



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
DEPARTAMENTO DE FÍSICA Y QUÍMICA TEÓRICA
FACULTAD DE QUÍMICA



MANUAL DE PRÁCTICAS DE LABORATORIO
DE LA ASIGNATURA
METROLOGÍA
CLAVE 1503

AUTORES

Borja Arco Edgar. J
Olvera Treviño Ma. Ángeles
Reyes Salinas Silvia
Rivera Torres Filiberto

2015

CONTENIDO

Práctica

Nombre

- PRESENTACIÓN
- 1 CALIBRACIÓN DE BALANZAS
- 2 TRAZABILIDAD
- 3 CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS TLV
- 4 CALIBRACIÓN DE MATERIAL VOLUMÉTRICO
- 5 DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD CON UN PICNÓMETRO
- 6 VERIFICACIÓN DE LA RESISTENCIA ELÉCTRICA DE UN RESISTOR
- 7 EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO
- 8 DETERMINACIÓN DE LA VISCOSIDAD

PRESENTACIÓN

Este manual es la Versión 2 de las prácticas sobre metrología, se ha reelaborado después de la versión 1 de 2014 y utilizarlo a partir del semestre 2015-1 para uso de los alumnos de la carrera de Química, que cursan la materia de metrología. La materia pertenece al quinto semestre, con un valor curricular de 4 créditos y clave académica 1503. Este manual tiene como objetivo:

- Ser un apoyo tanto para alumnos como para profesores en el cumplimiento de los objetivos del curso.
- Facilitar al alumno el poder comprender y manejar adecuadamente las técnicas de medición utilizadas en un laboratorio.
- Poder construir un panorama general de la importancia de la asignatura en su futuro laboral, ya sea desarrollada el área industrial o de la investigación.

Para cumplir con estos objetivos es importante que el alumno descubra la importancia de la metrología, tanto en su vida diaria como científica. Así como no queremos se nos venda una menor cantidad de algún producto que adquiramos, es importante como científicos conocer que se está midiendo, con que lo estamos midiendo y como se van a tratar esos resultados.

Sin importar donde el alumno elija desarrollarse como profesional, es importante, que este sepa realizar mediciones de forma confiable y saber identificar la calidad de estas. Los datos no sólo le servirán a él como investigador para llegar a su objetivo planteado, también los informará a la comunidad científica. Y en el área de la industria el conocimiento sobre metrología puede ahorrar a su empresa o la empresa donde trabaje millones de pesos al rechazar un lote fuera de especificaciones.

Sobre todo, el alumno debe comprender que este no es un curso sobre determinación de incertidumbres ni verificación de material de medición. Sino el desarrollo de un conjunto de diferentes habilidades y conocimientos, que le permitirán realizar buenas prácticas de laboratorio, tanto en su vida como estudiantes como de profesionistas.

1.- Calibración de una balanza

OBJETIVO

Establecer un procedimiento que permita al profesor de Metrología enseñar a los alumnos como se realiza la calibración de una balanza y así asegurar que la medición es confiable: repetible, reproducible y trazable.

TÉRMINOS Y DEFINICIONES

Clase de exactitud: es la clasificación que los lineamientos internacionales (OIML) establecen para los instrumentos para pesar, basados en las características tales como el alcance máximo y la división de verificación.

Las clases de exactitud para instrumentos y sus símbolos los siguientes:

Exactitud especial	I
Exactitud fina	II
Exactitud media	III
Exactitud ordinaria	III

Calibración: conjunto de operaciones que permite determinar los errores de un instrumento y de ser necesarias otras características metrológicas (incertidumbre y trazabilidad).

Verificación: la constatación ocular o comprobación mediante muestreo, medición, pruebas de laboratorio o examen de documentos que se realizan para evaluar la conformidad en un momento determinado.

Evaluación de la conformidad: la determinación del grado de cumplimiento con las NOM o las NMX, normas internacionales u otras especificaciones. Comprende los procedimientos de muestreo, prueba, calibración, certificación y verificación.

DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO

Mensurando

El mensurando es el error que se obtiene al relacionar la masa de la pesa en medición y el valor de la pesa patrón en una calibración o una masa de prueba con valor conocido en caso de una verificación.

Principio del método

El principio se fundamenta en colocar una carga sobre el receptor, este ejerce una fuerza sobre un transductor de esfuerzos o conjunto de ellos, que conectado al dispositivo indicador, proporciona lecturas en unidades de masa.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Sistema de medición

Equipo necesario

- La balanza para realizar la calibración, debe estar instalada en una mesa para pesar, que consiste en una placa de piedra de granito, con bases fijadas con grava y arena, sin contacto con la pared, y/o un sistema que tenga el mínimo de posibilidades de estar expuesta a vibraciones incontrolables. En el caso de escribir, es necesario colocar una mesa adicional y únicamente dejar sobre la mesa de granito los patrones que se utilizarán en la calibración o verificación, así se evitan vibraciones innecesarias. Cada balanza debe tener un lugar fijo, del cual no es separada.

NOTA IMPORTANTE: antes de cada calibración el juego de pesas a utilizar, debe permanecer mínimo una hora cerca de la balanza.

- Juego de pesas patrón calibrado, que cuente con informe de calibración de un laboratorio acreditado. La clase de exactitud debe ser compatible con los requisitos que establece la OIML y puede ser desde la E2 instrumentos clase I hasta la M3 en las clases III y IIII. estas antes de realizar la evaluación pueden ser sacadas de su estuche y siempre deben ser transportadas en una charola para evitar que se caigan y puestas a un lado de la balanza, si es posible, un día antes del comienzo del ensayo o como mínimo una hora antes de iniciar. Las pesas no se deben exponer a un enfriamiento o calentamiento fuerte de corta duración para evitar empañamiento o corrosión.
- Guantes libres de pelusa.
- Tela libre de pelusa.
- Termómetro de vidrio para medir temperatura ambiental debe contar con un informe de calibración vigente de un laboratorio acreditado y una resolución de 1 °C

- Higrómetro: el higrómetro debe contar con un informe de calibración vigente de un laboratorio acreditado, con una resolución de 10% o mejor.
- El barómetro debe contar con informe de calibración vigente, por un laboratorio acreditado, con una resolución de 10 Pa o mejor.

Condiciones ambientales:

Es importante mantener la estabilidad ambiental durante el proceso de calibración. Los requisitos de estabilidad en la temperatura aplican al espacio ocupado con los patrones y los equipos de medición, de tal manera que entre mayor sea la estabilidad del ambiente, mayor será la confiabilidad de los resultados.

Las condiciones ambientales (temperatura, humedad relativa y presión barométrica) deben registrarse al inicio y al fin de la evaluación.

La temperatura de verificación y/o calibración deben estar dentro del intervalo de 18 °C a 24°C y en lo posible esta temperatura debe mantenerse constante variando sólo en 0.5° C. El intervalo sin fluctuaciones de temperatura debe permanecer 6 horas como mínimo.

Las fluctuaciones en el cambio de humedad no afectan en el proceso de calibración o de verificación, si están entre 40% y 60 %, pero es recomendable que se mantengan constantes en el período que dure la evaluación.

PROCEDIMIENTO

1. Leer el instructivo de manejo del instrumento y considerar todas las recomendaciones de manejo del fabricante y además se deben tener las siguientes consideraciones.
2. El equipo debe estar colocado en un lugar libre de vibraciones, de luz solar directa, de corrientes de aire, así como de magnitudes de influencia.
3. El equipo debe conectarse a la fuente de energía, el tiempo que el fabricante considere para su calentamiento, o en su defecto es recomendable conectarla a la línea de corriente eléctrica 12 horas antes y previa a cualquier medición, se recomienda encender 60 minutos antes.
4. Identificar la balanza anotando en una bitácora para lecturas de medición los datos que identifiquen la balanza.
5. Identificar el escalón de verificación (e). Consulte en el instructivo del instrumento y localice el que proporciona el fabricante, en caso de que el fabricante no lo proporcione se puede tomar como dato la resolución de la balanza.
6. Clasificar a la balanza de acuerdo a su clase de exactitud, primero determinando el número de escalones de verificación dividiendo el alcance máximo de la balanza ($A_{m\acute{a}x}$) y el valor de e.

$$n_j = A_{m\acute{a}x} / e$$

También determinar el error máximo tolerado, para ambos casos consultar la Referencia [1] y/o pedir asesoría al profesor.

Para el manejo de patrones de pesas:

7. Usar pesas patrones de referencia, trazadas al CENAM con certificado o informe de calibración vigente. El laboratorio de Física debe contar con este equipo. Ver Referencia [3].

8. Usar guantes y pinzas para un manejo adecuado y jamás las toque con las manos.

9. Colocar los patrones de referencia cerca del instrumento para pesar, con la finalidad de que ambos alcancen la misma temperatura.

10. Después de usar cada patrón, colóquelo en el lugar que le corresponde dentro del estuche y nunca sobre la mesa de trabajo, aunque es permitido colocarlos sobre un lienzo de tela, que no produce pelusas.

Manejo del instrumento para pesar.

11. Limpiar el instrumento para pesar.

12. Limpiar las partes externas e internas del instrumento con un trapo libre de pelusa (diferente al que se emplea para colocar las pesas), las partes internas se refieren a: platillo, cámara de pesado y corta aires o capelo, si es que cuenta con ellos.

13. Verificar el nivel del instrumento, corrigiendo con los tornillos correspondientes el nivel de burbuja.

14. Determinar el tiempo de estabilización. Cargue el instrumento con una carga próxima al máximo, en instrumentos de bajo alcance y registre el tiempo de la aparente estabilización. Cargue el instrumento con la carga mínima y registrar el tiempo de estabilización, con ambos valores determine un valor promedio, este tiempo se mantendrá para tomar las mediciones o se puede también usar el valor máximo registrado, en ambas pesadas.

RESULTADOS

Pruebas Metrológicas.

Cada prueba metrológica es hecha a diferentes niveles con base al alcance o al intervalo de uso del usuario.

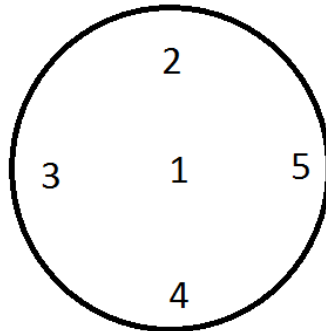
Una vez iniciada cualquier prueba no se puede suspender y reanudarla posteriormente.

1 Prueba de excentricidad

Esta prueba proporciona información acerca de la eventual anomalía, debida a cargas excéntricas en el plato del instrumento. La prueba consiste en tomar 6 lecturas colocando la masa en 5 posiciones del plato. Se recomienda que la carga sea de un tercio de la capacidad del instrumento, o un valor

cercano si es que no se tiene experiencia en manejar las pesas, se registra individualmente cada lectura y la recomendación es que después de cada lectura se regrese a cero, ya que son las condiciones a las que utiliza el instrumento el usuario. Las diferentes posiciones se muestran en los siguientes diagramas, dependiendo de la forma del plato, la posición 1 y 6 corresponden al centro, se puede hacer un ciclo o 3 ciclos para contar con más datos promedio en cada punto.

Las diferentes posiciones se muestran en el siguiente diagrama.



Las lecturas se registran en una tabla realizada en la bitácora, de la siguiente manera:

TABLA 1. Prueba de Excentricidad

Posición	Lectura L_i (g)	Diferencia
1	XXX	
2	XXX	XXX
3	XXX	XXX
4	XXX	XXX
5	XXX	XXX
1	XXX	

		Diferencia máxima(en valor absoluto)
--	--	--

NOTA 1: Esta evaluación se realiza una o tres veces siendo más conveniente la segunda opción.

NOTA 2: Cada celda con XXX corresponde a la indicación numérica (lectura del instrumento) en cada posición y la columna de diferencia es la sustracción del promedio en 1 con cada posición excéntrica

Donde:

L_i : lectura de cada posición.

L_1 : lectura en posición 1 (centro) pueden ser 2 para un ciclo o 6 cuando se hacen tres ciclos

$$Dif. = L_{Ci} - \bar{L}_1 \text{ (lectura promedio en 1)}$$

Dif. Máx. = la máxima Dif. obtenida

\bar{L}_1 es el valor promedio de las lecturas en 1

La diferencia máxima se compara con el error máximo correspondiente a esa carga de prueba.

La diferencia máxima se compara con el Error Máximo Tolerado para esa valor de carga que se especifica en la NOM-010-SFCI-1994.

2. Prueba de Repetibilidad.

Se coloca una carga en el centro del platillo y se mide por 10 veces, se recomienda si es necesario regresar a cero entre cada medición, ya que así lo realiza el usuario en sus mediciones rutinarias. Esta prueba se ejecuta al 50% y al 100% de la escala total.

Los resultados de lectura obtenidos se registran bitácora para lecturas de medición.

TABLA 2. Prueba de Repetibilidad

	Carga 50%	Carga 100%
N	Carga de prueba L (g)	Carga de prueba L (g)
1	XXX	XXX
2	XXX	XXX
.....		
10	XXX	XXX

Lm	XXX	XXX
S _L	XXX	XXX

Lm corresponde a los valores promedios de las lecturas.

S_L corresponde a la desviación estándar de las lecturas. En este caso la repetibilidad es referida con

9 grados de libertad, ya que el número de lecturas es 10. u_{rep}: es la incertidumbre del instrumento debida a la repetibilidad en cada una de las cargas elegidas.

n	M	Mc	L	Dm	Incert.	Incertidumbre
	M nom	Masa inf. Calib.	Lectura	L - Mc	Tipo A	Combinada (g)
	(g)	(g)	(g)	(g)	(g)	

d: es la resolución del

instrumento y se divide entre 2 por raíz de tres porque la función de dispersión de probabilidad se comporta como una distribución rectangular

$$u_{rep} = \sqrt{S_L^2 + \left(\frac{d}{2\sqrt{3}}\right)^2}$$

Los resultados deben ser comparados con el EMT para las cargas utilizadas y además estos se utilizarán más adelante para el cálculo de incertidumbre combinada en la prueba de exactitud, considerándola una tipo B.

3. Prueba de Exactitud o Linealidad.

La prueba se realiza en todo el intervalo de pesada del instrumento y nos indica que la lectura del instrumento es acorde con la carga aplicada dentro de los límites especificados por el fabricante.

La prueba consiste en realizar un mínimo de 20 pesadas, con 10 cargas ascendentes y 10 cargas descendentes, equidistantes en todo el campo de pesada, se pueden realizar ajustes a cero entre cada medición, ya que la prueba debe ser en las mismas condiciones en las que trabaja el usuario del instrumento (siempre que pesa se ajusta a cero al inicio). Los resultados se informan en la bitácora. La primera parte de la tabla corresponde a la carga ascendente y la segunda mitad a la carga descendente.

Para la ejecución de esta prueba se requiere un juego de pesas calibrado de calidad adecuada a la clase de la balanza y la secuencia de lecturas se anotan en una tabla como la que se muestra adelante.

TABLA 3. Prueba de Linealidad

0	Min					
1	M1	XXX	XXX	XXX		
2	M2	XXX	XXX	XXX		
...						
10	M10	XXX	XXX	XXX		
11	M10	XXX	XXX	XXX	XXX	XXX
12	M9	XXX	XXX	XXX	XXX	XXX
...						
20	M1	XXX	XXX	XXX	XXX	XXX
0	Min		XXX			

M1, M2, M3...M10 es la masa nominal (M nom.) de cada una de las 10 cargas en ascendente (M1 a M10) y descendente (M11 a M20).

Mc es el valor de la masa o masas empleadas en cada M y que se consulta en el informe de calibración

u_{patron} : Incertidumbre de los patrones, que corresponde a la incertidumbre tipo B y se divide entre dos porque del informe de calibración que se toman generalmente están con un factor de cobertura al 95%.

L es la Lectura registrada en el instrumento

$D_m = \text{Error de la lectura} = L_i - M_{ci}$ (Lectura menos el valor masa convencional de la pesa registrado en el informe de calibración de las pesas empleadas)

Nota: se informa con signo

Se estima la incertidumbre tipo A de las dos mediciones en cada punto (ascendente y descendente para cada carga).

$u_A = S/\sqrt{n}$ S es la desviación típica de las lecturas

u_{rep} : Incertidumbre del instrumento obtenida de la prueba de repetibilidad.

Así entonces se obtienen los resultados de las pruebas metrológicas y con los datos de la tabla de la prueba de Linealidad se realiza el cálculo de incertidumbre.

Se estima la incertidumbre expandida para cada punto con un factor de cobertura de 2 que representa el 95% de nivel de confianza.

Se obtiene así:

$$U = 2 \sqrt{\left(\frac{u_{patrón 1}}{2} + \frac{u_{patrón 2}}{2} \dots\right)^2 + u_{rep}^2 + u_A^2 + \left(\frac{d}{2\sqrt{3}}\right)^2}$$

Donde la U es la incertidumbre combinada expandida para cada punto, en la que está considerada las incertidumbres de los patrones empleados, la incertidumbre del instrumento obtenida en la prueba de repetibilidad, la incertidumbre tipo A de las lecturas y la de la resolución (d) del instrumento.

El número de patrones empleados depende de los requeridos para cada carga.

Los alumnos pueden desarrollar una Hoja de Cálculo para estimar la incertidumbre de cada medida, así como los errores de cada uno de los valores obtenidos.

En la bitácora de trabajo para la calibración o verificación se van a anotar:

1. Resultados de la prueba de excentricidad.
2. Resultados de la prueba de repetibilidad.
3. Resultados de la prueba de exactitud o linealidad.
4. Cada una de las pruebas metrológicas es comparada con el error máximo tolerado (EMT) correspondiente a cada lectura y de acuerdo a lo establecido para la clase de exactitud del instrumento y de las pesas utilizadas que se definen en la NOM 010, Referencia [1].
5. La entrega de un informe es opcional, de acuerdo a lo solicitado por el profesor.

CUESTIONARIO

1. ¿Cómo se determina la clase de exactitud de una balanza?
2. ¿Cuántas clases de exactitud establece la Organización Internacional de Metrología Legal?
3. ¿Qué es mensurando?
4. ¿Qué es incertidumbre de una medición?
5. ¿En qué consiste la prueba de linealidad?
6. ¿En qué consiste la prueba de repetibilidad?
7. ¿En qué consiste la prueba de excentricidad?
9. ¿Cómo se conforma una carta de trazabilidad?

REFERENCIAS

- [1] NOM-010-SCFI-1994 Instrumentos de medición-Instrumentos para pesar de funcionamiento no automático-requisito técnico y metrológicos, publicada en el Diario Oficial de la Federación el día 9 de junio de 1999.
- [2] NMX-Z-055-1997: IMNC Metrología-Vocabulario de términos Fundamentales y generales. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el día 28 de octubre de 1997.
- [3] NMX-038-SCFI-2000, Pesas de clases de exactitud E1, E2, F1, F2, M1, M2 y M3.
- [4] Publicación Técnica CNM-MMM-PT-004. Calibración de los Instrumentos para Pesar. Centro Nacional de Metrología. 1997