



UNSAM
UNIVERSIDAD
NACIONAL DE
SAN MARTÍN



Instituto
Nacional
de Tecnología
Industrial

"Estudio de factibilidades para la fabricación de pesas con valores de masa inferiores al miligramo "

Trabajo Final

por

Rubén A. Quille Ramos

Instituto de la Calidad Industrial, INCALIN
Universidad Nacional de San Martín, UNSAM

2019

Índice

1.	INTRODUCCIÓN	4
2.	MATERIALES Y METODO DE CALIBRACIÓN	6
3.	RESULTADOS PRELIMINAR	14
4.	ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LAS MEDICIONES	15
5.	DISCUSIÓN	19
6.	CONCLUSIONES Y PERSPECTIVAS	21
APÉNDICE A		23
APÉNDICE B		24
APÉNDICE C		26

Resumen

El objetivo del presente trabajo, es ampliar el alcance de medición de pesas patrones con valores de masa inferior a un miligramo para la calibración de microbalanzas y ultra-microbalanzas con resolución inferior a un miligramo (mg) e instrumentos de medición de micro/nano fuerza. Las mediciones de masas a nivel del microgramo (μg) son de gran importancia en la industria, la investigación y la ciencia. En los últimos años los fabricantes de balanzas de precisión han lanzado al mercado diversos modelos de microbalanzas con resolución de $1\ \mu\text{g}$ y $0,1\ \mu\text{g}$ lo que genera una demanda de pesas patrones de bajo valor para calibrarlas como así también métodos adecuados para realizar la calibración de pesas con valores de masa inferiores al mg con alta exactitud (En adelante las denominaremos micropesas). Debido a esto en la última década se ha prestado una creciente atención por parte los Institutos Nacionales de Metrología (INM) en la calibración de micropesas. En este sentido el Laboratorio de Masa del Centro de Metrología Física de INTI está interesado en fabricar y calibrar micropesas.

Este trabajo incluye, además, la implementación de procedimientos adecuados para la calibración de las micropesas.

Las micropesas se construirán con filamentos de una aleación de Al-Si y los valores nominales de masa serán $100\ \mu\text{g}$, $200\ \mu\text{g}$, $200\ \mu\text{g}$ y $500\ \mu\text{g}$. La caracterización morfológica y química se realizará por microscopia electrónica de barrido con microanálisis por EDX. Las determinaciones de masa de las muestras se realizarán por el método de subdivisión (Diseminación de un patrón de $1\ \text{mg}$). En la siguiente Figura 1 se presenta un porta-micropesas para una adecuada manipulación.

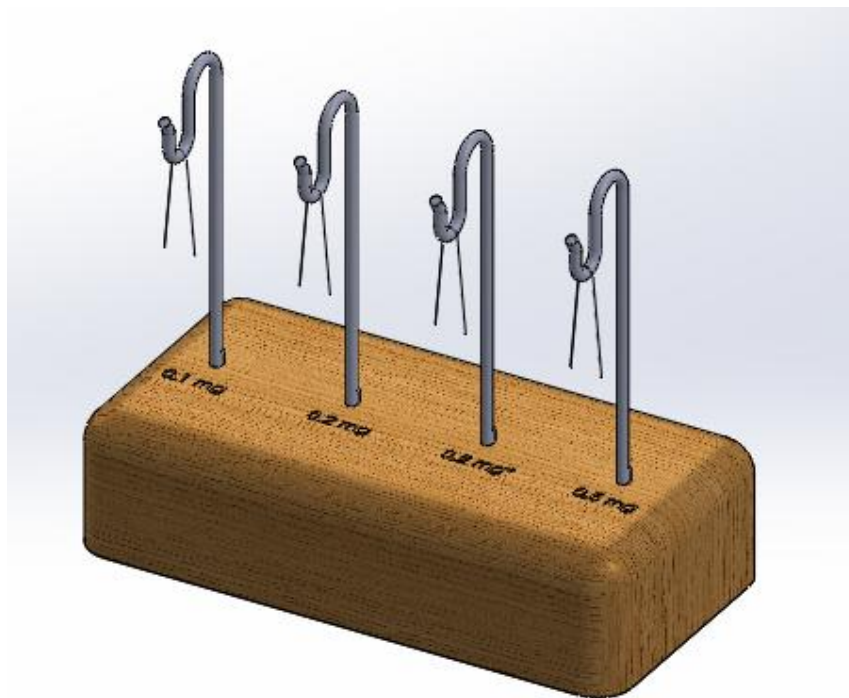


Figura 1.- Sistema de soporte adecuado para manipular las micropesas

1. INTRODUCCIÓN

Las mediciones de alta exactitud desempeñan un papel clave en todos los sectores industriales desde la investigación y desarrollo hasta la comercialización de un producto. Por tal razón "los metrólogos" están permanentemente involucrados en el desarrollo de métodos de medición, diseño de nuevas herramientas y procedimientos para satisfacer las crecientes demandas para mejorar la precisión y reducir los tiempos necesarios en las mediciones [1].

En metrología de masa, la trazabilidad de las calibraciones se logra a través de una cadena de comparaciones, utilizando comparadores de masas, que se extiende desde los patrones nacionales de masa (calibrados con trazabilidad al Prototipo Internacional del kg hasta el 20 mayo de 2019 y con trazabilidad a las realizaciones del kg aceptadas por la XX CGPM a partir del 20 de mayo de 2019) hasta los patrones de masa de uso científico e industrial. Por otra parte, los avances recientes en la fabricación y manipulación de objetos en el orden de micro y

nanogramo a nivel mundial han intensificado la necesidad de conocer el valor de las fuerzas que actúan a esta escala e impactan en la nanotecnología. Además, a partir del nuevo SI (Sistema Internacional de Unidades basado en constantes físicas vigente desde mayo de 2019) donde la realización de la unidad de masa en función de la constante de Planck se puede materializar en cualquier valor de masa, se están desarrollando experimentos para materializar patrones de masa con valores del orden del gramo con balanzas de Kibble [2] y del miligramo con balanzas electrostáticas [3]. Si bien la recomendación R111 de la OIML [4] no incluye pesas con valores inferiores al mg, se aplicarán los criterios expuestos en dicha recomendación para el desarrollo del método de calibración.

Los factores que afectan la determinación de masa de las micro-pesas, es que son difíciles de manipular y fácil de contaminar lo cual afecta la repetibilidad de las determinaciones de masa [5]. En este sentido, muchos institutos de metrología a nivel mundial están investigando estos factores, desarrollando nuevos materiales, nuevos métodos de manipulación y nuevos métodos de medición.

Objetivo General

Ampliar el alcance de medición de masas patrones menores a un miligramo para la calibración de microbalanzas, balanzas con resolución por debajo del miligramo e instrumentos de micro/nano fuerza.

Objetivos Específicos

- Desarrollar la fabricación de pesas inferiores a un miligramo y las herramientas de manipulación.
- Ampliar el alcance de la unidad de masa en el rango de 1 mg a 100 μg .
- Implementar un procedimiento para la calibración de las micropesas
- Seguimiento a largo plazo de la estabilidad de masa de las micropesas

2. MATERIALES Y MÉTODOS

Se fabricarán micropesas de alambre, que presenten resistencia al desgaste, como son las aleaciones de Al-Si. Las mismas deberán tener un diámetro comprendido entre los 80 y 100 μm , con la longitud adecuada para darle formato de jinetillo que permita una fácil manipulación. Los valores nominales de las pesas serían de 500 μg , 200 μg , 200 μg y 100 μg .

Para la realización de las mediciones, el laboratorio de masa cuenta con un comparador de masa, de capacidad máxima de 5 gramos con una resolución de 0,1 μg (Figura 2), sensores para la medición de temperatura, de humedad relativa, de presión atmosférica y un sistema de aire acondicionado que asegura las condiciones ambientales recomendadas por la recomendación OIML R111.

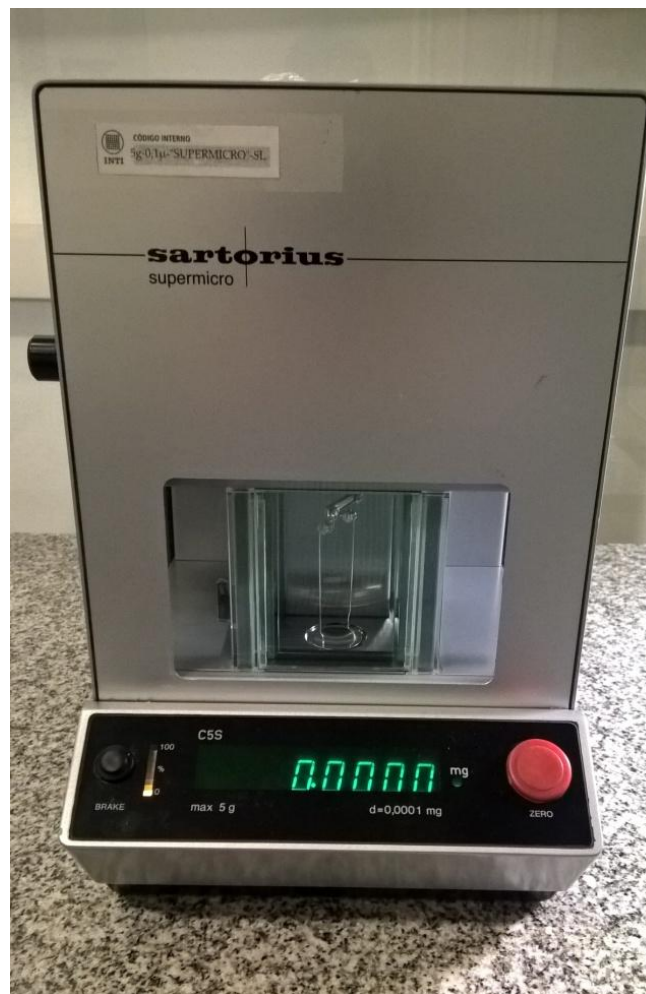


Figura 2.- Comparador de masa con capacidad máxima de 5 g y resolución de 0,1 μg utilizada en las mediciones

2.1 Método de Calibración de las micropesas

La calibración se realizarán por el método de subdivisión [6,7,8], y consiste en comparaciones entre el patrón de 1 mg y diversas combinaciones de grupos de pesas.

El modelo general asociado al proceso de medición es:

$$y = X \beta + e \quad (1)$$

Donde,

X es la matriz del diseño que posee $n+1$ filas por k columnas, siendo n el número de comparaciones, y k número de pesas involucradas, incluyendo el patrón. Cada una de las primeras n filas representa una de las comparaciones, y cada columna representa a una pesa. X está formada sólo por entradas iguales a 0 , 1 o -1 (ver ítem 2.1.1.). Un elemento representado con -1 indica que esa pesa participa en dicha comparación como “referencia” (o como elemento “**A**” del ciclo de comparación **ABBA**), mientras que un elemento representado con 1 indica que esa pesa interviene como “calibrando” o “incógnita”, o como elemento “**B**”. Cuando una pesa no participa en una comparación determinada, el correspondiente elemento de la matriz es 0 . La última fila de X corresponde a la asignación del valor del patrón, y sólo tiene un 1 en la primera columna,

$\beta = (\beta_1, \dots, \beta_k)^T$ es el vector-columna de longitud igual a k , que contiene los resultados obtenidos, (en general, corrección respecto de los valores nominales de cada pesa).

$y = (y_1, \dots, y_n, \beta_p)^T$ es el vector columna de longitud igual a $n+1$, que contiene las indicaciones corregidas de cada comparación en sus n primeros lugares, y el valor previamente asignado al patrón en el último.

$e = (e_1, \dots, e_n, e_{n+1})^T$ es el vector-columna de errores asociados a cada comparación, que se supone de media 0 (cero) , y con una matriz de covarianza o incertidumbre Σe que debe ser conocida a priori.

2.1.1. Esquema utilizado

A continuación se muestra el esquema utilizado para determinar los errores de masa de las micropesas

$$\begin{array}{c|c|c|c|c|c|c|c}
 y_1 & & -1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\
 y_2 & & -1 & 1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\
 y_3 & & 0 & -1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\
 y_4 & & 0 & -1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\
 y_5 & & 0 & 0 & -1 & 1 & -1 & 1 \\
 y_6 & & 0 & 0 & -1 & 1 & 1 & -1 \\
 y_7 & = & 0 & 0 & -1 & 0 & 1 & 1 \\
 y_8 & & 0 & 0 & 0 & -1 & 1 & 1 \\
 y_9 & & 0 & 0 & -1 & 1 & 0 & 0 \\
 y_{10} & & 0 & 0 & 0 & 0 & -1 & 1 \\
 \beta_p & & 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0
 \end{array}
 \cdot
 \begin{array}{c}
 \beta_{1000} \\
 \beta_{500} \\
 \beta_{200} \\
 \beta_{200*} \\
 \beta_{100} \\
 \beta_{100*}
 \end{array}
 +
 \begin{array}{c}
 e_1 \\
 e_2 \\
 e_3 \\
 e_4 \\
 e_5 \\
 e_6 \\
 e_7 \\
 e_8 \\
 e_{10} \\
 e_{11} \\
 e_p
 \end{array}$$

2.1.2. Valor del patrón: El último elemento del vector y es β_p , el valor previamente conocido de corrección en masa del patrón empleado. El primer elemento del vector β es β_{1000} , el valor de corrección en masa obtenido de los cálculos de cuadrados mínimos para el mismo patrón. Los métodos de cálculo empleados aseguran que el valor asignado al patrón y su incertidumbre no se alteran. Esto es, $\beta_p = \beta_{1000}$

2.1.3. Resultados del esquema: A su vez, β_{500} , β_{200} , β_{200*} , β_{100} y β_{100*} son los resultados de corrección en masa de las pesas bajo calibración.

2.1.4. Pesa de verificación: Para poder realizar las comparaciones de cada década, es necesario agregar una pesa adicional. Resulta conveniente que dicha pesa sea de masa conocida, para verificar el cierre del proceso. Esto se representa en la última columna de X , que corresponde a una pesa de verificación de valor β_{100*} (en general, de valor igual a β_{100}).

2.1.5. Promedios de indicaciones y correcciones aplicadas: Los valores $y_1, \dots, y_n$ representan las indicaciones de cada comparación bilateral entre pares de pesas (diferencia entre las pesas que hacen las veces de incógnita menos las pesas que hacen las veces de referencia), corregidas para compensar el efecto de empuje del aire en cada caso. Por cada comparación bilateral pueden realizarse varias series de comparaciones, en el mismo o en diferentes días. En estos casos, los resultados de cada serie se promedian. Pero, dado que las condiciones ambientales varían entre días, deben aplicarse las correspondientes correcciones para compensar el empuje de aire, antes de promediar.

Por ejemplo, si para la comparación bilateral i se efectúan r_i repeticiones obteniendo diferencias promedio (incógnita menos referencia) iguales a $y_{i,j}$ ($j=1, \dots, r_i$), la indicación corregida promedio final y_i se calcula como:

$$y_i = \frac{\sum_j (y_{i,j} + \rho_j \cdot \Delta V)}{r_i} \quad (3)$$

donde ρ_j representa los correspondientes valores de densidad del aire húmedo en cada serie y ΔV es la diferencia entre los volúmenes de las pesas que hacen las veces de incógnitas (elementos 1 de X) menos los volúmenes de las pesas que hacen las veces de referencias (elementos -1 de X).

2.2. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN

En la evaluación de la incertidumbre expandida consideraremos las contribuciones siguientes.

a) La incertidumbre estándar del proceso de pesaje (tipo A)

Repetibilidad de las comparaciones. La repetibilidad de cada comparación ($\sigma_1, \dots, \sigma_n$) puede ser estimada estadísticamente, o bien a partir de la desviación estándar histórica del comparador correspondiente. Luego, se obtiene la matriz diagonal $\Sigma_{\text{rep}} = \text{diag}(\sigma_1 \dots \sigma_n, 0)$. El último elemento de dicha matriz toma el valor 0, porque corresponde sólo a la asignación del valor del patrón, no a una medición.

$$\Sigma_{\text{rep}} = \begin{vmatrix} \sigma_1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_2 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_3 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \sigma_4 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \sigma_5 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \sigma_6 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \sigma_7 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \sigma_8 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \sigma_9 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \sigma_{10} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \sigma_{11} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \sigma_{12} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{vmatrix}$$

b) La incertidumbre estándar por la resolución de los comparadores (tipo B)

Resolución del comparador. Si se denomina d la división del comparador, este componente se evalúa como la matriz diagonal $\Sigma_{\text{resol}} = \text{diag}(d^2/12, \dots, d^2/12, 0)$. El último elemento de la diagonal toma el valor 0, porque corresponde sólo a la asignación del valor del patrón, no a una medición.

$$\Sigma_{\text{res}} = \begin{pmatrix} d^2/6 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & d^2/6 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & d^2/6 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & d^2/6 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & d^2/6 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & d^2/6 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & d^2/6 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & d^2/6 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & d^2/6 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & d^2/6 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & d^2/6 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & d^2/6 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & d^2/6 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

c) Incertidumbre estándar asignada al patrón (tipo B)

Este componente incluye la incertidumbre en la calibración del patrón u_{cal} , y la asociada a su deriva entre calibraciones sucesivas u_{der} . De aquí surge la matriz $\Sigma_{\text{pat}} = (u_{\text{cal}}^2 + u_{\text{der}}^2 \cdot \text{Epat})$ donde **Epat** es una matriz de $n \times n$ formada con el valor 1 en el elemento de (n, n) , en la posición de la última fila y la última columna (lo que corresponde a la posición del patrón en el vector **Y**) y con el valor 0 en el resto de sus elementos.

$$\Sigma_{\text{pat}} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & (u_{\text{cal}}^2 + u_{\text{der}}^2) \end{pmatrix}$$

d) Incertidumbre en la densidad del aire (Σ_{aire}). Para cada comparación i , se obtienen valores de incertidumbre $u_{i,\text{aire}}$ que incluye tanto la incertidumbre de medición de las condiciones ambientales como la incertidumbre propia de la fórmula de cálculo de la densidad del aire.

A su vez, cada uno de estos componentes queda afectado por un coeficiente de sensibilidad igual a las diferencias ΔV_i , entre los volúmenes del juego de pesas que hace las veces de referencia, y del juego de pesas que hace las veces de calibrando.

$\Sigma_{\text{aire}} = \text{diag}(\Delta V_1^2 \cdot u_{1,\text{aire}}^2, \dots, \Delta V_n^2 \cdot u_{n,\text{aire}}^2, 0)$ es una matriz diagonal de $n \times n$ elementos cuyo último elemento toma el valor 0, porque corresponde sólo a la asignación del valor del patrón, no a una medición.

$$\Sigma_{aire} = \begin{vmatrix} \Delta V_1^2 \cdot u_{1,aire}^2 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \Delta V_2^2 \cdot u_{2,aire}^2 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \Delta V_3^2 \cdot u_{3,aire}^2 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \Delta V_4^2 \cdot u_{4,aire}^2 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \Delta V_5^2 \cdot u_{5,aire}^2 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \Delta V_6^2 \cdot u_{6,aire}^2 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \Delta V_7^2 \cdot u_{7,aire}^2 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \Delta V_8^2 \cdot u_{8,aire}^2 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \Delta V_9^2 \cdot u_{9,aire}^2 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \Delta V_{10}^2 \cdot u_{10,aire}^2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \Delta V_{11}^2 \cdot u_{11,aire}^2 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \Delta V_{12}^2 \cdot u_{12,aire}^2 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{vmatrix}$$

- e) **Incertidumbre en la determinación del volumen de las pesas (Σ_V).** Previamente a la calibración deben conocerse las incertidumbres u_{Vj} , ($j=1,...,k$) asociadas al volumen de cada pesa involucrada, incluyendo el patrón. A partir de ellas se construye la matriz diagonal (de k x k) $U_V = \text{diag}(u_{V1},...,u_{Vk})$.

$$U_V = \begin{vmatrix} u_{V1} & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & u_{V2} & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & u_{V3} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & u_{V4} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & u_{V5} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & u_{V6} \end{vmatrix}$$

El cálculo detallado para obtener Σ_V a partir de U_V considera los coeficientes de sensibilidad matriciales asociados a los correspondientes valores de densidad del aire es:

$$\Sigma_V = (\text{diag}\{\rho_a\} X \text{diag}\{u_v\}) (\text{diag}\{\rho_a\} X \text{diag}\{u_v\})^T$$

donde el superíndice T indica transposición de matrices.

- f) **Incertidumbre asociada a la falta de ajuste (Σ_{aj}).** Se estima estadísticamente, a partir de la desviación estándar residual s_{res} propia de la aplicación del método de cuadrados mínimos ordinarios

$$s_{res} = \sqrt{\frac{(Y - X\beta)^T (Y - X\beta)}{n - k}}$$

Luego, la matriz de incertidumbre asociada se obtiene como $\Sigma_{aj} = \text{diag}(s_{res}^2, \dots, s_{res}^2, \mathbf{0})$. El último elemento de dicha matriz toma el valor 0, porque corresponde sólo a la asignación del valor del patrón, no a una medición.

$$\Sigma_{aj} = \begin{pmatrix} s_{res}^2 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & s_{res}^2 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & s_{res}^2 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & s_{res}^2 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & s_{res}^2 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & s_{res}^2 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & s_{res}^2 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & s_{res}^2 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & s_{res}^2 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & s_{res}^2 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & s_{res}^2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & s_{res}^2 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \mathbf{0} \end{pmatrix}$$

Combinación. La matriz de incertidumbre de las comparaciones se expresa finalmente como:

$$\Sigma_{\epsilon} = \Sigma_{rep} + \Sigma_{resol} + \Sigma_{pat} + \Sigma_{aire} + \Sigma_V + \Sigma_{aj}$$

Cuadrados mínimos ordinarios. Las fórmulas para obtener el vector β y su matriz de incertidumbre asociada U_{β} se encuentran ampliamente difundidas:

$$\beta_{OLS} = (X^T X)^{-1} X^T Y$$

$$U_{\beta} = [(X^T X)^{-1} X^T] \Sigma_{\epsilon} [X (X^T X)^{-1}]$$

La incertidumbre asociada a cada componente de β se obtiene del correspondiente elemento en la diagonal de esta última matriz.

La aplicación de este método sólo está justificada cuando puede asegurarse la no correlación entre las diferentes comparaciones, y cuando a todas ellas pueden asignársele incertidumbres del mismo orden. Estas hipótesis no suelen darse en la práctica, por lo que el resultado obtenido debe ser visto sólo como una aproximación de los valores deseados de los mensurandos.

Método de Gauss-Markov o cuadrados mínimos ponderados. Este método pondera las entradas de cuadrados mínimo en función de las incertidumbres asignadas a priori para comparación, y de sus correlaciones. Los resultados obtenidos por este método resultan estadísticamente insesgados y de mínima varianza.

La justificación de los cálculos puede verse en la referencia [7]. Las ecuaciones aplicadas son las siguientes

$$m_{GM} = \left(X^t \Sigma_Y^{-1} X \right)^{-1} X^t \Sigma_Y^{-1} Y$$

$$\Sigma_m = \left(X^t \Sigma_Y^{-1} X \right)^{-1}$$

La incertidumbre asociada a cada componente de m se obtiene del correspondiente elemento en la diagonal de esta última matriz. A continuación se muestra un diagrama Ishikawa de las incertidumbres que participan en la proceso de calibración.

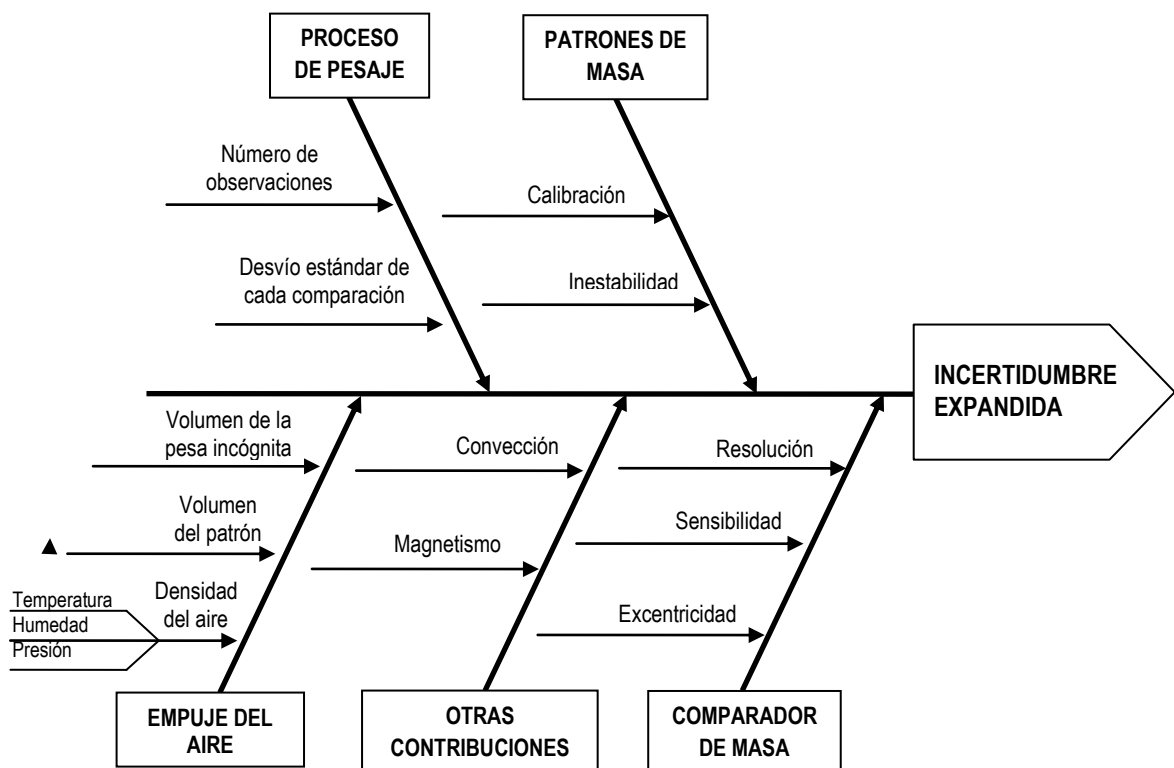


Figura 3.- Diagrama de Ishikawa de la evaluación de la incertidumbre en la calibración de micropesas.

3. RESULTADO PRELIMINAR

Para analizar las posibilidades de calibración de micropesas con la estructura actual del laboratorio de masa se construyeron cinco micropiezas (0,5 mg, 0,2 mg, 0,2* mg, 0,1 mg y 0,1* mg) de forma laminar de aluminio (Figura 4). En la tabla 1, se presenta los primeros resultados obtenidos, al determinar el error de masa y su incertidumbre expandida. El valor de densidad del material de las micropiezas se tomó de la tabla de densidades recomendada por la OIML R111 E-2004 [4]. Se tomó como referencia una pesa de 1 mg de acero inoxidable (tipo alambre) con certificado de calibración PCMA 176 (ver Apéndice 3).

Tabla 1.- Errores de masa y sus incertidumbres asociadas de las 5 micropiezas de aluminio

Valor Nominal	Error de masa / mg	U (k=2)/ mg	V / cm ³	U _V (k=2)/ cm ³
1 mg (∞)	0,001 2	0,000 2	0,001 25	0,000 02
0,5 mg	-0,008 4	0,000 6	0,000 185	0,000 009
0,2 mg	-0,005 4	0,000 5	0,000 074	0,000 004
0,2 mg (*)	-0,003 2	0,000 5	0,000 074	0,000 004
0,1 mg	-0,004 0	0,000 5	0,000 037	0,000 002
0,1 mg (*)	-0,003 9	0,000 5	0,000 037	0,000 002

(*) Pesa identificada con un punto

(∞) Pesa patrón de referencia

Las mediciones fueron realizadas tomando como referencia el procedimiento PEMA14-Diseminación de la Unidad de Masa (1 mg a 10 kg) [6], las incertidumbres obtenidas son superiores a la incertidumbre de la pesa de referencia de 1 mg. El aluminio ya es recomendado por la OIML R111 como un material para patrones de masa, especialmente por su baja densidad (2 700 kg/m³) que permite un mejor manejo de estos patrones.



Figura 4.- Cinco micropiezas de aluminio obtenidos de un rollo de papel de aluminio.

4. ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LAS MEDICIONES

La finalidad de evaluar la calidad de las mediciones de los patrones de masa es evaluar la validez de las calibraciones individuales.

Análisis gráfico de los residuos.

Al aplicar el método de mínimos cuadrados, es conveniente evaluar los residuos obtenidos. Esta observación permite analizar la consistencia del ajuste de cuadrados mínimos, y eventualmente, descartar y/o repetir una medición o comparación [6].

Sin embargo, si se cuenta con un historial de calibraciones de las micropesas, un control y análisis estadístico adicional sería aplicar el error normalizado En .

$$En = \frac{|E_i - E_0|}{\sqrt{U_i^2 + U_0^2}} \quad (35)$$

donde,

E_i : es el error de masa de la pesa

E_0 : es el error de masa de la última calibración de la pesa

U_i : es la incertidumbre expandida del error de masa

U_0 es la incertidumbre expandida del error de masa de la última calibración

Para que los resultados de una medición sean consistentes el En debe ser menor o igual a 1

INTER-COMPARACIÓN DE MICROPEAS ENTRE LOS INSTITUTOS DE METROLOGIA EUROPEOS

El nivel inferior de la escala de masa para la calibración con pesas patrones en inter-comparaciones ha sido tradicionalmente de un miligramo. La primera inter-comparación realizada a nivel mundial de pesas en el rango entre 100 g y 100 μ g fue en el continente europeo en el 2008. La misma fue efectuada por los institutos de metrología, National Physical Laboratory (NPL) como laboratorio piloto, Laboratoire national de métrologie et d'essais (LNE) y Physikalisch Technische Bundesanstalt (PTB), ambos como participantes. Los valores nominales de las micropesas fueron 500 μ g, 200 μ g y 100 μ g. Además, de las pesas de sub-miligramos, se hicieron circular pesas de valores nominales entre 100 g y 10 g como medio para validar los valores declarados en la CMC (Capacidad de Medición y Calibración). Todos los participantes demostraron equivalencia con el valor de referencia calculado para ambos patrones de transferencia.

Tanto el NPL como el LNE han desarrollado y calibrado recientemente patrones de masa en el rango de 100 μ g a 1 mg. Los patrones del sub-miligramo se han utilizado para la evaluación de la escala de los comparadores de masa de 1 kg. También se han fabricado y calibrado patrones de sub-miligramo para los laboratorios de investigación en el Reino Unido y se prevé que el requisito para dichos patrones crecerá en el futuro. En esta inter-comparación, todos los participantes han demostrado su capacidad de medir los patrones de transferencia a su nivel de incertidumbre. Debido a las pequeñas incertidumbres reclamadas por los participantes para las pesas de los sub-miligramos (menos de 0,2 microgramos en todos los casos), es probable que la estabilidad de los patrones de transferencia sea un factor significativo en la consistencia de los resultados. [9].

Actualmente, se realizó una nueva inter-comparación de pesas en el rango del sub-miligramo (EURAMET.M.M-S9) entre los institutos nacionales de metrología de los países europeos de Reino Unido (como piloto), España, República Checa, Rumania y Eslovaquia. Las cinco micropesas a calibrar son las siguientes 0,5 mg; 0,2 mg; 0,2 mg*; 0,1 mg y 0,05 mg. Los resultados de esta última inter-comparación fueron consistentes, la estabilidad de las micropesas fue adecuado para estos propósitos a excepción de la pesa de 0,05 mg, el cual presentó alta deriva y el mayor número de resultados discrepantes entre los participantes [10].

Tabla 2 .- Resultados de la comparación de los cinco patrones de transferencia [11].

Transfer Standard	Meas. No.	Laboratory ID	Date of Meas.	Results	
				Measured mass Δm / g	Estimated uncertainty / mg
100 g	1	LNE1	11/06/2008	100.000 091 30	0.003 10
	2	NPL	15/07/2008	100.000 090 10	0.001 66
	3	LNE2	30/07/2008	100.000 088 80	0.003 10
	4	LNE3	25/11/2008	100.000 088 45	0.003 10
	5	PTB	03/06/2009	100.000 081 60	0.002 30
	6	LNE4	16/07/2009	100.000 084 10	0.003 10
10 g	1	LNE1	11/06/2008	10.000 012 86	0.001 40
	2	NPL	15/07/2008	10.000 013 10	0.000 81
	3	LNE2	30/07/2008	10.000 012 39	0.001 40
	4	LNE3	25/11/2008	10.000 012 65	0.001 40
	5	PTB	03/06/2009	10.000 011 80	0.001 70
	6	LNE4	16/07/2009	10.000 012 20	0.001 40
0.000 5g	1	LNE1	11/06/2008	0.000 500 49	0.000 18
	2	NPL	15/07/2008	0.000 500 46	0.000 13
	3	LNE2	30/07/2008	0.000 501 28	0.000 18
	4	LNE3	25/11/2008	0.000 500 93	0.000 18
	5	PTB	03/06/2009	0.000 500 90	0.000 15
	6	LNE4	16/07/2009	0.000 500 59	0.000 18
0.000 2 g	1	LNE1	11/06/2008	0.000 201 45	0.000 15
	2	NPL	15/07/2008	0.000 201 27	0.000 13
	3	LNE2	30/07/2008	0.000 201 77	0.000 15
	4	LNE3	25/11/2008	0.000 201 43	0.000 15
	5	PTB	03/06/2009	0.000 201 55	0.000 14
	6	LNE4	16/07/2009	0.000 201 46	0.000 15
0.000 1 g	1	LNE1	11/06/2008	0.000 103 51	0.000 14
	2	NPL	15/07/2008	0.000 104 02	0.000 11
	3	LNE2	30/07/2008	0.000 104 15	0.000 14
	4	LNE3	25/11/2008	0.000 104 23	0.000 14
	5	PTB	03/06/2009	0.000 104 02	0.000 14
	6	LNE4	16/07/2009	0.000 104 13	0.000 14

5. DISCUSIÓN

Como se muestra en el presente trabajo las pesas inferiores a un miligramo son necesarias en los laboratorios de masa de los distintos INM's y de las empresas especializadas en la fabricación y calibración de pesas. La implementación de las micropesas en la escala de la unidad de masa actual, no es inconveniente, de acuerdo a los resultados descritos en el ítem 3, referidos a la calibración de piezas de aluminio laminares obtenidos de un rollo de papel de aluminio comercial, nos asegura que el método de calibración con los instrumentos de medición utilizados, es adecuado para la calibración de pesas menores al miligrano. Por otra parte, estos resultados, nos da una idea de los valores de incertidumbres a obtener, y a la vez saber cuál es la principal fuente de incertidumbre en la fabricación de pesas de alambre menores al miligramo. Esta evaluación se realizó con laminas, es muy probable que al aplicar el diseño de jinetillo (utilizado por un fabricante de pesas) que facilita la manipulación de las micropesas baje la incertidumbre

A la vez, los valores obtenidos (Tabla 1) en la calibración de estas piezas de aluminio, nos sirve para analizar inconvenientes a tener en cuenta en las mediciones de las micropesas. Si bien, los valores de incertidumbres obtenidos en la calibración de las piezas de aluminio, están entre 0,5 y 0,6 μg , superando al valor máximo de incertidumbre (0,18 μg) obtenido en la inter-comparación, sin embargo es inferior (un tercio de 0,002 mg) a la exigida para pesas, de clase 000, entre 500 mg y 50 μg , según la norma ASTM E617-13 [11], (ver apéndice 1).

Los resultados del informe de inter-comparación entre los países europeos muestran derivas importantes entre intercomparaciones, lo cual nos indica que debemos mejorar el diseño de los elementos de manipulación y transporte de micro-pesas para disminuir errores sistemáticos [7]. Según el análisis realizado en la planilla de cálculo utilizado en la estimación de la incertidumbre de calibración que se muestra en la Tabla 1, la incertidumbre que más influye, que es la debida a la falta de ajuste en el método de cuadrados mínimos, aún es motivo de estudio.

El laboratorio tiene trazado a mediano plazo fabricar nuestros propios patrones inferiores a un miligramo, previniendo las futuras necesidades de la industria nacional.

6. CONCLUSIONES Y PERSPECTIVAS

- Se presentaron los primeros resultados utilizando micropiezas de forma laminar obtenidos de un rollo de papel de aluminio.
- El método de calibración propuesto es adecuado para la calibración de pesas de alambre inferior a un miligramo.
- Si bien, los valores de incertidumbre de las micropiezas presentados en la tabla 1, superan a los valores de incertidumbres obtenidas en la primera inter-comparación (tabla 2), estos son inferiores a las exigidas por la ASTM E617 - 13.
- Los próximos pasos serán producir pesas de alambre, realizar su calibración y la evaluación de la estabilidad a largo plazo.

En el futuro, las micropesas se volverán esenciales para proporcionar trazabilidad para nuevas áreas tales como preparación de muestras para calibrar cromatografos tipo HPLC a partir de material de referencia certificado

Referencias

- [1] Valcu A., The provision of Mass Calibrations for Micro/Mano Force Measurements ICQNM 2013: The Seventh International Conference on Quantum, Nano and Micro Technologies.
- [2] Leon Chao , Frank Seifert, Darine Haddad, The Design and Development of a Tabletop Kibble Balance at NIST, IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, Vol. 68, No. 6, June 2019
- [3] Gordon A. Shaw, Scaling of Mass and Force Using Electrical Metrology- U.S. National Institute of Standards and Technology (NIST), CPEM 2018.
- [4] International Recommendation OIML R111-1, Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ and M₃, Edition 2004.
- [5] Hu M.H, Zhang Y., Cai C.Q., Zhong HR.L., Yao H. Ding J.A. *Research on micro-gram weight standards below 1 mg in NIM.* XX IMEKO World Congress Metrology for Green Growth September 9-14 (2012).
- [6] Procedimiento específico: PEMA14M "Diseminación de la Unidad de Masa (1 mg a 10 kg) Centro de Desarrollo e Investigación en Física y Metrología - INTI. Rev. Septiembre 2014
- [7] Porta Carlos La calibración de los múltiplos y submúltiplos de la unidad de masa, Carta Metrológica N° 5, (1982).
- [8] Borys M., Schwartz R., Reichmuh A., Nater R. Fundamentals of Mass Determination Primera Edición (2012)
- [9] Report on EURAMET. M.M-S2: Supplementary comparison of 100 gram, 10 gram, 500 microgram, 200 microgram and 100 microgram weights." EURAMET project number 1054 (2008).
- [10] Stuart Davidson, Adriana Valcu, Nieves Medina, Jaroslav Zuda, Laurenc Snopko and Irena Kolozinska. Supplementary comparison of 500 microgram, 200 microgram, 100 microgram and 50 microgram weights—EURAMET.M.M-S9 Metrologia Volume 54 Technical Supplement 2015
- [11] Standard Specification for Laboratory Weights and Precision Mass Standards ASTM E617 – 13 Edición 2013

APÉNDICE A

Se muestran los errores máximos permitidos para pesas en el rango de 5000 kg a 0,05 mg elaborado por la ASTM E617-13.

Denomination Metric	±mg except as noted									
	Class 000	Class 00	Class 0	Class 1	Class 2	Class 3	Class 4	Class 5	Class 6	Class 7
5000 kg					25 g	50 g	100 g	250 g	500 g	750 g
3000 kg					15 g	30 g	60 g	150 g	300 g	450 g
2000 kg					10 g	20 g	40 g	100 g	200 g	300 g
1000 kg					5 g	10 g	20 g	50 g	100 g	150 g
500 kg					2.5 g	5 g	10 g	25 g	50 g	75 g
300 kg					1.5 g	3 g	6.0 g	15 g	30 g	45 g
200 kg					1 g	2 g	4.0 g	10 g	20 g	30 g
100 kg					500 mg	1 g	2.0 g	5 g	10 g	15 g
50 kg	13 mg	25 mg	63 mg	125 mg	250	500 mg	1.0 g	2.5 g	5 g	7.5 g
30 kg	7.5	15	38	75	150	300	600 mg	1.5 g	3 g	4.5 g
25 kg	6.25	12.5	31	62	125	250	500	1.2 g	2.5 g	4.5 g
20 kg	5.0	10	25	50	100	200	400	1.0 g	2 g	3.8 g
10 kg	2.5	5.0	13	25	50	100	200	500 mg	1 g	2.2 g
5 kg	1.3	2.5	6.0	12	25	50	100	250	500 mg	1.4 g
3 kg	0.75	1.5	3.8	7.5	15	30	60	150	300	1.0 g
2 kg	0.5	1.0	2.5	5.0	10	20	40	100	200	750 mg
1 kg	0.25	0.5	1.3	2.5	5.0	10	20	50	100	470
500 g	0.13	0.25	0.60	1.2	2.5	5.0	10	30	50	300
300 g	0.075	0.15	0.38	0.75	1.5	3.0	6.0	20	30	210
200 g	0.05	0.10	0.25	0.50	1.0	2.0	4.0	15	20	160
100 g	0.025	0.05	0.13	0.25	0.50	1.0	2.0	9	10	100
50 g	0.015	0.030	0.060	0.12	0.25	0.60	1.2	5.6	7	62
30 g	0.014	0.026	0.037	0.074	0.15	0.45	0.90	4.0	5	44
20 g	0.013	0.025	0.037	0.074	0.10	0.35	0.70	3.0	3	33
10 g	0.010	0.020	0.025	0.050	0.074	0.25	0.50	2.0	2	21
5 g	0.005	0.010	0.017	0.034	0.054	0.18	0.36	1.3	2	13
3 g	0.005	0.010	0.017	0.034	0.054	0.15	0.30	0.95	2.0	9.4
2 g	0.005	0.010	0.017	0.034	0.054	0.13	0.26	0.75	2.0	7.0
1 g	0.005	0.010	0.017	0.034	0.054	0.10	0.20	0.50	2.0	4.5
500 mg	0.002	0.003	0.005	0.010	0.025	0.080	0.16	0.38	1.0	3.0
300 mg	0.002	0.003	0.005	0.010	0.025	0.070	0.14	0.30	1.0	2.2
200 mg	0.002	0.003	0.005	0.010	0.025	0.060	0.12	0.26	1.0	1.8
100 mg	0.002	0.003	0.005	0.010	0.025	0.050	0.10	0.20	1.0	1.2
50 mg	0.002	0.003	0.005	0.010	0.014	0.042	0.085	0.16	0.50	0.88
30 mg	0.002	0.003	0.005	0.010	0.014	0.038	0.075	0.14	0.50	0.68
20 mg	0.002	0.003	0.005	0.010	0.014	0.035	0.070	0.12	0.50	0.56
10 mg	0.002	0.003	0.005	0.010	0.014	0.030	0.060	0.10	0.50	0.40
5 mg	0.002	0.003	0.005	0.010	0.014	0.028	0.055	0.080	0.20	
3 mg	0.002	0.003	0.005	0.010	0.014	0.026	0.052	0.070	0.20	
2 mg	0.002	0.003	0.005	0.010	0.014	0.025	0.050	0.060	0.20	
1 mg	0.002	0.003	0.005	0.010	0.014	0.025	0.050	0.050	0.10	
0.5 mg	0.002	0.003	0.005	0.010	0.014	0.025	0.050	0.050	0.10	
0.3 mg	0.002	0.003	0.005	0.010	0.014	0.025				
0.2 mg	0.002	0.003	0.005	0.010	0.014					
0.1 mg	0.002	0.003	0.005	0.010						
0.05 mg	0.002	0.003	0.005							

Con respecto a la recomendación OIML R111, actualmente no existe un patrón definido para los micropesas. El alcance de los valores nominales va hasta 1 mg como el valor más bajo. Por lo tanto, OIML no emite ninguna orientación con respecto a errores máximos tolerados y ninguna recomendación en términos de formas o tipo de material para pesas inferiores a 1 mg.

APÉNDICE B

En la Planilla calculo se muestra los datos procesados y resultados obtenidos utilizando las micropiezas de aluminio.

ID - Observaciones	VN / g	error / mg	U / mg	k	PCMA	deriva / mg	masa / g	V / cm ³	U / cm ³	k	PCMA	error / mg	U / mg (k=2)
1mg	INTI2004	0,001	0,0012	0,000 2	2	176 2014	0	0,001001	0,001 25	0,000 003 0	2	176	
0,5mg		0,0005			2			0,000500	0,000 19	0,000 002 0	2	0	-0,009 1
0,2mg		0,0002			2			0,000200	0,000 07	0,000 002 0	2	0	-0,005 7
0,2mg*	(*)	0,0002			2			0,000200	0,000 07	0,000 002 0	2	0	-0,003 5
0,1mg		0,0001			2			0,000100	0,000 04	0,000 001 0	2	0	-0,004 1
0,1 mgR	(*)	0,0001			2			0,000100	0,000 04	0,000 001 0	2	0	-0,004 0
												sresidual / µg	0,61

Matriz de diseño						N°	VN / g	comparador	pesas en posición de referencia (-1)				pesas en posición de incógnita (+1)			
1mg	0,5mg	0,2mg	0,2mg*	0,1mg	0,1 mgR											
-1	1	1	1	1		1	0,001	A	1mg				0,5mg 0,2mg 0,2mg* 0,1mg			
-1	1	1	1		1	2	0,001	A	1mg				0,5mg 0,2mg 0,2mg* 0,1 mgR			
	-1	1	1	1		3	0,0005	A	0,5mg				0,2mg 0,2mg* 0,1mg			
	-1	1	1		1	4	0,0005	A	0,5mg				0,2mg 0,2mg* 0,1 mgR			
		-1	1	1	-1	5	0,0003	A	0,2mg 0,1mg				0,2mg* 0,1mg			
		-1	1	-1	1	6	0,0003	A	0,2mg 0,1mg				0,2mg* 0,1 mgR			
		-1	1			7	0,0002	A	0,2mg				0,2mg*			
		-1		1	1	8	0,0002	A	0,2mg				0,1mg 0,1 mgR			
			-1	1	1	9	0,0002	A	0,2mg*				0,1mg 0,1 mgR			
				-1	1	10	0,0001	A	0,1mg				0,1 mgR			

Fecha	Hora	T		P		H		ρ _a		Resultados		
		°C		hPa		%		kg/m ³		prom	s	pr corr
		i	f	i	f	i	f	valor	U	µg	µg	µg
02/12/14	12:59	19,64	19,49	1010,22	1000,90	41,0	41,0	1,193	0,001	-22,1	0,1	-23,1
02/12/14	13:15	19,47	19,48	1009,22	1009,77	41,0	41,0	1,198	0,001	-23,2	0,2	-24
02/12/14	13:32	19,51	19,40	1009,79	1009,46	41,0	41,0	1,198	0,001	-5	0,1	-5
02/12/14	14:10	19,40	19,42	1009,44	1009,48	41,0	41,0	1,198	0,001	-4	0,1	-4
02/12/14	14:24	19,42	19,43	1009,27	1009,24	41,0	41,0	1,198	0,001	1,7	0,1	2
02/12/14	14:40	19,45	19,45	1009,27	1009,07	41,0	41,0	1,198	0,001	3	0,0	3
02/12/14	14:58	19,44	19,45	1009,09	1008,89	41,0	41,0	1,198	0,001	2	0,1	2
02/12/14	15:16	19,45	19,39	1008,84	1008,64	41,0	41,0	1,197	0,001	-3	0,2	-2
02/12/14	15:26	19,39	19,46	1008,64	1008,54	41,0	41,0	1,197	0,001	-5	0,0	-5
02/12/14	15:41	19,48	19,46	1008,53	1008,21	41,0	41,0	1,197	0,001	-1	0,1	-1

CICLO 1					CICLO 2				
A	B	B	A	dif	A	B	B	A	dif
µg	µg	µg	µg		µg	µg	µg	µg	
1mg	0,5mg 0,2mg 0,2mg* 0,1mg	0,5mg 0,2mg 0,2mg* 0,1mg	1mg	-22,2	1mg	5mg 0,2mg 0,2mg* 0,1mg	5mg 0,2mg 0,2mg* 0,1mg	1mg	-22,2
99,5	77,6	77,0	99,4		99,5	77,6	77,0	99,4	
1mg	0,5mg 0,2mg 0,2mg* 0,1 mgR	0,5mg 0,2mg 0,2mg* 0,1 mgR	1mg	-23,7	1mg	5mg 0,2mg 0,2mg* 0,1 mgR	5mg 0,2mg 0,2mg* 0,1 mgR	1mg	-23,0
98,2	74,6	74,0	97,8		97,0	74,3	74,1	97,4	
0,5mg	0,2mg 0,2mg* 0,1mg	0,2mg 0,2mg* 0,1mg	0,5mg	-5,0	0,5mg	0,2mg 0,2mg* 0,1mg	0,2mg 0,2mg* 0,1mg	0,5mg	-4,6
91,1	87,3	86,6	92,7		91,7	87,8	87,1	92,4	
0,5mg	0,2mg 0,2mg* 0,1 mgR	0,2mg 0,2mg* 0,1 mgR	0,5mg	-3,7	0,5mg	0,2mg 0,2mg* 0,1 mgR	0,2mg 0,2mg* 0,1 mgR	0,5mg	-3,9
92,6	89,4	88,5	92,7		92,4	89,5	88,5	93,4	
0,2mg 0,1 mg	0,2mg* 0,1mg	0,2mg* 0,1mg	0,2mg 0,1 mgR	1,8	2mg 0,1 mg	0,2mg* 0,1mg	0,2mg* 0,1mg	mg 0,1	1,5
91,6	93,7	92,8	91,3		91,5	93,9	92,2	91,6	
0,2mg 0,1mg	0,2mg* 0,1 mgR	0,2mg* 0,1 mgR	0,2mg 0,1mg	2,7	0,2mg 0,1mg	0,2mg* 0,1 mgR	0,2mg* 0,1 mgR	2mg 0,1	2,6
0,7	3,9	3,4	1,2		0,4	3,9	3,3	1,6	
0,2mg	0,2mg*	0,2mg*	0,2mg	2,2	0,2mg	0,2mg*	0,2mg*	0,2mg	2,2
5,2	8,0	7,8	6,3		5,6	8,5	7,5	6,1	
0,2mg	0,1mg 0,1 mgR	0,1mg 0,1 mgR	0,2mg	-2,9	0,2mg	0,1mg 0,1 mgR	0,1mg 0,1 mgR	0,2mg	-2,2
5,2	3,2	2,5	6,2		5,8	4,5	3,5	6,6	
0,2mg*	0,1mg 0,1 mgR	0,1mg 0,1 mgR	0,2mg*	-4,7	0,2mg*	0,1mg 0,1 mgR	0,1mg 0,1 mgR	0,2mg*	-4,6
7,3	3,1	2,1	7,3		6,5	2,6	2,0	7,3	
0,1mg	0,1 mgR	0,1 mgR	0,1mg	-0,7	0,1mg	0,1 mgR	0,1 mgR	0,1mg	-0,6
6	6	5	6		6,8	7,0	5,9	7,3	

CICLO 3				
A	B	B	A	dif
µg	µg	µg	µg	
1mg	mg 0,2mg 0,2mg* 0,1mg	mg 0,2mg 0,2mg* 0,1mg	1mg	-21,9
98,4	76,7	76,2	98,3	
1mg	mg 0,2mg 0,2mg* 0,1mg	mg 0,2mg 0,2mg* 0,1mg	1mg	-23,0
97,0	74,6	74,0	97,5	
0,5mg	0,2mg 0,2mg* 0,1mg	0,2mg 0,2mg* 0,1mg	0,5mg	-4,6
91,8	88,1	87,7	93,2	
0,5mg	2mg 0,2mg* 0,1 mgR	2mg 0,2mg* 0,1 mgR	0,5mg	-3,7
92,6	89,4	88,5	92,7	
0,2mg 0,1 mg	0,2mg* 0,1mg	0,2mg* 0,1mg	0,2mg 0,1 mg	1,9
1,6	4,1	3,5	2,2	
0,2mg 0,1mg	0,2mg* 0,1 mgR	0,2mg* 0,1 mgR	0,2mg 0,1mg	2,7
0,5	4,0	3,5	1,6	
0,2mg	0,2mg*	0,2mg*	0,2mg	2,4
5,5	8,6	7,5	5,9	
0,2mg	0,1mg 0,1 mgR	0,1mg 0,1 mgR	0,2mg	-2,1
5,4	3,7	3,4	5,9	
0,2mg*	0,1mg 0,1 mgR	0,1mg 0,1 mgR	0,2mg*	-4,6
6,9	3,1	2,0	7,4	
0,1mg	0,1 mgR	0,1 mgR	0,1mg	-0,4
6,4	6,6	5,5	6,5	

APÉNDICE C

Certificado de la pesa de referencia 1 mg



Certificado de calibración / medición

PCMA N° 102 -176 Tipo Único
Página 1 de 4

Elemento

Objeto: 1 (uno) juego de pesas patrones de 1 mg a 500 g, identificado por el laboratorio como E0INTI2004-SL-1m500g.

Fabricante / Marca: Dolz -INTI.

Id. del usuario: E0INTI2004-SL-1m500g.

Determinaciones requeridas

Calibración

Fecha de calibración / medición

Entre junio de 2014 y mayo de 2015.

Solicitante

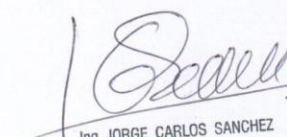
INTI-Física y Metrología.
Unidad Técnica – MASA
Av. Gral. Paz 5445-CP 1650- Edificio 3 y 44 San Martín - Buenos Aires - Rep. Argentina
Teléfono: (54 11) 4752-5402 - (54 11) 4724-6200 Interno 6444
E-mail: fisicaymetrologia@inti.gov.ar

Lugar de realización

INTI – Física y Metrología
Av. Gral. Paz 5445 - CP 1650 - Edificio 3 y 44 San Martín - Buenos Aires - Rep. Argentina
Teléfono: (54 11) 4752-5402 - (54 11) 4724-6200 Interno 6444
E-mail: fisicaymetrologia@inti.gov.ar

Miguelete, 02 de junio de 2015


Lic. RUBEN A. QUILLE
UT MASA
FÍSICA Y METROLOGÍA


Ing. JORGE CARLOS SANCHEZ
UT MASA
FÍSICA Y METROLOGÍA

Este certificado documenta la trazabilidad a los patrones nacionales, los cuales representan a las unidades de medida en concordancia con el Sistema Internacional de Unidades (SI).
Este certificado no podrá ser reproducido parcialmente sin la autorización del INTI. Los resultados se refieren exclusivamente a los elementos recibidos, el INTI declina toda responsabilidad por el uso indebido o incorrecto que se hiciera de este certificado.
Los resultados contenidos en el presente certificado se refieren a las condiciones en que se realizaron las mediciones.
El usuario es responsable de la calibración a intervalos apropiados.

Metodología empleada

Calibración por diseminación, de acuerdo al procedimiento PEMA 14M partiendo del patrón K30. Se utilizaron los comparadores siguientes: Sartorius CC 1000, Mettler AX106, Sartorius C5S y Mettler M5SA.

Condiciones de medición

Las pesas fueron limpiadas mediante el uso de pinceles y sopladores adecuados para el caso. Los comparadores de masa y la sala se encontraban estabilizadas al momento de las calibraciones.

Condiciones ambientales

	Valor mínimo	Valor máximo	Incertidumbre
Temperatura / °C	18,7	21,3	0,5
Humedad relativa / %	36	54	4
Presión Atmosférica / hPa	1033,8	1001,6	0,3

Densidad del aire promedio: 1,205 kg/m³.

Incertidumbre de la Densidad del aire promedio: 0,023 kg/m³.

Verificándose que durante cada una de las mediciones la variación de temperatura y la variación de humedad relativa, no superaran 0,3 °C y 5 %, respectivamente.

Resultados

Se muestran a continuación, los valores nominales V_N de las pesas calibradas, con los errores encontrados E , y sus incertidumbres asignadas U . Además, se indican los volúmenes de las pesas V , con sus incertidumbres asignadas U_V .

Forma de la pesa	Identificación	V_N / g	E / mg	U / mg	V / cm^3	U_V / cm^3
disco	-	500	1,094	0,030	62,843	0,015
disco	*	200	1,055	0,012	25,136	0,006
disco	-	200	0,639	0,012	25,116	0,006
disco	-	100	1,510	0,007	12,568	0,004
disco	-	50	0,804	0,006	6,285	0,003
disco	-	20	0,012	0,004	2,510	0,002
disco	-	10	0,004	0,003	1,255	0,001
tipo OIML	-	5	0,014 0	0,002 0	0,630	0,001
tipo OIML	*	2	0,011 4	0,001 6	0,251 9	0,000 9
tipo OIML	-	2	0,009 5	0,001 6	0,252 1	0,000 9
tipo OIML	-	1	0,001 8	0,001 2	0,127 0	0,000 8
tipo OIML	-	0,5	0,010 6	0,001 1	0,062 8	0,000 6
tipo OIML	☐	0,2	-0,004 4	0,000 6	0,025 1	0,000 4
tipo OIML	☐	0,2	-0,002 0	0,000 6	0,025 1	0,000 4
tipo OIML	-	0,1	-0,003 3	0,000 5	0,012 6	0,000 4



«La reproducción y difusión del presente informe se halla sujeta a las cláusulas obrantes en la primer foja, anverso y reverso»

Forma de la pesa	Identificación	VN/g	E/mg	U/mg	V/cm^3	U_V/cm^3
tipo OIML	-	0,05	0,000 4	0,000 6	0,006 28	0,000 25
tipo OIML	☐	0,02	0,001 9	0,000 3	0,002 51	0,000 15
tipo OIML	☐	0,02	0,002 2	0,000 3	0,002 51	0,000 15
tipo OIML	-	0,01	0,004 1	0,000 3	0,001 26	0,000 15
tipo OIML	-	0,005	-0,001 5	0,000 3	0,000 63	0,000 15
tipo OIML	☐	0,002	-0,000 6	0,000 2	0,000 25	0,000 15
tipo OIML	☐	0,002	-0,001 5	0,000 2	0,000 25	0,000 15
tipo OIML	-	0,001	0,001 2	0,000 2	0,000 13	0,000 15

- (-) : pesa sin identificación.
 (*) : pesa identificado con un punto.
 (☐) : pesa con una curvatura en una de sus puntas.
 (☐) : pesa sin curvatura.

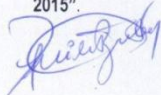
Incertidumbre de medición

Se calculo la incertidumbre multiplicando la incertidumbre estándar por un factor de cobertura $k=2$, lo que corresponde a un nivel aproximado de confianza del 95 % para una distribución norma, la cual se informa en este certificado como "incertidumbre".

Observaciones

Los valores de los volúmenes de las pesas de 10 g y 20 g fueron extraídos del certificado PCMA 055.
Los valores de los volúmenes del resto de las pesas fueron extraídos del certificado PCM 392.

El recipiente de vidrio que contiene a las pesas fue identificado con una etiqueta con la leyenda "PCMA 176" con fecha "MAYO 2015".



El INTI es el máximo órgano técnico de la República Argentina en el campo de la Metrología. Es función legal del INTI la realización y mantenimiento de los patrones de las unidades de medida, conforme al Sistema Internacional de Unidades (SI), así como su diseminación en los ámbitos de la metrología científica, industrial y legal, constituyendo la cúspide de la pirámide de trazabilidad metroológica en la República Argentina. Los Certificados de Calibración/Medición emitidos por el INTI y por los Institutos Designados por el INTI en las magnitudes no cubiertas por éste, garantizan que el elemento calibrado posee trazabilidad a los patrones nacionales realizados y mantenidos por el propio INTI y los Institutos Designados por el INTI.

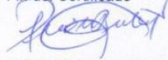
Con el fin de asegurar la validez, coherencia y equivalencia internacional de sus mediciones, el INTI, como miembro del Sistema Interamericano de Metrología (SIM), participa junto con otros Institutos Nacionales de Metrología en comparaciones interlaboratorios organizadas por las diferentes Organizaciones Metroológicas Regionales (OMR) o por el propio Comité Internacional de Pesas y Medidas (CIPM), a través de sus Comités Consultivos.

El INTI es asimismo firmante del Acuerdo de Reconocimiento Mutuo de Patrones Nacionales de Medida y Certificados de Calibración y de Medición emitidos por los Institutos Nacionales de Metrología (CIPM-MRA), redactado por el Comité Internacional de Pesas y Medidas, por el que todos los Institutos participantes reconocen entre sí la validez de sus Certificados de Calibración y de Medición para las magnitudes, campos e incertidumbres especificados en el Apéndice C del Acuerdo, el cual refleja las Capacidades de Medición y Calibración (CMC) aceptadas a nivel internacional, soportadas por comparaciones internacionales y realizadas bajo un sistema de gestión de la calidad basado en la norma ISO/IEC 17025. Este Acuerdo constituye la respuesta a la creciente necesidad de un esquema abierto, amplio y transparente para brindar a los usuarios información cuantitativa confiable sobre la comparabilidad de los servicios nacionales de metrología, proporcionando la base técnica para acuerdos más amplios en el comercio internacional y en los ámbitos reglamentados.

Las CMCs declaradas por cada participante del CIPM-MRA son aceptadas por los demás mediante un complejo procedimiento de evaluaciones, que en cada caso puede demandar varios años de actividad, hasta llegar a ser incorporadas en el Apéndice C de la base de datos que mantiene la Oficina Internacional de Pesas y Medidas (Bureau International des Poids et Mesures - BIPM) en el sitio web <http://www.bipm.org>. Desde la firma del Acuerdo en 1999 hasta la fecha, el INTI ya ha presentado sus CMCs más relevantes en todas las magnitudes y continúa ampliando sus declaraciones.

El INTI a través de sus diferentes Centros de Investigación, ubicados en diferentes regiones del país, brinda un Servicio Integrado de Calibración. En los casos en que diferentes centros ofrecen el mismo servicio, los procedimientos de calibración y medición se encuentran armonizados. De esta manera se acuerdan y establecen internamente metodologías comparables para el desarrollo de determinaciones similares y se garantiza la compatibilidad de los resultados.

Fin del Certificado



INSTITUTO NACIONAL DE TECNOLOGÍA INDUSTRIAL

► Para acceder a la totalidad de los servicios metroológicos que el INTI ofrece desde sus centros de investigación, ubicados en diferentes regiones del país consulte http://www.inti.gov.ar/servicios_metrologicos/