

EVALUACIÓN DE LINEALIDAD DE MICROBALANZAS

F. Kornblit, J. Leiblich, J. Sanchez
INTI- Física y Metrología ferk@inti.gob.ar

OBJETIVO: En diversas ocasiones, laboratorios farmacéuticos, clínicos, químicos y otros, deben pesar pequeñas cantidades de sustancia con alta exactitud. Para esto, disponen de balanzas de bajo alcance, o microbalanzas, típicamente de capacidad máxima (Máx) de entre 0,8 g y 20 g, y resolución (d), igual a 1 µg o a 0,1 µg. El uso correcto de estos equipos requiere, como parte de su calibración, determinar sus errores de indicación, y de linealidad. Los procedimientos habituales suelen producir incertidumbres mayores a las adecuadas para el uso de estos instrumentos, debido a que a las pesas patrón que se utilizan suelen tener asignadas incertidumbres relativamente altas. Se propone un método para determinar errores de indicación y de linealidad, a partir de una sola pesa de referencia, de valor cercano a la capacidad máxima de la balanza. En el mismo proceso se determina la masa convencional de un conjunto de pesas auxiliares, las que pueden ser posteriormente utilizadas por los usuarios para verificaciones intermedias.

2. DESCRIPCIÓN

Si bien el método propuesto es aplicable a balanzas de distintas capacidades y características, será ejemplificado específicamente para una balanza Sartorius CCE6, de capacidad máxima 6,1 g, resolución 0,1 µg, disponible en el laboratorio. Se indicará de qué manera se determinaron los errores de indicación de ambas, desde 0,5 g hasta 5 g, con pasos de 0,5 g (en total, 10 puntos de calibración). Como referencia de trazabilidad se empleó una pesa de masa convencional 5 g previamente calibrada, con incertidumbre estándar 2 µg. Además, se empleó un juego de 6 pesas auxiliares no calibradas previamente, de valores nominales 0,5 g, 1 g y 2 g (dos pesas de cada valor)



Fig. 1. Comparador de masa Sartorius CCE6

Es posible efectuar distintas pesadas dentro del rango bajo calibración de cada balanza, seleccionando diferentes subconjuntos del conjunto

total de pesas. A partir de las pesadas efectuadas, puede representarse el siguiente modelo matricial

$$I = A \cdot E + m_{\xi} P + B \quad (1)$$

donde:

- $I = (i_1, \dots, i_{52})^t$ es el vector de las indicaciones obtenidas durante las pesadas.
- A es la matriz del diseño (Tabla 1), conteniendo sólo coeficientes 0 y 1. A posee 16 columnas, las primeras 10 de las cuales se relacionan con los errores de indicación en los 10 puntos de calibración, y las últimas 6, con la masa convencional de cada una de las pesas auxiliares. Cada fila de A representa una pesada. Para cada fila, aparecen coeficientes 1 en las columnas asociadas al error de indicación para la carga nominal aplicada en dicha pesada, y en las asociadas a las pesas intervinientes en ella. El resto de los coeficientes de la fila es 0.
- el vector a estimar $E = (e_{0.5}, \dots, e_5, m_{0.5-1}, \dots, m_{2-2})^t$ contiene, en sus 10 primeras componentes, los errores de indicación de la balanza en los puntos bajo calibración, y en sus 6 últimas, la masa convencional de las pesas auxiliares.
- P es un vector de longitud igual al número de pesadas, que contiene 1 en la posición correspondiente a las pesadas de la masa de referencia, y 0 en las otras
- $B = (b_1, \dots, b_{52})^t$ es un vector conteniendo las correcciones por empuje del aire en cada pesada. En lo que sigue se supondrá que los b_i poseen valor medio 0, o sea, que no se realizan correcciones, (aunque se tendrá en cuenta este componente al cuantificar las incertidumbres).

El diseño aplicado consiste en 31 filas, según la matriz mostrada en la tabla 1. Se realizaron tres pesadas para cada valor nominal de masa dentro del rango de calibración, salvo para 0,5 g, en que se realizan dos pesadas. Las mediciones no se realizan por comparación, sino por medición directa, por lo tanto, debe prestarse extrema atención a eliminar las posibles derivas a corto plazo del factor de sensibilidad. Para ello, la balanza debe ser ajustada muy frecuentemente durante el proceso de calibración, en el cero, y en m_{aj} con su pesa interna. En los ensayos realizados, este ajuste fue hecho una vez cada 3 pesadas. Además, para controlar las posibles derivas del

VN/g 5-EXT	errores de indicación										masas convencionales					
	e0,5	e1	e1,5	e2	e2,5	e3	e3,5	e4	e4,5	e5	m0,5-1	m0,5-2	m1-1	m1-2	m2-1	m2-2
0,5	1										1					
1		1										1				
1,5			1										1			
2				1										1		
2,5					1										1	
3						1										1
3,5							1									
4								1								
4,5									1							
5										1						
5-EXT											1					

Tabla 1. Matriz de diseño empleada

cero, las pesadas fueron efectuadas aplicando ciclos “cero – carga –cero” y restando del valor de carga, el promedio de ambas indicaciones en cero. Las diferencias entre ambas indicaciones del cero fueron tenidas en cuenta como control de la estabilidad del cero.

Para estimar E y determinar la incertidumbre U_E asociada a dicha estimación, se aplicará el método de cuadrados mínimos ordinarios.

$$E = (A^t A)^{-1} A^t Y$$

$$U_E = \left[(A^t A)^{-1} A^t \right] U_Y \left[A(A^t A)^{-1} \right]$$

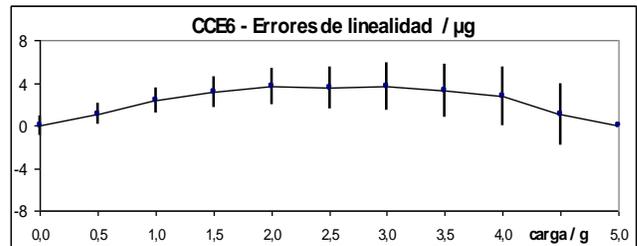
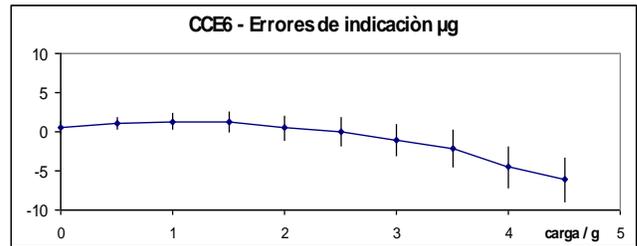
donde U_Y es la matriz de incertidumbre (de 31 x 31) asociada al proceso de medición, que debe ser previamente calculada. Sus componentes son la varianza residual y los asociados a las indicaciones, a la pesa de referencia, y al empuje del aire.

RESULTADOS

Se determinaron los errores de indicación y de linealidad de la microbalanza. Los errores de indicación se definen como la diferencia entre las indicaciones de la balanza y las masas convencionales de las pesas aplicadas en cada estado de carga. La curva de errores de linealidad se obtiene de la curva de errores de indicación, simplemente reduciendo la pendiente de ésta hasta llevar a 0 los errores de indicación en el cero y en la carga máxima. (Figs. 2 y 3)

Si, en el uso habitual de las balanzas se realizan pesadas en forma directa, deben conocerse los errores de indicación para efectuar correcciones y/o asignar incertidumbres globales a las pesadas.

Sin embargo, en muchos casos, los usuarios de microbalanzas realizan pesadas por diferencias (por ejemplo, entre un recipiente conteniendo una masa



Figs. 2 y 3. Errores de indicación y de linealidad

m_x de sustancia, y el mismo vacío). En estos casos, deben aplicarse los errores de linealidad.

El método empleado permitió, además, determinar los valores de masa convencional de las pesas auxiliares utilizadas, con incertidumbres menores a las que se hubieran obtenido mediante el método tradicional de comparación. Estas pesas pueden entonces ser utilizadas para verificaciones posteriores de la balanza, por parte del usuario.

Esta propuesta puede aplicarse a cualquier microbalanza, y permite mejorar su exactitud de uso. Si los usuarios disponen de una pesa trazable de valor cercano a su capacidad máxima, de las pesas auxiliares, y de un instructivo o planilla de cálculo apropiados, pueden calibrar internamente sus equipos, y disponer de pesas intermedias para efectuar verificaciones con la frecuencia deseada. Las incertidumbres así logradas resultan considerablemente menores que las obtenidas por los métodos tradicionales ([1], [2]). En la publicación [3] pueden verse más detalles de la aplicación del método propuesto.

REFERENCIAS

1. Guía para la calibración de instrumentos de pesar de funcionamiento no automático, SIM MW-G7/cg 01/2008 (EURAMET cg-18/v.02)
2. OIML R76-1 Non-automatic weighing instruments **Metrological and technical requirements: 2006**
3. Kornblit, F., Leiblich, J., Sanchez, J., *Método alternativo para la determinación de errores de indicación y de linealidad en microbalanzas*, Simposio de Metrología CENAM, 2012, disponible en http://www.cenam.mx/sm_2012/ S1