeficiente de expansión térmica cúbica del medidor volumétrico patrón γ_p .
- Coeficiente de expansión térmica cúbica del medidor volumétrico a calibrar γ_C .
- Coeficiente de dilatación térmica cúbica del agua β_w .

El valor de $N = 1$, este valor es debido a que solo se usará una sola vez el medidor volumétrico patrón para realizar el llenado completo del medidor volumétrico a calibrar.

Según el certificado de calibración del medidor volumétrico patrón es:

$$V_p = 5,0000079 \text{ gal}$$

La temperatura del agua en el medidor volumétrico patrón t_p es:

$$t_p = 22,5 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Para realizar la corrección del valor de temperatura del termómetro patrón, se deberá usar su certificado de calibración, para lo cual tenemos la Tabla 8.:

Tabla 8.

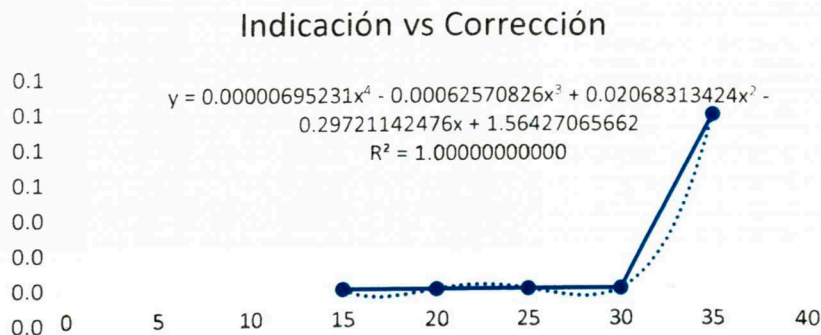
Resultados del certificado de calibración del medidor volumétrico patrón.

Indicación del termómetro ($^{\circ}\text{C}$)	Corrección ($^{\circ}\text{C}$)	Temperatura Convencionalmente Verdadera ($^{\circ}\text{C}$)	Incertidumbre ($^{\circ}\text{C}$)
15.0	0.00	15.0	0.08
20.0	0.00	20.0	0.08
25.0	0.00	25.0	0.08
30.0	0.00	30.0	0.08
34.9	0.10	35.0	0.08

Se procede a realizar el ajuste lineal para obtener los coeficientes de interpolación, Como se muestra en la gráfica 1 7. Se realizo la curva de interpolación obteniéndose lo siguiente:

Figura 8

Interpolación de los resultados de calibración del termómetro digital patrón



Estos coeficientes servirán para encontrar las correcciones a diferentes

(pero dentro del rango de calibración del termómetro) temperaturas. Por lo tanto, del grafico se tiene que los coeficientes son:

$$a_0 = 1,56427065662$$

$$a_1 = - 0,29721142476$$

$$a_2 = 0,02068313424$$

$$a_3 = - 0,00062570826$$

$$a_4 = 0,00000695231$$

Con estos coeficientes obtendremos la corrección correspondiente a $t_p = 22,5\text{ }^{\circ}\text{C}$, de la siguiente manera.

$$\begin{aligned} \text{Corrección} &= 1,56427065662 - 0,29721142476 \times 22,5 \\ &+ 0,02068313424 \times 22,5^2 - 0,00062570826 \times 22,5^3 \\ &+ 0,00000695231 \times 22,5^4 \end{aligned}$$

$$\text{Corrección} = 0,002443171567$$

Una vez obtenido la corrección, se procede a calcular el valor de la Temperatura Convencionalmente Verdadera (T.C.V.) de la siguiente manera:

$$T.C.V. = 22,5 + 0,002443171567 = 22,502443171567$$

$$T.C.V. = 22,502443171567\text{ }^{\circ}\text{C}$$

Por lo tanto, se tiene:

$$t_p = 22,502443171567\text{ }^{\circ}\text{C}$$

Por lo tanto, se tiene la temperatura promedio igual a la temperatura del medidor volumétrico patrón, esto se hace porque solo se realizó una sola medición. Ahora se procede a realizar la medición de la temperatura del medidor volumétrico a calibrar, obteniéndose el valor indicado en la tabla 7 el cual es:

$$t_c = 22,5\text{ }^{\circ}\text{C}$$

El valor de la temperatura es el mismo que la del medidor volumétrico a calibrar, por lo tanto, su corrección será la misma.

El valor de la temperatura corregida será entonces:

$$t_c = 22,502443171567 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

Con los dos valores obtenidos se determina los valores de la temperatura promedio de ambos medidores, esto se hará para determinar el coeficiente de dilatación cubica del agua β .

$$t_{promedio} = \frac{t_c + t_p}{2}$$

Remplazando los valores se tiene:

$$\begin{aligned} t_{promedio} &= \frac{22,502443171567 \text{ }^{\circ}\text{C} + 22,502443171567 \text{ }^{\circ}\text{C}}{2} \\ &= 22,502443171567 \text{ }^{\circ}\text{C} \end{aligned}$$

Por lo tanto:

$$t_{promedio} = 22,502443171567 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

Con el valor obtenido se determina el coeficiente térmico cubico del agua β .

Para lo cual usaremos la ecuación:

$$\beta = (-0,1176t^2 + 15,846t - 62,677) \times 10^{-6}$$

Reemplazando los valores obtenidos se tiene:

$$\beta = 0,000234349 \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$$

Con todos los datos obtenidos anteriormente, y considerando que el coeficiente de expansión térmica del medidor volumétrico patrón y a calibrar es $0,0000552 \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ y $0,000033 \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$, respectivamente. Se determinará el primer volumen del medidor volumétrico a calibrar el cual es:

$$\begin{aligned} V_c &= 5,0000079 [1 - 0,0000552(20 - 22,70240846) \\ &\quad + 0,000234349(22,2857282 - 22,70240846) \\ &\quad + 0,000033(20 - 22,2857282))] \end{aligned}$$

$$V_C = 5,000286 \text{ gal}$$

Por lo tanto, para la primera medición obtenida se tiene que el volumen del medidor volumétrico a calibrar es:

$$V_C = 5,000286 \text{ gal}$$

De la misma manera que se obtuvieron los datos de la primera medición, se obtuvieron los datos de las 4 mediciones restantes, las cuales son las siguientes:

2da Medición

$$V_C = 5,000164 \text{ gal}$$

3ra. Medición

$$V_C = 5,000143 \text{ gal}$$

4ta. Medición

$$V_C = 5,000143 \text{ gal}$$

5ta. Medición

$$V_C = 5,000241 \text{ gal}$$

Con los resultados obtenidos, elaboramos la tabla 9. Considerando que en cada proceso de medición se respetaron los pasos que conlleva realizar para obtener el volumen deseado.

Tabla 9

Resultados obtenidos en cada una de las mediciones realizadas al M.V.C.

N° de Medición	Volumen obtenido del M.V.C.	Volumen obtenido del M.V.P. por certificado de calibración
1	5,000286	5,0000079
2	5,000164	5,0000079
3	5,000143	5,0000079
4	5,000143	5,0000079
5	5,000241	5,0000079
Volumen promedio de las 5 mediciones del M.V.C.		5,0002

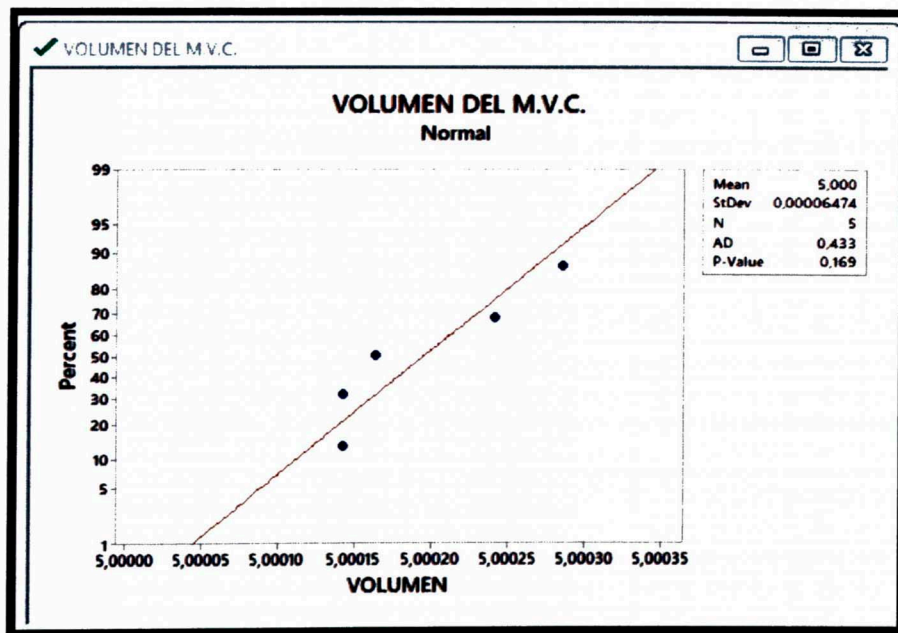
Nota. El volumen promedio fue redondeado al cuarto decimal.

Como se observa en la tabla, se tiene el volumen promedio de las 5 mediciones del medidor volumétrico a calibrar.

Con los resultados obtenidos, realizaremos la prueba de la normalidad de Anderson-Darling, para tal efecto usaremos el programa MINITAB. El cual se muestra en la figura 8.

Figura 9.

Prueba de normalidad de los valores de volumen obtenidos en la calibración del MV.C.



Como se observa en la figura 9 los datos obtenidos presentar normalidad, y esto se demuestra pues el p-value es mayor a 0,05.

Como se sabe, el volumen nominal del medidor volumétrico a calibrar es de 5 galones, entonces el volumen obtenido deberá compararse con el volumen nominal, de la misma forma la incertidumbre de calibración se incluirá en la tabla 10. Se podrá verificar estos datos en el anexo A.

Tabla 10.

Volumen, corrección e incertidumbre obtenidos del M.V.C. por el laboratorio evaluado

Volumen Nominal del M.V.C. (L)	Volumen Obtenido en la calibración del M.V.C. (L)	Corrección del M.V.C. (L)	Incertidumbre de la medición del volumen del M.V.C. (L)
18,9271	18.9278	0.0007	0,0067

En el proceso de calibración se encontró que la división de escala corresponde a: 15,14 ml. Es decir, corresponde al 0,080 % del volumen nominal.

Los valores obtenidos por el referente son dados por la tabla 11. Estos podrán verificarse en el anexo A.

Tabla 11.

Volumen, corrección e incertidumbre obtenidos del M.V.C. por el laboratorio referente

Volumen Nominal del M.V.C. (L)	Volumen Obtenido en la calibración del M.V.C. (L)	Corrección del M.V.C. (L)	Incertidumbre de la medición del volumen del M.V.C. (L)
18,9271	18,9272	0,0001	0,0057

Nota. Estos resultados se podrán encontrar en el anexo A de este informe.

Con los resultados obtenidos por ambos laboratorios, se procede a determinar el error normalizado para validar el procedimiento usando el parámetro de la veracidad.

Para lo cual usaremos la siguiente expresión:

$$E_n = \frac{x - X}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}}$$

Donde:

E_n : Error Normalizado.

x : Resultado de medición obtenido por el laboratorio participante.

X : Resultado de medición obtenido por el laboratorio de referencia.

U_{lab} : Estimación de la incertidumbre expandida de medición del laboratorio participante.

U_{ref} : Estimación de la incertidumbre expandida de medición del laboratorio referente.

El criterio del error normalizado determina el desempeño de acuerdo con los valores obtenidos donde:

$$|E_n| \leq 1,0 \text{ DESEMPEÑO SATISFACTORIO}$$

$$|E_n| > 1,0 \text{ DESEMPEÑO INSATISFACTORIO}$$

Para evaluar el error normalizado se tiene los respectivos laboratorios (referente y participante)

Reemplazando los valores obtenidos de la corrección e incertidumbre de cada uno de los laboratorios participantes, se tiene:

$$E_n = \frac{0,0007 - 0,0001}{\sqrt{0,0067^2 + 0,0057^2}} = 0,068 \cong 0,07$$

Como se logra observar, el valor de E_n es menor a 1, por lo tanto, se logra demostrar que el procedimiento de calibración implementado es veraz.

5.2 Datos obtenidos para el procedimiento de calibración de medidores volumétricos por método gravimétrico

Para la validación del procedimiento de calibración por el método gravimétrico, se realizaron calibraciones del medidor volumétrico de clase de exactitud 0,02.

Se procederá a seleccionar los parámetros de validación establecidos por la directriz DA-acr-20D, las cuales nos servirán para evaluar los criterios de aceptación. Los parámetros elegidos para realizar el proceso de validación de este procedimiento son:

- Veracidad
- Precisión
- Incertidumbre

A continuación, se pasará a evaluar cada uno de los parámetros, tal como se establece en la directriz DA-accr-20D y el procedimiento.

Veracidad

Para evaluar este parámetro será necesario realizar la prueba de normalidad de los datos obtenidos en la calibración.

Para este propósito se necesitará los datos obtenidos en la calibración del medidor volumétrico de clase 0,02 y cuyo código de identificación es PT-MVOL-02.

Los datos obtenidos en la calibración son sacados de la hoja de cálculo del certificado de calibración VF23-0012 (ver anexo A) del medidor volumétrico PT-MVOL-02, los cuales son dados en la tabla 12.

Tabla 12.

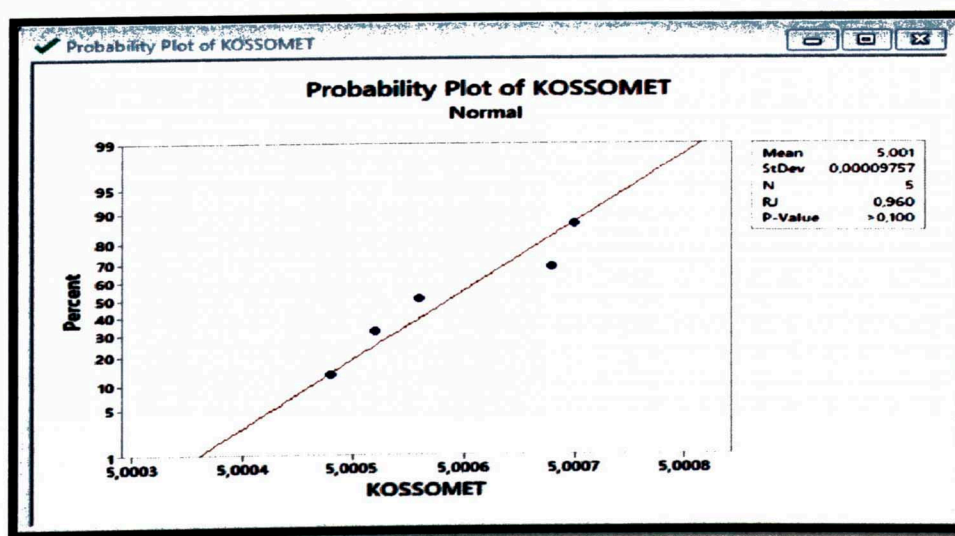
Resultados obtenidos en la calibración del medidor volumétrico PT-MVOL-02.

Datos de la calibración
5,00056
5,00052
5,00070
5,00068
5,00048

Con estos valores realizamos la prueba de normalidad, para tal propósito usamos Shapiro-Wilks tal como se aprecia en la figura 9.

Figura 10.

Prueba de normalidad de los resultados obtenidos en la calibración del PT-MVOL-02



Como se logra observar en la gráfica, los datos presentan normalidad ya que el p-value es mayor a 0,05.

Ahora se procederá a determinar el error normalizado, para esto se tiene los resultados de las calibraciones del medidor volumétrico PT-MVOL-02, por LO JUSTO S.A.C. el cuál es un laboratorio acreditado en esa magnitud y hará el papel de laboratorio referente, y por el laboratorio de calibración el cual será el laboratorio para evaluar.

En la tabla 13. se tiene las características técnicas del instrumento a evaluar.

Tabla 13.

Instrumento a evaluar

MARCA	KOSSOMET S.A.C.
MODELO	MVP.5GAL
N° DE SERIE	0007
VOLUMEN NOMINAL	5 galones
CLASE DE EXACTITUD	0.02
COEFICIENTE DE DILATACION TERMICA	0,0000552 1/°C

Los datos obtenidos por parte de ambos laboratorios son presentados en la tabla 14.

Tabla 14.

Resultados obtenidos por ambos laboratorios de calibración.

LABORATORIO	Volumen (ml)	Incertidumbre (ml)
LABORATORIO A EVALUAR	18929,3	1,2
LO JUSTO S.A.C.	18927,4	2,9

Para evaluar el parámetro de la veracidad, se deberá calcular el Error Normalizado (E_n), el cual es dado por:

$$E_n = \frac{|X_{eva} - X_{ref.}|}{\sqrt{u_{eva}^2 + u_{ref}^2}}$$

El criterio del error normalizado determina el desempeño de acuerdo con los valores obtenidos donde:

$$|E_n| \leq 1,0 \text{ DESEMPEÑO SATISFACTORIO}$$

$$|E_n| > 1,0 \text{ DESEMPEÑO INSATISFACTORIO}$$

Reemplazando los valores obtenidos por las calibraciones de cada uno de los laboratorios, se tiene:

$$E_n = \frac{|18929,3 \text{ ml} - 18927,4 \text{ ml}|}{\sqrt{(1,2 \text{ ml})^2 + (2,9 \text{ ml})^2}} = 0,60$$

Como logra observarse, el valor del error normalizado es menor a 1, por lo tanto, el resultado es SATISFACTORIO.

Según el resultado obtenido, concluimos que el procedimiento a validar es veraz.

Precisión

Este parámetro se medirá evaluando el método de rangos el cual es un estudio de medidores de variables modificado el cual ofrece una aproximación rápida de la variabilidad de las mediciones, este método utiliza dos calibraciones que realizan 5 mediciones en cada calibración. El rango es la diferencia absoluta entre cada medición y luego se calcula el promedio de rangos. Se tiene entonces los siguientes datos de las calibraciones en la tabla 15.

Tabla 15.*Datos obtenidos en las calibraciones del medidor PT-MVOL-02*

Datos de la calibración	
VF23-0012	VF23-0019
5,00056	5,00064
5,00052	5,00078
5,00070	5,00065
5,00068	5,00023
5,00048	5,00011

Calculamos el rango de la siguiente manera:

Tabla 16.*Obtención del rango*

Datos de la calibración		
A : VF23-0012	B: VF23-0019	Rango = A - B
5,00056	5,00064	-0,00008
5,00052	5,00078	-0,00026
5,00070	5,00065	0,00005
5,00068	5,00023	0,00045
5,00048	5,00011	0,00037
Promedio de rangos		0,00011

El promedio de los rangos se determinó de la siguiente manera:

$$\bar{R} = \frac{\sum R_i}{5} = 0,00011$$

Calculamos el RRG, el cual se determina como:

$$RRG = \frac{|\bar{R}|}{d_2^*} = \frac{0,00011}{1,19105} = 0,000089$$

El valor de d_2^* , se determinó en base de la tabla C1 del apéndice C del MSA Análisis de Sistemas de Medición.

Con el valor de RRG, determinamos el valor del %RRG de la siguiente manera.

$$\%RRG = \left(\frac{RRG}{\text{Desviación Estándar de Referencial}} \right) * 100$$

La desviación estándar de referencia es el valor encontrado en la calibración del medidor de numero de certificado VF23-0012, el cual es:

$$s = 0,000098$$

Con este valor calculamos el %RRG:

$$\%RRG = \left(\frac{0,000089}{0,000098} \right) * 100 = 91,2\%$$

El valor encontrado indica que e tiene una coincidencia del 91,2% de los valores, demostrándose la repetibilidad de los datos.

Otra forma de determinar el parámetro de la repetibilidad es usando el estadístico de t-Student.

Para eso se plantea la siguiente hipótesis nula, igualdad de las varianzas:

$$H_0: \sigma^2_x = \sigma^2_y \text{ (igualdad de varianzas)}$$

$$H_0: \sigma^2_x \neq \sigma^2_y \text{ (desigualdad de varianzas)}$$

Para este propósito se realizó el cálculo de la normalidad de los datos encontrados en las calibraciones, para esto se usará los datos de la tabla 16

Calculamos el RRG, el cual se determina como:

$$RRG = \frac{|\bar{R}|}{d_2^*} = \frac{0,00011}{1,19105} = 0,000089$$

El valor de d_2^* , se determinó en base de la tabla C1 del apéndice C del MSA Análisis de Sistemas de Medición.

Con el valor de RRG, determinamos el valor del %RRG de la siguiente manera.

$$\%RRG = \left(\frac{RRG}{\text{Desviación Estándar de Referencial}} \right) * 100$$

La desviación estándar de referencia es el valor encontrado en la calibración del medidor de numero de certificado VF23-0012, el cual es:

$$s = 0,000098$$

Con este valor calculamos el %RRG:

$$\%RRG = \left(\frac{0,000089}{0,000098} \right) * 100 = 91,2\%$$

El valor encontrado indica que e tiene una coincidencia del 91,2% de los valores, demostrándose la repetibilidad de los datos.

Otra forma de determinar el parámetro de la repetibilidad es usando el estadístico de t-Student.

Para eso se plantea la siguiente hipótesis nula, igualdad de las varianzas:

$$H_0: \sigma^2x = \sigma^2y \text{ (igualdad de varianzas)}$$

$$H_0: \sigma^2x \neq \sigma^2y \text{ (desigualdad de varianzas)}$$

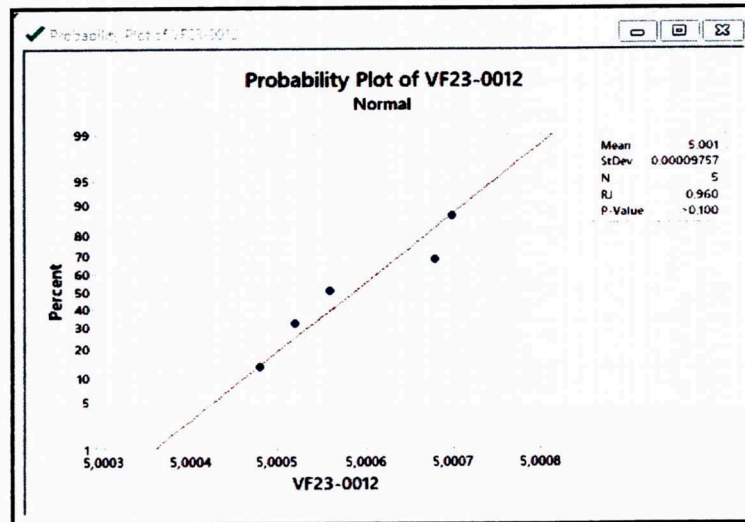
Para este propósito se realizó el cálculo de la normalidad de los datos encontrados en las calibraciones, para esto se usará los datos de la tabla 16

Para los datos obtenidos por el operador A, se tiene:

Para la determinación de la normalidad se usó Saphiro – Wilk

Figura 11

Prueba de normalidad de los datos obtenidos por el operador A.

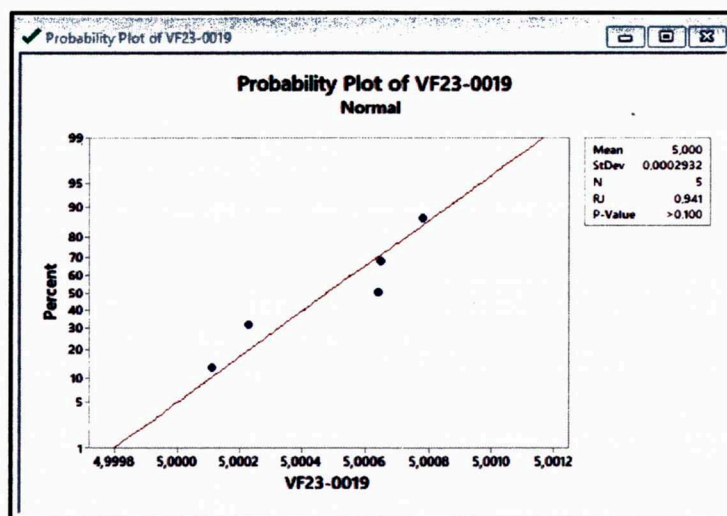


Como se logra ver, los datos presentan normalidad, ya que el p-value es mayor a 0,05.

Para los datos obtenidos por el operador B, se tiene:

Figura 12

Prueba de normalidad de los datos obtenidos por el operador B.



Como se logra ver, los datos presentan normalidad, ya que el p-value es mayor a 0,05.

Ahora se determinará, la repetibilidad, para eso se usará el estadístico de t-student obtenido en el programa Excel, de la siguiente manera:

Tabla 17.

Prueba t para dos muestras suponiendo varianzas iguales

Prueba t para dos muestras suponiendo varianzas iguales		
	VF23-0012	VF23-0019
Media	5,000595	5,000442
Varianza	1,2367E-08	1,0422E-07
Observaciones	4	4
Varianza agrupada	5,8296E-08	
Diferencia hipotética de las medias	0	
Grados de libertad	6	
Estadístico t	0,89323572	
P(T<=t) una cola	0,20306482	
Valor crítico de t (una cola)	1,94318028	
P(T<=t) dos colas	0,40612964	
Valor crítico de t (dos colas)	2,44691185	

Como se logra ver, el p-value es mayor a 0,05, y el valor del t calculado es menor al t crítico.

Con este resultado se acepta la hipótesis nula, el cual indica que las varianzas son iguales.

Por lo tanto, se demuestra que el método cumple con la repetibilidad.

Incertidumbre

Este parámetro se determina usando el valor de la incertidumbre encontrada en la calibración, el cual deberá ser menor o igual a error máximo permitido del instrumento a calibrar, es decir:

$$U \leq \frac{1}{3} E.M.P.$$

Calculando el E.M.P. del medidor volumétrico se tiene:

El medidor volumétrico es de clase 0,02 por lo tanto, su error máximo permitido será:

$$E.M.P. = 0,02\% * V_n$$

$$V_n = 5 \text{ gal}$$

Reemplazamos el valor, se tiene:

$$E.M.P. = 0,02\% * 5 \text{ gal} = 0,001 \text{ gal}$$

$$U \leq \frac{1}{3} * 0,001 \text{ gal} = 0,0003$$

$$0,00032 \text{ gal} \leq 0,00033 \text{ gal}$$

Con el resultado obtenido se logra demostrar que la incertidumbre encontrada en el proceso de calibración es menor que la tercera parte del error máximo permitido.

5.3 Resultados comerciales obtenidos y proyección

IMPLEMENTACION DE SERVICIO DE CALIBRACIÓN DE MEDIDORES VOLUMÉTRICOS:

Se muestra los resultados de la implementación del servicio de calibración de medidores volumétricos aún como un servicio no acreditado, logrará un aproximado de 0.08% hasta el mes de Setiembre del año 2024, con relación a los años 2022 y 2023

La proyección estimada en servicios para el año 2025, ya implementado y acreditado el servicio es de 3%, el cual representa alrededor de 20 a 30 Medidores Volumétricos por mes tal como se muestra en la tabla 18.

Tabla 18

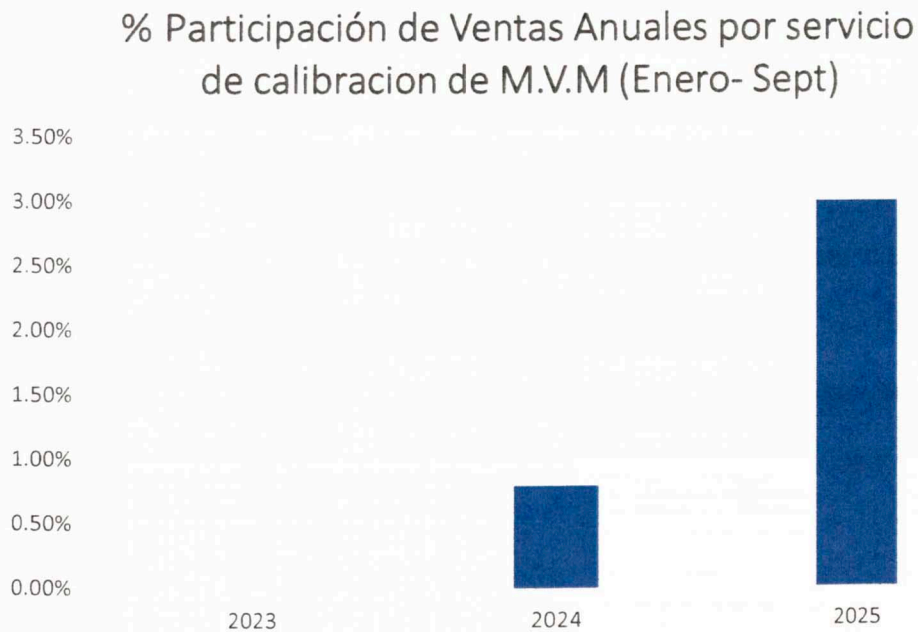
Proyección comercial para el año 2025 debido a la acreditación del procedimiento implementado.

PROYECCION 2025	
EQUIPOS	% de Participación de Venta 2025 (Ene – Sep)
MEDIDOR VOLUMETRICO	3.00%

Nota. % de Participación = Venta de Servicio específico / Venta Total. Valores obtenidos del área comercial.

Figura 13

% de Participación de Venta Anuales por Servicios de Calibración de M.V.M. (Enero-Setiembre)



% de Participación = $\text{Venta de Servicio de Medidores Volumétricos Mayores a 5 galones} / \text{Venta Total}$

CONCLUSIONES

- Debido a la implementación del procedimiento de calibración de medidores volumétricos se logró obtener un incremento de ventas del servicio de manera porcentual, y con una mejor proyección de ventas para la empresa KOSSODO METROLOGIA S.A.C. para el año 2025.
- Se logró implementar un procedimiento propio para la empresa KOSSODO METROLOGIA S.A.C. llevando a esta a ser un pocas de las empresas que brindan este servicio en el mundo de la Metrología.
- Se logró implementar y validar un procedimiento de calibración de medidores volumétricos metálicos de mejor exactitud (clase 0,02) por el método gravimétrico.

Esto nos llevará a ser la tercera empresa a nivel nacional que brinda este tipo de servicios. Con este servicio la empresa ahorrará gastos económicos para calibrar sus propios patrones y también será un plus económico para calibrar patrones de empresas que cuenta con clase 0.02.

RECOMENDACIONES

- Se recomienda ampliar los alcances de calibración para estos dos procedimientos y lograr su acreditación para abarcar en su totalidad el mercado metrológico de estos tipos de instrumentos.
- Se recomienda concluir con el proceso de acreditación, esto para posicionarse como una de las empresas que realiza la calibración de medidores volumétricos metálicos por el método gravimétrico.
- Se recomienda podrá ampliar los servicios de calibración a diferentes equipos relacionados a grandes volúmenes, tales como tanques verticales, tanques horizontales y cisternas.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ISO 17025. (2017). Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y Calibración.

Centro Español de Metrología. (2012). Vocabulario Internacional de la Metrología Conceptos Fundamentales y generales y términos asociados. Recuperado el 20 de diciembre del 2012, de <https://www.cem.es/sites/default/files/vim-cem-2012web.pdf>

NTP-009 (1999). Sistemas de Medición para Líquidos Distintos al Agua: Medidores Volumétricos Patrones. 1ra edición.

PC-015 (2017). Procedimiento para la Calibración Material Volumétrico de Vidrio y Plástico. 5ta edición

ISO 4787 (2021) Laboratory glass and plastic ware – Volumetric instruments – Methods for testing of capacity and for use.

EURACHEM (2014) The Fitness for Purpose of Analytical Methods – A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics,

Cobb, P. y McClain, K. (2004). Principles of Instructional Design for Supporting the Development of Students' Statistical Reasoning. En Ben-Zvi y Garfield (Ed.), The Challenge of Developing Statistical Literacy, Reasoning and Thinking (Springer, pp. 375-395). Kluwer Academic Publisher.

NMX-CH-049-IMNC-2006. Instrumentos de medición – Medidas Volumétricas Metálicas de cuello graduado para líquidos – Métodos de Calibración.

EURAMET Calibration Guide N°. 21 (2021) Guidelines on the Calibration of Standard Capacity Measures Using the Volumetric Method.

JCGM 100: 2008 Evaluación de Datos de Medición – Guía para la expresión de la incertidumbre de medida. 1ra edición.

**GMP 3 – Good Measurement Practice for Method of Reading a Meniscus Using
Water or Other Wetting Liquid.**

ANEXOS

ANEXO 1 – CERTIFICADOS DE CALIBRACIÓN E INFORME BILATERAL	1
ANEXO 2 – DENSIDAD DEL AGUA E INCERTIDUMBRE.....	11

ANEXO 1

CERTIFICADOS DE CALIBRACIÓN E INFORME BILATERAL

Certificado de calibración del termómetro PT-TDIG-01. Datos Técnicos.



Sociedad de Asesoramiento Técnico S.A.C.
LABORATORIO DE CALIBRACIÓN ACREDITADO POR EL
ORGANISMO DE ACREDITACIÓN INACAL - DA
CON REGISTRO N° LC-014



CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN N° LT-0448-2023

SERV - 0449-2023
 Pag. 1 de 2

1. Cliente : KOSSODO METROLOGIA S.A.C.

Dirección : Jr. Chota Nro. 1161 Cercado de Lima - Lima - Lima - Lima

2. Instrumento de Medición : TERMÓMETRO DE INDICACIÓN DIGITAL

Marca : TRACEABLE

Modelo : 4000CC

Número de Serie : 61732475

Procedencia : No indica

Intervalo de Indicación : -50,000 °C a 150,000 °C

Resolución : 0,1 °C (*)

Elemento Sensor : No indica

Identificación : PT-TDIG-01 (**)

3. Fecha y Lugar de calibración

Fecha de Calibración : 2023-05-12

Lugar de Calibración : Laboratorio de Temperatura y Humedad de SAT S.A.C.

4. Método de Calibración :

La calibración se realizó por comparación directa según el procedimiento PC-017 2da. Ed. "Procedimiento para la Calibración de Termómetros Digitales" del INDECOPI-SNM.

5. Trazabilidad :

Los resultados de la calibración tienen trazabilidad a patrones nacionales e internacionales del INACAL-DM y NVLAP en concordancia con el Sistema Internacional de Unidades de Medida (SI).

Instrumento patrón	Certificado de calibración N°
Termómetro de código LT-T-16 con incertidumbre desde 0,010 °C	LT-305-2022 del INACAL-DM.
Termómetro de código LT-T-19 con incertidumbre desde 0,008 °C	4500016913 de Fluke Corporation.

6. Condiciones Ambientales :

Temperatura ambiental Mínima : 21,3 °C

Humedad relativa Mínima : 58 %hr

Máxima : 22,7 °C

Máxima : 63 %hr

Fecha de emisión: 2023-05-17

Este certificado de calibración documenta la trazabilidad a los patrones nacionales o internacionales que realizan las unidades de medida de acuerdo con el Sistema Internacional de Unidades (SI).

Este certificado de calibración es emitido en base a los resultados obtenidos en nuestro laboratorio, es válido únicamente al objeto calibrado en el momento y en las condiciones en que se realizaron las mediciones y no debe ser utilizado como certificado de conformidad.

Con el fin de asegurar la calidad de sus mediciones se recomienda al cliente recalibrar sus instrumentos y equipos a intervalos apropiados de acuerdo a su uso, conservación y mantenimiento.

Este certificado de calibración sólo puede ser difundido completamente y sin modificaciones. Esta prohibida toda reproducción parcial del presente certificado sin la autorización previa y expresa de SAT.

SAT S.A.C., no se responsabiliza de los perjuicios que puedan ocasionar el uso inadecuado de este instrumento o equipo, ni de una incorrecta interpretación de los resultados del presente certificado.

El certificado de calibración sin la firma digital del responsable de SAT carecen de validez.



Firmado digitalmente por:
Jorge R. Quiñe Ramos
Fecha: 17/05/2023 19:08

Jefe de Laboratorio de Temperatura y Humedad



Firmado digitalmente por:
Ing Yanet Maldonado Páez
Fecha: 17/05/2023 19:31

Jefe de División de Metrología

JR. ALBRANTE QUISPE N° 2669 LIMA 14 - LIMA - PERÚ - TELÉFONO: 226-6250 Anexo 50
 E-mail: calperu@calperu.com . metrologia@calperu.com www.calperu.com

F-088-08/ta /Agosto 2021

Certificado de calibración del termómetro PT-TDIG-01. Pag. 2. Resultados.



Sociedad de Asesoramiento Técnico S.A.C.

**LABORATORIO DE CALIBRACIÓN ACREDITADO POR EL
ORGANISMO DE ACREDITACIÓN INACAL - DA
CON REGISTRO N° LC-014**



Registro N° LC-014

Certificado de Calibración N° LT-0446-2023
Pág. 2 de 2

7. Resultados:

INDICACIÓN DEL TERMÓMETRO (°C)	CORRECCIÓN (°C)	TEMPERATURA CONVENCIONALMENTE VERDADERA (°C)	INCERTIDUMBRE (°C)
15,0	0,00	15,00	0,08
20,0	0,00	20,00	0,08
25,0	0,00	25,00	0,08
30,0	0,00	30,00	0,08
34,9	0,10	35,00	0,08

La temperatura convencionalmente verdadera (TCV) resulta de la relación:
 $TCV = \text{Indicación del termómetro} + \text{corrección}$

La Incertidumbre de medición expandida reportada es la Incertidumbre de medición estándar multiplicada por el factor de cobertura $k=2$, de modo que la probabilidad de cobertura corresponde aproximadamente a un nivel de confianza del 95 %.

8. Observaciones:

- Se colocó una etiqueta autoadhesiva de color naranja con la indicación "CALIBRADO".
- Antes de la calibración no se realizó ningún tipo de ajuste al instrumento.
- La profundidad de inmersión del sensor fue de 8 cm.
- El tiempo de estabilización no menor a 5 minutos.
- La identificación PT-TDIG-01; Se encuentra grabada en una etiqueta adherida al sensor extraíble.
- (*) La calibración se realizó con resolución seleccionada de 0,1 °C.
- (**) La identificación se encuentra grabada en una etiqueta adherida al instrumento.

FIN DEL DOCUMENTO

Técnicos

3

Certificado de calibración del Medidor Volumétrico Patrón PT-MVOL-02. Resultados



**LABORATORIO DE CALIBRACIÓN ACREDITADO POR EL
ORGANISMO DE ACREDITACIÓN INACAL- DA
CON REGISTRO N° LC - 002**



Laboratorio _____
Laboratory _____

Volumen _____
Volume _____

Código N° E796-1120A-2023 - 1
Code N° _____

1 Información del instrumento
Instrument Information

Valor nominal: 18.9271 L
Resolución: No tiene
Tipo: Ex
Procedencia: PERÚ

Clase de exactitud: 0.02 %
Tiempo de espera: 30 s
Temp. de referencia: 20 °C

2 Trazabilidad
Traceability

Patrón empleado	Capacidad	Certificado	Código QR
Instrumento de Pesaje LM-I-121. Clase II	32100 g y d =0.1 g	EPI-2022-122-7	

3 Instrumentos auxiliares:
Instrumento auxiliary

Termómetro digital con certificado de calibración EPI-2023-6-2.
 Termohigrómetro digital con certificado de calibración EPI-2022-93-1.
 Manómetro de Presión Absoluta con certificado de calibración 1AP-4226-2022.
 Medidor de tiempo de indicación digital con Informe de calibración LTF-005-2022.

4 Procedimiento de calibración
Calibration procedure

Guía Técnica sobre Trazabilidad e Incertidumbre en los Servicios de Calibración de Recipientes Volumétricos por el Método Gravimétrico, Revisión 2 - Febrero 2009, CENAM-EMA.

5 Condiciones Ambientales
Environmental conditions

Las condiciones ambientales al momento de la calibración fueron:
 Temperatura: 21.0 °C
 Humedad Relativa: 51.9 %
 Presión Atmosférica: 773.5 mbar

6 Resultados de Calibración
Results of Calibration

Volumen nominal L	Volumen vertido L	Desviación L	Incertidumbre L
18.9271	18.9274	0.0003	0.0026

Se efectuó la corrección de temperatura a 20 ° C.

Jr Huánuco N° 264 - Semi Rural Pachacutec - Cerro Colorado - Arequipa - Perú
www.lojusto.com

Página 2 de 3

ISO / IEC 17025

Certificado de calibración del PT-MVOL-02 por el laboratorio implementador.



Certificado de Calibración

Calibration Certificate

Nº VF23-0012

Cliente: KOSSODO METROLOGIA S.A.C.
Dirección: Jr. Chota 1161 Cercado de Lima (Lima / Lima / Lima)
Instrumento de medición: MEDIDOR VOLUMÉTRICO METÁLICO
Marca: KOSSOMET S.A.C.
Modelo: MVP-5GAL
Numero de serie: 0007
Identificación: PT-MVOL-02
Lugar de Calibración: Laboratorio de Fisicoquímica de KOSSODO METROLOGIA S.A.C.
Orden de trabajo: OT-2300912
Fecha de calibración: 2023-05-17
Fecha de emisión: 2023-05-19

Este Certificado de Calibración documenta la trazabilidad a los patrones Nacionales o Internacionales, que realizan las unidades de medida de acuerdo con el Sistema Internacional de Unidades (SI). KOSSODO METROLOGIA S.A.C. mantiene y calibra sus patrones de referencia para garantizar la cadena de trazabilidad de las mediciones que realiza, así mismo realiza certificaciones metrológicas a solicitud de los interesados y brinda asistencia técnica en temas relacionados al campo de la metrología en la industria peruana. Con el fin de asegurar la calidad de sus mediciones el usuario debería recalibrar sus instrumentos a intervalos apropiados.

This Calibration Certificate documents the traceability to national or international standards, which realize the units of measurement according to the International System of Units (SI). KOSSODO METROLOGIA S.A.C. supports and calibrates its standards of reference to guarantee the chain of traceability of the measurements realized, as well as the metrological certifications realize at the request of the interested parties and offers technical assistance in topics related to the metrology field in the Peruvian industry. In order to assure the quality of measurements the user should recalibrate his instruments at appropriate intervals.

CARACTERÍSTICAS TÉCNICAS DEL OBJETO CALIBRADO

Technical Characteristics of the calibrated object

Capacidad Nominal: Nominal capacity	5 gal	Clase de exactitud: Accuracy class	0,02	Intervalo de Indicación:	Indicación Única
División de escala: Minimum scale division	(*)	Tipo: Type	Ex	Material: Material	Acero Inoxidable
Coef. de exp. Cúbica: coefficient of cubic expansion	0,0000552 1/°C				

MÉTODO DE CALIBRACIÓN

Calibration Method

La calibración se realizó determinando el volumen por el método gravimétrico según el procedimiento P-CAL-19 "Procedimiento para la Calibración de Medidores Volumétricos Metálicos (Método Gravimétrico)" del Laboratorio de Grandes Volúmenes y Flujo de KOSSODO METROLOGIA S.A.C.
The calibration was carried out determining the volume by the gravimetric method according to the procedure P-CAL-19 "Procedimiento para la Calibración de Medidores Volumétricos Metálicos (Método Gravimétrico)" (Ver: GG Large Volume and Flow Laboratory of KOSSODO METROLOGIA S.A.C.)



Jefe de Laboratorio
Laboratory Boss

Olga Karina Toro Sayas

Supervisor de Laboratorio
Laboratory Supervisor

Luis Enrique Urbano Tunque

FO-LAB-2-3

Versión: 3

Aprobado el 2021-02-25

Página 1 de 2

Prohibida la reproducción total o parcial de este documento sin la autorización de Kossodo Metrología S.A.C. Este documento carece de validez sin sello y firmas correspondientes.
partial or total reproduction of this document is prohibited without authorization of Kossodo Metrología S.A.C. This document is not valid without the respective stamp and signature

Dirección: Jr. Chota 1161 - Lima - Perú | Teléfonos: (+51-1) 619-0400 | Anexo Ventas: 1414 | Anexo Laboratorio: 1406 | E-mail: metrologia@kossomet.com | www.kossomet.com

PATRONES UTILIZADOS

Standard Used:

Nombre del patrón Standard name	Código del patrón y/o Serie Pattern code and/or series	Nº de Certificado Certificate number	Trazabilidad Traceability
Termómetro digital con una resolución de 0,001 °C y con incertidumbre 0,0181 °C.	PT-TDIG-10 / 130236657	LT-251-2022	INACAL-DM
Balanza digital de clase II y resolución 0,0001 kg	PT-BALD-11 / WD220023302	BD23-C-0447	KOSSODO METROLOGIA S.A.C.
Barotermohigrómetro con resolución 0,1 °C; 0,1 %H.R. y 0,1 mbar	IM-THBD-06 / 18036357	TH22-C-0426 / LFP-224-2022	KOSSODO METROLOGIA S.A.C. / INACAL-DM

CONDICIONES AMBIENTALES DURANTE LA CALIBRACIÓN

Environment Conditions during Calibration:

Temperatura ambiental: 19,49 °C a 19,38 °C

Environment Temperature

Humedad Relativa: 50,9 % h.r. a 60,3 % h.r.

Relative Humidity

Presión atmosférica: 994,4 mbar a 995,7 mbar

Atmospheric Pressure

Temperatura del agua: 20,3 °C a 19,5 °C

Water Temperature

RESULTADOS DE LA CALIBRACIÓN A 20 °C

Calibration results to 20 °C

Líquido de prueba	Agua destilada
Temperatura de referencia	20,0 °C

Volumen Nominal Nominal Volume (L)	Volumen Verificado Verified Volume (L)	Corrección Correction (L)	EMV EMP (mL)	Incertidumbre Uncertainty (L)
18,9271	18,9293	0,0022	± 3,79	0,00123
Volumen Verificado Verified Volume (kg)	Volumen Verificado Verified Volume (kg)			
5,00000	5,00059			

INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN

Measurement Uncertainty

La incertidumbre de medición calculada (U), ha sido determinada a partir de la Incertidumbre estándar de medición combinada, multiplicada por el factor de cobertura k=2. Este valor ha sido calculado para un nivel de confianza de aproximadamente 95 %.

The calculated uncertainty of measurement (U), it has been determined from the combined Standard Uncertainty of Measurement multiplied by the coverage factor k=2. This value has been calculated for a confidence level of about 95 %.

OBSERVACIONES

Comments

Se ha considerado un tiempo de escorrentía de 30 segundos.

A drain time of 30 seconds has been considered.

(*) La escala tiene un solo trazo.

(*) The scale has a single line.

La calibración se ha realizado asegurando la verticalidad en el cuello del medidor volumétrico.

The calibration has been carried out ensuring the verticality in the neck of the volumetric meter.

Se recomienda usar el Litro como unidad de medida dentro del Sistema Legal de Unidades de Medida del Perú (SLUMP).

It is recommended to use the Liter as a unit of measurement within the Legal System of Units of Measurement of Peru (SLUMP).

NOTA

Notes

Los resultados contenidos en el presente documento son válidos únicamente para las condiciones del instrumento durante la calibración. KOSSODO METROLOGÍA S.A.C. no se responsabiliza de ningún perjuicio que puedan derivarse del uso inadecuado del objeto calibrado.

The values indicated in this document are only valid for the conditions of the instrument during calibration. KOSSODO METROLOGÍA S.A.C. takes no responsibility for any damages caused by bad use of the calibrated object.

Los resultados declarados en el presente documento se relacionan solamente con el ítem sometido a calibración indicado en la página 1 de este documento.

The results declared in this document relate only to the item undergoing calibration indicated on page 1 of this document.

Una copia de este documento será mantenida en archivo electrónico en el laboratorio por un periodo de por lo menos 4 años.

A copy of this document will be kept in electronic device in the laboratory for 4 years at least.

La versión en inglés de este documento es una traducción relativa. En caso de duda, es válida la versión original en español.

The version in english of this document is not a binding translation. If any controversy arises, the original version in spanish must be considered.

Informe Final del Ensayo de Aptitud VD-0123
Calibración de Medidores Volumétricos Metálicos
Comparación Interlaboratorio

Junio 2023

1. INTRODUCCIÓN

Las normas internacionales, como la ISO/IEC 17043, definen la prueba de competencia como la determinación del rendimiento de una prueba de laboratorio por medio de comparaciones entre laboratorios.

El propósito del programa es evaluar el desempeño de los laboratorios participantes, sobre la base de evidencia objetiva a través de los resultados que producen e informan a SECAMET S.A.C. como proveedor de pruebas de competencia.

La participación en esta prueba de competencia está abierta a laboratorios acreditados y no acreditados en todo el mundo.

En este contexto hemos querido ofrecer un servicio de intercomparación para la Calibración de Medidores Volumétricos Metálicos.

2. OBJETIVO

El programa de ensayo de aptitud por comparaciones interlaboratorio VD-0123 tiene como finalidad evaluar el desempeño del laboratorio participante realizando mediciones en un Medidor Volumétrico Metálico.

3. PARTICIPANTES

Para la presente comparación participó 1 laboratorio, el cual realizó la medición de acuerdo al cronograma siguiente:

TABLA 3.1
Lista de participantes

PARTICIPANTE	Fecha de inicio de participación
Laboratorio de Referencia	2023-06-02
LAB01	2023-06-12

Para asegurar la imparcialidad en el ejercicio, SECAMET S.A.C. ha mantenido en todo momento el anonimato del laboratorio referente y el participante.

El código asignado al participante será el mismo para poder identificar su resultado.

4. CONFIDENCIALIDAD

SECAMET S.A.C. se compromete a no divulgar a terceros o instituciones el contenido de ningún documento relacionado con el participante, ni sus resultados en el proceso de ensayos.

5. INSTRUCCIONES PARA LA PRUEBA

Las siguientes notas son importantes para asegurar que los resultados del programa se puedan analizar correctamente:

1. Los participantes reciben un medidor volumétrico metálico con las siguientes características:

- a. Marca: SERAPHIN
- b. Alcance: 5 Galones
- c. Intervalo de indicaciones: ± 10 Líneas
- d. Resolución: 1 Línea
- e. Material: Hierro Galvanizado
- f. Color: Rojo

2. Las muestras se pueden ensayar de inmediato una vez que se reciben. Estas deben tratarse de la misma manera que las muestras analizadas de forma rutinaria.

3. También se requiere que los participantes calculen e informen una estimación de la incertidumbre de medición para cada resultado informado. Todas las estimaciones de la incertidumbre de la medición deben darse como un intervalo de confianza del 95 % (factor de cobertura $k=2$).

4. Registrar los resultados en el formulario adjunto. Deberá detallar cada resultado para la determinación correspondiente. Añade cualquier información que consideres.

5. Los participantes deben asegurarse de que el equipo se utilice en condiciones en las que los operadores hayan sido capacitados y calificados para evitar o minimizar posibles fuentes de error.

6. Enviar la planilla con los resultados a: metrologia@secamet.com

Los resultados del ensayo deberán estar tipeados (no se tomarán como válidos los resultados enviados escritos a mano).

6. VALORES DE REFERENCIA

El valor asignado se obtuvo del laboratorio de referencia.

TABLA 6.1
Valor de Referencia

VALORES DE LABORATORIO DE REFERENCIA		
Capacidad Nominal (Litros)	Corrección (Litro)	Incertidumbre (Litro)
18,9271	0,0001	0,0057

7. RESULTADO OBTENIDO POR EL LABORATORIO PARTICIPANTE

El laboratorio participante realizó la medición de acuerdo a su propio procedimiento y del modo rutinario de medición.

Con el dato reportado por el laboratorio participante, se determinó el sesgo y se debe de tener en cuenta que para mostrar el resultado en este informe se ha codificado al laboratorio, este código corresponde al orden en que realizó la medición indicado en la tabla 3.1.

Los resultados obtenidos por el participante se muestran a continuación, en la tabla 7.1

TABLA 7.1
Valor del participante

VALOR DEL PARTICIPANTE		
Capacidad Nominal (Litros)	Corrección (Litro)	Incertidumbre (Litro)
18,9271	0,0007	0,0067

8. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS

El resultado obtenido por el laboratorio participante debe evaluarse como consistentes o inconsistentes con respecto al valor de referencia, utilizando el error normalizado (E_n) como criterio para obtener resultados satisfactorios / no satisfactorios (según la norma ISO / IEC 17043, punto B.3.1.3.e ecuación B5).

El error normalizado es calculado usando:

$$E_n = \frac{x - X}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}}$$

donde:

E_n : Error normalizado.

x : Error de medición obtenido por el participante.

X : Error de medición de referencia.

U_{lab} : Estimación de la incertidumbre de medición expandida del participante.

U_{ref} : Estimación de la incertidumbre de medición expandida de referencia.

El error normalizado E_n será utilizado como indicador del desempeño del laboratorio considerando el siguiente criterio:

$|E_n| \leq 1,0$ DESEMPEÑO SATISFACTORIO

$|E_n| > 1,0$ DESEMPEÑO NO SATISFACTORIO

9. RESULTADO DE EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO (ERROR NORMALIZADO)

EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO DE LAB01		
Capacidad Nominal (Litros)	Sesgo (L)	E_n
18,9271	0,0006	0,07

En las Gráficas 1 y 2 se puede evaluar el desempeño del laboratorio participante respecto al laboratorio de referencia, tanto para el Sesgo obtenido y el E_n utilizado como criterio de evaluación.

GRÁFICOS DE EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO

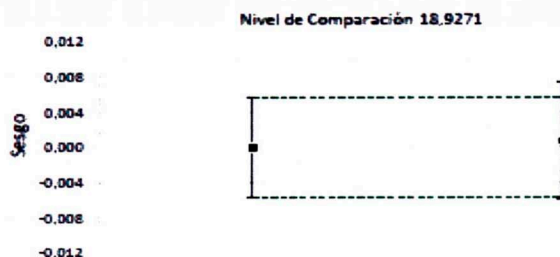


Gráfico 1. Sesgo del laboratorio participante respecto al valor de referencia.

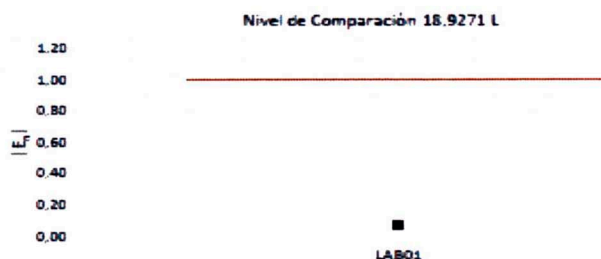


Gráfico 2. Error normalizado – Nivel de Comparación 18,9271 L

10. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

La presente comparación se realizó conforme a lo establecido en el respectivo protocolo de comparación VD-0123

El resumen de la evaluación de desempeño obtenido por el laboratorio participante para la Calibración de Medidores Volumétricos Metálicos, en el valor de referencia, se muestra a continuación:

Tabla N° 10.1.

Capacidad Nominal (Litros)	Resultado del Error Normalizado E_n
18,9271	SATISFACTORIO

- De acuerdo al criterio de evaluación de desempeño para la técnica estadística Error Normalizado, En, el resultado reportado por el LAB01 es "SATISFACTORIO" para la calibración de Medidores Volumétricos Metálicos en la capacidad nominal de 18,9271 L

Será de provecho seguir participando en este tipo de ejercicios para demostrar su mejora o para demostrar la permanencia de su buen desempeño. Se agradece el gran interés y la colaboración mostrado por los participantes en la realización de esta comparación interlaboratorios.

Fecha de Emisión
2023-06-28



MSc. Ana Z. Chonon Nuñez
SECAMET S.A.C.
Coordinador de la Comparación

FIN DEL INFORME

ANEXO 2

DENSIDAD DEL AGUA E INCERTIDUMBRE

Densidad del agua, información obtenida del PC-015 de INACAL-DM

• Determinación de la densidad del agua y su incertidumbre

Para determinar la densidad del agua (con las condiciones de calidad especificada en este documento) existen diversas fórmulas y tablas. La fórmula recomendada a nivel internacional (fórmula de Tanaka) para una presión de 1 atm (101 325 Pa) es la siguiente:

$$\rho = a_5 \left[1 - \frac{(t + a_1)^2 (t + a_2)}{a_3 (t + a_4)} \right] \quad (43)$$

Donde

$$a_1/^{\circ}\text{C} = -3,983\,035$$

$$a_2/^{\circ}\text{C} = 301,797$$

$$a_3/^{\circ}\text{C}^2 = 522\,528,9$$

$$a_4/^{\circ}\text{C} = 69,348\,81$$

$$a_5/(\text{kg m}^{-3}) = 999,972 \text{ (este valor de } a_5 \text{ es para el agua purificada producida a partir de agua potable).}$$

Cuando la temperatura del agua se encuentra en el intervalo: $15^{\circ}\text{C} \leq t \leq 27^{\circ}\text{C}$ y se mide con una incertidumbre estándar de $0,07^{\circ}\text{C}$ a $0,20^{\circ}\text{C}$ la incertidumbre estándar $u(\rho_w)$ asociada al valor de densidad obtenido con esta fórmula está dado por la siguiente tabla:

INCERTIDUMBRE ESTÁNDAR DE LA DENSIDAD DEL AGUA (g/m³)

t (°C)	Incertidumbre Estándar de t (°C)							
	0,07	0,08	0,10	0,12	0,14	0,16	0,18	0,20
15	12,5	13,8	16,5	19,3	22,2	25,1	28,0	31,0
16	13,1	14,6	17,6	20,6	23,7	26,9	30,1	33,2
17	13,8	15,4	18,6	21,9	25,3	28,6	32,1	35,5
18	14,5	16,2	19,6	23,2	26,8	30,4	34,0	37,7
19	15,2	17,0	20,7	24,4	28,2	32,1	35,9	39,8

Incertidumbre de la densidad del agua, información obtenida del PC-015 de INACAL-DM

20	15,8	17,7	21,7	25,6	29,7	33,7	37,8	41,9
21	16,5	18,5	22,6	26,8	31,1	35,4	39,6	43,9
22	17,1	19,3	23,6	28,0	32,5	37,0	41,4	46,0
23	17,8	20,0	24,6	29,2	33,8	38,5	43,2	47,9
24	18,4	20,7	25,5	30,3	35,2	40,1	45,0	49,9
25	19,0	21,5	26,4	31,5	36,5	41,6	46,7	51,8
26	19,6	22,2	27,3	32,6	37,8	43,1	48,4	53,6
27	20,2	22,9	28,2	33,6	39,1	44,5	50,0	55,5

Para hacer esta estimación se ha asumido que el agua producida podría tener una variabilidad de su densidad con respecto del valor calculado de $\pm 0,010 \text{ kg/m}^3$. Cabe resaltar que esta tabla se aplica solo a muestras de agua que cumplen el requisito especificado en el ítem 7 de este procedimiento.

Para estimar la incertidumbre estándar de la densidad del agua usando esta tabla, para valores intermedios de temperatura, por ejemplo $20,5 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,07 \text{ }^\circ\text{C}$ ($k=1$) es conveniente redondear hacia el valor de temperatura inmediato superior. Es decir que la incertidumbre podría estimarse como $16,5 \text{ g/m}^3$. El efecto de hacer esta aproximación por exceso no es significativo.

Para estimar la incertidumbre estándar de la densidad del agua usando esta tabla, para valores intermedios de incertidumbre de temperatura, por ejemplo $20,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,15 \text{ }^\circ\text{C}$ ($k=1$) es conveniente interpolar usando los valores de incertidumbre de temperatura. Es decir que la incertidumbre podría estimarse como $(29,7+33,7)/2 = 31,7 \text{ g/m}^3$.

Corrección de la Densidad debida a la Presión:

Para estimar la densidad del agua a una presión diferente de 1 atm se tiene que aplicar la siguiente corrección, multiplicando el valor obtenido con la fórmula (43).

$$\left[1 + (k_0 + k_1 t + k_2 t^2) \Delta p\right] \quad (44)$$

Donde

$$\Delta p / \text{Pa} = p / \text{Pa} - 101\,325$$

$$k_0 / (10^{-11} \text{ Pa}^{-1}) = 50,74$$

$$k_1 / (10^{-11} \text{ Pa}^{-1} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}) = -0,326$$

$$k_2 / (10^{-11} \text{ Pa}^{-1} \text{ }^\circ\text{C}^{-2}) = 0,004\,16$$