



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE
MÉXICO**

FACULTAD DE QUÍMICA

**DETERMINACIÓN EXPERIMENTAL DE LA
DENSIDAD DE UN LÍQUIDO NO VOLÁTIL CON
RIGOR METROLÓGICO**

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
QUÍMICA FARMACÉUTICA BIÓLOGA
P R E S E N T A :
BRENDA ARANZAZÚ TORRES TOVAR



México, D.F.

2011



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

JURADO ASIGNADO

Presidente	ROMÁN TEJEDA CASTILLO
Vocal	MARCELO FRANCISCO LUGO LICONA
Secretario	PRAXEDIS ISRAEL SANTAMARÍA MATA
1er. Suplente	SILVIA REYES SALINAS
2do. Suplente	MARÍA DEL PILAR CONSTANZA ORTEGA BERNAL

LUGAR DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA

Laboratorio A-001 de Física de la Facultad de Química de la UNAM

ASESOR DEL TEMA

PRAXEDIS ISRAEL SANTAMARÍA MATA

SUSTENTANTE

BRENDA ARANZAZÚ TORRES TOVAR

Porque sin ustedes la vida sería menos fácil:

A Don Guillermo Torres, Doña Félix Valderrama y Don Ángel Tovar.
Gracias por ser parte de mi pasado, por estar cuando no queda nadie, por cuidarme desde donde se encuentran.

A Ernestina López.
Gracias por tu experiencia, cuando miro tus ojos llenos de recuerdos vuelvo a tener cinco años. Me siento orgullosa de tus relatos, me gusta escuchar tu voz.

Santiago Torres.
Gracias porque cuando hablo contigo la vida se vuelve sencilla y hermosa, por ser el principal apoyo de mi alma. Por tu cariño y comprensión. Porque soy parte de lo que eres y demostrarme que siempre se tiene tiempo para las personas que amas.

María de Lourdes Tovar López.
Gracias por tu amor incondicional, por enseñarme que la tenacidad es la principal herramienta para ser feliz en la vida, porque cuando busco mi origen tu abrazo me da la respuesta. Tengo tu sonrisa la cual me da vida.

Viny Torres Tovar.
Gracias por ser el escudo que protege mi alma, porque cuando me abrazas todo el mal se aleja, por enseñarme la buena música y ser mi cómplice. Porque los mejores momentos de mi vida los he pasado a tu lado. Me siento orgullosa de ti y te amo.

Dennis Torres Tovar.
Gracias porque siempre estás cuando necesito a una personita madura y valiente, eres el motor que mueve mi alma. Porque cuando te miro, el mundo se detiene solo cinco segundos y me transporta a aquella tarde de Julio.

Miguel Ángel Arróyave Acosta.
Gracias por ser uno de los cinco pilares que sostienen y dan forma a mi vida, porque con tu amor, comprensión, ayuda y miles de sonrisas he logrado el crecimiento profesional y sobre todo espiritual. Porque todos los días, en tus ojos veo mis amaneceres, mi nueva vida.

Pily Ortega.
Gracias por adoptarme en el momento preciso, eres un ángel que sigue y seguirá atravesado en mi vida, quien me ayuda a plantar los pies y anclarlos. Gracias por enseñarme más allá de una fórmula matemática, porque contigo me siento en casa porque tus abrazos me tranquilizan.

Praxedis Israel Santamaría Mata.

Gracias por estar en el momento y día indicados, porque aún recuerdo cuando nos conocimos y supe que tu amistad sería sincera. Gracias por compartirme tu conocimiento. Te admiro como maestro, pero sobre todo como persona. Sin ti, esto no sería posible.

Román Tejeda.

Gracias por tus palabras sinceras las que me ayudan a reflexionar y mirar atrás sin volver a pisar el camino ya trazado, porque eres mi diablito y sin tu ayuda seguiría en un rumbo sin sentido.

Marcelo Lugo.

Gracias por darme las últimas claves y brindarme todo el apoyo necesario y desinteresado, por compartir tu tiempo.

Filiberto Rivera.

Gracias por tu apoyo desde el primer momento en que te conocí. Por ocuparte de mi, física y moralmente. Porque hasta en el último momento estuviste a mi lado. Espero que no se acabe.

Familia Arróyave García de la Cadena.

Gracias por su apoyo, amor y cariño incondicionales. Porque con ustedes me siento en familia, una familia hermosa.

A todos mis amigos, a los cuales considero mis hermanos:

Gracias por dejarme caminar a su lado, por compartir sus vidas y anhelos. Porque cada uno de ustedes ha dejado una semilla en mi lado izquierdo de donde he cosechado todo el amor, porque sus abrazos y sonrisas alimentan mi alma.

A la Universidad Nacional Autónoma de México.

Gracias por ser mi alma Mater. Porque un Goya me recuerda los mejores años de mi vida y no permite que olvide mi raíz.

A la Facultad de Química:

Gracias por darme las herramientas necesarias para defender mi profesión a la cual amo y cuido porque es mi vida. En tus muros encuentro mi voz, guardas mis recuerdos, mis secretos.

Ten cuidado de las cosas de la Tierra;
Haz algo, corta leña, labra la Tierra,
Planta nopales, planta magueyes,
Tendrás que beber, que comer, que vestir.

Con eso estarás en pie, serás verdadero,
Con eso andarás.

Con eso se hablará de ti, se te alabará
Con eso te darás a conocer.

Huehuetlatolli.

Índice

	Páginas
Introducción	1
Objetivos	6
Justificación	7
Capítulo I. Determinación experimental de la densidad de un líquido no volátil con rigor metrológico	13
Introducción	14
Objetivos de la práctica	16
Características de la muestra	17
Características de los instrumentos y materiales utilizados en la determinación experimental de la densidad de un líquido no volátil	17
Procedimiento para la determinación experimental de la densidad de un líquido no volátil con rigor metrológico	24
Tratamiento de los datos obtenidos	25
Resultados	35
Análisis de resultados	38
Conclusiones	39
Conclusiones específicas sobre la práctica propuesta	39
Capítulo II. Calibración de instrumentos para la determinación de temperatura	42
Introducción	43
Objetivos	48
Características de los termómetros	49
Materiales e instrumentos necesarios en la calibración de instrumentos para la determinación de temperatura	51
Procedimiento de calibración de instrumentos utilizados para la determinación de temperatura	57
Tratamiento de datos obtenidos en la calibración de instrumentos para la determinación de temperatura	58
Resultados	63
Análisis de resultados	75
Conclusiones	77
Capítulo III. Calibración de instrumentos para la determinación de masa	78
Introducción	79
Objetivos	83
Características del instrumento para la determinación de masa	83
Pruebas metrológicas	84
Prueba de excentricidad	85
Materiales e instrumentos necesarios para realizar la prueba de excentricidad	85
Procedimiento para la prueba de excentricidad	90
Tratamiento de datos obtenidos en la prueba de excentricidad	90

	Páginas
Resultados de la prueba de excentricidad	92
Análisis de resultados	95
Conclusiones	96
Prueba de repetibilidad	96
Materiales e instrumentos necesarios para realizar la prueba de repetibilidad	97
Procedimiento para realizar la prueba de repetibilidad	101
Tratamiento de datos obtenidos en la prueba de repetibilidad	102
Resultados de la prueba de repetibilidad	104
Análisis de resultados	108
Conclusiones	109
Prueba de linealidad	110
Materiales e instrumentos necesarios para realizar la prueba de linealidad	110
Procedimiento para realizar la prueba de linealidad	115
Tratamiento de datos obtenidos en la prueba de linealidad	115
Resultados de la prueba de linealidad	119
Análisis de resultados	124
Conclusiones	125
Capítulo IV. Calibración de instrumentos para entregar volúmenes	126
Introducción	127
Objetivos	130
Características del instrumento para entregar volúmenes	130
Materiales e instrumentos necesarios en la calibración de instrumentos para entregar volúmenes	131
Procedimiento de la calibración de instrumentos para entregar volúmenes	137
Tratamiento de datos obtenidos en la calibración de instrumentos para la determinación de volúmenes	138
Resultados	146
Análisis de resultados	150
Conclusiones	150
Capítulo V. Determinación de la densidad del agua grado reactivo	151
Introducción	152
Objetivos	154
Características de los instrumentos y materiales utilizados en la determinación de la densidad del agua grado reactivo	154
Procedimiento para la determinación de la densidad del agua grado reactivo	161
Tratamiento de datos para la determinación de la densidad del agua grado reactivo	161
Resultados	165
Análisis de resultados	169
Conclusiones	170

	Páginas
Capítulo VI. Determinación de la densidad del aire	171
Introducción	172
Objetivos	174
Procedimiento para la determinación de la densidad del aire	174
Tratamiento de datos para la determinación de la densidad del aire	174
Resultados	188
Análisis de resultados	205
Conclusiones	205
Anexos	206
Anexo 1. Definiciones	207
Anexo 2. Procedimiento para la determinación experimental de la densidad de un líquido no volátil.	213
Anexo 3. Registro de las lecturas en la determinación experimental de la densidad del líquido no volátil. Tabla 1	215
Anexo 4. Requisitos para termómetros de vástago sólido de uso general. Tabla 2	216
Anexo 5. Preparación del baño a cero grados Celsius (baño de hielo) y procedimiento de calibración de instrumentos para la determinación de temperatura	217
Anexo 6. Formato del registro de datos para la calibración de instrumentos para la determinación de temperatura. Tabla 3	219
Anexo 7. División de verificación. Tabla 4	220
Anexo 8. Clasificación de instrumentos para determinar masa. Tablas 5 y 6	221
Anexo 9. Procedimiento para la prueba de excentricidad	223
Anexo 10. Formato del registro de datos para la prueba de excentricidad. Tabla 7	225
Anexo 11. Procedimiento para la prueba de repetibilidad	226
Anexo 12. Formato para el registro de datos para la prueba de repetibilidad. Tabla 8	227
Anexo 13. Procedimiento para la prueba de linealidad	228
Anexo 14. Formato del registro de los datos para la prueba de linealidad. Tabla 9	230
Anexo 15. Formato para el registro de datos en la prueba de linealidad. Tabla 10	231
Anexo 16. Propuesta de procedimiento en la calibración de instrumentos para entregar volúmenes	232
Anexo 17. Formato del registro de datos para la calibración de instrumentos para la determinación de volúmenes. Tabla 11	234
Anexo 18. Formato para la determinación de la densidad del agua. Tabla 12	235
Anexo 19. Informe de calibración de termómetros de líquido en vidrio. Tablas 13 y 14	236
Anexo 20. Carta de trazabilidad de temperatura	240
Anexo 21 Informe de calibración de instrumentos para determinar masa. Tablas 15 a 20	241

	Páginas
Anexo 22. Carta de trazabilidad de masa	249
Anexo 23 Informe de calibración de instrumentos para entregar volúmenes. Tabla 21	250
Anexo 24. Carta de trazabilidad de volumen	253
Bibliografía	255

Introducción

Si en éste momento imagináramos estar en un laboratorio de química, distinguiríamos diversas soluciones como: hidróxido de sodio, ácido clorhídrico o ácido sulfúrico.

También podríamos encontrar sólidos como cobre, cloruro de potasio o ácido cítrico, y algunas sustancias líquidas debido a su naturaleza, como el mercurio.

En los párrafos anteriores se pueden leer las palabras sodio, potasio, cobre y mercurio, los cuales son ejemplos de algunos elementos químicos y como se sabe, la unión de dos o más elementos químicos da como resultado la formación de compuestos que al unirse a otros, forman mezclas o soluciones; por lo tanto, los elementos y compuestos constituyen a la materia.

Por lo tanto la materia se define como: todo aquello que ocupa un lugar en el espacio, tiene masa y se puede percibir o no con los sentidos, una prueba de esto es que podemos observar un árbol y sentir la textura de su corteza, pero no podemos observar ni sentir el oxígeno que es el producto de un proceso bioquímico llamado fotosíntesis.

En la naturaleza, la materia se presenta en tres estados de agregación muy conocidos: sólido, líquido y gaseoso. La principal diferencia entre éstos tres estados, son las distancias que existen entre cada molécula que los constituyen.

En un sólido, las moléculas se mantienen unidas de manera estrechamente organizada y con poca libertad de movimiento logrando una forma definida; por otro lado en los gases la distancia entre las moléculas es mayor en comparación con el tamaño de las mismas por lo que llenan el recipiente que los contiene y por último la unión de las moléculas en el estado líquido es intermedia en comparación con las anteriores ya que éstas se encuentran unidas pero tienen una mayor movilidad provocando que el líquido tome la forma del recipiente que lo contiene.

El agua es un ejemplo típico de la representación de los tres estados de la materia debido a que se pueden observar con claridad entre uno y otro pero, ¿por qué el hielo flota en el agua líquida?

Para responder a la pregunta anterior suele hacerse una comparación entre la ligereza o pesadez de la sustancia, ésta comparación en realidad tiene una similitud con la densidad.

La densidad de masa es una propiedad característica de la materia la cual se define como: la relación que existe entre la masa de un objeto y su volumen, la ecuación que la describe es:

$$\rho = \frac{m}{v} \quad (1)$$

Donde:

ρ = densidad expresada en $\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$

m = masa expresada en g, y

v = volumen expresado en mL.

La densidad no depende de la cantidad de masa presente, la relación de masa a volumen siempre es la misma, en otras palabras v aumenta conforme aumenta m o viceversa. La densidad de las sustancias se encuentra afectada por la presión atmosférica y la temperatura ambiente, sin embargo estos factores se relacionan de manera directa con los gases.

La unidad derivada del SI (Sistema Internacional) correspondiente a la densidad es el kilogramo por metro cúbico $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$, debido a que éstas unidades son poco utilizadas en la mayoría de los cálculos matemáticos, es común utilizar unidades de $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ o $\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ como se expresó en la ecuación anterior.

Para determinar experimentalmente la densidad de un líquido se utiliza un instrumento llamado picnómetro (Figura 1), el cual se encuentra formado por un frasco de vidrio provisto de tapón esmerilado y hueco, terminando en su parte superior con un tubo capilar graduado donde se obtiene la cantidad de volumen preciso; el método para determinar la densidad del líquido utilizando éste instrumento se llama gravimétrico y consiste en determinar la masa del líquido a partir de la diferencia de la masa del picnómetro con el líquido y la masa del picnómetro vacío, posteriormente se realiza el cociente de las masas con el volumen que ocupa.



Figura 1. Picnómetro.

Existe otro instrumento que se emplea para determinar experimentalmente la densidad relativa de los líquidos llamado densímetro (Figura 2), se encuentra formado por un cilindro de vidrio hueco con un bulbo pesado, generalmente de metal en el fondo, permitiendo al densímetro flotar de manera vertical. Cuenta con una escala donde se mide directamente la densidad relativa de los líquidos.



Figura 2. Densímetros.

Cuando es necesario determinar la densidad de sustancias sólidas excepto porosas, se utiliza una probeta conteniendo agua destilada donde se sumerge el material sólido, permitiendo de ésta manera medir directamente el volumen desplazado de agua por el sólido, se determina la masa del objeto y de nueva cuenta se realiza el cociente de la masa entre el volumen desplazado.

La densidad de los líquidos es de vital importancia en procesos de control de calidad de alimentos y en el análisis de composición de productos químicos, por ejemplo cuando se determina el porcentaje de etanol en una bebida alcohólica o el contenido de sacarosa en una disolución. También es utilizada para la separación de sustancias que componen a las mezclas a través de procedimientos como la centrifugación, en donde la mezcla se coloca generalmente en un tubo de ensayo y posteriormente se introduce en una centrifugadora, la cual tiene un movimiento de rotación rápido y constante, de esta manera se logra que las partículas de mayor densidad se vayan al fondo y las de menor densidad queden en la parte superior. Algunas mezclas que se separan por éste procedimiento son la sangre y los organelos de la célula.

En algunos casos, cuando se tienen dos o más líquidos con diferentes densidades se observan el mismo número de fases (ejemplo cuando se coloca agua y aceite en un recipiente), para separar dichos líquidos se introducen en un embudo de separación y con solo girar la válvula del instrumento, el líquido que tenga la mayor densidad será el primero en salir. Éste procedimiento es comúnmente utilizado debido a su fácil uso.

Objetivos

1. Determinar experimentalmente la densidad de un líquido no volátil con rigor metrológico.
2. Calcular la incertidumbre en el valor medido de la densidad.
3. Evidenciar la necesidad, importancia y aplicación de la Metrología en las determinaciones de las magnitudes.

Justificación

La masa y el volumen son propiedades extensivas de la materia, es decir, son comunes en todos los cuerpos físicos y dependen de la cantidad o extensión del mismo, a su vez estas dos propiedades son magnitudes que forman parte de la densidad. El valor de densidad de la materia es el mismo cuando se trata de un solo componente y cuando se determina en condiciones similares. Por ejemplo, se pueden tener muestras de cobre con diferentes masas: 1,00 g, 10,5 g, 264 g, sin embargo todas tendrán igual valor de densidad $8,96 \text{ g cm}^{-3}$, esto se debe a que la masa es directamente proporcional al volumen.

Cuando se realiza la determinación experimental de la densidad de un objeto sólido y no poroso, como se mostró en el ejemplo anterior, es necesario contar con valores de masa y volumen; los primeros se obtienen utilizando una balanza analítica o báscula, en tanto que el volumen puede determinarse utilizando dos procedimientos, el primero consiste en utilizar un recipiente graduado donde se coloca agua y se introduce la muestra, de este modo se mide directamente el volumen de agua desplazado por el material. En el segundo procedimiento se observa la forma geométrica que tiene el cuerpo y se utiliza la ecuación matemática, cuando es posible, correspondiente a la forma permitiendo obtener el volumen que ocupa.

Este ejemplo con sus respectivas variantes al hacer uso de diversos materiales, es de gran utilidad en procesos educativos cuando se requiere mostrar que toda la materia tiene un valor de densidad donde existe una relación entre la masa y el volumen.

Hablando específicamente del proceso educativo de los alumnos pertenecientes a la Facultad de Química de la UNAM, se realizan prácticas de laboratorio en donde el alumno desarrolla diversas habilidades que incluyen: el razonamiento lógico, destreza motriz, trabajo en equipo y sobre todo, conocimiento básico de materiales e instrumentos que serán de gran utilidad a lo largo de su vida profesional.

Es común que en algunas prácticas de laboratorio exista la variante para determinar la densidad de un sólido o líquido y utilizar instrumentos diferentes al picnómetro o densímetro, por ejemplo, se puede emplear una balanza analítica y una probeta cuando se trata de un sólido, o una balanza y pipeta serológica en el caso de los líquidos. Sin embargo en ocasiones, tales mediciones deben realizarse con rigor metrológico para obtener una trazabilidad.

En el presente trabajo se realizó una propuesta de práctica donde se determinó experimentalmente y de manera profesional, la densidad de un líquido no volátil con rigor metrológico en dicha práctica fue necesario contar con instrumentos calibrados para obtener una trazabilidad en las mediciones y así mostrar la importancia que tiene la Metrología en las determinaciones de las magnitudes.

El primer objetivo del presente trabajo fue determinar experimentalmente la densidad de un líquido con rigor metrológico, para cumplir con el objetivo fue necesario establecer las características del líquido a utilizar.

Una de las propiedades más importantes del líquido, fue considerar su volatilidad, ésta se relaciona con la temperatura ambiente y presión atmosférica. El concepto volátil se refiere a la capacidad que un líquido tiene para pasar del estado líquido al estado gaseoso con facilidad.

Cuando se requiere determinar experimentalmente la densidad de un líquido volátil con rigor metrológico, es necesario mantener condiciones controladas de temperatura y presión ambiente.

Debido a que la experimentación se realizaría en los laboratorios de Física de la UNAM se observó que éstos no contaban con un sistema que controlara los factores ambientales antes mencionados, por lo que fue necesario utilizar un líquido no volátil llamado Benasep Solución Esterilizante en Frío a Base de Glutaraldehído al 8 %. Figura 3.



Figura 3. Líquido no volátil.

Existen tres elementos que influyen en el rigor metrológico los cuales se numeran a continuación:

1. Instalaciones.
2. Patrones de referencia.
3. Personal calificado.
4. Instrumentos y materiales.
5. Procedimientos.

Las instalaciones deben permitir el control de factores ambientales como: temperatura, humedad relativa y presión atmosférica. Otro punto importante es que las mesas de trabajo deben tener una superficie regular sobre todo cuando se realiza una medición de masa y se utiliza una balanza analítica, también se debe verificar que no existan cambios bruscos en el voltaje eléctrico ya que esto puede alterar los instrumentos utilizados.

En el punto 2 se menciona a los patrones de referencia éstos permiten obtener una trazabilidad en las mediciones realizadas.

Para el tercer punto, la capacitación del personal debe ser continua de tal forma que no exista deficiencia en los resultados obtenidos.

Dentro de dicha capacitación es importante conocer y contar con instrumentos calibrados así como de materiales adecuados que permitan realizar mediciones y calibraciones en forma rigurosa.

En el último punto se mencionan los procedimientos, éstos deben ser validados para demostrar que son útiles al realizar las calibraciones correspondientes.

Al observar los elementos que forman al rigor metrológico, surgieron dos objetivos más, los cuales muestran la importancia de la Metrología en las mediciones realizadas.

Es importante señalar que para cumplir con los objetivos 2 y 3, fue necesario contar con los instrumentos enlistados a continuación:

- ✓ Termómetro de inmersión parcial.
- ✓ Balanza analítica.
- ✓ Pipeta serológica de 10 mL.

Para cumplir con el segundo objetivo, fue fundamental conocer el dato de incertidumbre de cada instrumento, éste dato se encuentra reportado en el informe de calibración correspondiente. Al seleccionar los instrumentos anteriormente enlistados se encontró que ninguno contaba con dicho informe, por lo que fue necesario aplicar procedimientos adecuados y realizar la calibración de cada instrumento, demostrando así la importancia de la Metrología la cual se refiere en el objetivo 3.

El escrito se divide en dos partes:

1. Determinación experimental de la densidad de un líquido no volátil con rigor metrológico.
2. Calibración de tres instrumentos.

En el punto 1 se menciona la experimentación que se realizó con instrumentos calibrados para obtener un resultado con trazabilidad.

Para el segundo punto, fue necesario realizar la calibración de cada uno de los instrumentos utilizados, por lo tanto, en el presente trabajo también se muestran:

- Calibraciones realizadas a los tres instrumentos seleccionados.
- Objetivos específicos en cada práctica.
- Características del instrumento a calibrar.
- Procedimientos de calibración, donde se realizó:

- Propuesta de procedimiento para la calibración de instrumentos utilizados en la determinación de temperatura.
- Propuesta de procedimiento para la calibración de instrumentos utilizados en la determinación de volúmenes.
- Cálculo de incertidumbre.
- Resultados.
- Análisis de resultados.
- Conclusiones.

A pesar de que se cuenta con patrones de calibración e instrumentos de alta calidad metrológica en el laboratorio de Física de la UNAM, las áreas donde se realizaron las mediciones no disponen de un sistema que permita el control de las condiciones ambientales durante los procedimientos experimentales.

Las condiciones de almacenaje, resguardo de patrones, sustancias e instrumentos son de igual manera, inadecuados para su propósito. Por lo anterior, el presente trabajo muestra las carencias encontradas en los laboratorios el cual es un tema digno de análisis para futuras mediciones. Durante los procesos, se registraron datos de los factores ambientales con el propósito de incluirlos en los cálculos matemáticos.

Capítulo I.
Determinación experimental de la densidad de un líquido
no volátil con rigor metrológico

Capítulo I.

Determinación experimental de la densidad de un líquido no volátil con rigor metrológico

1.1 Introducción

Cuando se determina experimentalmente la densidad de una sustancia utilizando el método gravimétrico, se necesita obtener valores de masa y volumen; para realizar lo anterior es importante utilizar instrumentos calibrados, patrones de referencia, declaración de incertidumbres, trazabilidad en las mediciones; materiales adecuados como: guantes de látex libres de talco en su interior, una franela o lienzo de tela que no deje residuos de pelusa o polvo y pinzas para inmovilizar algunos materiales o tomarlos cuando no se cuenten con los guantes de látex.

Si las determinaciones se realizan de manera rigurosa en términos metrológicos es importante utilizar instrumentos y materiales antes mencionados así como cumplir con las normas aplicables a los procedimientos utilizados, en ocasiones dichas determinaciones se pueden realizar utilizando un instrumento no calibrado o patrones de referencia sin informe de calibración, sin embargo es importante utilizar materiales adecuados para reducir la incertidumbre en las determinaciones.

También es necesario contar con instalaciones que permitan controlar algunos factores por ejemplo: temperatura ambiente, presión ambiental, humedad relativa, corrientes de aire, vibraciones en el lugar de trabajo así como la fácil limpieza del lugar, éstos factores provocan que exista variaciones en los resultados de las mediciones realizadas.

Cabe aclarar que el laboratorio 001-A de Física no cuenta con un sistema que controle los factores ambientales antes mencionados, por lo que se realizó un registro de las lecturas obtenidas de temperatura, presión y humedad relativa durante la experimentación.

En el trabajo realizado, se propuso una práctica experimental donde se determinó la densidad de un líquido no volátil utilizando el método gravimétrico, al comenzar con la selección de los tres instrumentos principales para efectuar la experimentación se observó que éstos no contaban con su respectivo informe de calibración, por lo que fue necesario aplicar procedimientos para llevar a cabo las calibraciones correspondientes.

Uno de los objetivos de la práctica experimental propuesta, es mostrar a los alumnos del laboratorio de Física y Metrología de la UNAM la importancia de realizar mediciones con rigor metrológico de tal manera que se garantice la calidad de las mismas.

Aún cuando en los laboratorios de estas asignaturas no se cuente con las condiciones necesarias para realizar dichas mediciones tal como lo indican las normas, es necesario mostrar al alumno la forma de realizarlas así como los cálculos matemáticos cuando se requiere tener una trazabilidad en las determinaciones, esto es debido a que en su vida profesional podría hacer uso de las calibraciones mostradas en el presente trabajo.

También es necesario asegurar que las determinaciones que se efectúan de las magnitudes sean las que verdaderamente se indican en los instrumentos, para lograr lo antes mencionado era importante contar con instrumentos calibrados los cuales se mencionan a continuación:

- Termómetro de inmersión parcial.
- Balanza analítica.
- Pipeta serológica de 10 mL.

Las características de cada instrumento se muestran en los capítulos II, III y IV respectivamente así como el cálculo de la incertidumbre a través de procedimientos de calibración que fueron realizados en las instalaciones del laboratorio A-001 de Física de la UNAM.

La muestra seleccionada del líquido no volátil fue:

- Benasep Solución Esterilizante en Frío a Base de Glutaraldehído al 8%, cuyo valor de densidad nominal es de $1,02 \pm 0,04 \text{ gmL}^{-1}$

1.2 Objetivos de la práctica

1. Determinar la densidad de un líquido no volátil con rigor metrológico.
2. Calcular la incertidumbre en el valor medido de la densidad.
3. Evidenciar la necesidad, importancia y aplicación de la Metrología en las determinaciones de las magnitudes.

1.3 Características de la muestra.

El líquido seleccionado debía cumplir con las siguientes características:

- Ser un líquido no volátil a temperatura y presión ambiente.
- Colorido para medir el volumen con facilidad.
- Conocer el valor nominal de su densidad para mostrar que el procedimiento propuesto aportaría resultados congruentes en la determinación de la densidad, realizada en los laboratorios de Física de la Facultad de Química en la UNAM.

Como se mencionó con anterioridad el producto Benasep Solución Esterilizante en Frío a Base de Glutaraldehído al 8% cumplió con las características mencionadas.

1.4 Características de los instrumentos y materiales utilizados en la determinación experimental de la densidad de un líquido no volátil

Instrumentos.

Termómetro de inmersión parcial.

Marca: Brannan.

Alcance nominal: - 20,0 a 110,0 °C

Resolución del termómetro: 1 °C

* Incertidumbre: 7,0 E-01 °C



Figura 4. Termómetro de inmersión parcial

*Los detalles del cálculo de incertidumbre se muestran en el capítulo II. El procedimiento de calibración se muestra en el anexo 5.

Balanza analítica.

Clase de exactitud: Especial 1

Modelo: EP613C

Marca: Ohaus

Capacidad 610 g

Resolución: 0,001 g

Escalón de verificación: 0,001 g

** Incertidumbre: $1,9 \text{ E-}03 \text{ g}$



Figura 5. Balanza analítica

**Los cálculos matemáticos de incertidumbre del instrumento se muestran en el capítulo III, los procedimientos de la calibración son mostrados en los anexos 9, 11 y 13.

Pipeta serológica

Material: Borosilicato.

Alcance nominal: 0,5 a 10mL

Resolución: 0,1 mL

Marca: Pyrex.

***Incertidumbre: $1,0 \text{ E-}02 \text{ mL}$



Figura 6. Pipeta serológica.

***El cálculo de incertidumbre se muestra en el capítulo IV, en cuanto al procedimiento se muestra en el anexo 16.

Los instrumentos auxiliares utilizados en la práctica experimental fueron:

1. Multímetro (en modo de temperatura).
Marca: Extech
Resolución: 1 °C
Incertidumbre: 3% de la temperatura registrada en°C



Figura 7. Multímetro

2. Barómetro.

Marca: Extech

Resolución: 1 Pa

****Incertidumbre: 1 Pa



Figura 8. Barómetro

3. Higrómetro.

Marca: Extech

Resolución: 1 % HR

****Incertidumbre: 1% HR



Figura 9. Higrómetro.

****Debido a que los instrumentos no contaban con el manual de operación, ni certificado de calibración, se tomó como incertidumbre el valor de la resolución de cada instrumento.

Materiales.

1. Un par de guantes de látex libres de talco en su interior.
2. 1 vaso de precipitados de 150 mL marca Pyrex.
3. 20 tubos de ensayo de 13 x 100 mm marca Pyrex.
4. 200 mL del producto Benasep Solución Esterilizante en Frío a Base de Glutaraldehído al 8%.

5. 1 Perilla de succión de hule.
6. Solución de detergente libre de fosfatos.
7. Agua desmineralizada.
8. Acetona grado industrial.
9. Tela libre de polvo y pelusa.
- 10.1 Pizeta.

1.5 Procedimiento para la determinación experimental de la densidad de un líquido no volátil con rigor metrológico.

Los volúmenes seleccionados a lo largo de la escala de la pipeta serológica para realizar la determinación experimental de la densidad de un líquido no volátil fueron:

- 1 mL
- 5 mL
- 7 mL
- 10 mL

El procedimiento propuesto para realizar la determinación de la densidad del producto, se muestra en el anexo 2.

Limpieza del material. ⁽¹⁸⁾

Antes de comenzar con el procedimiento para la determinación de la densidad del producto Benasep Solución Esterilizante en Frío a Base de Glutaraldehído al 8%, fue necesario que el material a utilizar se encontrara limpio y seco, a continuación se detallan las actividades realizadas.

- Lavar el material de vidrio, utilizando una solución de detergente libre de fosfatos y enjuagar con agua desmineralizada.
- Mojar las paredes internas del material con acetona grado industrial y esperar a que seque.
- Una vez que el material de vidrio se encuentra limpio y seco, es necesario manipularlo con guantes de látex libres de talco en su interior, para evitar alteraciones en las mediciones que se efectúan.

En la realización del presente capítulo se utilizó el método gravimétrico para determinar la densidad experimental de la muestra, el cual consistió en obtener la masa del líquido no volátil con una balanza analítica calibrada (el procedimiento de calibración se muestra en el capítulo III) se utilizó un vaso de precipitados donde se introdujo un tubo de ensayo, posteriormente se ajustó a cero la balanza y a continuación se depositó la muestra tomada con la pipeta serológica de 10 mL.

1.6 Tratamiento de los datos obtenidos.

Frecuentemente es necesario hacer ajustes de modelos lineales a los resultados de las mediciones obtenidas, cuando una de las variables medidas depende de otra de ellas. En estas situaciones la información que se debe tener son los parámetros que caracterizan a la función que relaciona ambas variables. Sin duda, el caso más simple es una relación lineal, en la que se determinan como parámetros la pendiente y la ordenada al origen de una recta.

El método más simple para el ajuste de una recta a un conjunto de parejas de datos experimentales se refiere a la regresión lineal, también conocida como cuadrados mínimos.

Como se recordará, para determinar la densidad del líquido no volátil fue necesario realizar mediciones de masa y volumen, por lo que, el valor de la densidad tuvo incertidumbres asociadas tanto de masa como de volumen.

A continuación se muestra el tratamiento de los datos obtenidos para determinar la densidad del líquido no volátil, así como la obtención de las ecuaciones que permitieron determinar la incertidumbre en la ordenada al origen y la pendiente.

Se comenzará mostrando las ecuaciones utilizadas cuando la dispersión de los datos se atribuye solamente a la incertidumbre debida a la masa de la muestra. Para la segunda parte, en las ecuaciones mostradas se toma en cuenta la incertidumbre asociada al volumen del líquido no volátil, posteriormente se obtuvo el promedio de los valores de ordenada al origen y pendiente así como sus respectivas incertidumbres para informar un solo resultado de densidad con su respectiva incertidumbre.

El gráfico que se encuentra en el punto 1.7 fue trazado con los resultados obtenidos de las mediciones de la masa de la muestra del líquido (los volúmenes seleccionados fueron 1, 5, 7 y 10 mL) y el volumen obtenido en la calibración de instrumentos para entregar volúmenes, que se encuentran en el capítulo IV.

Determinación de la densidad de un líquido no volátil cuando la fuente de incertidumbre se debe a la masa de la muestra.

Los datos de las mediciones del volumen calibrado de la pipeta serológica de 10 mL corresponden al eje de las abscisas y la masa obtenida de la muestra corresponde al eje de las ordenadas como se observa en el gráfico 1 llamado "Densidad de Glutaraldehído". Por el método de cuadrados mínimos ⁽¹⁹⁾ se obtuvo la ecuación de la recta con la cual se determinó el valor de la pendiente y la ordenada al origen (m y b respectivamente).

Debido a que las incertidumbres asociadas a las mediciones de masa y volumen, son diferentes, se utilizaron las siguientes ecuaciones:

$$m = \frac{\sum \frac{1}{\sigma_i^2} \sum \frac{x_i y_i}{\sigma_i^2} - \sum \frac{x_i}{\sigma_i^2} \sum \frac{y_i}{\sigma_i^2}}{\sum \frac{1}{\sigma_i^2} \sum \frac{x_i^2}{\sigma_i^2} - \left(\sum \frac{x_i}{\sigma_i^2} \right)^2} \quad (2)$$

$$b = \frac{\sum \frac{y_i}{\sigma_i^2} \sum \frac{x_i^2}{\sigma_i^2} - \sum \frac{x_i y_i}{\sigma_i^2} \sum \frac{x_i}{\sigma_i^2}}{\sum \frac{1}{\sigma_i^2} \sum \frac{x_i^2}{\sigma_i^2} - \left(\sum \frac{x_i}{\sigma_i^2} \right)^2} \quad (3)$$

Donde:

m = Pendiente

b = Ordenada al origen

σ^2 = Incertidumbre debida a la masa de la muestra

La incertidumbre debida a la masa de la muestra tiene asociada las siguientes incertidumbres:

$$\sigma_m = \sqrt{uA^2 + ures^2 + ucal^2} \quad (4)$$

Donde:

σ_m = Incertidumbre debida a la masa de la muestra.

uA = Incertidumbre tipo A.

$ures$ = Incertidumbre debida a la resolución de la balanza.

ucl = Incertidumbre que se encuentra en el informe de calibración de la balanza.

A continuación se muestran las ecuaciones para determinar cada factor que interviene en la incertidumbre debida a la masa.

Incertidumbre tipo A

$$uA = \frac{s}{\sqrt{n}} t \quad (5)$$

Donde:

uA = Incertidumbre tipo A

s = Desviación típica de la muestra en las mediciones.

n = Número de mediciones, cuyo valor es 5.

t = factor basado en la distribución "t" de Student cuyo valor es 1,05 con un nivel de confianza de 68,27%

En la siguiente ecuación se muestra la estimación del valor de la desviación típica de las mediciones:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (\bar{T} - T)^2}{n-1}} \quad (6)$$

Donde:

s = Desviación típica de las mediciones.

\bar{T} = Promedio de las lecturas obtenidas de la masa de la muestra.

T = Lectura de las masas registradas en la balanza.

n = Número de mediciones, con un valor de 5.

Para calcular la incertidumbre debida a la resolución de la balanza., se utilizó la siguiente ecuación:

$$u_{res} = \frac{\text{resolución}}{2\sqrt{3}} \quad (7)$$

Donde:

u_{res} = Incertidumbre debida a la resolución de la balanza.

resolución = Indica la resolución de la balanza con valor de 0,001 g

Utilizando la siguiente ecuación, se determinó la incertidumbre debida a la calibración de la balanza:

$$u_{cal} = \frac{\text{incertidumbre}}{k} \quad (8)$$

Donde:

ucal= Incertidumbre debida a la calibración de la balanza.

Incertidumbre= Incertidumbre registrada en el informe de calibración de la balanza.con un valor de 1,9 E-03 g

k= Factor de cobertura con un valor de 2

Para obtener las incertidumbres en la pendiente y la ordenada al origen se utilizaron las siguientes ecuaciones:

$$\sigma_m^2 = N \frac{\sigma^2}{\Delta} \quad (9)$$

$$\sigma_b^2 = \frac{\sigma^2}{\Delta} \sum x_i^2 \quad (10)$$

Donde:

$$\sigma^2 = \frac{1}{N-2} \sum (y_i - mx_i - b)^2 \quad (11)$$

La siguiente ecuación se utilizó para calcular Δ :

$$\Delta = \begin{pmatrix} \sum \frac{1}{\sigma_i^2} & \sum \frac{x_i}{\sigma_i^2} \\ \sum \frac{x_i}{\sigma_i^2} & \sum \frac{x_i^2}{\sigma_i^2} \end{pmatrix} = \sum \frac{1}{\sigma_i^2} \sum \frac{x_i^2}{\sigma_i^2} - \left(\sum \frac{x_i}{\sigma_i^2} \right)^2 \quad (12)$$

Determinación de la densidad cuando la fuente de incertidumbre es debida al volumen de la muestra.

Ahora se considera que la dispersión de los datos se atribuye únicamente a la incertidumbre debida al volumen calibrado o real, tomado con la pipeta serológica. Por lo tanto, se utilizan las siguientes ecuaciones para determinar la pendiente y la ordenada al origen respectivamente:

$$\mathbf{M} = \frac{\sum \frac{1}{\sigma_i^2} \sum \frac{x_i y_i}{\sigma_i^2} - \sum \frac{x_i}{\sigma_i^2} \sum \frac{y_i}{\sigma_i^2}}{\sum \frac{1}{\sigma_i^2} \sum \frac{x_i^2}{\sigma_i^2} - \left(\sum \frac{x_i}{\sigma_i^2} \right)^2} \quad (13)$$

$$\mathbf{B} = \frac{\sum \frac{y_i}{\sigma_i^2} \sum \frac{x_i^2}{\sigma_i^2} - \sum \frac{x_i y_i}{\sigma_i^2} \sum \frac{x_i}{\sigma_i^2}}{\sum \frac{1}{\sigma_i^2} \sum \frac{x_i^2}{\sigma_i^2} - \left(\sum \frac{x_i}{\sigma_i^2} \right)^2} \quad (14)$$

Recordando que la incertidumbre debida al volumen se encuentra formado por las siguientes incertidumbres:

$$\sigma_v = \sqrt{uA^2 + ures^2 + ucal^2} \quad (15)$$

Donde:

σ_v = Incertidumbre debida al volumen.

uA = Incertidumbre tipo A.

$ures$ = Incertidumbre debida a la resolución de la pipeta.

$ucal$ = Incertidumbre que se encuentra en el informe de calibración de la pipeta serológica.

A continuación se muestran las ecuaciones para determinar cada factor que interviene en la incertidumbre debida al volumen.

Incertidumbre tipo A

$$uA = \frac{s}{\sqrt{n}} t \quad (16)$$

Donde:

uA = Incertidumbre tipo A

s = Desviación típica de la muestra en las mediciones.

n = Número de mediciones, cuyo valor es 5.

t = factor basado en la distribución "t" de Student cuyo valor es 1,05 con un nivel de confianza de 68,27%

En la siguiente ecuación se muestra la estimación del valor de la desviación típica de las mediciones:

$$s = \sqrt{\frac{\sum(\bar{T} - T)^2}{n-1}} \quad (17)$$

Donde:

s = Desviación típica de las mediciones.

\bar{T} = Promedio de las lecturas obtenidas del volumen calibrado.

T = Lectura de los volúmenes.

n = Número de mediciones, con un valor de 5.

La siguiente ecuación muestra la manera de obtener la incertidumbre debida a la resolución de la pipeta serológica:

$$u_{res} = \frac{\text{resolución}}{2\sqrt{3}} \quad (18)$$

Donde:

u_{res} = Incertidumbre debida a la resolución.

resolución = Indica la resolución del termómetro la cual tiene un valor de 0,1 mL.

Calculando la incertidumbre debida a la calibración de la pipeta:

$$u_{cal} = \frac{\text{incertidumbre}}{k} \quad (19)$$

Donde:

u_{cal} = Incertidumbre debida a la calibración de la pipeta serológica.

Incetidumbre = Incertidumbre registrada en el informe de calibración de la pipeta serológica con un valor de 1,0 E-02 mL

k = Factor de cobertura con un valor de 2

Para obtener las incertidumbres en la pendiente y la ordenada al origen, se utilizaron las siguientes ecuaciones:

$$\sigma_M^2 = N \frac{\sigma^2}{\Delta} \quad (20)$$

$$\sigma_B^2 = \frac{\sigma^2}{\Delta} \sum x_i^2 \quad (21)$$

Donde:

$$\sigma^2 = \frac{1}{N-2} \sum (y_i - mx_i - b)^2 \quad (22)$$

Para calcular Δ se utilizó la siguiente ecuación:

$$\Delta = \begin{pmatrix} \sum \frac{1}{\sigma_i^2} & \sum \frac{x_i}{\sigma_i^2} \\ \sum \frac{x_i}{\sigma_i^2} & \sum \frac{x_i^2}{\sigma_i^2} \end{pmatrix} = \sum \frac{1}{\sigma_i^2} \sum \frac{x_i^2}{\sigma_i^2} - \left(\sum \frac{x_i}{\sigma_i^2} \right)^2 \quad (23)$$

Realizando los cálculos matemáticos anteriores, se observó que se contaba con la siguiente información:

- Se obtuvieron resultados correspondientes a la dispersión de los datos atribuidos a la incertidumbre debido a la masa (eje de las ordenadas),
- Y, la dispersión de datos correspondientes a la incertidumbre debida al volumen (eje de las abscisas).

Por lo tanto, se obtuvieron los promedios de las pendientes, ordenadas al origen y sus respectivas incertidumbres como se muestra a continuación:

$$\bar{M} = \frac{m+M}{2} \quad (24)$$

$$\bar{B} = \frac{b+B}{2} \quad (25)$$

Para informar sobre las incertidumbres asociadas a la pendiente y ordenada al origen, se tomaron aquellas que tuvieron un valor mayor.

1.7 Resultados.

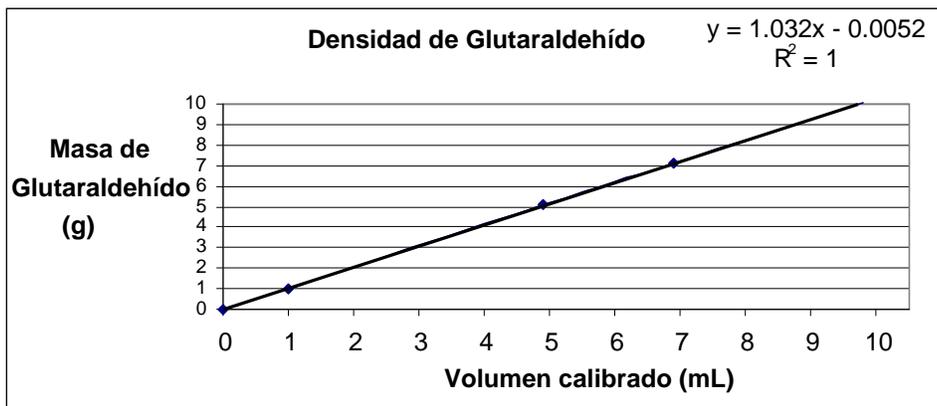
En la tabla 1 se muestran los valores del volumen teórico, el volumen real tomado por la pipeta serológica de 10 mL (la determinación de los volúmenes se muestran en el capítulo IV), la masa de la muestra; así como la presión atmosférica, humedad relativa, temperatura de la pipeta, temperatura de la muestra y temperatura ambiente durante las mediciones.

Tabla 1. Resultados de la masa de la muestra a diferentes volúmenes.

Volumen teórico (mL)	Volumen calibrado (mL)	Masa de la muestra (g)	Presión atmosférica (Pa)	Humedad relativa (%)	Temperatura de la pipeta (°C)	Temperatura ambiente (°C)
0,0	0,0	0,0	1004	46,6	16,0	17,4
1,0	1,0	1,0	1004	46,8	16,2	17,4
5,0	4,9	5,1	1004	46,8	17,2	18,2
7,0	6,9	7,1	1004	47,0	16,2	18,4
10,0	9,8	10,1	1004	47,4	16,2	18,0

Se realizó un gráfico con los resultados del volumen calibrado y la masa de la muestra como se observa a continuación:

Gráfico 1.



Se calculó el valor de la pendiente y la ordenada al origen considerando que la dispersión de los datos se atribuye solamente a la masa de la muestra:

$$m = 1,03 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$$

$$b = 8,5 \text{ E-}04 \text{ g}$$

Las incertidumbres de cada valor fueron:

$$u_m = 7,3 \text{ E-} 13 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$$

$$u_b = 2,5 \text{ E-}11 \text{ g}$$

Se determinó la pendiente y la ordenada al origen respectivamente, cuando la dispersión de los datos se atribuye al volumen de la masa:

$$M = 1,033 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$$

$$B = - 1,6 \text{ E-}02 \text{ g}$$

Las incertidumbres de cada valor fueron:

$$uM = 1,7 \text{ E-}10 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$$

$$uB = 5,7 \text{ E-}09 \text{ g}$$

Por último se determinó el promedio de la pendiente y la ordenada al origen, el valor de las incertidumbres es el mayor obtenido:

$$M = 1,032 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$$

$$B = - 7,4 \text{ E-}03 \text{ g}$$

$$uM = 1,7 \text{ E-}10 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$$

$$uB = 5,7 \text{ E-}09 \text{ g}$$

El resultado se expresa como:

Tabla 2. Resultados de la densidad de la muestra problema.

$M \pm S_m$ ($\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	$B \pm S_b$ (g)
$1,032 \pm 1,7 \text{ E-}10$	$- 7,4 \text{ E-}03 \pm 5,7 \text{ E-}09$

1.8 Análisis de resultados.

Los dos primeros objetivos del presente capítulo fueron determinar la densidad de un líquido no volátil con rigor metrológico así como calcular el valor de la incertidumbre de las mediciones realizadas, los resultados se muestran en la tabla 2.

Como se puede observar, la pendiente (M) representa el valor experimental de la densidad del producto ($1,032 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$) y un valor de incertidumbre de $1,7 \text{ E-}10 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$. El valor de la densidad calculada experimentalmente cumple con el dato en la especificación del producto, cuyo valor nominal de densidad era $1,02 \pm 0,04 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$.

También se pudo observar que el procedimiento propuesto para la determinación experimental de la densidad del líquido no volátil realizado en los laboratorios de Física de la UNAM, permitió obtener un valor de incertidumbre menor a la reportada en la especificación del producto aún cuando no se cuentan con las instalaciones necesarias para controlar los factores de temperatura ambiente, presión ambiental, humedad relativa, corrientes de aire, vibraciones y áreas cerradas donde se realizaron las mediciones.

En las determinaciones experimentales de las propiedades de la materia como lo es la densidad, es importante realizar mediciones con rigor metrológico ya que ésta propiedad es utilizada con frecuencia para distinguir una sustancia de otra, la trazabilidad de las mediciones permite obtener una calidad de las mismas la cual se ve reflejada en la reproducibilidad de las mediciones en condiciones semejantes utilizando los mismos instrumentos.

1.9 Conclusiones.

Se determinó la densidad y la incertidumbre de un líquido no volátil con rigor metrológico con valores de $1,032 \pm 1,7 \text{ E-}10\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ respectivamente.

1.10 Conclusiones específicas sobre la práctica propuesta.

En las prácticas experimentales que son realizadas en la Facultad de Química de la UNAM, se determinan diversas magnitudes como: temperatura, masa, volumen, concentración de sustancias en disoluciones, presión atmosférica, etc.

En la mayoría de las veces, las incertidumbres de los instrumentos con los cuales se realizan las mediciones se pasan por alto. Sin embargo, en algunas otras ocasiones es necesario conocer la incertidumbre de los materiales con los cuales se trabaja, por ejemplo cuando se prepara una solución de hidróxido de sodio 0,001 M se requiere pesar una cierta cantidad de la sustancia y después disolverla en agua. Para pesar la cantidad necesaria de la sustancia se utiliza una balanza analítica, es importante conocer la incertidumbre de la balanza para saber la cantidad real de masa utilizada para la preparación de la solución. Existen otros métodos para determinar la concentración real de la muestra, pero en una primera instancia es necesario saber que la lectura de la cantidad de masa que se registra en la balanza es la que en verdad se indica.

En el presente trabajo se determinó la densidad de un líquido no volátil con rigor metrológico, por lo que fue necesario contar con instrumentos calibrados y materiales específicos los cuales garantizaron la trazabilidad de las mediciones de las magnitudes de masa y volumen.

Debido a que los instrumentos seleccionados para realizar la determinación de la densidad del líquido no se encontraban calibrados, se aplicaron procedimientos para efectuar las calibraciones correspondientes a los instrumentos:

- ✓ Termómetro de inmersión parcial.
- ✓ Balanza analítica.
- ✓ Pipeta serológica de 10 mL

Con los instrumentos ya calibrados se determinó la densidad de una muestra problema la cual tuvo un valor de $1,32 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$, similar a la densidad nominal especificada en el producto.

Durante el proceso de la determinación experimental de la densidad de un líquido no volátil, se propusieron dos procedimientos, uno de ellos fue la calibración de instrumentos para determinar temperatura, el cual se basó en registrar la lectura de temperatura de los termómetros durante un intervalo de tiempo de 10 minutos.

El segundo procedimiento propuesto fue la calibración de una pipeta serológica de 10 mL, se utilizó un vaso de precipitados en el cual se introdujo un tubo de ensayo y se ajustó a cero la balanza, para posteriormente depositar el líquido de la muestra. Con la experiencia obtenida en las calibraciones realizadas con anterioridad, se observó que el ajuste a cero de la balanza analítica es despreciable cuando se efectúan cálculos matemáticos para determinar la masa del volumen que es entregada por la pipeta.

Puesto que los laboratorios de Física de la UNAM, no cuentan con un sistema que regule factores ambientales como: temperatura, humedad relativa, presión atmosférica, corrientes de aire, vibraciones y baños térmicos a temperaturas mayores a 80 °C, la determinación experimental de la densidad de un líquido no volátil se realizó siguiendo de manera rigurosa los procedimientos así como las recomendaciones mencionadas en las diversas guías para calcular incertidumbres y las diferentes Normas Oficiales Mexicanas consultadas pudiendo lograr la determinación experimental de una propiedad de la materia con rigor metrológico.

Capítulo II.
Calibración de instrumentos para la determinación de
temperatura

Capítulo II.

Calibración de instrumentos para la determinación de temperatura

En el siguiente capítulo se muestra la calibración de un termómetro de inmersión parcial y un termómetro de inmersión total así como el tratamiento de los datos obtenidos para posteriormente realizar el cálculo de la incertidumbre.

2.1 Introducción

El instrumento utilizado con frecuencia para determinar la temperatura de una sustancia es sin duda el termómetro de líquido en vidrio, esto se debe a su facilidad de uso, portabilidad, costo, estabilidad, amplio intervalo de trabajo o por recomendaciones de normas.

Los primeros registros de medición de temperatura datan del período Greco-Romano durante la Antigüedad Clásica, los instrumentos no contaban con una escala de medición y se encontraban abiertos a la atmósfera provocando que las mediciones no fueran confiables.

El funcionamiento de los termómetros de líquido en vidrio está basado en la expansión del líquido del termómetro debido a un incremento de la temperatura de la muestra u objeto, causando que el líquido dentro del termómetro avance por un tubo capilar.⁽⁵⁾

Las partes principales que conforman a un termómetro de líquido en vidrio se muestran en la figura 10.⁽⁵⁾



Figura 10. Partes de un termómetro.

Por otro lado, el menisco del líquido es usado como un indicador en las lecturas realizadas.

Existen dos tipos de menisco: el cóncavo y el convexo; cuando el líquido utilizado es el mercurio la forma del menisco que toma es convexa como se muestra en la figura 11. ⁽⁵⁾

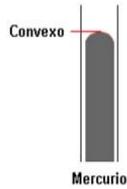


Figura 11. Forma del menisco para el mercurio.

Los termómetros de líquido en vidrio están formados por: vidrio, líquido termométrico y gas. A continuación se describen sus características: ⁽⁵⁾

✓ Vidrio. ⁽⁵⁾

El vidrio utilizado en los termómetros debe ser estable y resistente a altas temperaturas.

✓ Líquido. ⁽⁵⁾

El líquido termométrico ideal deberá tener las siguientes características físicas y químicas:

1. Ser líquido en el intervalo nominal del termómetro.
2. Tener un coeficiente de expansión lineal.
3. Ser opaco o con color para su fácil lectura.
4. No “mojar” por fuerzas adhesivas la superficie del capilar.
5. Ser químicamente inerte y estable con respecto a otros materiales en el sistema.
6. Tener un menisco definido para la fácil lectura de las mediciones.

✓ Gas. ⁽⁵⁾

El gas reduce la destilación del líquido por lo tanto, los termómetros deben ser llenados con un gas inerte como el nitrógeno para prevenir la separación del mercurio a cualquier temperatura indicada en la escala.

Los termómetros pueden clasificarse por el tipo de inmersión, la Norma Oficial Mexicana NOM-011-SCFI-2004 Instrumentos de medición- Termómetros de líquido en vidrio para uso general- Especificaciones y métodos de prueba ⁽⁴⁾, los describe de la siguiente manera:

Inmersión parcial.

Cuando se emplea éste tipo de termómetro se debe ajustar para su uso hasta la marca especificada o línea de inmersión (regularmente es de 76 mm \pm 1 mm) cuando es necesario realizar una corrección por temperatura de la columna emergente (ts) se consideran los valores indicados en la tabla 2, que se muestra en el anexo 4.

Inmersión completa.

Este tipo de termómetro es inmerso completamente en el fluido para poder determinar la temperatura del fluido.

Inmersión total.

Los termómetros de inmersión total deben ajustarse para su uso de tal manera que sea posible sumergirlos hasta aproximadamente la altura que alcanza el menisco, es decir, hasta mantenerlo unos cuantos milímetros por arriba del nivel del líquido o fluido en el cual se sumerge.

En el anexo 4 se presenta una tabla con los requisitos que deben de tener los termómetros de uso general, también se muestra el valor del error máximo tolerado (EMT) de los termómetros según el tipo de inmersión y el dato de la temperatura promedio de la columna líquida emergente (ts) cuando es necesario realizar una corrección por temperatura.

A continuación se muestran los diferentes tipos de termómetros según el tipo de inmersión, mencionados anteriormente.

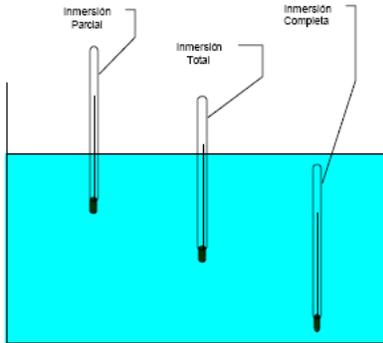


Figura 12. Tipos de termómetros.

Es importante que antes de comenzar con la calibración de los termómetros se realice una inspección visual tomando en cuenta los parámetros mencionados en la Norma Oficial Mexicana NOM-011-SCFI-2004 ⁽⁴⁾ entre los cuales se tienen:

- La escala de temperatura o líneas de medición deben de estar marcadas en forma clara y permanente así como el tipo de termómetro y la unidad de medición.
- La forma del termómetro debe ser recta.
- El vidrio no debe presentar grietas o estar roto ya que pueden interferir en las lecturas.
- El tubo capilar debe permitir el fácil deslizamiento del líquido y no presentar fragmentos discontinuos.

La calibración de termómetro se realizó por el método de comparación y como su nombre lo indica, consiste en comparar las lecturas obtenidas del termómetro bajo prueba con las lecturas obtenidas de un termómetro patrón cuando ambos están inmersos en un mismo medio a una misma temperatura.

El sistema para la calibración de termómetros de líquido en vidrio está formado por: ⁽⁶⁾

- ✓ Baños térmicos de pozo húmedo a las temperaturas asignadas.
- ✓ Termómetro patrón o de referencia.
- ✓ Termómetros auxiliares.
- ✓ Equipo para la preparación del baño térmico de pozo húmedo a 0 °C.
- ✓ Accesorios para el montaje de los termómetros.

2.2 Objetivos.

1. Verificar que los termómetros de inmersión parcial e inmersión total, registren una lectura de temperatura similar a la lectura registrada por el termómetro de referencia.
2. Determinar la incertidumbre en el valor de las mediciones de un termómetro de inmersión parcial y un termómetro de inmersión total.
3. Verificar que los termómetros cumplan con el error máximo tolerado (EMT) indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-011-SCFI-2004 Instrumentos de medición- Termómetros de líquido en vidrio para uso general- Especificaciones y métodos de prueba.

2.3 Características de los termómetros.

Termómetro de inmersión parcial.

Marca: Brannan.

Alcance nominal: - 20,0 a 110,0 °C

Resolución: 1 °C

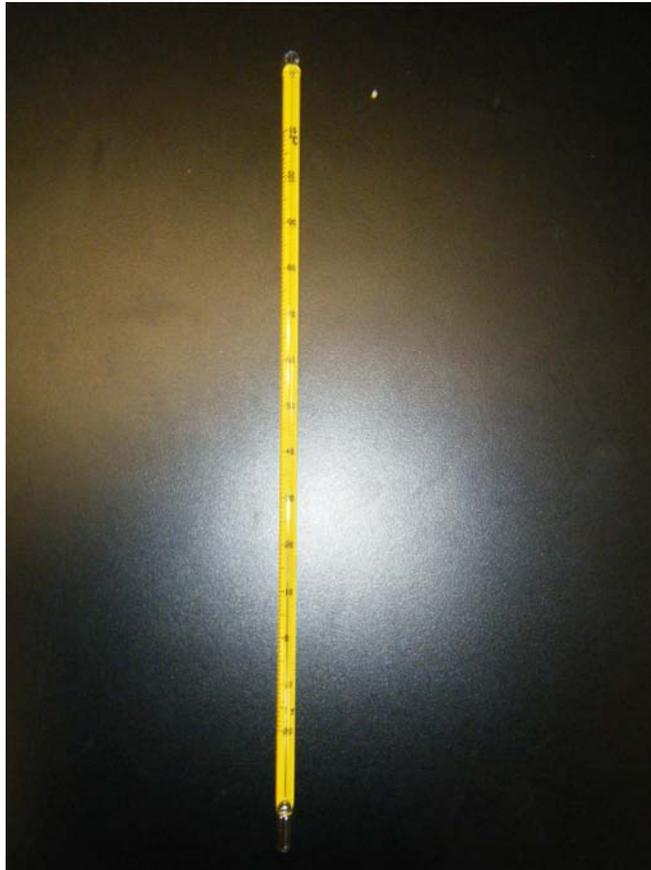


Figura 13. Termómetro de inmersión parcial.

Termómetro de inmersión total.

Marca: Brannan.

Alcance nominal: - 20,0 a 110,0 °C

Resolución: 1 °C

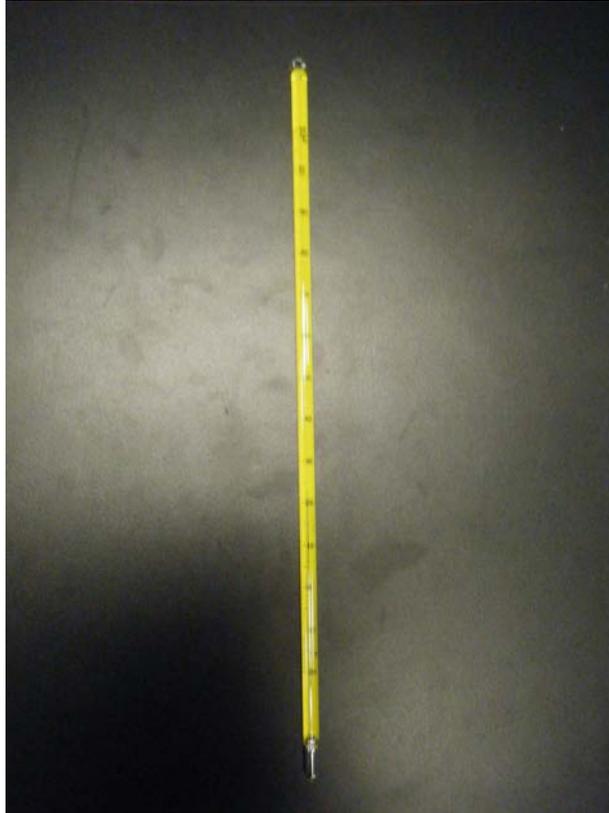


Figura 14. Termómetro de inmersión total.

2.4 Materiales e instrumentos necesarios en la calibración de instrumentos para la determinación de temperatura

En el procedimiento de calibración de instrumentos para la determinación de temperatura se utilizó un termómetro de referencia con las siguientes características:

Termómetro de inmersión parcial.

Marca: ERTCO

Modelo: A 97-112

Alcance nominal: -1,0 a 201,0 °C

Resolución: 1 °C

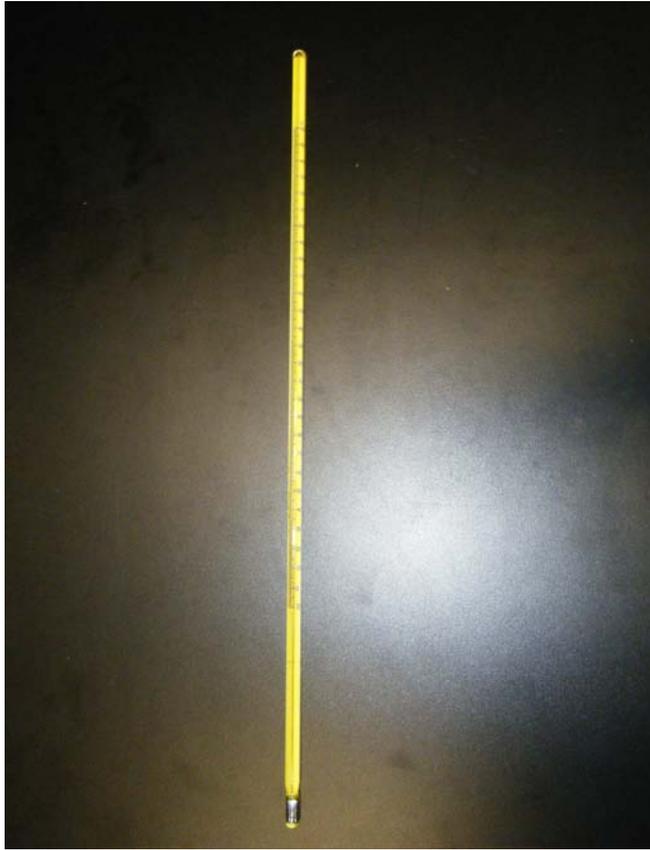


Figura 15. Termómetro de inmersión parcial (patrón).

Los instrumentos de medición auxiliares para registrar las condiciones ambientales contaban con las siguientes características:

1. Multímetro (se utilizó en modo de temperatura).
Marca: Extech
Resolución: 1 °C
Incertidumbre: 3% °C



Figura 16. Multímetro.

2. Barómetro.

Marca: Extech

Resolución: 1 Pa

*Incertidumbre: 1 Pa



Figura 17. Barómetro.

3. Higrómetro.

Marca: Extech

Resolución: 1% HR

*Incertidumbre: 1% HR



Figura 18. Higrómetro.

*Debido a que los instrumentos no contaban con el manual de operación, ni certificado de calibración, se toma como incertidumbre el valor de la resolución de cada instrumento.

Materiales.

1. Un par de guantes de látex libres de talco en su interior.
2. Pinzas.
3. Cronómetro.

4. Baños térmicos de pozo húmedo a las temperaturas de 0, 20, 40, 65 y 80 °C.



Figura 19. Baño térmico de pozo húmedo.



Figura 20. Baños térmicos de pozos húmedos.

2.5 Procedimiento de calibración de instrumentos utilizados para la determinación de temperatura.

Para realizar la experimentación, fueron seleccionados cinco baños térmicos de pozo húmedo a las siguientes temperaturas: 0, 20, 40, 65 y 80 °C.

Se propuso un procedimiento para realizar la calibración de termómetros de líquido en vidrio el cual se muestra en el anexo 5. En el procedimiento, los termómetros fueron introducidos en el baño térmico de pozo húmedo iniciando con el que tenía la temperatura mínima, es decir, el baño térmico de 0 °C, se realizó el registro de las lecturas de cada termómetro durante un intervalo de tiempo de 10 minutos, después de transcurrido el tiempo se permitió que los termómetros alcanzaran un equilibrio térmico con el ambiente para continuar con el siguiente baño térmico de pozo húmedo correspondiente a 20 °C. Se repitió el procedimiento anterior continuando con los baños térmicos de pozo húmedo de 40, 65 y 80 °C.

2.6 Tratamiento de datos obtenidos en la calibración de instrumentos para la determinación de temperatura.

Para determinar la incertidumbre expandida de las mediciones realizadas se utiliza la ecuación:

$$U_{exp} = u_{com}k \quad (26)$$

Donde:

U_{exp} = Incertidumbre expandida.

u_{com} = Incertidumbre combinada.

k = Factor de cobertura con un valor de 2.

Para calcular la incertidumbre combinada, es necesaria la siguiente ecuación:

$$u_{com} = \pm \sqrt{u_A^2 + u_{res}^2 + u_{CE}^2 + u_{Tpatrón}^2} \quad (27)$$

Donde:

u_{com} = Incertidumbre combinada.

u_A = Incertidumbre tipo A.

u_{res} = Incertidumbre debida a la resolución del termómetro.

u_{CE} = Incertidumbre de la columna emergente.

$u_{Tpatrón}$ = Incertidumbre del termómetro patrón indicada en el informe de calibración el cual tiene un valor de 0,2 °C.

A continuación se describen las ecuaciones para obtener cada factor que compone a la incertidumbre combinada.

1. Incertidumbre tipo A (u_A)

2. Incertidumbre debida a la resolución del termómetro (u_{res})

3. Incertidumbre de la columna emergente (u_{CE})

1. Para evaluar la incertidumbre tipo A (u_A) de las lecturas de los termómetros se utilizó la siguiente ecuación:

$$u_A = \frac{s}{\sqrt{n}} t \quad (28)$$

Donde:

u_A = Incertidumbre tipo A

s = Desviación típica de la muestra en las mediciones.

n = Número de mediciones, cuyo valor es 11.

t = factor basado en la distribución "t" de Student cuyo valor es 1,05 con un nivel de confianza de 68,27%

La siguiente ecuación muestra la estimación del valor de la desviación típica de las mediciones:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (\bar{T} - T)^2}{n-1}} \quad (29)$$

Donde:

s = Desviación típica de las mediciones.

\bar{T} = Promedio de las lecturas obtenidas por el termómetro a calibrar.

T = Lectura de las temperaturas del termómetro a calibrar.

n = Número de mediciones, con un valor de 11.

Para determinar el promedio de las lecturas de cada termómetro así como el promedio de la columna emergente (CE) se utilizó la ecuación:

$$\bar{T} = \frac{\sum T}{n} \quad (30)$$

Donde:

\bar{T} = Promedio de las lecturas registradas.

T = Lectura obtenida de los termómetros a calibrar.

$\sum T$ = Suma de las lecturas de temperatura obtenidas.

n = Número de mediciones, con un valor de 11.

2. Para estimar la incertidumbre debida a la resolución del termómetro se utiliza la ecuación:

$$u_{res} = \frac{\text{resolución}}{2\sqrt{3}} \quad (31)$$

Donde:

u_{res} = Incertidumbre debida a la resolución.

resolución = Indica la resolución del termómetro la cual tiene un valor de 1 °C.

3. La corrección de la columna emergente del termómetro de inmersión parcial se obtiene de la ley de propagación de la incertidumbre, partiendo de la siguiente ecuación:

$$CE = kn(T_1 - T) \quad (32)$$

Donde:

CE = Columna emergente del termómetro a calibrar.

k = Coeficiente de expansión del mercurio con un valor de $0,00016 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ con una incertidumbre de $8 \text{ E-}06 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$

n = Número de divisiones que sobresale del baño térmico en la escala de medición.

T_1 = Es la temperatura promedio de la columna líquida emergente (t_s) indicada en la tabla 2 del anexo 4 en °C

T = Temperatura promedio de la columna emergente tomada con el termopar expresada en °C

Para determinar la corrección de la columna emergente del termómetro de inmersión total se utiliza la ecuación:

$$CE = kn(T_1 - T) \quad (33)$$

Donde:

CE = Columna emergente del termómetro a calibrar.

k = Coeficiente de expansión del mercurio con un valor de $0,00016 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ con una incertidumbre de $8 \text{ E-}06 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$

n = Número de divisiones que sobresale del baño térmico en la escala de medición.

T_1 = Es la temperatura promedio del termómetro de inmersión total.

T = Temperatura promedio de la columna emergente tomada con el termopar expresada en $^\circ\text{C}$.

El modelo matemático para determinar la incertidumbre de la columna emergente correspondiente a las ecuaciones anteriores es:

$$u_{CE} = \pm \sqrt{\left(\frac{\partial CE}{\partial k}\right)^2 u^2 k + \left(\frac{\partial CE}{\partial n}\right)^2 u^2 n + \left(\frac{\partial CE}{\partial T_1}\right)^2 u^2 T_1 + \left(\frac{\partial CE}{\partial T}\right)^2 u^2 T} \quad (34)$$

Se obtiene el valor de cada variable utilizando las siguientes ecuaciones:

$$\frac{\partial CE}{\partial k} = n(T_1 - T) \quad (35)$$

$$\frac{\partial CE}{\partial n} = k(T_1 - T) \quad (36)$$

$$\frac{\partial CE}{\partial T_1} = kn \quad (37)$$

$$\frac{\partial CE}{\partial T} = -kn \quad (38)$$

Para determinar la incertidumbre correspondiente a la lectura T, se utilizó la siguiente ecuación:

$$U^2T = \frac{\bar{T} * 100\%}{3\%} \quad (39)$$

Donde:

\bar{T} = temperatura promedio de la columna emergente utilizando el termopar.

2.7 Resultados.

A continuación se muestran los resultados obtenidos de la calibración del termómetro de inmersión parcial (Tinparc) a las temperaturas seleccionadas, los cuales incluyen:

- ✓ Temperatura registrada por el termómetro de inmersión parcial (Tinparc).
- ✓ Temperatura de la columna emergente del termómetro de inmersión parcial (Ceinparc).
- ✓ Temperatura registrada por el termómetro de referencia (Tref).
- ✓ Error Máximo Tolerado (EMT) indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-011-SCFI-2004.
- ✓ Promedio de las mediciones obtenidas (\bar{X}).
- ✓ Incertidumbre tipo A (uA).
- ✓ Incertidumbre debida a la resolución del termómetro (ures).
- ✓ Incertidumbre debida a la columna emergente (uCE).
- ✓ Incertidumbre combinada (ucom).
- ✓ Incertidumbre expandida (Uexp).

* La palabra "cumple" indica que el termómetro cumple con el error máximo tolerado.

** El error máximo tolerado se indica en la Norma Oficial Mexicana NOM-011-SCFI-2004, cuyo valor se muestra en el anexo 4 tabla 2, es importante verificar el tipo de inmersión.

Tabla 3. Resultados del termómetro de inmersión parcial en el baño de hielo.

t (min)	T _{inparc} (°C)	C _{einparc} (°C)	T _{ref} (°C)	EMT** (1 °C)
0	0	21	0,1	
1	0	21	0,1	
2	0	21	0,0	
3	0	21	0,0	
4	0	21	0,0	
5	0	21	0,0	
6	0	20	0,1	
7	0	20	0,0	
8	0	20	0,0	
9	0	20	0,1	
10	0	20	0,1	
\bar{X}	0	20,5	5,0 E-02	
s	0	5,2 E-01	5,0 E-02	
u _A	0	6,5 E-01		
u _{res}	2,9 E-01			
u _{CE}	3,1 E-03			
u _{com}	3,5 E-01			
U _{exp}	7,02 E-1			Cumple*

Tabla 4. Resultados del termómetro de inmersión parcial en el baño térmico de pozo húmedo de 20 °C.

t (min)	Tinparc (°C)	Ceinparc (°C)	Tref (°C)	EMT** (1 °C)
0	20,0	24,0	20,0	
1	20,0	23,0	20,0	
2	20,0	23,0	20,0	
3	20,0	24,0	20,0	
4	20,0	24,0	20,0	
5	20,0	23,0	20,0	
6	20,0	23,0	20,0	
7	20,0	23,0	20,0	
8	20,0	24,0	20,0	
9	20,0	24,0	20,0	
10	20,0	24,0	20,0	
\bar{X}	20,0	23,5	20,0	
s	0	5,2 E-01	0,0	
uA	0	7,4 E-01		
ures	2,9 E-01			
uCE	6,0 E-04			
ucom	3,51 E-01			
Uexp	7,0 E-01			Cumple*

Tabla 5. Resultados del termómetro de inmersión parcial en el baño térmico de pozo húmedo de 40 °C.

t (min)	Tinparc (°C)	Ceinparc (°C)	Tref (°C)	EMT ** (1 °C)
0	40	24	40,1	
1	40	24	40,1	
2	40	24	40,1	
3	40	24	40,1	
4	40	23	40,1	
5	40	24	40,1	
6	40	25	40,1	
7	40	24	40,1	
8	40	24	40,1	
9	40	24	40,1	
10	40	24	40,1	
\bar{X}	40	24	40,1	
s	0	4,4 E-01	7,5 E-15	
uA	0	1,4 E-02		
ures	2,9 E-01			
uCE	5,3 E-03			
ucom	3,51 E-01			
Uexp	7,02 E-01			Cumple*

Tabla 6. Resultados del termómetro de inmersión parcial en el baño térmico de pozo húmedo de 65 °C.

t (min)	T _{inparc} (°C)	Ce _{inparc} (°C)	T _{ref} (°C)	EMT ** (1 °C)
0	65	26	65,2	
1	65	28	65,1	
2	65	28	65,1	
3	65	27	65,1	
4	65	26	65,0	
5	65	27	65,0	
6	65	27	65,1	
7	65	26	65,0	
8	65	27	65,1	
9	65	27	65,0	
10	65	27	65,1	
\bar{X}	65	26.9	65,0	
s	0	7,0 E-01	6,5 E-02	
u _A	0	8,5 E-01		
u _{res}	2,9 E-01			
u _{CE}	2,0 E-02			
u _{com}	3,51 E-01			
U _{exp}	7,0 E-01			Cumple*

Tabla 7. Resultados del termómetro de inmersión parcial en el baño térmico de pozo húmedo de 80 °C.

t (min)	Tinparc (°C)	Ceinparc (°C)	Tref (°C)	EMT ** (1 °C)
0	80	27	80,1	
1	80	27	80,1	
2	80	28	80,1	
3	80	29	80,1	
4	80	28	80,1	
5	80	27	80,1	
6	80	28	80,2	
7	80	29	80,2	
8	80	29	80,2	
9	80	27	80,1	
10	80	27	80,1	
\bar{X}	80	27,8	80,1	
s	0	8,7 E-01	4,6 E-02	
uA	0	8,8 E-01		
ures	2,9 E-01			
uCE	2,0 E-02			
ucom	3,5 E-01			
Uexp	7,0 E-01			Cumple*

En las siguientes tablas se muestran los resultados obtenidos en la calibración del termómetro de inmersión total (Tintot), de igual manera se presentan los valores:

- ✓ Temperatura de la columna emergente del termómetro de inmersión parcial (Ceinparc).
- ✓ Error máximo tolerado (EMT) indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-011-SCFI-2004 cuyo valor se muestra en la tabla 2 del anexo 4.
- ✓ Promedio de las lecturas registradas del termómetro de inmersión total y la temperatura de la columna emergente (\bar{X}).
- ✓ Incertidumbre tipo A (uA).
- ✓ Incertidumbre debida a la resolución del termómetro (ures).
- ✓ Incertidumbre debida a la columna emergente (uCE).
- ✓ Incertidumbre combinada (ucom).
- ✓ Incertidumbre expandida (Uexp).

*La palabra cumple, indica que el termómetro cumple con el error máximo tolerado.

Tabla 8. Resultados del termómetro de inmersión total en el baño de hielo.

t (min)	Tintot (°C)	Ceintot (°C)	Tref (°C)	EMT ** (0,5 °C)
0	7	21	0,1	
1	7	21	0,1	
2	7	21	0,0	
3	7	21	0,0	
4	7	21	0,0	
5	7	21	0,0	
6	7	20	0,1	
7	7	20	0,0	
8	7	20	0,0	
9	7	20	0,1	
10	7	20	0,1	
\bar{X}	7	20,5	0,05	
s	0	5,2 E-01	0,05	
uA	0	6,5 E-01		
ures	2,9 E-01			
uCE	1,5 E-04			
ucom	4,0 E-01			
Uexp	8,0 E-01			No Cumple*

Tabla 9. Resultados del termómetro de inmersión total en el baño térmico de pozo húmedo de 20 °C.

t (min)	Tintot (°C)	Ceintot (°C)	Tref (°C)	EMT ** (0,5 °C)
0	26,0	24,0	20,0	
1	26,0	24,0	20,0	
2	26,0	24,0	20,0	
3	26,0	24,0	20,0	
4	26,0	24,0	20,0	
5	26,0	24,0	20,0	
6	26,0	24,0	20,0	
7	26,0	24,0	20,0	
8	26,0	24,0	20,0	
9	26,0	24,0	20,0	
10	26,0	23,0	20,0	
\bar{X}	26,0	23,9	20,0	
s	0	3,0 E-01	0,0	
uA	0	7,5 E-01		
ures	2,9 E-01			
uCE	1,5 E-02			
ucom	3,5 E-01			
Uexp	7,0 E-01			No Cumple*

Tabla 10. Resultados del termómetro de inmersión total en el baño térmico de pozo húmedo de 40 °C.

t (min)	Tintot (°C)	Ceintot (°C)	Tref (°C)	EMT ** (0,5 °C)
0	44	24	40,1	
1	44	25	40,1	
2	44	24	40,1	
3	44	25	40,1	
4	44	24	40,1	
5	44	24	40,1	
6	44	25	40,1	
7	44	24	40,1	
8	44	25	40,1	
9	44	25	40,1	
10	44	25	40,1	
\bar{X}	44	24,5	40,1	
s	0	5,2 E-01	7,5 E-15	
uA	0	7,7 E-01		
ures	2,9 E-01			
uCE	2,4 E-02			
ucom	3,5 E-01			
Uexp	7,0 E-01			No Cumple*

Tabla 11. Resultados del termómetro de inmersión total en el baño térmico de pozo húmedo de 65 °C.

t (min)	Tintot (°C)	Ceintot (°C)	Tref (°C)	EMT ** (0,5 °C)
0	67	25	65,2	
1	67	30	65,1	
2	67	36	65,1	
3	67	30	65,1	
4	67	27	65,0	
5	67	27	65,0	
6	67	28	65,1	
7	67	27	65,0	
8	67	27	65,1	
9	67	28	65,0	
10	67	28	65,1	
\bar{X}	67	28,5	65,0	
s	0	2,9	6,5 E-02	
uA	0	9,0 E-01		
ures	2,9 E-01			
uCE	4,1 E-02			
ucom	3,5 E-01			
Uexp	7,1 E-01			No Cumple*

Tabla 12. Resultados del termómetro de inmersión total en el baño térmico de pozo húmedo de 80 °C

t (min)	Tintot (°C)	Ceintot (°C)	Tref (°C)	EMT ** (0,5 °C)
0	81	27	80,1	
1	81	27	80,1	
2	81	28	80,1	
3	81	28	80,1	
4	81	29	80,1	
5	81	27	80,1	
6	81	27	80,2	
7	81	28	80,2	
8	81	28	80,2	
9	81	28	80,1	
10	81	27	80,1	
\bar{X}	81	27,6	80,1	
s	0	6,7 E-01	4,6 E-02	
uA	0	8,7 E-01		
ures	2,9 E-01			
uCE	5,4 E-02			
ucom	3,6 E-01			
Uexp	7,1 E-01			No Cumple*

Tabla 13. Incertidumbres del termómetro de inmersión parcial.

Temperatura teórica (°C)	U ± °C
0	7,02 E-01
20	7,0 E-01
40	7,02 E-01
65	7,0 E-01
80	7,0 E-01

Tabla 14. Incertidumbres del termómetro de inmersión total.

Temperatura teórica (°C)	U ± °C
0	8,0 E-01
20	7,0 E-01
40	7,0 E-01
65	7,1 E-01
80	7,1 E-01

2.8 Análisis de resultados.

Termómetro de inmersión parcial.

El primer objetivo de la práctica realizada fue verificar que los termómetros registraran una lectura de temperatura cercana a la lectura del termómetro de referencia; al colocar el termómetro de inmersión parcial en los diferentes baños de pozo húmedo se observó que las lecturas del termómetro fueron 99,9 % similares a las lecturas obtenidas por el termómetro de referencia.

El segundo y tercer objetivo fue determinar la incertidumbre para cada una de las lecturas de temperatura registrada por los termómetros y verificar que el valor de la incertidumbre cumpliera con el error máximo tolerado indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-011-SCFI-2004 respectivamente. El valor de la incertidumbre expandida del termómetro de inmersión parcial a las diferentes temperaturas de los baños de pozo húmedo fue de 7,0 E-01 y cumplió con el error máximo tolerado indicado en la norma NOM-011-SCFI-2004 el cual tiene un valor de ± 1 °C.

Durante el proceso de calibración no se observaron alteraciones en el líquido termométrico (mercurio), las lecturas del termómetro siempre fueron similares a las lecturas del termómetro de referencia y a la temperatura del baño de pozo húmedo.

Termómetro de inmersión parcial.

En el caso del termómetro de inmersión total se observó, que las lecturas del termómetro superaban en más del 100% a las lecturas registradas por el termómetro de referencia, como se puede observar en la tabla 8 donde el termómetro de inmersión total registró una lectura de 7°C cuando se colocó en el baño de hielo (0°C).

En los siguientes baños de pozo húmedo, el termómetro se comportó de manera similar a la anteriormente descrita, dando como resultado lecturas mayores en comparación del termómetro de referencia; como se recordará, la temperatura máxima seleccionada en los baños de pozo húmedo fue de 80 °C en la cual se observó que el termómetro de inmersión parcial registró una lectura cercana a la del termómetro de referencia con un valor de 81 °C y 80,1°C respectivamente, sin embargo, no se logró determinar si el termómetro de inmersión total registraría lecturas correctas por arriba de 80 °C.

El valor calculado de la incertidumbre expandida del termómetro de inmersión total no cumple con el error máximo tolerado indicado en la NOM-011-SCFI-2004 el cual tiene un valor de $\pm 0,5$ °C, en las calibraciones siempre se toma en cuenta la incertidumbre con un valor mayor el cual fue de $7,0 \text{ E-}01$ °C para determinar si el instrumento cumple con el error máximo tolerado.

El termómetro de inmersión total no registró las lecturas cercanas al termómetro de referencia por lo que fue reportado al Laboratorio de Física y evitar su uso.

2.9 Conclusiones.

El valor de incertidumbre del termómetro de inmersión parcial fue de $7,0 \text{ E-}01$ °C el cual cumple con el error máximo tolerado indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-011-SCFI-2004 Instrumentos de medición- Termómetros de líquido en vidrio para uso general- Especificaciones y métodos de prueba.

El termómetro de inmersión parcial fue utilizado para realizar las mediciones necesarias en la determinación de la densidad de un líquido no volátil.

En el caso del termómetro de inmersión total se obtuvo un valor de incertidumbre de $7,0 \text{ E-}01$ °C el cual no cumple con el error máximo tolerado indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-011-SCFI-2004, éste termómetro fue reportado debido a que no registraba temperaturas cercanas al termómetro de referencia ni a la temperatura de los baños de pozo húmedo.

Capítulo III.
Calibración de instrumentos para la determinación de
masa

Capítulo III

Calibración de instrumentos para la determinación de masa

En el presente capítulo se presentan los cálculos matemáticos y los resultados de la calibración realizada a una balanza analítica cuyas características se muestran más adelante.

3.1 Introducción

En los laboratorios de la Facultad de Química un instrumento comúnmente encontrado es la balanza analítica, sin embargo, la mayoría de estos instrumentos no indican el lugar donde es conveniente colocar la carga para obtener una lectura con un valor de incertidumbre mínimo y muchas veces tampoco indican el resultado de su calibración. Existen otros laboratorios como el de Metrología, en el cual las mediciones cobran un valor importante debido a que es necesario conocer la incertidumbre, así como contar con una trazabilidad de las mismas.

Para obtener la incertidumbre de una balanza se realizan tres pruebas metrológicas: excentricidad, repetibilidad y linealidad, que de acuerdo a la Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994 Instrumentos de medición- Instrumentos para pesar de Funcionamientos no automáticos- Requisitos Técnicos y Metrológicos⁽²⁾ se definen de la siguiente manera:

La excentricidad es la característica de un instrumento para dar resultados iguales o similares de una carga determinada, colocada en diferentes puntos del receptor tomando como referencia el centro del plato de la balanza.

Las indicaciones para las diferentes posiciones de una carga deben permanecer dentro de los errores máximos tolerables mencionados en la Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994. Se deben usar masas preferentemente equivalentes de $\frac{1}{3}$ a $\frac{1}{2}$ del alcance máximo. Las pesas deben ser colocadas evitando demasiado apilamiento dentro del segmento a ser probado y debe ser aplicada centralmente si se usa una sola pesa. En el caso de usar varias pesas, se debe colocar uniformemente sobre el segmento. ⁽²⁾

La repetibilidad indica la aptitud de la balanza para proporcionar resultados concordantes entre sí para la misma carga depositada varias veces de una manera prácticamente idéntica sobre el receptor de carga bajo condiciones de prueba razonablemente constantes. La diferencia entre los resultados de varias pesadas de la misma carga, no debe ser mayor que el valor absoluto del error máximo tolerable del instrumento para la carga dada. ⁽²⁾

La linealidad, nos permite conocer el comportamiento de la balanza al colocar cargas de forma ascendente y descendente en la escala asignada, además de que esta prueba permite obtener la incertidumbre de calibración, al comparar los valores verdaderos con los de las masas patrón. ⁽²⁾

El método utilizado para realizar la calibración de una balanza analítica es llamado: Método de sustitución de pesas, el cual consiste en colocar pesas con diferentes valores nominales en el platillo de la balanza según la prueba metrológica a efectuar.

Antes de comenzar con la calibración de balanza es importante considerar los siguientes puntos:

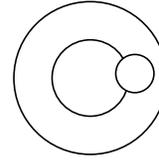
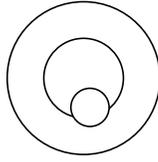
- La balanza se debe usar siempre en un ambiente libre de corrientes excesivas de aire como los respiraderos del aire acondicionado, calefacción, cerca de ventanas o puertas abiertas que causan corrientes de aire o cambios rápidos de temperatura; agentes corrosivos o condiciones extremas de temperatura y humedad, ya que estos factores afectarán las lecturas de la masa.
- El instrumento no se debe colocar cerca de equipos que vibran, rotan o presentan movimientos recíprocos.
- No se debe instalar la balanza en las siguientes condiciones:
- Cerca de campos magnéticos o equipos que generan campos magnéticos.
- En una superficie de trabajo desnivelada.

Para obtener resultados repetibles, son prerequisites indispensables un posicionamiento horizontal y una instalación estables. El instrumento se puede nivelar para compensar pequeñas irregularidades o inclinaciones del lugar donde se instala.

La balanza cuenta con un indicador de nivel, localizado al frente del panel de controles, y dos pies para nivelación ubicados al respaldo de la balanza.

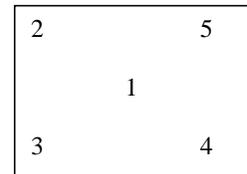
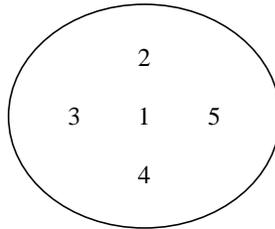
Se debe de ubicar la balanza en el sitio donde se usará. Ajustar los pies para la nivelación al respaldo de la balanza hasta que la burbuja de aire del indicador quede centrada como se muestra en la figura 4, en la figura 5 se muestra la manera incorrecta de la nivelación.

El instrumento se debe nivelar cada vez que se cambie de ubicación. ⁽¹⁴⁾



Figuras 21 y 22. Nivelación de la balanza.

En las figuras 21 y 22 se muestran el orden de las posiciones de las pesas patrón cuando se realiza la prueba de excentricidad. En el presente trabajo, la forma del platillo de la balanza utilizada fue circular como se muestra en la figura 23.



Figuras 23 y 24. Forma del platillo de la balanza.

El instrumento fue elegido debido a que presentaba las mejores condiciones y características en comparación con otros instrumentos disponibles en el laboratorio de Física de la UNAM.

3.2 Objetivos.

1. Determinar la incertidumbre de una balanza analítica realizando tres pruebas metrológicas: excentricidad, linealidad y repetibilidad.
2. Establecer el lugar de la balanza donde se observen los menores cambios de los valores de las masas registradas durante la prueba de excentricidad.
3. Comprobar que las lecturas obtenidas de los valores nominales de las pesas patrón colocadas varias veces sobre el receptor de la carga sean similares entre ellos en la prueba de repetibilidad.
4. Verificar que las diferencias determinadas en la prueba de excentricidad, el error máximo tolerado obtenido en las pruebas de repetibilidad y linealidad cumplan con lo indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994 Instrumentos de medición- Instrumentos para pesar de Funcionamientos no automáticos- Requisitos Técnicos y Metrológicos.

3.3 Características del instrumento para la determinación de masa.

Balanza analítica

Clase de exactitud ⁽²⁾: Especial 1

Modelo: EP613C

Marca: Ohaus

Capacidad 610 g

Resolución: 0,001 g

Escalón de verificación: 0,001 g



Figura 25. Balanza analítica

3.4 Pruebas metrológicas

A continuación se presentan las pruebas metrológicas realizadas a la balanza analítica comenzando por excentricidad, continuando con repetibilidad y finalizando con linealidad.

Cada prueba realizada cuenta con tratamiento de datos, resultados, análisis de resultados y conclusiones.

3.4.1 Prueba de excentricidad.

Una vez seleccionada la balanza analítica se comenzó con la prueba de excentricidad, la cual informa sobre el comportamiento de la balanza cuando se coloca una carga determinada en diferentes puntos del receptor de carga, tomando como referencia el centro del platillo y obteniendo resultados similares entre los lugares seleccionados.

La prueba se basó en tomar 6 mediciones en diferentes lugares de la balanza previamente asignados como se mostró en la figura 23; fue necesario registrar la lectura antes y después de colocar una pesa patrón, a éste valor se le llamó ***lectura de peso muerto.***

La pesa patrón debía tener un valor de $\frac{1}{3}$ de la capacidad de la balanza como se indica en la Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994, en el trabajo realizado se utilizaron dos pesas patrón diferentes; la que corresponde a $\frac{1}{3}$ de la capacidad que tuvo un valor nominal de 200 g y una pesa patrón con valor nominal de 100 g.

3.4.2 Materiales e instrumentos necesarios para realizar la prueba de excentricidad.

Se utilizaron instrumentos de medición auxiliares para registrar las condiciones ambientales con las siguientes características:

1. Higrómetro.
Marca: Extech
Resolución: 1 % HR
*Incertidumbre: 1 % HR



Figura 26. Higrómetro.

2. Barómetro.

Marca: Extech

Resolución: 1 Pa

*Incertidumbre: 1Pa



Figura 27. Barómetro.

3. Multímetro (utilizado en el modo de temperatura).

Marca: Extech

Resolución: 1 °C

Incertidumbre: 3% °C



Figura 28. Multímetro.

*Debido a que los instrumentos no contaban con el manual de operación, ni certificado de calibración, se toma como incertidumbre el valor de la resolución de cada instrumento.

Materiales.

- Juego de pesas patrón con valores nominales de 1 mg a 200 g
Número de piezas en total: 23.
Marca: Toledo.
Modelo: 15884
Clase: E2.
Las pesas patrón seleccionadas de ese juego fueron de 100 y 200 g.



Figura 29. Marco de pesas.

- Juego de pesas patrón en donde el intervalo de masas fue:
100 g – 1 g
500 mg – 5 mg
2mg – 1 mg.
Clase: 1
Número de serie: 23996
Las pesas patrón seleccionadas tuvieron un valor nominal de 100 g y 50 g.
- Un par de guantes de látex libres de talco en su interior.
- Pinzas.
- Cronómetro.
- Balanza analítica con capacidad de 610 g. Clase de Exactitud: especial I.

3.4.3 Procedimiento para la prueba de excentricidad.

El procedimiento se muestra en el anexo 9.

3.4.4 Tratamiento de datos obtenidos en la prueba de excentricidad.

En el presente capítulo, las diferencias encontradas entre los ajustes y la lectura promedio en el centro de la balanza deben de cumplir con el error máximo tolerado indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994.

Por lo tanto, las diferencias se calculan con la ecuación:

$$\text{Dif} = \text{LiA} - \overline{\text{Lm}} \quad (40)$$

Donde:

Dif = Diferencias con respecto al centro del plato de la balanza.

LiA = Ajustes de las lecturas de las masas patrón colocadas en el plato de la balanza.

$\overline{\text{Lm}}$ = Promedio de las lecturas en el centro del plato de la balanza.

Para obtener los ajustes de las lecturas de las masas registradas, se utiliza la siguiente ecuación:

$$\text{LiA} = \overline{\text{Li}} - (\overline{\text{xi}}) \quad (41)$$

Donde:

LiA = Ajuste de las lecturas de las masas patrón colocadas en el plato de la balanza.

$\overline{\text{Li}}$ = Lectura promedio de la pesa patrón utilizada.

$\overline{\text{xi}}$ = Promedio de los pesos muertos.

Recordando que en el procedimiento para la prueba de excentricidad se indicó que las mediciones se realizaron por triplicado para cada una de las pesas patrón utilizadas de 200 y 100 g, se tienen lo siguiente:

Obtener el promedio de las mediciones de las tres corridas realizadas verificando que correspondan a las posiciones correctas donde fue colocada la pesa patrón como se muestra en la figura 23.

$$\bar{L}_i = \frac{\sum L_i}{n} \quad (42)$$

Donde:

\bar{L}_i = Promedio de las lecturas.

L_i = Lecturas obtenidas de las tres series, de cada pesa patrón en las diferentes posiciones de la balanza.

n = Número de lecturas realizadas.

Calcular el promedio de los pesos muertos, esto es la masa registrada en la balanza antes de colocar la pesa y la masa registrada en la balanza después de retirar la pesa como:

$$\bar{x}_i = \frac{\sum x_i}{n} \quad (43)$$

Donde:

\bar{x}_i = Promedio de los pesos muertos.

x_i = Lecturas registradas por la balanza de los pesos muertos.

n = Número de lecturas realizadas, en este caso con un valor de 2.

Estimar el promedio de la lectura en las posiciones L_1 y $L_{6.1}$ que es la lectura del centro de la balanza al iniciar la prueba y al terminarla respectivamente.

$$\overline{L_m} = \frac{\sum L_c}{n} \quad (44)$$

Donde:

$\overline{L_m}$ = Promedio de las lecturas en el centro de la balanza (g).

L_c = Lecturas en las posiciones L_1 y $L_{6.1}$ (g).

n = Número de lecturas realizadas, en este caso con un valor de 2.

3.4.5 Resultados de la prueba de excentricidad.

En la tabla 15 se muestran los resultados obtenidos de la prueba de excentricidad utilizando la pesa patrón con un valor nominal de 100 g. Los datos mostrados en ésta tabla son el promedio de las tres corridas realizadas de la prueba.

También se muestra el error máximo tolerado el cual tiene un valor de $1e$, la palabra "cumple" indica que las diferencias calculadas en la prueba de excentricidad cumplen con el error máximo tolerado indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994.

El escalón de verificación (e) se determina como se muestra en el anexo 7.

Tabla 15. Resultados de la prueba de excentricidad utilizando la pesa patrón con un valor nominal de 100 g.

Lecturas	Masa (g) \bar{L}_i	Ajustes (g) LiA	Lm (g)	Diferencias (g) Dif	Valor del EMT (g)	EMT
A	0					
1	99,999	99,999	99,999	0,0	1e	Cumple
B	0					
2	99,999	99,999		0,0		Cumple
C	0					
3	99,999	99,999		0,0		Cumple
D	0					
4	99,999	99,999		0,0		Cumple
E	0					
5	100,000	100,000		0,001		Cumple
F	0					
1	99,999	99,999		0,0		Cumple
A	0,001					

Tabla 16. Condiciones ambientales durante la prueba de excentricidad.

	T amb (° C)	HR (%)	Patm (Pa)
Promedio	18,1	59,5	1013
Desviación estándar	1,0 E-01	2,0 E-01	0

En las siguientes tablas se presentan los resultados obtenidos de la prueba de excentricidad utilizando la pesa patrón con valor nominal de 200 g así como las condiciones ambientales.

De la misma manera, se muestra el error máximo tolerado con la palabra “cumple”, la cual indica que la diferencia calculada cumple con lo indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994

Tabla 17. Resultados de la prueba de excentricidad utilizando la pesa patrón con valor nominal de 200 g.

Lecturas	Masa (g) \bar{L}_i	Ajustes (g) LiA	Lm (g)	Diferencia (g) Dif	Valor del EMT (g)	EMT
A	0					
1	199,998	199,998	199,998	0,0	1e	Cumple
B	0					
2	199,997	199,9975		- 0,0005		Cumple
C	-0,001					
3	199,997	199,998		0,0		Cumple
D	-0,001					
4	199,997	199,998		0,0		Cumple
E	-0,001					
5	199,997	199,998		0,0		Cumple
F	-0,001					
1	199,997	199,998		0,0		Cumple
A	-0,001					

Tabla 18. Condiciones ambientales durante la prueba de excentricidad.

	T (° C)	HR (%)	Patm (Pa)
Promedio	18,1	61	1012
Desviación Estándar	1,0 E-01	7,0 E-01	2,0 E-01

3.4.6 Análisis de resultados.

Pesa patrón con valor nominal de 100 g.

Analizando los registros de las lecturas de la pesa patrón con un valor nominal de 100 g se observó que en las posiciones 1 a 4 se obtuvo una diferencia de 0,0 g, en la posición correspondiente al número 5 se tuvo la diferencia de 0,001 g, sin embargo, se cumplió con el error máximo tolerado indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994 el cual tiene un valor de 1e.

Pesa patrón con valor nominal de 200 g.

Al obtener las diferencias para la pesa patrón de 200 se observó que sólo en la posición número 2 se obtuvo una diferencia de - 0,0005 g, en ésta posición como en las otras se cumplió con el error máximo tolerado que se indica en la Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994 el cual tiene un valor de 1e.

De igual manera se registraron valores similares cuando se colocó la pesa patrón de 200 g en diferentes posiciones de la balanza.

Los resultados obtenidos anteriormente indican que las mejores posiciones para colocar una carga en el plato de la balanza son 1, 3 y 4, sin embargo siempre se recomendará colocar una carga en el centro de la balanza el cual corresponde a la posición 1.

3.4.7 Conclusiones.

Al colocar la carga en las posiciones propuestas de la balanza, se obtuvieron resultados similares entre ellos.

La prueba de excentricidad cumplió con el error máximo tolerado con un valor de 1e indicado en Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994 utilizando dos cargas diferentes.

3.5.1 Prueba de repetibilidad.

La siguiente prueba realizada fue repetibilidad, la cual informó sobre la aptitud de la balanza para proporcionar resultados los cuales deben ser concordantes entre sí para la misma carga depositada varias veces de una manera similar sobre el receptor de la carga. La diferencia que existe entre los resultados de varias pesadas de la misma carga, no deberá ser mayor que el valor absoluto del error máximo tolerable del instrumento para la carga dada mencionado en la Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994. ⁽²⁾

3.5.2 Materiales e instrumentos necesarios para realizar la prueba de repetibilidad.

1 Higrómetro.

Marca: Extech

Resolución: 1 % HR

*Incertidumbre: 1 % HR

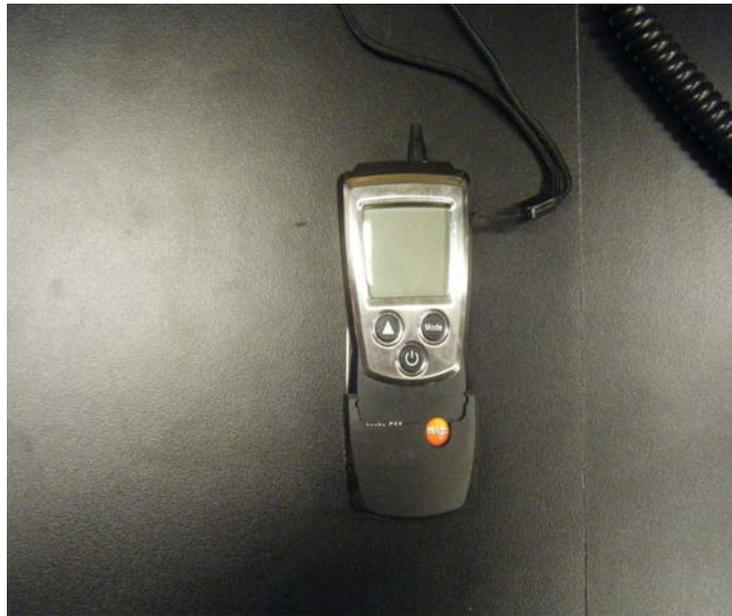


Figura 30. Higrómetro.

2 Barómetro.

Marca: Extech

Resolución: 1 Pa

*Incertidumbre: 1 Pa



Figura 31. Barómetro.

3 Multímetro (se utilizó en modo de temperatura).

Marca: Extech

Resolución: 1 °C

Incertidumbre: 3% °C

*Debido a que los instrumentos no contaban con el manual de operación, ni certificado de calibración, se toma como incertidumbre el valor de la resolución de cada instrumento.



Figura 32. Multímetro.

Materiales.

- Juego de pesas patrón con valores nominales de 1 mg a 200 g

Piezas en total: 23.

Marca: Toledo.

Modelo: 15884.

Clase: E2.

Fueron seleccionadas dos pesas patrón con un valor nominal de 200 g y una pesa patrón de 100 g



Figura 33. Marco de pesas.

- Juego de pesas patrón en donde el intervalo de masas fue:
100 g – 1 g
500 mg – 5 mg
2mg – 1 mg.
Clase: 1
Número de serie: 23996
La pesa patrón seleccionada tuvo un valor nominal de 100 g
- Un par de guantes de látex libres de talco en su interior.
- Pinzas.
- Cronómetro.
- Balanza analítica con capacidad de 610 g. Clase de Exactitud: especial I

3.5.3 Procedimiento para realizar la prueba de repetibilidad.

La prueba de repetibilidad consistió en tomar diez lecturas de una carga colocada en el centro del platillo de la balanza analítica. Se realizaron tres series de lecturas con cargas cercanas al 50 % y 100 % de la capacidad máxima de la balanza.

En la prueba de repetibilidad, se utilizaron pesas patrón con un valor nominal de 200 y 100 g, el valor nominal de la primera pesa patrón no correspondió al 50% de la capacidad máxima de la balanza, esto se debió a que el marco de pesas no incluía pesas patrón cuyo valor nominal fuera de 300 g por lo que sería necesario utilizar varias pesas patrón, provocando un incremento en el valor de la incertidumbre en las mediciones.

El procedimiento se muestra en el anexo 11.

3.5.4 Tratamiento de datos obtenidos en la prueba de repetibilidad.

En ésta prueba se obtiene la incertidumbre de repetibilidad utilizando la siguiente ecuación:

$$u_{rep} = \frac{S}{\sqrt{n}} t \quad (45)$$

Donde:

u_{rep} = Incertidumbre de la prueba de repetibilidad (g).

S = Desviación típica del instrumento.

n = Número de las lecturas registradas, con valor de 10

t = Factor basado en la distribución "t" de Student con valor de 1,06 y un intervalo de confianza al 68,27 %

Calcular la desviación típica del instrumento como:

$$S = \sqrt{s_L^2 + \left(\frac{d}{2\sqrt{3}}\right)^2} \quad (46)$$

Donde:

S = Desviación típica del instrumento.

s_L = Desviación típica de las mediciones.

d = División de la escala con un valor de 0,001 g.

La desviación típica de las mediciones registradas se obtiene como:

$$s_L = \sqrt{\frac{\sum (\bar{L} - LiA)^2}{n-1}} \quad (47)$$

Donde:

s_L = Desviación típica de las mediciones.

\bar{L} = Promedio de las lecturas obtenidas de la balanza al colocar la pesa patrón.

LiA = Datos ajustados de las lecturas registradas en la balanza.

n = Número de las lecturas registradas, con un valor de 10.

Calcular el promedio de los datos ajustados pertenecientes a las lecturas de la balanza cuando se colocó la pesa patrón como:

$$\bar{L} = \frac{\sum LiA}{n} \quad (48)$$

Donde:

\bar{L} = Promedio de las lecturas obtenidas de la balanza al colocar la pesa patrón.

LiA = Datos ajustados de las lecturas registradas por la balanza.

n = Total de las lecturas registradas, en éste caso con un valor de 10.

Obtener los ajustes de las lecturas registradas por la balanza como:

$$LiA = Li - (\bar{x}) \quad (49)$$

Donde:

LiA = Ajuste de las lecturas registradas por la balanza.

Li = Lectura obtenida de la balanza al realizar la carga de la pesa patrón.

\bar{x} = Promedio de las lecturas del peso muerto.

Calcular el promedio de los pesos muertos esto es, lectura del peso muerto antes de colocar la pesa patrón y lectura del peso muerto después de retirar la pesa patrón como:

$$\bar{x}_i = \frac{\sum x_i}{n} \quad (50)$$

Donde:

\bar{x}_i = Promedio de los pesos muertos.

x_i = Lecturas del peso muerto.

n = Número de lecturas realizadas. En este caso $n = 2$

3.5.5 Resultados de la prueba de repetibilidad.

A continuación se presentan los resultados obtenidos en la prueba de repetibilidad, se realizaron 10 mediciones utilizando dos cargas distintas: una pesa patrón con valor nominal de 200 g y una pesa patrón correspondiente al valor nominal de 600 g.

En la tabla 19 se registran las lecturas obtenidas de la balanza al colocar la pesa patrón con valor nominal de 200 g, se muestra también el promedio de las mediciones, la desviación típica de las mediciones, la desviación típica del instrumento y el valor del error máximo tolerado indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994; la palabra "cumple" indica que el valor de la desviación estándar del instrumento cumple con el error máximo tolerado.

En la tabla 20 se muestran las condiciones ambientales durante la prueba.

Tabla 19. Resultados de la prueba de repetibilidad utilizando la pesa patrón con valor nominal de 200 g.

Lecturas	Masa (g)	Ajustes (g) LiA	Promedio (g) (\bar{L})	S _L de las mediciones	S del instrumento	urep (g)	EMT ($\pm 1e$)
A	0,000						
1	199,999	199,999	199,999	3,3 E-04	4,4 E-04	1,5 E-04	Cumple
B	0,000						
2	199,998	199,999					
C	-0,001						
3	199,997	199,999					
D	-0,002						
4	199,997	199,999					
E	-0,002						
5	199,997	199,999					
F	-0,002						
6	199,997	199,999					
G	-0,002						
7	199,997	200,000					
H	-0,003						
8	199,996	199,999					
I	-0,002						
9	199,997	199,999					
J	-0,002						
10	199,996	199,999					
K	-0,003						

Tabla 20. Condiciones ambientales durante la prueba de repetibilidad.

	Tamb (°C)	HR (%)	Patm (Pa)
Promedio	20,3	42	1009
Desviación estándar	1,0 E-01	2,0 E-01	0

En la tabla 21 se muestran los resultados obtenidos en la prueba de repetibilidad utilizando la pesa patrón con valor nominal de 600 g. De igual manera, se presentan las desviaciones estándar de los ajustes y del instrumento.

El error máximo tolerado tiene un valor de 1,5 e y la palabra “cumple” indica que la desviación estándar del instrumento cumple con el error máximo tolerado indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994.

En la tabla 22 se muestran las condiciones ambientales durante la prueba.

Tabla 21. Resultados de la prueba de repetibilidad utilizando la pesa patrón con valor nominal de 600 g.

Lecturas	Masa (g)	Ajustes (g) LiA	Promedio (g) (\bar{L})	S _L de Ajustes	S del instrumento	urep (g)	EMT ($\pm 1,5e$)
A	0,000						
1	599,997	599,997	599,997	0	2,9 E-04	9,7 E-05	Cumple
B	0,000						
2	599,997	599,997					
C	0,000						
3	599,997	599,997					
D	0,000						
4	599,997	599,997					
E	0,000						
5	599,997	599,997					
F	0,000						
6	599,997	599,997					
G	0,000						
7	599,997	599,997					
H	0,000						
8	599,997	599,997					
I	0,000						
9	599,997	599,997					
J	0,000						
10	599,997	599,997					
K	0,000						

Tabla 22. Condiciones ambientales durante la prueba de repetibilidad.

	Tamb (°C)	HR (%)	Patm (Pa)
Promedio	20,6	40.6	1010
Desviación estándar	1,0 E-01	5,0 E-01	2,0 E-01

En la siguiente tabla se muestra la incertidumbre de repetibilidad (u_{rep}) del instrumento.

Tabla 23. Incertidumbre de la prueba de repetibilidad.

Masa teórica (g)	u_{rep} (±g)
200	1,5 E-04
600	9,7 E-05

3.5.6 Análisis de resultados.

Pesa patrón con valor nominal de 200 g.

Al realizar los cálculos para el ajuste de las lecturas registradas con la pesa patrón de valor nominal de 200 g, se observó que sólo en la lectura 7 se obtuvo el valor nominal de la pesa patrón con una desviación estándar de las mediciones de 3,3 E-04 g, la desviación del instrumento tuvo un valor de 4,4 E-04 g, y el valor de la incertidumbre fue de 1,5 E-04 g.

La desviación del instrumento cumple con el error máximo tolerado que se indica en la Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994 Instrumentos de medición- Instrumentos para pesar de Funcionamientos no automáticos- Requisitos Técnicos y Metrológicos.

Pesa patrón con valor nominal de 600 g.

Para la pesa patrón de 600 g se observó que los resultados de los ajustes de las mediciones tuvieron el mismo valor de 599,997 g, por lo tanto, el valor de la desviación estándar en los ajustes fue de cero (0 g), se obtuvo la desviación del instrumento con un valor de $2,8 \text{ E-}4$ g, en ésta prueba los resultados cumplen con el error máximo tolerado el cual es de $\pm 1,5e$ indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994.

Se obtuvo la incertidumbre de la prueba de repetibilidad con un valor de $9,7 \text{ E-}05$ g.

En general se observó que los datos obtenidos de las lecturas registradas por la balanza son similares entre si, colocando la misma carga en el centro del platillo de la balanza en condiciones similares.

Para el tratamiento de los datos en la prueba de linealidad se utiliza la incertidumbre de repetibilidad con un valor mayor, en éste caso, es utilizada la incertidumbre de repetibilidad (u_{rep}) con un valor de $1,5 \text{ E-}04$ g.

3.5.7 Conclusiones.

Los valores registrados por la balanza de las pesas patrón utilizadas, son similares entre ellos.

La balanza cumple con el error máximo tolerado indicado en Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994.

3.6.1 Prueba de linealidad.

La última prueba realizada para la calibración de la balanza fue la prueba de linealidad.

La linealidad permitió conocer el comportamiento de la balanza en diez puntos con cargas de forma ascendente y descendente en una escala asignada, en ésta prueba se obtuvo la incertidumbre de la balanza.

3.6.2 Materiales e instrumentos necesarios para realizar la prueba de linealidad.

1 Higrómetro.

Marca: Extech

Resolución: 1 % HR

*Incertidumbre: 1% HR



Figura 34. Higrómetro.

2 Barómetro

Marca: Extech

Resolución: 1 Pa

*Incertidumbre: 1 Pa



Figura 35. Barómetro.

- 3 Multímetro (se utilizó en el modo de temperatura).
Marca: Extech
Resolución: 1 °C
Incertidumbre: 3% °C



Figura 36. Multímetro.

*Debido a que los instrumentos no contaban con el manual de operación, ni certificado de calibración, se toma como incertidumbre el valor de la resolución de cada instrumento.

Materiales.

- Juego de pesas patrón con valores nominales de 1 mg a 200 g
Piezas en total: 23.
Marca: Toledo
Modelo: 15884
Clase: E2.
Las pesas patrón seleccionadas fueron:
Una pesa patrón con valor nominal de 100 g
Dos pesas patrón con valor nominal de 200 g.



Figura 37. Marco de pesas.

- Juego de pesas patrón en donde el intervalo de masas fue:
100 g – 1 g
500 mg – 5 mg
2mg – 1 mg.
Clase: 1
Número de serie: 23996
Las pesas patrón seleccionadas:
Una pesa patrón con valor nominal de 50 g.
Una pesa patrón con valor nominal de 100 g
- Un par de guantes de látex libres de talco en su interior.
- Pinzas.
- Cronómetro.

- Balanza analítica con capacidad de 610 g. Clase de Exactitud: especial I

3.6.3 Procedimiento para realizar la prueba de linealidad.

En el presente trabajo se determinaron los valores de doce diferentes cargas que se incrementaron y disminuyeron en múltiplos de 50 cuando fueron colocadas en la balanza analítica; las pesas patrón seleccionadas tuvieron valores nominales de 50 hasta 600 g. En algunos casos las pesas patrón eran combinadas entre sí para obtener un valor de masa teórica, por ejemplo, se utilizó la pesa patrón con un valor nominal de 200 g y la pesa patrón cuyo valor nominal fue de 50 g para obtener una masa final teórica de 250 g, esto se debió a que los marcos de pesas patrón no contaban con las necesarias para seleccionar una sola pesa y determinar el valor propuesto.

El procedimiento se muestra en el anexo 13.

3.6.4 Tratamiento de datos obtenidos en la prueba de linealidad.

Ésta prueba permite obtener la incertidumbre expandida de las lecturas de la balanza, con la ecuación:

$$U_{exp} = u_{com}k \quad (51)$$

Donde:

U_{exp} = Incertidumbre expandida.

u_{com} = Incertidumbre combinada.

k = Factor de cobertura con un valor de 2.

Como se puede observar es necesario determinar el valor de la incertidumbre combinada correspondiente a la siguiente ecuación:

$$u_{com} = \sqrt{u_A^2 + u_B^2 + u_{rep}^2} \quad (52)$$

Donde:

u_{com} = Incertidumbre combinada.

u_A = Incertidumbre tipo A.

u_B = Incertidumbre tipo B.

u_{rep} = Es la incertidumbre obtenida en la prueba de repetibilidad.

A continuación se describen las ecuaciones necesarias para calcular cada factor de la incertidumbre combinada.

Obtener la incertidumbre tipo A (u_A) con la ecuación:

$$u_A = \frac{s}{\sqrt{2}} t \quad (53)$$

Donde:

u_A = Incertidumbre tipo A (g).

s = Desviación típica de los ajustes de las mediciones (g).

t = Factor basado en la distribución "t" de Student con valor de 1,84 y un nivel de confianza del 68,27%

La desviación típica o estándar de los ajustes de las mediciones se obtiene con la ecuación siguiente:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (LiA - LiA_x)^2}{n-1}} \quad (54)$$

Donde:

s = Desviación típica de los ajustes de las mediciones.

\overline{LiA} = Promedio de los ajustes correspondiente a las masas ascendentes y descendentes.

LiA_x = Lectura registrada en la balanza de la masa ascendente o masa descendente según corresponda.

n = Número de mediciones.

Para calcular el promedio de los ajustes es decir, el dato que se obtuvo al colocar la masa ascendente de 50 g y el dato obtenido de la masa descendente de 50 g se utilizó la siguiente ecuación:

$$\overline{LiA} = \frac{LiA_a + LiA_d}{n} \quad (55)$$

Donde:

\overline{LiA} = Promedio de los ajustes de las masas ascendentes y descendentes (g).

LiA_a = Ajuste correspondiente a las mediciones de las pesas patrón utilizadas para las masas ascendentes.

LiA_d = Ajuste correspondiente a las mediciones de las pesas patrón utilizadas para las masas descendentes.

n = Número de mediciones, en este caso, 2.

Los ajustes de las masas registradas se obtienen como:

$$LiA_a = Li_a - (\overline{X}_a) \quad (56)$$

$$LiA_d = Li_d - (\overline{X}_d) \quad (57)$$

Donde:

LiA_a = Ajuste de las masas ascendentes. Las cuales son 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350, 400, 450, 500, 550 y 600 g

LiA_d = Ajuste de las masas descendentes. Las cuales son 600, 550, 500, 450, 400, 350, 300, 250, 200, 150, 100 y 50 g

Li_a = Lecturas obtenidas de la balanza al realizar la carga de las pesas patrón correspondiente a las masas ascendentes.

Li_d = Lecturas obtenidas de la balanza al realizar la carga de las pesas patrón correspondiente a las masas descendentes.

\bar{x}_a = Promedio de las lecturas del peso muerto antes de colocar y después de retirar la pesa patrón correspondiente a las masas ascendentes.

\bar{x}_d = Promedio de las lecturas del peso muerto antes de colocar y después de retirar la pesa patrón correspondiente a las masas descendentes.

Obtener el ajuste de las masas ascendentes como:

$$Li_a = LiA_a - \overline{LiA} \quad (58)$$

Donde:

Li_a = Ajuste de las masas ascendentes

LiA_a = Ajuste correspondiente a las mediciones de las pesas patrón utilizadas para las masas ascendentes.

\overline{LiA} = Promedio de los ajustes de las masas ascendentes y descendentes.

Calcular el ajuste de las masas descendentes como:

$$Li_d = LiA_d - \overline{LiA} \quad (59)$$

Donde:

L_{id} = Ajuste de las masas descendentes (g).

L_{iA_d} = Ajuste correspondiente a las mediciones de las pesas patrón utilizadas para las masas descendentes.

$\overline{L_{iA}}$ = Promedio de los ajustes de las masas ascendentes y descendentes.

La incertidumbre tipo B se determinó utilizando las incertidumbres individuales de las pesas patrón seleccionadas las cuales se encuentran registradas en el informe de calibración. Por ejemplo, cuando se registra el valor de la masa teórica de 150 g, las incertidumbres tipo B seleccionadas del informe de calibración serán las que correspondan a la pesa patrón de 50 g y la pesa patrón de 100 g.

$$u_B = \sqrt{u_{B_1}^2 + u_{B_2}^2 + u_{B_x}^2} \quad (60)$$

Donde:

u_B = Incertidumbre tipo B.

u_{B_1} = Incertidumbre de la pesa patrón número 1.

u_{B_2} = Incertidumbre de la pesa patrón número 2.

u_{B_x} = Incertidumbre de la pesa patrón número x utilizada.

3.6.5 Resultados de la prueba de linealidad.

En la tabla 24 se muestran los datos de la masa teórica y los registros de la lectura utilizando las diversas pesas patrón, así como los ajustes calculados.

Tabla 24. Resultados de las masas registradas en la prueba de linealidad.

Lecturas de la balanza	Masa teórica (g)	Masa registrada (g)	Ajustes (g) LiA _a y LiA _d
A	0	0,000	
1	50	50,000	50,000
B	0	0,000	
2	100	99,999	99,999
C	0	0,000	
3	150	149,999	149,999
D	0	0,000	
4	200	199,998	199,998
E	0	0,000	
5	250	249,998	249,999
F	0	-0,001	
6	300	299,997	299,998
G	0	0,000	
7	350	349,997	349,997
H	0	0,000	
8	400	399,997	399,997
I	0	0,000	
9	450	449,996	449,997
J	0	-0,001	
10	500	499,995	499,996
K	0	-0,001	
11	550	549,996	549,997
L	0	0,000	
12	600	599,995	599,996
M	0	-0,001	
13	600	599,995	599,996
N	0	-0,001	
14	550	549,995	549,997
O	0	-0,002	
15	500	499,995	499,997
P	0	-0,001	
16	450	449,995	449,996

Tabla 24. Continuación.

Q	0	-0,001	
17	400	399,996	399,997
R	0	-0,001	
18	350	349,996	349,997
S	0	-0,001	
19	300	299,997	299,998
T	0	0,000	
20	250	249,998	249,998
U	0	0,000	
21	200	199,998	199,998
V	0	0,000	
22	150	149,999	149,999
W	0	0,000	
23	100	100,000	100,000
X	0	0,000	
24	50	50,000	50,000
Y	0	0,000	

Tabla 25. Condiciones ambientales durante la prueba de linealidad.

	Tamb (°C)	HR (%)	Patm (Pa)
Promedio	20,7	40,1	1010
Desviación estándar	1,1 E-01	3,0 E-01	2,0 E-01

En la tabla 26 son mostrados los resultados obtenidos de las masas ascendentes y descendentes, se muestran también los resultados de la masas promedios, ajuste de las masas ascendentes, ajuste de las masas descendentes y la desviación estándar de las mediciones.

Tabla 26. Resultados de los ajustes y desviación estándar de las mediciones de la prueba de linealidad.

Masa teórica (g)	Masa ascendente (g) L_{i_a}	Masa descendente (g) L_{i_d}	Masa promedio (g) $\overline{L_{iA}}$	Ajustes de las masas ascendente (g) L_{iA_a}	Ajustes de las masas descendentes (g) L_{iA_d}	Desviación estándar (s)
50	50,000	50,000	50,000	0	0	0
100	99,999	100,000	100,000	1,0 E-06	0	7,1E-04
150	149,999	149,999	149,999	0	0	0
200	199,998	199,998	199,998	0	0	0
250	249,999	249,998	249,999	0	1,0 E-06	7,1E-04
300	299,998	299,998	299,998	0	0	0
350	349,997	349,997	349,997	0	0	0
400	399,997	399,997	399,997	0	0	0
450	449,997	449,996	449,997	0	1,0 E-06	7,1E-04
500	499,996	499,997	499,997	1,0 E-06	0	7,1E-04
550	549,997	549,997	549,997	0	0	0
600	599,996	599,996	599,996	0	0	0

En la tabla 27 se registran:

Incertidumbre tipo A (u_A)

Incertidumbre tipo B (u_B)

Incertidumbre de la prueba de repetibilidad (u_{rep})

Incertidumbre combinada (u_{com})

Incertidumbre expandida (U_{exp})

También se muestra el valor del error máximo tolerado indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994.

La palabra “cumple” indica que la incertidumbre expandida cumple con el error máximo tolerado.

Tabla 27. Incertidumbres en la prueba de linealidad y error máximo tolerado.

Masa teórica (g)	uA	uB	Urep	ucomb	Uexp	EMT	Cumple con el EMT
50	0,0	1,2 E-10	1,5 E-04	1,5 E-04	3,0 E-04	0,5	Si
100	9,2 E-04	3,2 E-10	1,5 E-04	9,3 E-04	1,9 E-03	1,0	Si
150	0,0	4,5 E-10	1,5 E-04	1,5 E-03	3,0 E-04	1,0	Si
200	0,0	2,5 E-09	1,5 E-04	1,6 E-04	3,2 E-04	1,0	Si
250	9,2 E-04	2,6 E-09	1,5 E-04	9,3 E-04	1,9 E-03	1,5	Si
300	0,0	2,8 E-09	1,5 E-04	1,6 E-04	3,2 E-04	1,5	Si
350	0,0	2,9 E-09	1,5 E-04	1,6 E-04	3,2 E-04	1,5	Si
400	0,0	5,0 E-09	1,5 E-04	1,7 E-04	3,3 E-04	1,5	Si
450	9,2 E-04	5,1 E-09	1,5 E-04	9,3 E-04	1,9 E-03	1,5	Si
500	9,2 E-04	5,3 E-09	1,5 E-04	9,3 E-04	1,9 E-03	1,5	Si
550	0,0	5,4 E-09	1,5 E-04	1,7 E-04	3,3 E-04	1,5	Si
600	0,0	6,0 E-09	1,5 E-04	1,7 E-04	3,4 E-04	1,5	Si

Tabla 28. Incertidumbres de las masas en la prueba de linealidad

Masa teórica (g)	U ± g
50	3,0 E-04
100	1,9 E-03
150	3,0 E-04
200	3,2 E-04
250	1,9 E-03
300	3,2 E-04
350	3,2 E-04
400	3,3 E-04
450	1,9 E-03
500	1,9 E-03
550	3,3 E-04
600	3,4 E-04

3.6.6 Análisis de resultados.

Para las masas teóricas ascendentes de 100, 250, 450 y 500 g se obtuvo un valor de desviación estándar de 7,1 E-04 g. También se puede observar que los valores de las masas registradas por la balanza son similares entre ellos y similares a la masa teórica.

La incertidumbre expandida calculada en el presente capítulo, tiene valores entre 1,0 y 6,0 E-03 g, y entre 3,0 y 5,9 E-04 g. A pesar de los diferentes valores de incertidumbre obtenidos, la balanza cumplió con el error máximo tolerado indicado en la norma NOM-010-SCFI-1994 para cada masa teórica registrada.

Para el presente trabajo, se utilizó el valor de incertidumbre correspondiente a la masa teórica de 50 g (2,8 E-04 g). Esto se debió a que el siguiente instrumento a

calibrar era una pipeta serológica de 10 mL y por lo tanto, el valor más cercano a éste era 50 g.

Como se recordará, el objetivo principal del presente capítulo era determinar la incertidumbre de una balanza analítica realizando tres pruebas metrológicas: excentricidad, linealidad y repetibilidad.

3.6.7 Conclusiones.

Se obtuvieron valores de incertidumbre para cada masa teórica en la prueba de linealidad.

La balanza cumple con el error máximo tolerado indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994 Instrumentos de medición- Instrumentos para pesar de Funcionamientos no automáticos- Requisitos Técnicos y Metrológicos.

Capítulo IV.
Calibración de instrumentos para entregar volúmenes.

Capítulo IV

Calibración de instrumentos para entregar volúmenes

En el presente capítulo se muestra el tratamiento de los datos experimentales obtenidos así como los resultados, análisis de resultados y conclusiones de la calibración de una pipeta serológica de 10 mL.

4.1 Introducción

De acuerdo a la Norma Mexicana NMX-BB-086 Utensilios y recipientes volumétricos de vidrio para laboratorio – especificaciones ⁽¹⁰⁾, un recipiente volumétrico es aquél destinado a contener o medir volúmenes determinados de líquidos; dependiendo de su uso y forma se les denomina: vaso de precipitados, matraz, bureta, pipeta, probeta y tubo.

Para la realización del siguiente capítulo fue utilizada una pipeta serológica o bacteriológica la cual consta solamente de un tubo con punta, la punta era plana y de forma cónica, perpendicular al eje vertical del instrumento y esmerilada. Las pipetas tienen una o varias marcas grabadas en el cuerpo, las cuales sirven para definir el volumen. Existen dos tipos de volúmenes: ⁽¹⁰⁾

Volumen para contener en la calibración, consiste en la determinación del volumen de agua requerido para llenar el utensilio o recipiente hasta la marca.

Volumen para entregar, consiste la determinación del volumen del agua que puede ser vaciado del utensilio o recipiente en condiciones especificadas después del llenado.

En los dos casos es necesario llenar la pipeta con agua o líquido hasta el volumen de referencia, esto involucra el ajuste de la altura de la superficie del líquido para que coincida con el plano horizontal a través de la marca o línea de aforo.⁽¹⁰⁾

En la figura 39 se muestra una lectura correcta del instrumento.

Cuando se calibra una pipeta serológica, no es necesario pesarla debido a que se clasifica como un instrumento para entregar volúmenes, por lo que el volumen entregado es pesado en otro recipiente para posteriormente obtener la masa de agua entregada por la pipeta⁽¹⁰⁾. Al método utilizado para la calibración de pipetas serológicas se le llama gravimétrico, el cual se fundamenta en la determinación de la masa de agua grado reactivo; se registran los valores de temperatura ambiente, temperatura del agua, presión atmosférica y humedad relativa para realizar la evaluación del volumen a la temperatura de referencia la cual es de 20 °C.

La densidad del agua grado reactivo se conoce en función de la temperatura de la misma. La densidad del aire debe ser calculada con datos obtenidos de presión atmosférica, humedad relativa y temperatura los cuales se muestran en el capítulo VI.⁽¹¹⁾

En la siguiente figura se muestran las fuentes de incertidumbre involucradas en la calibración de la pipeta serológica de 10 mL.

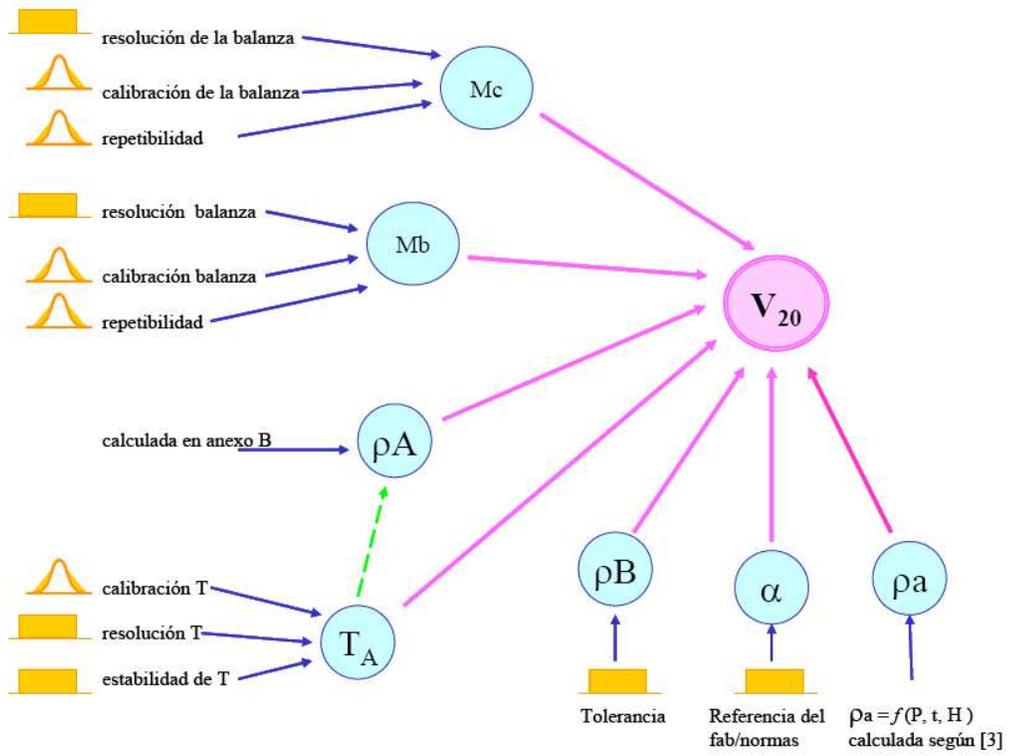


Figura 38. Fuentes de incertidumbre en la calibración de una pipeta serológica. ⁽⁸⁾



Figura 39. Lectura correcta del instrumento.

4.2 Objetivos.

1. Determinar el volumen entregado por una pipeta serológica con un valor nominal de 10 mL.
2. Calcular las incertidumbres en las mediciones de los volúmenes calibrados.

4.3 Características del instrumento para entregar volúmenes.

Pipeta serológica.

Material: Borosilicato.

Alcance nominal: de 0,5 a 10mL

Resolución: 0,1 mL

Marca: Pyrex.



Figura 40. Pipeta serológica.

El instrumento fue seleccionado debido a que presentaba las mejores características en comparación con otros instrumentos disponibles en el Laboratorio de Física de la UNAM, por ejemplo: a lo largo de la escala de medición no tenía defectos visibles, el alcance nominal fue suficiente para los volúmenes seleccionados y las líneas de graduación eran definidas.

4.4 Materiales e instrumentos necesarios en la calibración de instrumentos para entregar volúmenes.

Balanza analítica.

Clase de exactitud: Especial 1

Modelo: EP613C

Marca: Ohaus

Capacidad 610 g

Resolución: 0,001 g

Escalón de verificación: 0,001 g

*Incertidumbre: 1,9 E-03 g



Figura 41. Balanza analítica.

*Los cálculos matemáticos de incertidumbre del instrumento se muestran en el capítulo III, el procedimiento de la calibración es mostrado en los anexos 9, 11 y 13.

Termómetro de inmersión parcial.

Marca: Brannan.

Alcance nominal: - 20,0 a 110,0 °C

Resolución: 1 °C

**Incertidumbre: 7,0 E-01 °C

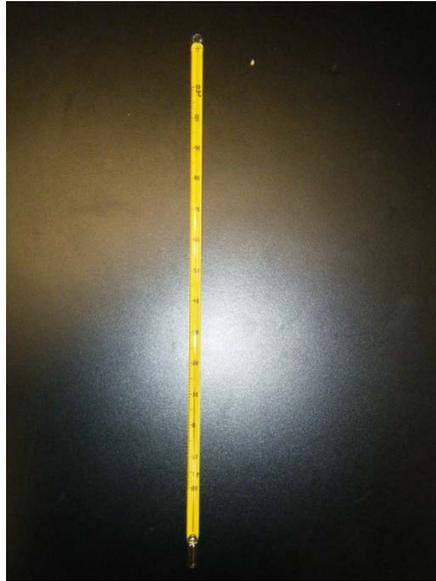


Figura 42. Termómetro de inmersión parcial.

**Los detalles del cálculo de incertidumbre se muestran en el capítulo II. El procedimiento de calibración se muestra en el anexo 5.

Se utilizaron instrumentos de medición auxiliares para registrar las condiciones ambientales, a continuación se mencionan las características de los mismos:

- Higrómetro.
Marca: Extech
Resolución: 1% HR
*Incertidumbre: 1% HR



Figura 43. Higrómetro

- Barómetro.
Marca: Extech
Resolución: 1 Pa
*Incertidumbre: 1 Pa



Figura 44. Barómetro.

- Multímetro (se utilizó en el modo de temperatura).
Marca: Extech
Resolución: 1 °C
Incertidumbre: 3% °C



Figura 45. Multímetro.

*Debido a que los instrumentos no contaban con el manual de operación, ni certificado de calibración, se toma como incertidumbre el valor de la resolución de cada instrumento.

Materiales.

- Agua grado reactivo. Las características del agua se mencionan en el capítulo V.
- 1 Vaso de precipitados de 150 mL marca Pyrex.
- 20 Tubos de ensayo de 13 X 100 mm marca Pyrex.
- 1 Perilla de succión.

- Un par de guantes de látex libres de talco en su interior.

4.5 Procedimiento de la calibración de instrumentos para entregar volúmenes.

Antes de comenzar con la calibración de la pipeta serológica, es importante que el material a utilizar se encuentre limpio y seco. Se realiza la limpieza del material como se indicó en el capítulo I.

Para realizar el procedimiento de calibración de la pipeta serológica de 10 mL, fueron seleccionados cuatro puntos (volúmenes) a lo largo de la escala de medición de la pipeta. Los volúmenes seleccionados fueron: 1, 5, 7 y 10 mL.

El procedimiento propuesto para la calibración de la pipeta serológica se muestra en el anexo 16, éste procedimiento se basó en utilizar un vaso de precipitados el cual fue colocado en el centro del platillo de la balanza y dentro del vaso un tubo de ensayo.

La balanza analítica fue ajustada a cero antes de realizar cada medición para posteriormente depositar el agua grado reactivo en el tubo de ensayo correspondiente.

La experiencia observada durante los procedimientos de calibración realizados por los alumnos en el laboratorio de Física de la UNAM, permitieron la propuesta del procedimiento debido a que se sabe que en dichos laboratorios no se cuentan con las condiciones necesarias para controlar los factores ambientales como lo son: presión, temperatura y humedad relativa, para llevar a cabo una calibración de forma rigurosa como se indican en la Norma Mexicana NMX-BB-086-1982. Utensilios y recipientes volumétricos de vidrio para laboratorio - especificaciones ⁽¹⁰⁾ y en la Guía técnica sobre trazabilidad e incertidumbre en los servicios de calibración de recipientes volumétricos por el método gravimétrico ⁽¹¹⁾, sin embargo

para realizar la calibración formalmente se llevó a cabo un registro de los factores ambientales antes mencionados.

4.6. Tratamiento de datos obtenidos en la calibración de instrumentos para la determinación de volúmenes.

Es necesario determinar el volumen a una temperatura de referencia cuyo valor es de 20 °C utilizando la siguiente ecuación:

$$V_{R20} = (M) \left(\frac{1}{\rho_A - \rho_a} \right) \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_B} \right) [1 - \alpha(t_A - t_R)] \quad (61)$$

Donde:

V_{20} = Volumen del recipiente a la temperatura de referencia de 20 °C, en mL

M = Masa entregada por el recipiente a calibrar en g; el valor de la masa es la que se obtiene de la diferencia entre la medición de la masa del recipiente lleno (M_2) y la masa del recipiente vacío (M_1). En el presente trabajo son las lecturas de la balanza cuando el líquido fue depositado en el tubo de ensayo con el ajuste a cero antes de cada medición.

ρ_A = Densidad del agua grado reactivo en g mL^{-1} calculada en el capítulo V

ρ_a = Densidad del aire en g mL^{-1} calculada en el capítulo VI

ρ_B = Densidad de las masas de la balanza en g mL^{-1}

α = Coeficiente de dilatación cúbica del recipiente en $^{\circ}\text{C}^{-1}$

t_A = Temperatura del agua durante la medición en °C

t_R = Temperatura de referencia con un valor 20 °C

A continuación se describe cada factor.

$\left(\frac{1}{\rho_A - \rho_a}\right)$ = Factor de corrección por el efecto de empuje del aire sobre el agua.

$\left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_B}\right)$ = Factor de corrección por el efecto del empuje del aire ocupado por la masa imaginaria de la balanza.

$[1 - \alpha(t_A - t_R)]$ = Factor de corrección por temperatura, relación del coeficiente de dilatación cúbica del recipiente con la temperatura de trabajo y la temperatura de referencia (20 °C)

La incertidumbre del volumen se obtiene con base a la relación matemática de la ley de propagación de incertidumbres, de la ecuación (50) la cual se muestra a continuación:

$$u_{VR20} = \sqrt{\left(\frac{\delta_{VR20}}{\delta(M)} u_{balanza}\right)^2 + \left(\frac{\delta_{VR20}}{\delta(\rho_A)} u_{\rho_A}\right)^2 + \left(\frac{\delta_{VR20}}{\delta(\rho_a)} u_{\rho_a}\right)^2 + \left(\frac{\delta_{VR20}}{\delta(\rho_B)} u_{\rho_B}\right)^2 + \left(\frac{\delta_{VR20}}{\delta(\alpha)} u_{\alpha}\right)^2 + \left(\frac{\delta_{VR20}}{\delta(T)} u_{T_A}\right)^2}$$

(62)

Donde:

u_{VR20} = Incertidumbre del volumen a 20 °C.

$u_{balanza}$ = Incertidumbre de la balanza, tomada del certificado de calibración de la balanza.

u_{ρ_A} = Incertidumbre de la densidad del agua calculada en el capítulo V.

u_{ρ_a} = Incertidumbre de la densidad del aire calculada en el capítulo VI.

u_{ρ_B} = Incertidumbre de la densidad de las pesas usadas en la calibración de la balanza.

u_{α} = Incertidumbre del coeficiente de dilatación cúbica.

u_{T_A} = Incertidumbre de la medición de la temperatura del agua grado reactivo.

Para calcular la contribución de cada fuente se utiliza la siguiente ecuación:

$$C = c_x u_x \quad (63)$$

Donde:

C = Contribución de cada fuente.

c_x = Coeficiente de sensibilidad de cada fuente.

u_x = Incertidumbre de cada fuente.

Combinación y coeficientes de sensibilidad.

Para incorporar las diferentes contribuciones a la incertidumbre del volumen a 20 °C, se necesita conocer el coeficiente de sensibilidad (c_x) y la incertidumbre (u_x) de cada fuente en base al modelo de la ecuación (50) derivándola con respecto a las diversas variables se obtienen los coeficientes de sensibilidad siguientes:

$$\frac{\delta V_{R20}}{\delta (M)} = \left(\frac{1}{\rho_A - \rho_a} \right) \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_B} \right) [1 - \alpha(t_A - t_R)] \quad (64)$$

$$\frac{\delta V_{R20}}{\delta (\rho_A)} = (M) \left(\frac{-1}{(\rho_A - \rho_a)^2} \right) \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_B} \right) [1 - \alpha(t_A - t_R)] \quad (65)$$

$$\frac{\delta V_{R20}}{\delta (\rho_a)} = (M) \left[\left(\frac{-1}{\rho_B (\rho_A - \rho_a)} \right) - \left(\frac{\rho_B - \rho_a}{\rho_B} \right) \left(\frac{1}{(\rho_A - \rho_a)^2} \right) \right] [1 - \alpha(t_A - t_R)] \quad (66)$$

$$\frac{\delta V_{R20}}{\delta (\rho_B)} = (M) \left(\frac{1}{\rho_A - \rho_a} \right) \left(-\frac{\rho_a}{\rho_B^2} \right) [1 - \alpha(t_A - t_R)] \quad (67)$$

$$\frac{\delta V_{R20}}{\delta(\alpha)} = (M) \left(\frac{1}{\rho_A - \rho_a} \right) \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_B} \right) (t_R - t_a) \quad (68)$$

$$\frac{\delta V_{R20}}{\delta(t_a)} = (M) \left(\frac{1}{\rho_A - \rho_a} \right) \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_B} \right) (-\alpha) \quad (69)$$

Enseguida se describen las ecuaciones utilizadas para calcular la incertidumbre de cada fuente asociada al volumen entregado por la pipeta serológica de 10 mL.

La masa del recipiente con el agua grado reactivo cuenta con tres fuentes de incertidumbre:

a.1 Incertidumbre debida a la medición de la masa.

a.2 Incertidumbre atribuida a la resolución de la balanza.

a.3 Incertidumbre que corresponde a la calibración de la balanza.

a.1 Incertidumbre debida a la medición de la masa.

Como se mencionó anteriormente, se propuso un procedimiento para la calibración de instrumentos para entregar volúmenes donde se ajustó la balanza a cero antes de colocar el volumen seleccionado. Por lo tanto la incertidumbre fue calculada como una incertidumbre tipo A con los datos de la masa correspondiente al volumen entregado por la pipeta serológica como se muestra a continuación:

$$u_A = \frac{s}{\sqrt{n}} t \quad (70)$$

Donde:

u_A = Incertidumbre tipo A

s = Desviación estándar

n = Número de mediciones, para cada volumen se tiene un valor de 5

t = Factor basado en la distribución "t" de Student para una distribución normal con valor de 1,14 a un nivel de confianza del 68,27%

a.2 Incertidumbre por la resolución de la balanza.

$$u_{res} = \frac{\text{resolución}}{\sqrt{12}} \quad (71)$$

Donde:

u_{res} = Incertidumbre de resolución.

resolución = Indica la resolución de la balanza la cual es de 0,001 g

a.3 Incertidumbre por la calibración de la balanza.

$$u_{cal} = \frac{\text{incertidumbre}}{k} \quad (72)$$

Donde:

u_{cal} = Incertidumbre de calibración de la balanza.

incertidumbre = Indica la incertidumbre de la balanza registrada en el informe de calibración con un valor de 1,9 E-03 g

k = Factor de cobertura con un valor de 2.

La incertidumbre debido a la balanza se obtiene como:

$$u_{bal} = \sqrt{u_A^2 + u_{res}^2 + u_{cal}^2} \quad (73)$$

Donde:

u_{bal} = Incertidumbre debido a la balanza.

u_A = Incertidumbre tipo A.

u_{res} = Incertidumbre debida a la resolución de la balanza.

u_{cal} = Incertidumbre debida a la calibración de la balanza.

Otra fuente de incertidumbre relacionada a la densidad del agua grado reactivo es la incertidumbre debida a la densidad del agua (u_{ρ_A}) los detalles de su determinación son mostrados en el capítulo V.

La incertidumbre debida a la densidad del aire (u_{ρ}) y los detalles de su determinación se muestran en el capítulo VI.

La incertidumbre debida a la densidad de las pesas de la balanza (u_{ρ_B}) es un valor convencional, según la recomendación internacional No. 33 de la OIML el valor de α corresponde al coeficiente de expansión cúbica del vidrio de borosilicato y se determinó suponiendo una distribución rectangular como:

$$u_{\rho_B} = \frac{0,016}{\sqrt{12}} \quad (74)$$

Donde:

u_{ρ_B} = Incertidumbre de las pesas

La incertidumbre por el coeficiente de expansión cúbica del vidrio se obtuvo suponiendo una distribución rectangular:

$$u_{\alpha} = \frac{\alpha}{\sqrt{12}} \quad (75)$$

Donde:

u_{α} = Incertidumbre por el coeficiente de expansión cúbica del vidrio

α = 1,0 E-05

La determinación de la temperatura se encuentra asociada a tres fuentes de incertidumbre:

- a.1 Resolución del termómetro.
- a.2 Calibración del termómetro.
- a.3 Variaciones de la temperatura durante la calibración.

A continuación se detallan las ecuaciones para su determinación:

a.1 La incertidumbre debida a la resolución del termómetro se obtiene con la siguiente ecuación:

$$u(T_{A, \text{res}}) = \frac{\text{Rester}}{\sqrt{12}} \quad (76)$$

Donde:

$u(T_{A, \text{res}})$ = Incertidumbre debida a la resolución del termómetro.

Rester = Resolución del termómetro la cual es de 1 °C.

a.2 Calibración del termómetro.

$$u(T_A, \text{cal}) = \frac{u_B}{k} \quad (77)$$

Donde:

$u(T_A, \text{cal})$ = Incertidumbre debida a la calibración del termómetro.

u_B = Incertidumbre indicada en el informe de calibración.

k = Factor de cobertura con un valor de 2

a.3 Variaciones de la temperatura durante la calibración.

Las variaciones de la temperatura del agua durante la calibración, se obtienen cuando se mide la temperatura del agua grado reactivo al inicio y al final de la calibración.

$$u(T_A, \text{var}) = \frac{t^+ - t^-}{\sqrt{12}} \quad (78)$$

Donde:

$u(T_A, \text{var})$ = Incertidumbre debida a la variación de la temperatura.

t^+ = Valor de la temperatura al inicio de las mediciones.

t^- = Valor de la temperatura al final de las mediciones.

La incertidumbre que involucra a los tres términos anteriores se obtiene como:

$$u_{T_A} = \sqrt{u(T_A, \text{res})^2 + u(T_A, \text{cal})^2 + u(T_A, \text{var})^2} \quad (79)$$

Donde:

u_{T_A} = Incertidumbre debida a la temperatura.

$u(T_{A, res})$ = Incertidumbre debida a la resolución del termómetro.

$u(T_{A, cal})$ = Incertidumbre debida a la calibración del termómetro.

$u(T_{A, var})$ = Incertidumbre debida a la variación de la temperatura.

4.7 Resultados.

En la tabla 29 se muestran los resultados obtenidos de la cantidad de volumen entregado por la pipeta en unidades de masa, presión atmosférica, humedad relativa, temperatura de la pipeta, temperatura del líquido, densidad del agua, densidad del aire, densidad de las pesas de la balanza es un valor convencional según la recomendación internacional No. 33 de la OIML y el valor de α corresponde al coeficiente de expansión cúbica del vidrio de borosilicato.

Tabla 29. Promedio de las mediciones en la calibración de instrumentos para entregar volúmenes.

Volumen (mL)	Masa promedio (g)	Patm (Pa)	HR (%)	T pipeta (°C)	T líquido (°C)	Densidad del agua (gmL ⁻¹) (ρ_A)	Densidad del aire (gmL ⁻¹) (ρ_a)	(ρ_B) (gmL ⁻¹)	α (K ⁻¹)
1	1,0	100800	46,8	16,2	17	0,998	0,001	8	1,0 E-05
5	4,9	100800	46,8	17,2	11	0,999	0,001	8	1,0 E-05
7	6,8	100800	47,0	16,2	11	0,999	0,001	8	1,0 E-05
10	9,8	100800	47,4	16,2	11	0,999	0,001	8	1,0 E-05

En la siguiente tabla se muestran los coeficientes de sensibilidad calculados por derivación parcial respecto a cada variable de la ecuación (50), las ecuaciones para cada coeficiente de sensibilidad son determinados con las ecuaciones (53) a (58) utilizando el volumen correspondiente.

Donde:

$\frac{\delta V_{R20}}{\delta (M)}$ = Derivada parcial del volumen del agua entregado por la pipeta, con

respecto a la masa del recipiente.

$\frac{\delta V_{R20}}{\delta (\rho_A)}$ = Derivada parcial del volumen del agua entregado por la pipeta, con

respecto a la densidad del agua.

$\frac{\delta V_{R20}}{\delta (\rho_a)}$ = Derivada parcial del volumen del agua entregado por la pipeta, con

respecto a la densidad del aire.

$\frac{\delta V_{R20}}{\delta (\rho_B)}$ = Derivada parcial del volumen del agua entregado por la pipeta, con

respecto a la densidad de las pesas de la balanza.

$\frac{\delta V_{R20}}{\delta (\alpha)}$ = Derivada parcial del volumen del agua entregado por la pipeta, con

respecto al coeficiente de expansión cúbica del vidrio.

$\frac{\delta V_{R20}}{\delta (T_A)}$ = Derivada parcial del volumen del agua entregado por la pipeta, con

respecto a la temperatura del agua durante cada medición.

Tabla 30. Coeficientes de sensibilidad para cada fuente en la calibración de instrumentos para entregar volúmenes.

Volumen (mL)	$\frac{\delta V_{R20}}{\delta(M)}$	$\frac{\delta V_{R20}}{\delta(\rho_A)}$	$\frac{\delta V_{R20}}{\delta(\rho_a)}$	$\frac{\delta V_{R20}}{\delta(\rho_B)}$	$\frac{\delta V_{R20}}{\delta(\alpha)}$	$\frac{\delta V_{R20}}{\delta(T_A)}$
1	1,0	-1,0	9,0 E-01	2,0 E-05	3,0	-1,0 E-05
5	1,0	-4,9	4,3	8,0 E-05	44,2	-5,0 E-05
7	1,0	-6,8	6,0	1,1 E-05	61,3	-7,0 E-05
10	1,0	-9,8	8,6	1,5 E-05	88,3	-1,0 E-05

En la siguiente tabla se muestran las incertidumbres de cada fuente, los valores de las incertidumbres de la densidad del agua y densidad del aire fueron tomados del capítulo V y VI respectivamente.

Tabla 31. Incertidumbres debidas a cada fuente de medición durante la calibración de instrumentos para entregar volúmenes.

Volumen (mL)	u _{bal}	u _{ρA}	u _{ρa}	u _{ρB}	u _α	u _{TA}
1	1,4 E-02	9,3 E-05	4,5 E-06	4,6 E-02	2,9 E- 06	1,8
5	2,6 E-02	9,8 E-05	4,5 E-06			
7	2,2 E-02	4,6 E-05	4,2 E-06			
10	6,2 E-03	5,4 E-05	4,5 E-06			

En la tabla 32 se muestra la contribución de cada fuente, calculada con la ecuación (52)

Tabla 32. Contribución de cada fuente en la calibración de instrumentos para entregar volúmenes.

Volumen (mL)	$\frac{\delta V_{R20}}{\delta(M)} \mu M$	$\frac{\delta V_{R20}}{\delta(\rho_A)} \mu \rho_A$	$\frac{\delta V_{R20}}{\delta(\rho_a)} \mu \rho_a$	$\frac{\delta V_{R20}}{\delta(\rho_B)} \mu \rho_B$	$\frac{\delta V_{R20}}{\delta(\alpha)} \mu \alpha$	$\frac{\delta V_{R20}}{\delta(T_A)} \mu T_A$
1	1,4 E-02	-9,0 E-05	4,0 E-06	8,4 E-07	8,5 E-06	-2,0 E-05
5	2,6 E-02	-4,8 E-04	2,0 E-05	4,2 E-06	1,0 E-04	-9,0 E-05
7	2,2 E-02	-3,1 E-04	2,5 E-05	6,0 E-06	2,0 E-04	-1,0 E-04
10	6,3 E-03	-5,3 E-04	4,0 E-05	8,5 E-06	2,5 E-04	-2,0 E-04

En la siguiente tabla se muestran los volúmenes calibrados entregados por la pipeta, así como la incertidumbre combinada. Estos datos son calculados con las ecuaciones (50) y (51) respectivamente.

Tabla 33. Incertidumbres de los volúmenes entregados por la pipeta serológica de 10 mL.

Volumen teórico (mL)	Volumen calibrado V_{R20} (mL)	$U_{V_{R20}}$ (mL)
1	1,0	2,0 E-02
5	4,9	4,0 E-02
7	6,9	3,0 E-02
10	9,8	1,0 E-02

4.8 Análisis de resultados.

En la tabla 33 se muestran los resultados obtenidos de la calibración de la pipeta serológica de borosilicato de 10 mL a la temperatura de referencia (V_{R20}) así como el valor de la incertidumbre.

Como se puede observar, el volumen calibrado es similar en un 98% en comparación con el volumen teórico, las incertidumbres calculadas para cada volumen se encuentran en un intervalo de 1,0 E-02 a 3,0 E-02 mL.

Existen diversas fuentes de contribución en la incertidumbre de las mediciones realizadas, entre ellas tenemos: la incertidumbre de la balanza analítica, la incertidumbre del termómetro de inmersión parcial, densidad de las pesas de la balanza, el coeficiente de expansión cúbica del vidrio, la densidad del agua y del aire.

Es importante tomar algunas consideraciones cuando se mide el volumen de un líquido, por ejemplo, el instrumento debe ser perpendicular a la vista de la persona que realiza las mediciones, la lectura que registra la balanza no debe variar durante un período de 30 segundos, las mediciones las debe realizar la misma persona y de manera similar para evitar variaciones.

4.9 Conclusiones.

Se determinó el volumen entregado por la pipeta serológica utilizando así como la incertidumbre de la pipeta serológica la cual tiene un valor de 1,0 E-02 mL.

Capítulo V

Determinación de la densidad del agua grado reactivo

Capítulo V

Determinación de la densidad del agua grado reactivo

En el presente capítulo se muestran el tratamiento de datos, resultados obtenidos, análisis de resultados y conclusiones en la determinación de la densidad del agua grado reactivo.

5.1 Introducción

El agua es utilizada como referencia en diversos campos de la ciencia debido a sus propiedades físicas y químicas ⁽⁹⁾, en el presente trabajo fue determinada su densidad, utilizando la ecuación de Kell modificada la cual se muestra a continuación:⁽⁸⁾

$$\rho_A = 999,85308 + 6,32693E^{-2}T_A - 8,523829E^{-3}T_A^2 + 6,943248E^{-5}T_A^3 - 3,821216E^{-7}T_A^4 \quad (80)$$

Donde:

ρ_A = Densidad del agua expresada en gmL^{-1}

T_A = Temperatura ambiente expresada en $^{\circ}\text{C}$

En general la densidad de una sustancia varía cuando se cambia la presión o la temperatura como se muestra a continuación:

- ✓ Cuando se aumenta la presión, la densidad aumenta.

- ✓ Al aumentar la temperatura la densidad disminuye si la presión permanece constante. El agua es una excepción a ésta regla ya que la densidad disminuye en un intervalo de 0 a 4 °C, es por ésta razón que el agua sólida (hielo) flota en el agua líquida.

En el presente capítulo se determinó la densidad del agua grado reactivo a una presión ambiental y temperatura constantes.

En la figura 47 se muestra la principal fuente de incertidumbre que afecta al valor de la densidad del agua la cual es la temperatura.

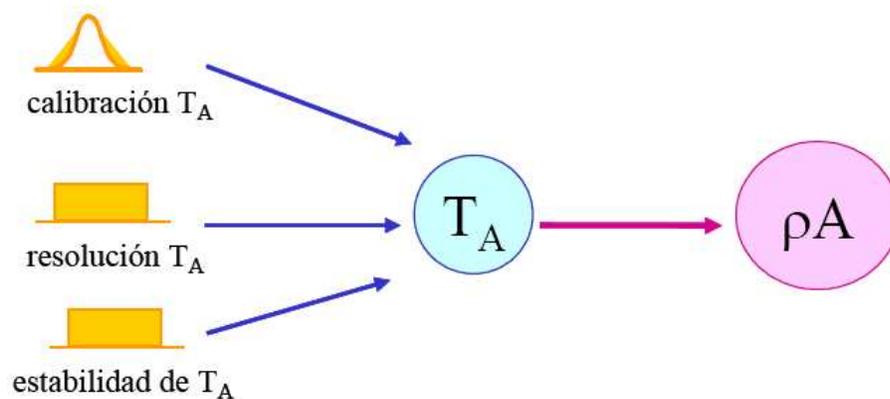


Figura 47. Fuentes de incertidumbre involucradas en la densidad del agua. ⁽⁸⁾

Para determinar la densidad del agua grado reactivo, fue necesario realizar mediciones de masa y volumen, los valores de masa se obtuvieron utilizando una balanza analítica y para los valores de volumen una pipeta serológica de 10 mL. Era necesario que ambos instrumentos se encontraran calibrados para que los resultados contaran con una trazabilidad en las mediciones.

En la determinación de la densidad del agua grado reactivo se utilizó el método gravimétrico, en el cual se determina la masa del volumen entregado por la pipeta ajustando a cero la balanza analítica antes de cada medición.

5.2 Objetivos.

1. Determinar el valor de la densidad del agua grado reactivo mediante la ecuación de Kell modificada para los siguientes volúmenes: 1, 5, 7 y 10 mL.
2. Calcular las incertidumbres de la densidad a cada volumen seleccionado.

5.3 Características de los instrumentos y materiales utilizados en la determinación de la densidad del agua grado reactivo.

Termómetro de inmersión parcial.

Marca: Brannan

Alcance nominal: -20,0 a 110,0 °C

Resolución: 1 °C

* Incertidumbre: 7,0 E-01 °C



Figura 48. Termómetro de inmersión parcial.

*Los detalles del cálculo de incertidumbre se muestran en el capítulo II. El procedimiento de calibración se muestra en el anexo 5

Balanza analítica

Clase de exactitud: Especial 1

Modelo: EP613C

Marca: Ohaus

Capacidad 610 g

Resolución: 0,001 g

Escalón de verificación: 0,001 g

** Incertidumbre: 1,9 E-03 g



Figura 49. Balanza analítica.

**Los cálculos matemáticos de incertidumbre del instrumento se muestran en el capítulo III, los procedimientos de la calibración son mostrados en los anexos 9, 11 y 13.

Pipeta serológica de 10 mL

Marca: Pyrex

Alcance nominal 0,5 a 10 mL

Resolución: 0,1 mL

*** Incertidumbre: $1,0 \text{ E-}02 \text{ mL}$



Figura 50. Pipeta serológica.

***El cálculo de incertidumbre se muestra en el capítulo IV, en cuanto al procedimiento se muestra en el anexo 16.

Como instrumentos auxiliares se utilizaron:

- Barómetro.
Marca: Extech
Resolución: 1 Pa
*Incertidumbre: 1 Pa



Figura 51. Barómetro.

- Higrómetro.
Marca: Extech
Resolución: 1 % HR
*Incertidumbre: 1% HR



Figura 52. Higrómetro.

- Multímetro (se utilizó en modo de temperatura).
Marca: Extech
Resolución: 1 °C
Incertidumbre: 3% °C



Figura 53. Multímetro.

*Debido a que los instrumentos no contaban con el manual de operación, ni certificado de calibración, se toma como incertidumbre el valor de la resolución de cada instrumento.

Materiales.

- Un par de guantes de látex libres de talco en su interior.
- 1 Vaso de precipitados de 150 mL marca Pyrex.
- 20 tubos de ensayo de 13 x 100 mm marca Pyrex.
- Agua grado reactivo.

- 1 Perilla de succión.

5.4 Procedimiento para la determinación de la densidad del agua grado reactivo.

Fue necesario que el agua grado reactivo a utilizar estuviera desgasificada un día antes de la determinación de la densidad o de la calibración del instrumento, esto se logró calentándola en un recipiente limpio con agitación constante por medio de un agitador magnético hasta su ebullición. ⁽¹⁸⁾

Como se mencionó anteriormente, la determinación de la densidad del agua grado reactivo se realizó con los datos de masa y volumen obtenidos en la calibración de pipeta serológica. Por lo tanto, el procedimiento realizado es el mismo para las dos determinaciones.

5.5. Tratamiento de datos para la determinación de la densidad del agua grado reactivo.

Calcular la densidad del agua grado reactivo mediante la siguiente ecuación 80, antes mencionada

$$\rho_A = 999,85308 + 6,32693E^{-2}T_A - 8,523829E^{-3}T_A^2 + 6,943248E^{-5}T_A^3 - 3,821216E^{-7}T_A^4 \quad (80)$$

Donde:

ρ_A = Densidad del agua expresada en $g \cdot mL^{-1}$

T_A = Temperatura ambiente expresada en $^{\circ}C$

La incertidumbre de la densidad del agua u_{ρ_A} se calcula multiplicando el coeficiente de sensibilidad C_{T_A} con la incertidumbre de la temperatura $u_c(T_A)$

$$u(\rho_A) = \sqrt{(C_{T_A} u_c(T_A))^2} \quad (81)$$

Donde:

$u(\rho_A)$ = Incertidumbre de la densidad del agua.

C_{T_A} = Coeficiente de sensibilidad de la temperatura.

$u_c(T_A)$ = Incertidumbre de la temperatura.

Coeficiente de sensibilidad de la temperatura.

El coeficiente de sensibilidad de la temperatura C_{T_A} se obtiene derivando el modelo matemático de la ecuación (80), con respecto a la temperatura, obteniéndose la siguiente ecuación:

$$C_{T_A} = 6,32693E^{-2} - 2(8,523829E^{-3} T_A) + 3(6,943248E^{-5} T_A^2) - 4(3,821216E^{-7} T_A^3) \quad (82)$$

Determinación de la incertidumbre debido a la temperatura.

La incertidumbre debido a la temperatura $u_c(T_A)$ se calcula sumando cuadráticamente las tres fuentes de incertidumbre indicadas en la siguiente ecuación:

$$u_c(T_A) = \sqrt{u_{res}^2 + u_{cal}^2 + u_{var}^2} \quad (83)$$

Donde:

$u_c(T_A)$ = Incertidumbre debida a la temperatura.

u_{res} = Incertidumbre debida a la resolución del termómetro.

u_{cal} = Incertidumbre debida a la calibración del termómetro.

u_{var} = Incertidumbre debida a la variación de la temperatura.

Como se observará, la incertidumbre debido a la temperatura $u_c(T_A)$ se encuentra formada por tres factores.

- a. Incertidumbre debida a la resolución del termómetro.
- b. Incertidumbre debida a la calibración del termómetro de inmersión parcial.
- c. Incertidumbre debida a las variaciones de temperatura del agua durante la calibración.

A continuación se muestran las ecuaciones para determinar la incertidumbre asociada a la temperatura.

a. Cálculo de la incertidumbre debido a la resolución del termómetro de inmersión parcial.

Para realizar el cálculo de la incertidumbre debida a la resolución del termómetro de inmersión parcial, es necesario evaluarla en base a una distribución rectangular utilizando el valor de la resolución del termómetro como se indica a continuación:

$$u_{res} = \frac{R_{ester}}{\sqrt{12}} \quad (84)$$

Donde:

u_{res} = Incertidumbre debida a la resolución del termómetro.

R_{ester} = Resolución del termómetro la cual es de 1 °C.

b. Incertidumbre debida a la calibración del termómetro de inmersión parcial.

Utilizando el certificado de calibración del termómetro de inmersión parcial donde se indica la incertidumbre y el factor de cobertura (k), se calcula la incertidumbre debida a la calibración del termómetro con la siguiente ecuación:

$$u_{cal} = \frac{u_B}{k} \quad (85)$$

Donde:

u_{cal} = Incertidumbre debida a la calibración del termómetro.

u_B = Incertidumbre del termómetro indicada en el informe de calibración.

k = Factor de cobertura con un valor de 2.

c. Incertidumbre debida a las variaciones de temperatura del agua durante la calibración.

Las variaciones de temperatura del agua de calibración se observan cuando se mide la temperatura del agua al inicio y al final de la calibración, se calcula como la incertidumbre estándar en la cual se supone una distribución rectangular con la siguiente ecuación:

$$u_{var} = \frac{t^+ - t^-}{\sqrt{12}} \quad (86)$$

Donde:

u_{var} = Incertidumbre debida a la variación de la temperatura.

t^+ = Valor de la temperatura al inicio de las mediciones.

t^- = Valor de la temperatura al final de las mediciones.

5.6 Resultados.

Utilizar el formato del anexo 18 para registrar los datos obtenidos.

En la tabla 34 se muestran los promedios de las lecturas registradas por la balanza de la masa del líquido a los volúmenes 1, 5, 7 y 10 mL.

Se incluyen los promedios de los resultados de:

Temperatura ambiente.

Presión atmosférica.

Humedad relativa.

Temperatura del líquido.

Así como los resultados de la temperatura del líquido a diferentes potencias.

Tabla 34. Promedio de las mediciones en la determinación de la densidad del agua.

Volumen (mL)	Masa (g)	Temperatura ambiente (°C)	Patm (Pa)	HR (%)	Temperatura del líquido (T _A) (°C)	T _A ² (°C)	T _A ³ (°C)	T _A ⁴ (°C)
1	1,0	17,4	100800	46,8	17,0	289	4913	83521
5	4,9	18,2	100800	46,8	11,0	121	1331	14641
7	6,8	18,4	100800	47,0	11,0	121	1331	14641
10	9,8	18,0	100800	47,4	11,0	121	1331	14641

En la siguiente tabla, se muestra la densidad del agua grado reactivo, los valores de temperatura a la cual se evaluó la densidad fue de 17°C y 11°C, ésta última tuvo el mismo valor a los volúmenes de 5 a 10 mL como se puede observar en la tabla anterior.

Tabla 35. Densidad del agua.

Volumen (mL)	Densidad del agua (ρ_A) (gmL^{-1})
1	0,998
5	0,999
7	0,999
10	0,999

Calculando la incertidumbre debida a la resolución del termómetro se tiene:

$$u_{res} = 0,3 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Se determinó la incertidumbre debida a la calibración del termómetro; el informe de calibración registró un valor de incertidumbre de $7,0 \text{ E-1 } ^\circ\text{C}$ con un factor de cobertura $k=2$. Se obtuvo:

$$u_{cal} = 0,35 \text{ } ^\circ\text{C}$$

En la tabla 36 se muestran los resultados obtenidos de la incertidumbre debida a las variaciones de la temperatura del agua durante la calibración (u_{var}):

Tabla 36. Incertidumbre debida a la variación de la temperatura durante la determinación de la densidad del agua.

Volumen (mL)	uvar (°C)
1	2,9 E-01
5	8,6 E-01
7	0,0
10	2,9 E-01

La tabla 37 muestra la incertidumbre debido a la temperatura ($u_c(T_A)$)

Tabla 37. Incertidumbre debido a la temperatura en la determinación de la densidad del agua.

Volumen (mL)	$u_c(T_A)$ (°C)
1	5,4 E-01
5	9,8 E-01
7	4,5 E-01
10	5,4 E-01

Combinación.

En la siguiente tabla se muestran los resultados de los coeficientes de sensibilidad de la temperatura.

Tabla 38. Coeficientes de sensibilidad de la temperatura.

Volumen (mL)	$C_t = \frac{\delta p_A}{\delta T_A}$
1	-1,7 E-04
5	-1,0 E-04
7	-1,0 E-04
10	-1,0 E-04

En la siguiente tabla se muestra la incertidumbre de la densidad del agua grado reactivo.

Tabla 39. Incertidumbre de la densidad del agua.

Vol (mL)	$u(\rho_A)$ (gmL^{-1})
1	9,3 E-05
5	9,8 E-05
7	4,6 E-05
10	5,4 E-05

Por último, en la tabla 40 se muestra la densidad del agua a los volúmenes correspondientes así como la incertidumbre de la misma.

Tabla 40. Densidad e incertidumbre del agua.

Volumen (mL)	Densidad agua ρ_A ($\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	Incertidumbre ($\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)
1	0,998	9,3 E-05
5	0,999	9,8 E-05
7	0,999	4,6 E-05
10	0,999	5,4 E-05

5.7 Análisis de resultados.

La densidad del agua se determinó por medio de la ecuación de Kell modificada en la cual se incluye el factor de la temperatura del líquido; como se observa, la densidad del agua es de $0,998 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$ con una incertidumbre de $9,03 \text{ E-}5 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$ para el volumen de 1 mL; $0,999 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$ para los volúmenes de 5, 7 y 10 mL y con una incertidumbre de $9,8 \text{ E-}05$; $4,6 \text{ E-}05$ y $5,4 \text{ E-}05 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$ respectivamente.

El resultado de la densidad del agua grado reactivo y el valor de la incertidumbre obtenidos mediante la ecuación de Kell modificada, tuvo un valor cercano a la reportada en la bibliografía ($\rho_A = 0,998265 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$ con una incertidumbre de $6,0 \text{ E-}05 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$)

Como se puede observar, el procedimiento utilizado para determinar la densidad del agua grado reactivo realizado en las instalaciones del Laboratorio 001-A de Física de la UNAM, dio como resultado un valor de incertidumbre similar al reportado en la bibliografía, aún cuando no se cuentan con las instalaciones necesarias en las cuales se regula la temperatura ambiente.

5.8 Conclusiones.

Se determinó la densidad del agua para los volúmenes 1, 5, 7 y 10 mL así como sus incertidumbres.

Capítulo VI
Determinación de la densidad del aire

Capítulo VI

Determinación de la densidad del aire

Para la realización del presente capítulo, fue necesario registrar valores de presión atmosférica, temperatura ambiente y humedad relativa durante la calibración de instrumentos para entregar volúmenes.

6.1 Introducción

La densidad del aire, es una magnitud de influencia común en la Metrología pero no es medida directamente; la densidad del aire es calculada tomando en cuenta condiciones experimentales de temperatura ambiente, presión atmosférica y humedad relativa. ⁽⁷⁾

A continuación se detallan los cálculos matemáticos realizados para la determinación de la densidad del aire descrito en el documento: Estimación de la incertidumbre en la determinación de la densidad del aire. Realizado por Luis Omar Becerra Santiago y María Elena Guardado González. ⁽⁷⁾

En la figura 54 se pueden observar las diversas fuentes de incertidumbre involucradas en la determinación de la densidad del aire.

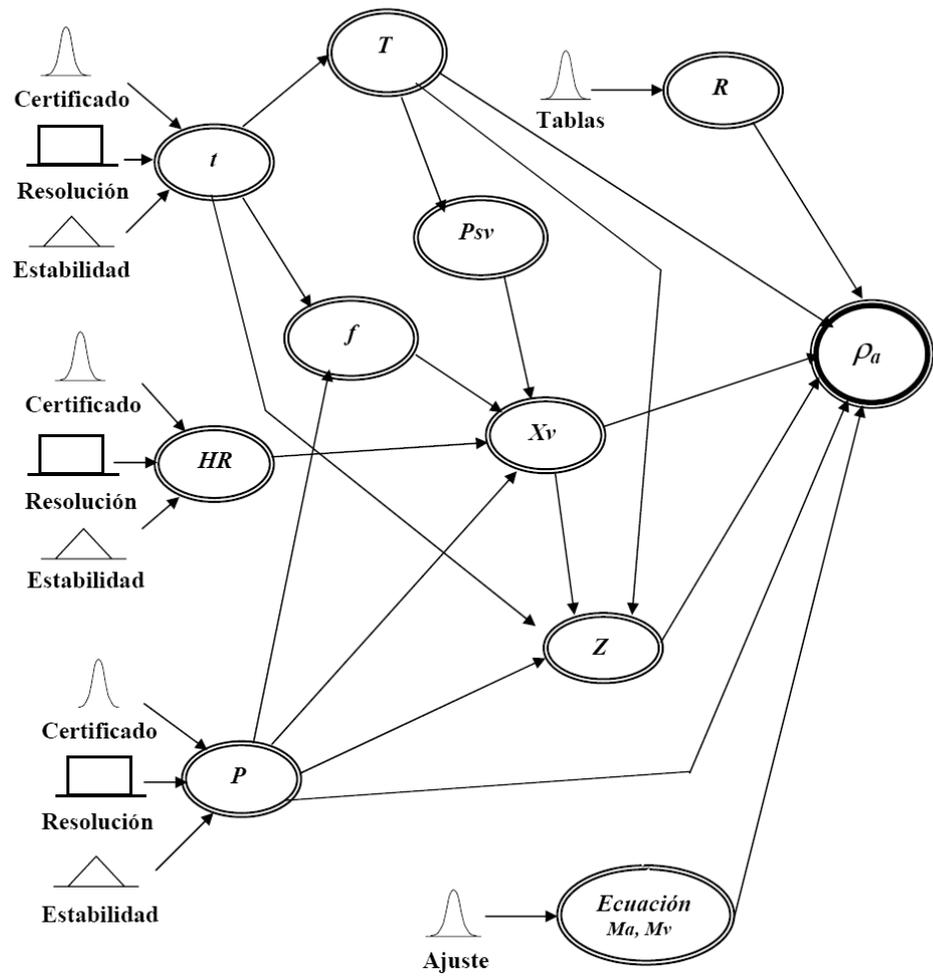


Figura 54. Fuentes de incertidumbre involucradas en la determinación de la densidad del aire. ⁽⁷⁾

6.2 Objetivos.

1. Determinar la densidad del aire.
2. Calcular la incertidumbre en las mediciones de la densidad del aire.

6.3 Procedimiento para la determinación de la densidad del aire.

Como se mencionó anteriormente, para realizar la determinación de la densidad del aire, se utilizaron los registros de temperatura ambiente, presión atmosférica y humedad relativa durante la calibración de instrumentos para entregar volúmenes indicada en el capítulo IV.

6.4 Tratamiento de datos para la determinación de la densidad del aire.

En el presente trabajo la densidad del aire se obtuvo con la ecuación 87, pero se realizó una conversión de unidades de $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ a $\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$

$$\rho = \frac{pM_a}{ZRT} \left[1 - x_v \left(1 - \frac{M_v}{M_a} \right) \right] \quad (87)$$

Donde:

ρ = Densidad del aire en $\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$

p = Presión atmosférica en Pa.

M_a = Masa molar del aire húmedo con un valor de $M_a = 0,028963512440 \text{ kg}\cdot\text{mol}^{-1}$

Z = Factor de compresibilidad

R = Constante universal de los gases ideales con un valor de $8,314510 \pm 8,4 \times 10^{-6} \text{ Jmol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$

T = Temperatura del aire en K

x_v = Fracción molar de vapor

M_v = Masa molar del agua con un valor de $M_v = 0,018015 \text{ kg}\cdot\text{mol}^{-1}$

Para determinar la densidad del aire, se comenzó calculando la presión de vapor saturado P_{sv} con la siguiente ecuación:

$$P_{sv} = 1\text{Pa} \times \exp\left(AT^2 + BT + C + \frac{D}{T}\right) \quad (88)$$

Donde:

P_{sv} = Presión de vapor saturado en Pa

$A = 1,2378847e^{-5} \text{ K}^{-2}$

$B = -1,9121316e^{-2} \text{ K}^{-1}$

$C = 33,93711047$

$D = -6,3431645e^3 \text{ K}$

T = temperatura del aire en K o temperatura del punto de rocío (T_r) en K

A continuación se determinó el factor de fugacidad.

Cuando se utiliza la humedad relativa para calcular la fracción molar de vapor de agua (X_v), el factor de fugacidad se calcula con la temperatura ambiente en $^{\circ}\text{C}$

$$f = \alpha + \beta p + \gamma t^2 \quad (89)$$

Donde:

f = Factor de fugacidad.

$\alpha = 1,00062$

$\beta = 3,14e^{-8} \text{ Pa}^{-1}$

$\gamma = 5,6e^{-7} \text{ K}^{-2}$

p = Presión del aire en Pa

t = Temperatura del aire en $^{\circ}\text{C}$

Para determinar la fracción molar del vapor de agua (X_v) se introduce la humedad relativa obteniendo la siguiente ecuación:

$$X_v = hf \left(\frac{P_{sv}}{p} \right) \quad (90)$$

Donde:

X_v = Fracción molar de vapor

h = Humedad relativa, el valor es dividido en 100.

f = Factor de fugacidad.

P_{sv} = Presión de vapor saturado en Pa

p = Presión atmosférica en Pa.

Determinar el factor de compresibilidad por medio de la siguiente ecuación:

$$Z = 1 - \frac{p}{T} \left[a_0 + a_1 t + a_2 t^2 + (b_0 + b_1 t) X_v + (c_0 + c_1 t) X_v^2 \right] + \frac{p^2}{T^2} (d + e X_v^2) \quad (91)$$

Donde:

Z = Factor de compresibilidad

t = temperatura en $^{\circ}\text{C}$

$$a_0 = 1,58123 e^{-6} \text{ K} \cdot \text{Pa}^{-1}$$

$$a_1 = -2,9331 e^{-8} \text{ Pa}^{-1}$$

$$a_2 = 1,1043 e^{-10} \text{ K}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$$

$$b_0 = 5,707 e^{-6} \text{ K} \cdot \text{Pa}^{-1}$$

$$b_1 = -2,051 e^{-8} \text{ Pa}^{-1}$$

$$c_0 = 1,9898 e^{-4} \text{ K} \cdot \text{Pa}^{-1}$$

$$c_1 = -2,376 e^{-6} \text{ Pa}^{-1}$$

$$d = 1,83 e^{-11} \text{ K}^2 \cdot \text{Pa}^{-2}$$

$$e = -0,765 e^{-8} \text{ K}^2 \cdot \text{Pa}^{-2}$$

T = temperatura del aire en K

Después de obtener la densidad del aire, es necesario calcular la incertidumbre expandida de la densidad del aire con la siguiente ecuación:

$$U_{m_x}^c = u_{m_x}^c \cdot k \quad (92)$$

Donde:

$U_{m_x}^c$ = Incertidumbre expandida de la densidad del aire.

$u_{m_x}^c$ = Incertidumbre combinada.

k = Factor de cobertura con un valor de 2.

Para determinar la incertidumbre combinada es necesario multiplicar el factor de sensibilidad por su incertidumbre estándar: $u_i(y) = c_i \cdot u(x_i)$

Suponiendo que las variables presión, temperatura y humedad relativa son independientes la incertidumbre combinada de la densidad del aire se obtiene por la suma cuadrática de las contribuciones individuales:

$$u_\rho = \sqrt{\sum_i [c_i u(x_i)]^2} \quad (93)$$

Donde:

u_ρ = Incertidumbre de la densidad del aire.

c_i = Factor de sensibilidad.

$u(x_i)$ = Incertidumbre estándar de cada valor determinado.

Primero se determina la incertidumbre de la densidad del aire mediante la combinación de cinco fuentes de incertidumbre estándar las cuales se detallan a continuación: ⁽⁷⁾

- a. Presión atmosférica.
- b. Temperatura.
- c. Humedad relativa
- d. Constante R de los gases ideales.
- e. Ajuste de la ecuación para la determinación de la densidad del aire.

A continuación se determina la incertidumbre de cada fuente.

a. Presión atmosférica.

La incertidumbre debida a la presión atmosférica está formada por tres componentes.

a.1 Calibración del barómetro.

a.2 Resolución del barómetro.

a.3 Variación de la presión atmosférica durante la calibración de la pipeta serológica.

a.1 Calibración del barómetro.

La incertidumbre debida a la calibración del barómetro se obtiene del certificado de calibración expresada como la incertidumbre expandida con un factor de cobertura $k=2$, considerando una distribución normal como se muestra en la ecuación:

$$u_{p1} = \frac{u_B}{k} \quad (94)$$

Donde:

u_{p1} = Incertidumbre de la presión barométrica.

u_B = Incertidumbre tipo B del barómetro indicada en el informe de calibración.

k = Factor de cobertura.

a.2 Resolución del barómetro.

La incertidumbre estándar debida a la resolución del barómetro se estima asumiendo la resolución como un intervalo con una distribución rectangular.

$$u_{p2} = \frac{dB}{\sqrt{12}} \quad (95)$$

Donde:

u_{p2} = Incertidumbre debida a la resolución del barómetro.

dB = División de la escala del barómetro.

a.3 Variación de la presión atmosférica durante la calibración.

La incertidumbre debida a la variación de la presión atmosférica se estima asumiendo que la presión atmosférica varía linealmente en el período de interés. Debido a la consideración anterior se asume una distribución de probabilidad triangular.

$$u_{p3} = \frac{(p^+ - p^-)}{\sqrt{24}} \quad (96)$$

Donde:

u_{p3} = Incertidumbre debida a la variación de la presión atmosférica durante las mediciones.

p^+ = Valor de la presión atmosférica al inicio de la prueba.

p^- = Valor de la presión atmosférica al final de la prueba.

La incertidumbre combinada debido a la presión atmosférica es:

$$u_p = \sqrt{u_{p1}^2 + u_{p2}^2 + u_{p3}^2} \quad (97)$$

Donde:

u_p = Incertidumbre combinada.

u_{p1} = Incertidumbre debida a la calibración del barómetro.

u_{p2} = Incertidumbre debida a la resolución del barómetro.

u_{p3} = Incertidumbre debida a la variación de la presión atmosférica durante las mediciones.

La siguiente fuente de incertidumbre es la temperatura ambiente, la cual también se encuentra formada por tres componentes.

b. Temperatura ambiente.

b.1 Calibración del termómetro.

b.2 Resolución del instrumento.

b.3 Variación de la temperatura durante la calibración.

b.1 Calibración del termómetro.

La incertidumbre debida a la calibración del termómetro se obtiene del certificado de calibración expresada como incertidumbre expandida con un factor de cobertura, considerando una distribución normal.

$$u_{t1} = \frac{u_t}{k} \quad (98)$$

Donde:

u_{t1} = Incertidumbre debida a la calibración del termómetro.

u_t = Incertidumbre tipo B del termómetro indicada en el informe de calibración como la incertidumbre expandida.

k = Factor de cobertura con un valor de 2.

b.2 Resolución del instrumento.

La incertidumbre estándar debida a la resolución del termómetro se estima asumiendo a la resolución como un intervalo el cual presenta una distribución rectangular.

$$u_{t2} = \frac{dt}{\sqrt{12}} \quad (99)$$

Donde:

u_{t2} = Incertidumbre debida a la resolución del termómetro.

dt = Resolución del termómetro, con un valor de 1.

b.3 Variación de la temperatura durante la calibración.

La incertidumbre debida a la variación de la temperatura se estima asumiendo que varía linealmente en el período de interés, debida a esta consideración se asume una distribución de probabilidad triangular.

$$u_{t3} = \frac{t^+ - t^-}{\sqrt{24}} \quad (100)$$

Donde:

u_{t3} = Incertidumbre debida a la variación de la temperatura durante las mediciones.

t^+ = Valor de la temperatura al inicio de la prueba.

t^- = Valor de la temperatura al final de la prueba.

La incertidumbre combinada debido a la temperatura se calcula con la siguiente ecuación:

$$u_t = \sqrt{u_{t1}^2 + u_{t2}^2 + u_{t3}^2} \quad (101)$$

Donde:

u_t = Incertidumbre combinada de la temperatura.

u_{t1} = Incertidumbre debida a la calibración del termómetro.

u_{t2} = Incertidumbre debida a la resolución del termómetro.

u_{t3} = Incertidumbre debida a la variación de la temperatura durante las mediciones.

La tercera fuente de incertidumbre es la humedad relativa del aire, la cual también se encuentra formada por los siguientes factores:

c.1 Calibración del higrómetro.

c.2 Resolución del higrómetro.

c.3 Variación de la humedad relativa del aire durante la calibración.

c.1 Calibración del higrómetro.

La incertidumbre por la calibración del higrómetro se obtiene del certificado de calibración expresada como incertidumbre expandida con un factor de cobertura, considerando una distribución normal.

$$uh1 = \frac{uh}{k} \quad (102)$$

Donde:

uh1 = Incertidumbre debida a la calibración del termómetro.

uh = Incertidumbre tipo B del higrómetro indicada en el informe de calibración como una incertidumbre expandida.

k = Factor de cobertura con un valor de 2.

c.2 Resolución del higrómetro.

La incertidumbre estándar debida a la resolución del higrómetro se estima asumiendo la resolución como un intervalo el cual presenta una distribución rectangular.

$$uh2 = \frac{dt}{\sqrt{12}} \quad (103)$$

Donde:

uh2 = Incertidumbre debida a la resolución del higrómetro.

dt = Resolución del higrómetro, en éste caso tiene un valor de 0,1.

c.3 Variación de la humedad relativa del aire durante la calibración.

La incertidumbre debida a la variación de la humedad relativa se estima asumiendo que varía linealmente en el período de interés. Debido a esta consideración se asume una distribución de probabilidad triangular.

$$uh3 = \frac{h^+ - h^-}{\sqrt{24}} \quad (104)$$

Donde:

uh_3 = Incertidumbre debida a la variación de la humedad relativa del aire durante las mediciones.

h^+ = Valor de la humedad relativa del aire al inicio de la prueba.

h^- = Valor de la humedad relativa del aire al final de la prueba.

La incertidumbre combinada debida a la humedad relativa del aire:

$$uh = \sqrt{uh_1^2 + uh_2^2 + uh_3^2} \quad (105)$$

Donde:

uh = Incertidumbre combinada de la humedad relativa.

uh_1 = Incertidumbre debida a la calibración del higrómetro.

uh_2 = Incertidumbre debida a la resolución del higrómetro.

uh_3 = Incertidumbre debida a la variación de la humedad relativa del aire durante las mediciones.

d. Incertidumbre debida a la constante R de los gases ideales.

La incertidumbre de R se obtiene de tablas como una incertidumbre estándar, la cual tiene un valor de $u_R = 84 \text{ e}^{-7} \text{ J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$

e. Incertidumbre debida al ajuste de la ecuación para la determinación de la densidad del aire.

La incertidumbre de la ecuación se ofrece como una incertidumbre estándar expresada como incertidumbre relativa con un valor de $u_{ec} = 9,50 \text{ e}^{-5} \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$

Coeficientes de sensibilidad

Después de calcular las fuentes de incertidumbre involucradas en la densidad del aire, es necesario determinar los coeficientes de sensibilidad (Cx) de cada fuente x (presión, temperatura ambiente, humedad relativa, constante de los gases ideales R y el ajuste de la ecuación) se determinaron en base a la siguiente

ecuación $\rho = \frac{pMa}{ZRT} \left[1 - x_v \left(1 - \frac{M_v}{Ma} \right) \right]$ los cuales se muestran a continuación:

Presión

$$c_p = \left[\frac{\partial \rho_a}{\partial p} + \left(\frac{\partial \rho_a}{\partial Z} \frac{\partial Z}{\partial p} \right) + \left(\frac{\partial \rho_a}{\partial Z} \frac{\partial Z}{\partial x_v} \frac{\partial x_v}{\partial p} \right) + \left(\frac{\partial \rho_a}{\partial Z} \frac{\partial Z}{\partial x_v} \frac{\partial x_v}{\partial p} \right) + \left(\frac{\partial \rho_a}{\partial x_v} \frac{\partial x_v}{\partial p} \right) + \left(\frac{\partial \rho_a}{\partial x_v} \frac{\partial x_v}{\partial p} \right) \right]$$

(106)

Temperatura

$$c_T = \left[\left(\frac{\partial \rho_a}{\partial Z} \frac{\partial Z}{\partial T} \frac{\partial T}{\partial T} \right) + \left(\frac{\partial \rho_a}{\partial Z} \frac{\partial Z}{\partial T} \right) + \left(\frac{\partial \rho_a}{\partial Z} \frac{\partial Z}{\partial x_v} \frac{\partial x_v}{\partial T} \right) + \left(\frac{\partial \rho_a}{\partial Z} \frac{\partial Z}{\partial x_v} \frac{\partial x_v}{\partial T} \frac{\partial p_{sv}}{\partial T} \right) + \left(\frac{\partial \rho_a}{\partial T} \right) + \left(\frac{\partial \rho_a}{\partial x_v} \frac{\partial x_v}{\partial T} \right) + \left(\frac{\partial \rho_a}{\partial x_v} \frac{\partial x_v}{\partial T} \frac{\partial p_{sv}}{\partial T} \right) \right]$$

(107)

Humedad relativa

$$c_h = \left[\left(\frac{\partial \rho_a}{\partial Z} \frac{\partial Z}{\partial x_v} \frac{\partial x_v}{\partial h} \right) + \left(\frac{\partial \rho_a}{\partial x_v} \frac{\partial x_v}{\partial h} \right) \right]$$

(108)

Constante R

$$C_R = \left(\frac{\delta p_a}{\delta R} \right)$$

(109)

Ecuación

$$C_{ec} = 1$$

(110)

A continuación se muestra la combinación de las fuentes anteriores con los coeficientes de sensibilidad, éstos últimos se determinaron utilizando las siguientes derivadas.

$$\frac{\partial T}{\partial t} = 1$$

(111)

$$\frac{\partial P_{sv}}{\partial T} = \left[\exp \left(AT^2 + BT + C + \frac{D}{T} \right) \right] \left(2AT + B - \frac{D}{T^2} \right)$$

(112)

$$\frac{\partial f}{\partial p} = \beta$$

(113)

$$\frac{\partial f}{\partial t} = 2\gamma t$$

(114)

$$\frac{\partial X_v}{\partial h} = \frac{f P_{sv}}{p}$$

(115)

$$\frac{\partial X_v}{\partial f} = \frac{hP_{sv}}{p} \quad (116)$$

$$\frac{\partial X_v}{\partial p} = -\frac{hfP_{sv}}{p^2} \quad (117)$$

$$\frac{\partial X_v}{\partial P_{sv}} = \frac{hf}{p} \quad (118)$$

$$\frac{\delta Z}{\delta p} = \frac{-1}{T} \left[a_0 + a_1 t + a_2 t^2 + (b_0 + b_1 t)x_v + (c_0 + c_1 t)x_v^2 \right] + \frac{2p}{T^2} (d + ex_v^2) \quad (119)$$

$$\frac{\delta Z}{\delta T} = \frac{p}{T^2} \left[a_0 + a_1 t + a_2 t^2 + (b_0 + b_1 t)x_v + (c_0 + c_1 t)x_v^2 \right] - \frac{2p^2}{T^3} (d + ex_v^2) \quad (120)$$

$$\frac{\delta Z}{\delta t} = \frac{-p}{T} (a_1 + 2a_2 t + b_1 x_v + c_1 x_v^2) \quad (121)$$

$$\frac{\delta Z}{\delta X_v} = \frac{-p}{T} (b_0 + b_1 t + 2c_0 x_v + 2c_1 t x_v) + \frac{2p^2 ex_v}{T^2} \quad (122)$$

$$\frac{\delta p}{\delta p} = \frac{Ma}{ZRT} \left[1 - x_v \left(1 - \frac{Mv}{Ma} \right) \right] \quad (123)$$

$$\frac{\delta p}{\delta Z} = \frac{-pMa}{Z^2 RT} \left[1 - x_v \left(1 - \frac{Mv}{Ma} \right) \right] \quad (124)$$

$$\frac{\delta p}{\delta T} = \frac{-pMa}{ZRT^2} \left[1 - x_v \left(1 - \frac{Mv}{Ma} \right) \right] \quad (125)$$

$$\frac{\delta p}{\delta X_v} = \frac{-pMa}{ZRT} \left(1 - \frac{Mv}{Ma} \right) \quad (126)$$

$$\frac{\delta p}{\delta R} = \frac{-pMa}{ZR^2T} \left[1 - x_v \left(1 - \frac{Mv}{Ma} \right) \right] \quad (127)$$

6.5 Resultados.

La presente sección muestra los resultados obtenidos a través de las mediciones de las condiciones ambientales (temperatura ambiente, presión atmosférica y humedad relativa) durante el proceso de calibración de instrumentos para entregar volúmenes indicada en el capítulo IV.

Calcular la Presión de vapor saturado:

$$P_{sv} = 2064,6 \text{ Pa}$$

Obtener el valor del factor de fugacidad:

$$f = 1,004$$

En la siguiente tabla se muestran los valores de la fracción molar del vapor de agua (X_v) calculada para los puntos seleccionados a lo largo de la escala de la pipeta serológica de 10 mL.

Tabla 41 Resultados obtenidos de Xv.

Vol (mL)	HR (%)/100	Patm (Pa)	Xv
1	4,7 E-01	100800	1,0 E-01
5	4,7 E-01	100800	1,0 E-01
7	4,7 E-01	100800	1,0 E-01
10	4,7 E-01	100800	1,0 E-01

A continuación se presentan los resultados del cálculo matemático del factor de compresibilidad (Z).

Tabla 42. Valores del factor de compresibilidad.

Vol (mL)	Z
1	1,0
5	1,0
7	1,0
10	1,0

En la siguiente tabla se registra la densidad del aire.

Tabla 43. Densidad del aire.

Vol (mL)	Densidad aire (g•mL ⁻¹)
1	0,001
5	0,001
7	0,001
10	0,001

A continuación se presentan los resultados de las cinco fuentes de incertidumbre.

Las cuales son:

Presión barométrica.

Temperatura ambiente.

Humedad relativa.

Constante de los gases ideales (R).

Ajuste de la ecuación.

Resultado de la incertidumbre debida a la presión barométrica.

Debido a que no se contaba con el certificado de calibración del barómetro donde se indicara la incertidumbre expandida con un factor de cobertura, el valor de la incertidumbre es cero como se muestra a continuación:

$$u_{p1} = 0 \text{ Pa}$$

En el cálculo de la incertidumbre debida a la resolución del barómetro se considera un valor de resolución de 1, por lo que se obtuvo:

$$u_{p2} = 0,3 \text{ Pa}$$

La incertidumbre debida a la variación de la presión atmosférica durante el proceso de calibración de instrumentos para entregar volúmenes fue:

$$u_{p3} = 0 \text{ Pa}$$

Por último se calcula la incertidumbre combinada debida a la presión barométrica:

$$u_p = 0,3 \text{ Pa}$$

Resultados de la incertidumbre debida a la temperatura ambiente.

La incertidumbre debida a la calibración del termómetro es:

$$u_{t1} = 0,35 \text{ }^\circ\text{C}$$

En la incertidumbre debida a la resolución del termómetro el cual tiene un valor de 1 es:

$$u_{t2} = 0,3 \text{ }^\circ\text{C}$$

Los resultados obtenidos en la incertidumbre debida a la variación de la temperatura durante la calibración de instrumentos para entregar volúmenes se observan en la siguiente tabla.

Tabla 44. Incertidumbre debida a la variación de la temperatura durante la calibración de pipeta serológica de 10 mL.

Vol (mL)	ut3 (°C)
1	2,0 E-01
5	6,0 E-01
7	0,0
10	2,0 E-01

Por último se realizó el cálculo para obtener los resultados de la incertidumbre combinada debido a la temperatura, los cuales se muestran en la siguiente tabla:

Tabla 45. Incertidumbre combinada debido a la temperatura durante la calibración de pipeta serológica de 10 mL.

Vol (mL)	ut (°C)
1	5,0 E-01
5	8,0 E-01
7	5,0 E-01
10	5,0 E-01

A continuación se muestran los resultados de la incertidumbre debida a la humedad relativa del aire.

Debido a que no se contaba con el certificado de calibración del higrómetro, la incertidumbre debida a la calibración del higrómetro no se toma en cuenta.

$$uh1=0 \%$$

El resultado del cálculo de la incertidumbre debida a la resolución del higrómetro es:

$$uh2=0,03 \%$$

La incertidumbre debida a la variación de la humedad relativa durante el proceso de calibración de instrumentos para entregar volúmenes se muestra en la siguiente tabla:

Tabla 46. Incertidumbre debida a la variación de la humedad relativa durante la calibración de pipeta serológica de 10 mL.

Vol (mL)	uh3 (%)
1	4,0 E-02
5	4,0 E-02
7	2,0 E-01
10	7,0 E-01

Tabla 47. Incertidumbre combinada debida a la humedad relativa durante la calibración de pipeta serológica de 10 mL.

Vol (mL)	uh (%)
1	5,0 E-02
5	5,0 E-02
7	2,0 E-01
10	7,0 E-01

La incertidumbre debida a la constante R de los gases ideales es:

$$u_R = 84 \text{ E-7 J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$$

El resultado de la incertidumbre debida al ajuste de la ecuación es:

$$u_{ec} = (1 \text{ E-4})(0,9495) = 9,50 \text{ E-5 kg}\cdot\text{m}^{-3}$$

A continuación se muestra la combinación de los coeficientes de sensibilidad los cuales fueron calculados con las ecuaciones de las derivadas parciales. En algunos casos los resultados se muestran en tablas debido a que el cálculo matemático se realizó para los cuatro puntos asignados a lo largo de la escala de la pipeta serológica durante su calibración. Como se recordará los puntos seleccionados fueron: 1, 5 ,7 y 10 mL.

$$\frac{\partial T}{\partial t} = 1$$

$$\frac{\partial P_{sv}}{\partial T} = 129,9$$

$$\frac{\partial f}{\partial p} = 3,14 \text{ e}^{-8} \text{ Pa}^{-1}$$

$$\frac{\partial f}{\partial t} = 2,02\text{e-}05 \text{ K}^{-1}$$

$$\frac{\partial X_v}{\partial h} = 0,02$$

Tabla 48. Resultados del coeficiente de sensibilidad para la derivada parcial de la fracción molar del vapor de agua con respecto al factor de fugacidad.

Vol (mL)	$\frac{\partial X_v}{\partial f}$
1	9,5 E-03
5	9,5 E-03
7	9,6 E-03
10	9,7 E-03

Tabla 49. Resultados del coeficiente de sensibilidad para la derivada parcial de la fracción molar del vapor de agua con respecto a la presión atmosférica.

Vol (mL)	$\frac{\partial X_v}{\partial p}$ (Pa ⁻¹)
1	-9,5 E-08
5	-9,5 E-08
7	-9,6 E-08
10	-9,7 E-08

Tabla 50. Resultados del coeficiente de sensibilidad para la derivada parcial de la fracción molar del vapor de agua con respecto a la presión de vapor saturado.

Vol (mL)	$\frac{\partial X_v}{\partial P_{sv}}$ (Pa ⁻¹)
1	4,7 E-06
5	4,7 E-06
7	4,7 E-06
10	4,7 E-06

Tabla 51. Resultados del coeficiente de sensibilidad para la derivada parcial del factor de compresibilidad con respecto a la presión atmosférica.

Vol (mL)	$\frac{\delta Z}{\delta p}$ (Pa ⁻¹)
1	1,1 E-06
5	1,1 E-06
7	1,1 E-06
10	1,1 E-06

Tabla 52. Resultados del coeficiente de sensibilidad para la derivada parcial del factor de compresibilidad con respecto a la temperatura ambiente.

Vol (mL)	$\frac{\delta Z}{\delta T}$ (K ⁻¹)
1	1,4 E-06
5	1,4 E-06
7	1,4 E-06
10	1,4 E-06

Tabla 53. Resultados del coeficiente de sensibilidad para la derivada parcial del factor de compresibilidad con respecto a la temperatura del líquido.

Vol (mL)	$\frac{\delta Z}{\delta t}$ (K ⁻¹)
1	8,9 E-06
5	8,9 E-06
7	8,9 E-06
10	8,9 E-06

Tabla 54. Resultados del coeficiente de sensibilidad para la derivada parcial del factor de compresibilidad con respecto a la fracción molar del vapor de agua.

Vol (mL)	$\frac{\delta Z}{\delta X_v}$
1	-2,9 E-03
5	-2,9 E-03
7	-2,9 E-03
10	-2,9 E-03

Tabla 55. Resultados del coeficiente de sensibilidad para la derivada parcial de la densidad del aire con respecto a la presión atmosférica.

Vol (mL)	$\frac{\delta\rho}{\delta p}$ ($\text{gmL}^{-1}\text{Pa}^{-1}$)
1	1,2 E-05
5	1,2 E-05
7	1,2 E-05
10	1,2 E-05

Tabla 56. Resultados del coeficiente de sensibilidad para la derivada parcial de la densidad del aire con respecto al factor de compresibilidad.

Vol (mL)	$\frac{\delta\rho}{\delta Z}$ ($\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}\cdot\text{Pa}^{-1}$)
1	-1,2
5	-1,2
7	-1,2
10	-1,2

Tabla 57 Resultados del coeficiente de sensibilidad para la derivada parcial de la densidad del aire con respecto a la temperatura ambiente.

Vol (mL)	$\frac{\delta\rho}{\delta T}$ (g•mL ⁻¹ •Pa ⁻¹)
1	-4,3 E-03
5	-4,3 E-03
7	-4,3 E-03
10	-4,3 E-03

Tabla 58. Resultados del coeficiente de sensibilidad para la derivada parcial de la densidad del aire con respecto a la fracción molar del vapor de agua.

Vol (mL)	$\frac{\delta\rho}{\delta X_v}$ (g•mL ⁻¹ •Pa ⁻¹)
1	-5,0 E-01
5	-5,0 E-01
7	-5,0 E-01
10	-5,0 E-01

Tabla 59. Resultados del coeficiente de sensibilidad para la derivada parcial de la densidad del aire con respecto a la constante universal de los gases ideales (R)

Vol (mL)	$\frac{\delta\rho}{\delta R}$ (g•mL ⁻¹ •J ⁻¹ •mol•K)
1	-1,0 E-01
5	-1,0 E-01
7	-1,0 E-01
10	-1,0 E-01

A continuación se muestran los resultados de los coeficientes de sensibilidad para cada fuente de incertidumbre.

Presión.

En la tabla 60 se observan los resultados de los coeficientes de sensibilidad para la presión atmosférica (Cp)

Tabla 60. Coeficientes de sensibilidad para la presión atmosférica.

Vol (mL)	Cp (g•mL ⁻¹ •Pa ⁻¹)
1	1,2 E-05
5	1,2 E-05
7	1,2 E-05
10	1,2 E-05

Temperatura.

En la siguiente tabla se muestran los resultados obtenidos del coeficiente de sensibilidad de la temperatura ambiente (Ct)

Tabla 61. Coeficiente de sensibilidad de la temperatura ambiente.

Vol (mL)	Ct ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)
1	-4,4 E-03
5	-4,4 E-03
7	-4,0 E-03
10	-4,0 E-03

Humedad relativa.

En la siguiente tabla se muestran los resultados del coeficiente de sensibilidad para la humedad relativa Ch.

Tabla 62. Coeficiente de sensibilidad para la humedad relativa.

Vol (mL)	Ch ($\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)
1	-9,3 E-03
5	-9,3 E-03
7	-9,3 E-03
10	-9,3 E-03

En la tabla 63 se muestran los resultados del coeficiente de sensibilidad para la constante universal de los gases ideales.

Tabla 63. Coeficiente de sensibilidad para la constante universal de los gases ideales.

Vol (mL)	C_R ($\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}\cdot\text{J}^{-1}\cdot\text{mol}\cdot\text{K}$)
1	-1,5 E-01
5	-1,5 E-01
7	-1,5 E-01
10	-1,5 E-01

Para el cálculo del coeficiente de sensibilidad del ajuste de la ecuación se ofrece como una incertidumbre estándar expresada como incertidumbre relativa, por lo tanto se obtiene:

$$C_{ec} = 1$$

Incertidumbre combinada.

En la tabla 64 se observan los resultados de la incertidumbre combinada de la densidad del aire a los diferentes puntos seleccionados a lo largo de la escala de la pipeta serológica.

Tabla 64. Incertidumbre combinada de la densidad del aire.

Vol (mL)	u_p (g•mL ⁻¹)
1	1,0 E-03
5	1,0 E-03
7	1,0 E-03
10	1,0 E-03

En la siguiente tabla se muestra el resultado de las incertidumbres expandidas.

Tabla 65. Incertidumbres expandidas.

Vol (mL)	u_p (g•mL ⁻¹)
1	4,5 E-06
5	4,5 E-06
7	4,2 E-06
10	4,5 E-06

El resultado final se muestra en la tabla 66, donde se observa el resultado de la densidad del aire a cada volumen y también se muestra la incertidumbre de cada medición.

Tabla 66. Densidad del aire y su incertidumbre.

Vol (mL)	Densidad del aire (ρ) (g•mL ⁻¹)	Incertidumbre expandida u_p (g•mL ⁻¹)
1	0,001	$\pm 4,5 \text{ E-}06$
5	0,001	$\pm 4,5 \text{ E-}06$
7	0,001	$\pm 4,2 \text{ E-}06$
10	0,001	$\pm 4,5 \text{ E-}06$

6.6 Análisis de resultados.

Como se puede observar en la tabla 66, la densidad del aire tiene el mismo valor a los diferentes volúmenes seleccionados a lo largo de la escala de la pipeta serológica lo cual es lógico debido a que las condiciones ambientales se mantuvieron constantes durante la calibración. La incertidumbre combinada de las mediciones se encuentra en un intervalo de 4,2 a 4,5 E-6.

Como se recordará existen cinco fuentes de incertidumbre para la densidad del aire y sólo tres de ellas involucran el dato de incertidumbre debida a la calibración del instrumento, por lo que solamente se utilizó el dato de calibración del termómetro de inmersión parcial.

6.7 Conclusiones.

La densidad del aire es de 0,001 g/mL con una incertidumbre de 4,2 E-6 g mL⁻¹

ANEXOS

Anexo 1. Definiciones.

Balanza.

Es aquél instrumento para pesar cuya división mínima es menor que un gramo. ⁽²⁾

Báscula.

Es aquél instrumento para pesar cuya división mínima es igual o mayor que un gramo. ⁽²⁾

Calibración.

El conjunto de operaciones que tiene por finalidad determinar los errores de un instrumento para medir y, de ser necesario, otras características metrológicas. ⁽¹⁵⁾

División de verificación [e].

Valor expresado en unidades de masa, usado para determinar la clase de exactitud del instrumento y sus errores máximos tolerados. ⁽²⁾

Error (de medición).

Es el resultado de una medición menos el valor real del mensurado. No debe confundirse con error de incertidumbre. ⁽¹⁾

Error Máximo Tolerado.

Diferencia máxima en más o en menos, establecida en la reglamentación o norma respectiva, entre la indicación de un instrumento y el correspondiente valor verdadero, determinado por pesas patrones de referencia, con el instrumento estando a cero sin carga y en la posición de referencia. ⁽²⁾

Los errores máximos tolerables para cargas ascendentes y descendentes se observan en la tabla 6.

Excentricidad.

La excentricidad es la característica de un instrumento para dar resultados iguales o similares de una carga determinada, colocada en diferentes puntos del receptor de carga y que tome como referencia el centro.

Las indicaciones para las diferentes posiciones de una carga deben permanecer dentro de los errores máximos tolerables. Se deben usar masas preferentemente equivalentes a $1/3$ a $1/2$ del alcance máximo. Las pesas deben ser colocadas evitando demasiado apilamiento dentro del segmento a ser probado.

La carga debe ser aplicada centralmente si se usa una sola pesa, en el caso de usar varias pesas, se debe colocar uniformemente sobre el segmento. ⁽²⁾

Factor de cobertura.

Es un factor numérico utilizado como un multiplicador de la incertidumbre estándar combinada para obtener la incertidumbre expandida. ⁽¹⁾

Incertidumbre de una medición.

Es un parámetro asociado con el resultado de esa medición, que caracteriza la dispersión de los valores que se podrían atribuir razonablemente al mensurando.

⁽¹⁾

Incertidumbre estándar combinada.

Es la incertidumbre estándar del resultado de una medición cuando el resultado se obtiene de los valores de otras cantidades, y es igual a la raíz cuadrada positiva de una suma de términos, los cuales son las varianzas o covarianzas de estas otras cantidades ponderadas de acuerdo a cómo el resultado de la medición varía con cambios en estas cantidades. ⁽¹⁾

Incertidumbre expandida.

Es una cantidad que define un intervalo alrededor del resultado de una medición, y que se espera abarque una fracción grande de la distribución de valores que se podrían atribuir razonablemente al mensurando. ⁽¹⁾

Incertidumbre tipo A.

La incertidumbre de una magnitud de entrada X_i obtenida a partir de observaciones repetidas bajo condiciones de repetibilidad se estima con base en la dispersión de los datos individuales. ⁽³⁾

Incertidumbre tipo B.

En una evaluación tipo B de la incertidumbre de una magnitud de entrada se usa información externa u obtenida por experiencia. Las fuentes de información pueden ser: ⁽³⁾

Certificados de calibración.

Manuales del instrumento de medición, especificaciones del instrumento.

Normas o literatura.

Valores de mediciones anteriores.

Instrumento para pesar electrónico.

Es aquél que al colocar una carga sobre el receptor ejerce una fuerza sobre un transductor de esfuerzos o conjunto de ellos que conectado al dispositivo indicador proporciona lecturas en unidades de masa. ⁽²⁾

Instrumento para pesar mecánico.

Que se define como aquél que al colocar una masa sobre el receptor de carga ejerce una fuerza sobre una palanca o sistema de palancas o un resorte o conjunto de resortes que conectado al dispositivo indicador proporciona lecturas en unidades de masa. ⁽²⁾

Instrumento para pesar no automático.

Instrumento que requiere la intervención de un operador durante el proceso para pesar, por ejemplo para depositar o remover, del receptor la carga a ser pesada y obtener el resultado.

El instrumento permite la observación directa de los resultados de la pesada, exhibiéndola o imprimiéndola. ⁽²⁾

Instrumento para pesar o determinar una masa.

Instrumento de medición que se utiliza para determinar la masa de un cuerpo usando la acción de la gravedad sobre ese cuerpo.

El instrumento puede usarse también para determinar otras cantidades, magnitudes parámetros o características relacionadas con masa. ⁽²⁾

Instrumentos para pesar de alto alcance de medición.

Instrumentos para pesar con alcance máximo mayor a 5000 kg⁽²⁾

Instrumentos para pesar de bajo alcance de medición.

Instrumentos para pesar con alcance máximo igual o menor a 20 kg⁽²⁾

Instrumentos para pesar de mediano alcance de medición.

Instrumentos para pesar con alcance máximo de más de 20 kg a 5000 kg⁽²⁾

Linealidad. (Exactitud).

La linealidad, nos permite conocer el comportamiento en diez puntos ascendentes y descendentes en la escala asignada, además de que esta prueba permite obtener la incertidumbre y el error de la medida, al compararlos valores verdaderos con los de las masas patrón. Se utiliza el método de sustitución de masas patrón. ⁽²⁾

Magnitud.

Atributo de un fenómeno, cuerpo o sustancia que es susceptible de ser diferenciado cualitativamente y determinado cuantitativamente.⁽⁶⁾

Masa.

Medida de la magnitud base del Sistema Internacional de Unidades (SI). La unidad de masa es el kilogramo y su símbolo es kg.⁽²⁾

Medición.

Conjunto de operaciones que tienen por objeto determinar el valor de una magnitud.⁽⁶⁾

Mensurando.⁽¹⁾

Cantidad particular sujeta a medición.

Método de medición.

Secuencia lógica de operaciones descritas de manera genérica utilizada en la ejecución de las mediciones.⁽⁶⁾

Patrón.

Medida materializada, aparato de medición o sistema de medición destinado a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad, o uno o varios valores conocidos de una magnitud, para servir de referencia.⁽⁶⁾

Pesa.

Medida materializada de una masa, regulada en relación a sus características físicas y metrológicas: forma, dimensiones, material, calidad de la superficie, valor nominal y error máximo tolerado, que permite reproducir de una forma constante una masa de valor conocido.⁽¹³⁾

Pesar.

Determinar el valor de la masa de un cuerpo por efecto gravitacional de la Tierra.

⁽²⁾

Procedimiento de medición.

Conjunto de operaciones descrito específicamente para realizar mediciones particulares de acuerdo a un método de medición dado. ⁽⁶⁾

Repetibilidad.

Aptitud de un instrumento para proporcionar resultados concordantes entre sí para la misma carga depositada varias veces de una manera prácticamente idéntica sobre el receptor de carga bajo condiciones de prueba razonablemente constantes. La diferencia entre los resultados de varias pesadas de la misma carga, no debe ser mayor que el valor absoluto del error máximo tolerable del instrumento para la carga dada. ⁽²⁾

Tiempo de calentamiento.

El tiempo entre el momento en que se suministra energía al instrumento y el momento en el cual el instrumento es capaz de cumplir con los requisitos. ⁽²⁾

Trazabilidad.

Propiedad del resultado de una medición o de un patrón, tal que ésta pueda ser relacionada con referencias determinadas, generalmente patrones nacionales o internacionales, por medio de una cadena ininterrumpida (cadena de trazabilidad) de comparaciones teniendo todas incertidumbres determinadas. ⁽⁶⁾

Unidad.

Magnitud particular, definida y adoptada por convención, con la cual se comparan las otras magnitudes de la misma naturaleza para expresar cuantitativamente su relación con esta magnitud. ⁽⁶⁾

Anexo 2. Procedimiento para la determinación experimental de la densidad de un líquido no volátil

A continuación se detalla el procedimiento empleado en la determinación la densidad del producto Benasep Solución Esterilizante en Frío a Base de Glutaraldehído al 8%.

1. Todo el material que se utilice, debe encontrarse limpio y seco. Antes de comenzar con la experimentación, es necesario realizar el procedimiento descrito en Limpieza del material mostrado en el capítulo I.
2. Manipular los instrumentos y materiales, utilizando guantes de látex libres de talco en su interior con el fin de evitar modificaciones en las mediciones.
3. Seleccionar cuatro diferentes volúmenes a lo largo de la escala de la pipeta serológica de 10 mL que se tomarán de la muestra del líquido.
4. Colocar la balanza en un lugar libre de vibraciones para reducir factores que interfieran en el resultado de las mediciones, la balanza debe encontrarse limpia en su totalidad.
5. Verificar que la balanza se encuentre nivelada, es decir, que la burbuja de aire se localice en el centro del indicador como se muestra en la figura 4 del capítulo III. De ser lo contrario, ajustar los pies para la nivelación ubicados al respaldo de la balanza.
6. Encender la balanza y esperar el tiempo de calentamiento indicado por el proveedor, el cual es de dos horas.
7. Colocar los instrumentos y materiales cerca de la balanza para mantener un equilibrio térmico.
8. Transcurrido el tiempo de calentamiento de la balanza, colocar un vaso de precipitados limpio y seco, en el centro del platillo de la balanza.
9. Introducir un tubo de ensayo limpio y seco en el vaso de precipitados y ajustar a cero la balanza.

10. Tomar con la pipeta serológica de 10 mL, el volumen seleccionado del producto comenzando por el valor nominal mínimo y realizando una correcta lectura del instrumento como se muestra en la figura 9 del capítulo IV.
11. Depositar la cantidad de volumen tomado con la pipeta serológica dentro del tubo de ensayo procurando que el líquido no salpique ni se derrame fuera del tubo o del vaso de precipitados.
12. Utilizar la tabla mostrada en el anexo 3 y registrar los datos obtenidos de: lectura de la balanza en gramos, presión atmosférica, humedad relativa, temperatura de la pipeta, temperatura del líquido y temperatura ambiente.
13. Retirar el tubo de ensayo con el líquido entregado por la pipeta serológica de 10 mL y repetir las indicaciones comenzando en el punto 9 hasta el punto 12 completando una corrida que constará de cinco mediciones de masa utilizando la misma cantidad de volumen.
14. Continuar con las determinaciones de los diferentes volúmenes seleccionados en forma ascendente, es decir, tomar el volumen de 5 mL, continuando con 7 mL y finalizando con 10 mL.

Anexo 3. Registro de las lecturas en la determinación experimental de la densidad del líquido no volátil

Tabla 1

Volumen teórico (mL)	Volumen calibrado * (mL)	Masa de la muestra (g)	Presión atmosférica (Pa)	Humedad relativa (%)	Temperatura de la pipeta (°C)	Temperatura del líquido (°C)	Temperatura ambiente (°C)

* Se refiere al volumen obtenido en la calibración de instrumentos para entregar volúmenes, indicado en el capítulo IV.

Anexo 4. Requisitos para termómetros de vástago sólido de uso general

Tabla 2

Alcance Nominal	División de la escala	Líneas mayores a cada	Espesor de las líneas Máx	Numerado fraccionado en cada	Numerado completo en cada	Longitud global	Longitud de la escala (alcance nominal) Mín	Inmersión parcial			Designación (la inmersión se agrega como sea apropiado por ejemplo "75")
								Error Máximo	Error Máximo	Temperatura promedio de la columna líquida emergente (ts)	
°C	°C	°C	mm	°C	°C	mm + _ 10	mm	°C	°C	°C	
-5 a +50	0,05	5	0,10	5	10	140	70	0,3	1	20	
-1 a +51	0,1	0,5	0,10	1	10	460	300	0,3	1	20	L
-1 a +101	0,1	0,5	0,10	1	100	610	500	0,3	1	35	M
-1 a +201	0,2	1	0,25	2	100	610	500	0,4 °C hasta 100 °C 0,5 arriba de 100 °C	1°C hasta 100 °C 1,5°C arriba de 100 °C	35	N
-30 a +50	1	5	0,20	10	10	155	50	0,5	1	20	
-35 a +50	1	5	0,25	10	10	305	200	0,5	1	20	P
-20 a +110	1	5	0,25	10	100	305	200	0,5	1	35	R
-10 a +110	1	5	0,10	10	100	155	50	0,5	1	35	
-20 a +150	1	5	0,20	10	100	305	200	0,5	1	35	S
-10 a +260	1	5	0,20	10	100	405	250	0,5 hasta 100 °C 1 °C arriba de 100 °C	1°C hasta 100 °C 1,5°C arriba de 100 °C	35	T
-10 a +400	2	10	0,25	20	100	405	250	2°C hasta 300 °C 4°C arriba de 300 °C	2,5°C hasta 300 °C 5°C arriba de 300 °C	50	V
-10 a +500	2	10	0,20	20	100	405	250	2°C hasta 300 °C 4°C arriba de 300 °C	2,5°C hasta 300 °C 5°C arriba de 300 °C	75	W

Anexo 5. Preparación del baño a cero grados Celsius (baño de hielo) y procedimiento de calibración de instrumentos para la determinación de temperatura

Para la preparación del baño de hielo, se utilizaron hielos formados a base de agua destilada los cuales se molieron hasta obtener un tamaño pequeño para permitir que el contacto con los termómetros fuera uniforme. Para comprobar que el baño de hielo fue preparado correctamente se colocaron los termómetros en el centro de un cúmulo de cubos de hielo molidos y si los termómetros no se deslizaban hacia el fondo del recipiente, se demostraba que la preparación del baño había sido la correcta. La manipulación de todos los instrumentos se realizó con guantes de látex libres de talco en su interior para evitar la contaminación de los hielos debido a las sales que contiene la piel de las manos así como modificaciones en las determinaciones.⁽¹⁷⁾

A continuación se detalla el procedimiento de calibración de instrumentos para la determinación de temperatura.

1. Identificar los termómetros a calibrar, el termómetro de referencia y el tipo de inmersión correspondiente a cada uno.
2. Seleccionar cinco valores de temperatura a lo largo de la escala de los termómetros de inmersión parcial y total. Los valores deben ser los mismos para cada termómetro.
3. Preparar el baño de hielo como se indicó anteriormente.
4. Encender los baños térmicos de pozo húmedo a las temperaturas de 20, 40, 65 y 80 °C, esperar 15 minutos para alcanzar un equilibrio térmico.
5. Colocar los termómetros a calibrar así como el termómetro de referencia, dentro del baño de pozo húmedo que registre la menor temperatura, es decir, comenzar con el baño de hielo. De ser necesario sujetar los termómetros con pinzas para evitar que caigan de la superficie de trabajo.

6. Esperar 15 minutos para lograr un equilibrio térmico entre los termómetros y el baño de pozo húmedo.
7. Registrar la lectura de la temperatura de los termómetros durante cada minuto en un período de 10 minutos. Para que la lectura sea adecuada, la vista debe ser perpendicular al termómetro a la altura del menisco como se indica en la figura 9 del capítulo IV y el instrumento debe encontrarse en posición vertical.
8. Registrar los datos obtenidos como se muestra en la tabla 3 del anexo 6.
9. Retirar los termómetros del baño de pozo húmedo y esperar el equilibrio térmico con la temperatura ambiente.
10. Repetir del paso 5 al 9 continuando con el baño térmico de pozo húmedo en orden ascendente de temperatura.
11. Los termómetros deben ser sumergidos según la clasificación que le corresponda.
12. En el caso de no ser posible lo anterior, en los cálculos matemáticos deberá realizarse la corrección por columna emergente (CE).
13. La medición de la temperatura de la CE se realiza utilizando un multímetro o termómetro alternativo.

**Anexo 6. Formato del registro de datos para la calibración de instrumentos
para la determinación de temperatura**

Tabla 3

t (min)	T Inparc (°C)	T Ceinparc (°C)	T Intot (°C)	T Ceintot (°C)	T p1	n
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						
9						
10						
\bar{X}						
s						
uA						
ures						
uCE						
ucom						
Uexp						

Donde:

t = Tiempo en minutos.

T Inparc = Temperatura del termómetro de inmersión parcial expresada en °C

T Ceinparc = Temperatura de la columna emergente del termómetro de inmersión parcial expresada en °C

T Intot = Temperatura del termómetro de inmersión total expresada en °C

T Ceintot = Temperatura de la columna emergente del termómetro de inmersión total expresada en °C

T p1= Temperatura del termómetro de referencia expresada en °C

n = Número de marcas en la escala que sobresale en la longitud de la columna emergente.

\bar{X} = Promedio de las lecturas registradas.

s = Desviación estándar de las mediciones.

uA= Incertidumbre tipo A.

ures = Incertidumbre de resolución del termómetro.

uCE= Incertidumbre de la columna emergente.

ucom= Incertidumbre combinada.

Uexp= Incertidumbre expandida.

Anexo 7. División de verificación ⁽²⁾

Se utiliza para determinar el escalón de la verificación para la balanza analítica que será calibrada.

Tabla 4

Tipo de instrumento	División de verificación
Graduado, sin dispositivo indicador auxiliar	$e = d$
Graduado, con dispositivo indicador auxiliar	[e] es elegido por el fabricante de acuerdo con los requisitos indicados en la NOM-010-SCFI-1994
No graduado	[e] es elegido por el fabricante de acuerdo con los requisitos indicados en la NOM-010-SCFI-1994

Ejemplo 1.

Un instrumento con Máx 500 kg y $d = 200$ g tiene $n = 2\,500$ divisiones, por lo que su exactitud es Clase Media III

Ejemplo 2.

Un instrumento con Máx 60 000 kg, $d = 5$ g tiene $n = 12\,000$ divisiones y clasificaría como instrumento como instrumento Clase Fina II

Anexo 8. Clasificación de instrumentos para determinar masa ⁽²⁾

La división de verificación, el número de divisiones y el alcance mínimo con relación a la clase de exactitud de un instrumento se establece en la siguiente tabla.

Tabla 5

Clase de exactitud	División de verificación	Número de divisiones de verificación		Alcance mínimo Mín (límite inferior)
		$n = \frac{Máx}{e}$		
		Mínimo	Máximo	
Especial I	$0,001 \text{ g} \leq e$	50 000	---	100 e
Fina II	$0,001 \text{ g} \leq e \leq 0,05 \text{ g}$	100	100 000	20 e
	$0,1 \text{ g} \leq e$	5 000	100 000	50 e
Media 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
Ordinaria	$5 \text{ g} \leq e$	100	1 000	10 e

(Continuación)

En la siguiente tabla se muestran los EMT para las diferentes clases de instrumentos, así como la carga seleccionada.

Tabla 6

Errores máximos tolerados en verificación inicial	Para carga m expresados en divisiones de verificación (e)			
	Clase I	Clase II	Clase III	Clase IIII
+ 0,5 e	$0 < m < 50\ 000$	$0 < m < 5\ 000$	$0 < m < 500$	$0 < m < 50$
+ 1 e	$50\ 000 < m < 200\ 000$	$5\ 000 < m < 200\ 000$	$500 < m < 2\ 000$	$50 < m < 200$
+ 1,5 e	$200\ 000 < m$	$200\ 000 < m < 100\ 000$	$2\ 000 < m < 10\ 000$	$200 < m < 1\ 000$

Anexo 9. Procedimiento para la prueba de excentricidad

A continuación se detalla el procedimiento para realizar la prueba de excentricidad.

1. Colocar la balanza en un lugar libre de vibraciones para reducir factores que interfieren en el resultado de las mediciones, la balanza debe encontrarse limpia en su totalidad.
2. Verificar que la balanza se encuentre nivelada, es decir, que la burbuja de aire se localice en el centro del indicador como se muestra en la figura 4 del capítulo III. De ser lo contrario, nivelar la balanza ajustando los pies para la nivelación ubicados al respaldo de la misma.
3. Encender la balanza y esperar el tiempo de calentamiento indicado por el proveedor el cual es de 2 horas.
4. Colocar las pesas patrón cerca de la balanza para que exista un equilibrio térmico con el ambiente.
5. Tomar las pesas patrón con pinzas, de no tener disponibles las pinzas se deben de utilizar guantes de látex libres de talco en su interior. Las pesas patrón deben de ser manejadas cuidadosamente y evitar que caigan de la superficie donde se encuentren.
6. Después de transcurrir el tiempo de calentamiento de la balanza, determinar el tiempo de estabilización colocando la pesa próxima a la capacidad máxima de la balanza (la cual es de 610 g) utilizando la pesa de 600 g y la pesa próxima a la capacidad mínima de la balanza, en éste caso se utilizó la pesa de 100 g. El tiempo de estabilización corresponde al mayor entre las dos masas.
7. Antes de iniciar la prueba de excentricidad es necesario registrar los factores de temperatura ambiente (T_{amb}), humedad relativa (HR) y presión atmosférica (P_{atm}). Los factores ambientales se registran en cada medición.

8. Ajustar la balanza a cero y este ajuste no se repite.
9. Registrar la lectura obtenida en la balanza sin carga, a esta lectura se le llamará **lectura de peso muerto**
10. Utilizando la pesa patrón con un valor nominal de 100 g, se coloca en la posición número 1 mostrada en la figura 6 y registrar la lectura de la balanza.
11. Retirar la pesa patrón y registrar de nuevo la lectura del peso muerto.
12. Colocar la pesa patrón de 100 g en la posición número 2 como se indica en la figura 6.
13. Registrar la lectura de la balanza.
14. Retirar la pesa patrón y registrar la lectura del peso muerto.
15. Continuar con el procedimiento anterior hasta cubrir todas las posiciones de la balanza siguiendo la numeración de las mismas para evitar confusiones en el momento de realizar los cálculos.
16. Repetir el procedimiento completo dos veces más con la misma pesa patrón, verificando que los lugares donde es colocada la pesa patrón, correspondan a los registrados anteriormente.
17. Registrar los resultados como se muestra en la tabla 7 del anexo 10.
18. Repetir del punto 8 al 15 por triplicado sustituyendo la pesa patrón de 100 g por la pesa patrón de 200 g.

Anexo 10. Formato del registro de datos para la prueba de excentricidad

Tabla 7

Lectura	Masa (g) \bar{L}_i	Ajustes (g) LiA	Lm (g)	Diferencias (g) Dif	EMT	Tamb (°C)	HR (%)	Pamb (Pa)
A	X							
L1	Z							
B	X							
L2	Z							
C	X							
L3	Z							
D	X							
L4	Z							
E	X							
L5	Z							
F	X							
L6.1	Z							
A	X							

La letra X corresponde al registro de la lectura del peso muerto (lectura sin carga en la balanza). La letra Z corresponde a la lectura del valor de las pesas patrón utilizadas.

L1 y L6.1 son las lecturas tomadas en el centro del platillo de la balanza.

Ajustes: Es el promedio de las lecturas del peso muerto antes y después de colocar una carga, menos la lectura de la balanza con una carga.

Lm: Es el promedio de las lecturas L1 y L6.1

Diferencias: Es la resta de los ajustes y Lm

Tamb (°C)= Temperatura ambiente medida en grados Celsius.

HR (%)= Humedad relativa expresada en porcentaje.

Pamb (Pa)= Presión ambiente, expresada en Pascales.

Anexo 11. Procedimiento para la prueba de repetibilidad

1. Colocar la balanza en un lugar libre de vibraciones para reducir factores que interfieren en el resultado de las mediciones, la balanza debe encontrarse limpia en su totalidad.
2. Verificar que la balanza se encuentre nivelada, es decir, que la burbuja de aire se localice en el centro del indicador como se muestra en la figura 4. De ser lo contrario, nivelar la balanza ajustando los pies para la nivelación ubicados al respaldo de la misma.
3. Encender la balanza y esperar el tiempo de calentamiento indicado por el proveedor el cual es de 2 horas.
4. Colocar las pesas patrón cerca de la balanza para que exista un equilibrio térmico.
5. Tomar las pesas patrón con pinzas de no tener disponibles las pinzas se deben de utilizar guantes de látex libres de talco. Las pesas patrón deben de ser manejadas cuidadosamente y evitar que caigan de la superficie donde se encuentren.
6. Registrar los factores de temperatura ambiente (T_{amb}), humedad relativa (HR) y presión atmosférica (P_{atm}) antes de iniciar la prueba. Los factores ambientales se registran en cada medición.
7. Ajustar la balanza a cero y este ajuste no se repite.
8. Registrar la lectura obtenida en la balanza sin carga como se muestra en el anexo 12, a esta lectura se le llamará **lectura de peso muerto**.
9. Colocar la pesa patrón con un valor nominal de 200 g en el centro del platillo de la balanza y registrar la lectura de la balanza.
10. Retirar la pesa patrón.
11. Repetir del punto 8 al 10 hasta completar el registro de diez lecturas cuidando que la pesa patrón se coloque siempre en el centro del plato de la balanza.
12. Repetir los puntos 8 al 10 utilizando la pesa patrón con un valor nominal de 600 g.

Anexo 12. Formato para el registro de datos para la prueba de repetibilidad

Tabla 8.

Lecturas	Masa (g)	Ajustes (g) LiA	Promedio (g) (\bar{L})	S _L de las Mediciones	S del instrumento	EMT	Tamb (°C)	HR (%)	Patm (Pa)
A									
1									
B									
2									
C									
3									
D									
4									
E									
5									
F									
6									
G									
.									
.									
.									
n									

Las letras corresponden al peso muerto registrado en la balanza, los números a las lecturas registradas en la balanza con la carga asignada.

Ajustes: Es la diferencia entre la lectura de la balanza con carga y el promedio de los pesos muertos antes y después de la carga.

S_L de ajustes: Desviación típica de las mediciones.

S del instrumento: Desviación típica del instrumento.

EMT= Error Máximo Tolerado.

Tamb (°C) = Temperatura ambiente medida en grados Celsius.

HR (%) = Humedad relativa expresada en porcentaje.

Pamb (Pa) = Presión ambiente, expresada en Pascales.

Anexo 13. Procedimiento para la prueba de linealidad

A continuación se detalla el procedimiento llevado a cabo para la realización de la prueba de linealidad.

1. Colocar la balanza en un lugar libre de vibraciones para reducir factores que interfieren en el resultado de las mediciones, la balanza debe encontrarse limpia en su totalidad.
2. Verificar que la balanza se encuentre nivelada, es decir, que la burbuja de aire se localice en el centro del indicador como se muestra en la figura 4. De ser lo contrario, nivelar la balanza ajustando los pies para la nivelación ubicados al respaldo de la misma.
3. Encender la balanza y esperar el tiempo de calentamiento indicado por el proveedor el cual es de 2 horas.
4. Colocar las pesas patrón cerca de la balanza para que exista un equilibrio térmico.
5. Tomar las pesas patrón con pinzas de no tener disponibles las pinzas se deben de utilizar guantes de látex libres de talco. Las pesas patrón deben de ser manejadas cuidadosamente y evitar que caigan de la superficie donde se encuentren.
6. Registrar los factores de temperatura ambiente (T_{amb}), humedad relativa (HR) y presión atmosférica (P_{atm}) antes de iniciar la prueba. Los factores ambientales se registran en cada medición.
7. Ajustar la balanza a cero y este ajuste no se repite.
8. Registrar la lectura obtenida en la balanza sin carga, a esta lectura se le llamará **lectura de peso muerto** como se muestra en la tabla 9 del anexo 14.
9. Colocar la pesa patrón comenzando con el valor nominal mínimo, en el centro del platillo de la balanza, el cual corresponde a 50 g.
10. Registrar la lectura de la balanza obtenida.

11. Retirar la pesa patrón y registrar la lectura del peso muerto.
12. Colocar la pesa patrón con valor nominal de 100 g en el centro del platillo de la balanza y registrar la lectura obtenida.
13. Retirar la pesa patrón y registrar la lectura del peso muerto.
14. Cuando sea necesario, se deben combinar las pesas patrón para obtener el valor teórico asignado. A continuación se describe la forma de obtener el valor teórico de 150 g.
15. Colocar las pesas patrón con valores nominales de 100 g y 50 g en el centro del plato de la balanza y registrar la lectura obtenida.
16. Retirar las pesas patrón y registrar la lectura del peso muerto.
17. Continuar con el procedimiento anterior incrementando el valor de las pesas patrón en múltiplos de 50 hasta terminar con el valor nominal de 600 g a ésta parte del procedimiento se le llamará lectura de la **masa ascendente**.
18. Retirar todas las pesas patrón utilizadas para obtener la masa de 600 g y registrar la lectura del peso muerto.
19. Continuando con el procedimiento, colocar las pesas patrón con la carga máxima seleccionada que corresponde a la masa de 600 g y registrar el valor obtenido.
20. Retirar las pesas patrón utilizadas y registrar la lectura del peso muerto.
21. Colocar las pesas patrón necesarias para obtener el valor de masa teórica de 550 g, tomar la lectura del valor obtenido en la balanza y registrarlo.
22. Repetir el procedimiento anterior disminuyendo el valor de las pesas en múltiplos de 50 hasta terminar la corrida de 50 g, a ésta parte del procedimiento se le llamará lectura de la **masa descendente**.
23. Registrar los resultados como se muestra en la tabla 10 del anexo 15.

Anexo 14. Formato del registro de los datos para la prueba de linealidad.

Tabla 9.

Lecturas	Masa registrada (g)	Ajustes (g) LiAa y LiAd
A		
1		
B		
2		
C		
3		
D		
4		
E		
5		
F		
6		
G		
7		
H		
.		
.		
.		
n		

Las letras corresponden a la lectura del peso muerto (lectura de la balanza sin carga) y los números corresponden a las lecturas de la balanza con la carga correspondiente.

Ajustes: Es la diferencia entre la lectura de la balanza con carga y el promedio de los pesos muertos antes y después de la carga.

Anexo 15. Formato para el registro de datos en la prueba de linealidad.

Tabla 10

Masa teórica (g)	Masa ascendente (g) L_{i_a}	Masa descendente (g) L_{i_d}	Masa promedio (g) $\overline{L_{iA}}$	Ajustes de las masas ascendente (g) L_{iA_a}	Ajustes de las masas descendentes (g) L_{iA_d}	Desviación estándar (S)	uA	uB	urep	ucomb	Uexp	EMT
50												
100												
150												
200												
250												
300												
350												
400												
450												
500												
550												
600												

uA= Incertidumbre tipo A.

uB = Incertidumbre tipo B

urep = Incertidumbre de la prueba de repetibilidad.

ucom= Incertidumbre combinada.

Uexp= Incertidumbre expandida.

EMT= Error máximo tolerado

Anexo 16. Propuesta de procedimiento en la calibración de instrumentos para entregar volúmenes.

A continuación se detalla el procedimiento para realizar la calibración de una pipeta serológica, los datos obtenidos durante el procedimiento también permitieron determinar la densidad del agua.

1. Todo el material que se utilice, debe encontrarse limpio y seco realizando el procedimiento descrito en Limpieza del material indicado en el capítulo I.
2. Manipular los instrumentos utilizando guantes de látex libres de talco en su interior para evitar modificaciones en las mediciones.
3. Seleccionar cuatro diferentes volúmenes a lo largo de la escala de la pipeta para determinar la masa del volumen entregado o la densidad del agua grado reactivo según sea el caso. En el presente trabajo fueron seleccionados los volúmenes de 1, 5, 7 y 10 mL.
4. Colocar la balanza en un lugar libre de vibraciones para reducir factores que interfieren en el resultado de las mediciones, la balanza debe encontrarse limpia en su totalidad.
5. Verificar que la balanza se encuentre nivelada, es decir, que la burbuja de aire se localice en el centro del indicador como se muestra en la figura 4. De ser lo contrario, nivelar la balanza ajustando los pies para la nivelación ubicados al respaldo de la misma.
6. Encender la balanza y esperar el tiempo de calentamiento indicado por el proveedor el cual es de 2 horas.
7. Mantener los instrumentos y materiales en el mismo lugar donde se realizarán las mediciones para lograr un equilibrio térmico.
8. Transcurrido el tiempo de calentamiento, colocar un vaso de precipitados de 150 mL en el centro del platillo de la balanza.
9. Colocar un tubo de ensayo limpio y seco dentro del vaso de precipitados.
10. Ajustar a cero la balanza.

11. Tomar 1 mL del agua grado reactivo con la pipeta serológica de 10 mL realizando una lectura correcta del instrumento como se muestra en la figura 9 del capítulo IV y depositarlo dentro del tubo de ensayo procurando que el líquido no salpique ni se derrame fuera del tubo de ensayo o del vaso de precipitados.
12. Registrar las lecturas de: la masa del líquido, presión atmosférica, humedad relativa, temperatura de la pipeta, temperatura del líquido y temperatura ambiente, utilizar el formato de registro de datos como se muestra en la tabla 11 del anexo 17.
13. Retirar el tubo de ensayo con el líquido entregado por la pipeta serológica.
14. Repetir los pasos del 9 al 13 hasta completar una corrida que constará de 5 mediciones y continuar con los diferentes volúmenes seleccionados en forma ascendente, es decir, tomar el volumen de 5 mL, continuando con 7 mL y finalizando con el de 10 mL.

**Anexo 17. Formato del registro de datos para la calibración de instrumentos
para la determinación de volúmenes**

Tabla 11

Volumen (mL)	Masa (g)	Patm (Pa)	HR (%)	T pipeta (°C)	T líquido (°C)	Tamb (°C)	Densidad del agua (gmL ⁻¹) (ρ_A)	Densidad del aire (g/cm ³) (ρ_a)	ρ_B (gmL ⁻¹)	α (K ⁻¹)
1										
1										
1										
1										
1										
5										
5										
5										
5										
5										
7										
7										
7										
7										
7										
10										
10										
10										
10										
10										

Pamb (Pa) = Presión ambiente, expresada en Pascales.

HR (%) = Humedad relativa expresada en porcentaje.

T pipeta (°C) = Temperatura de la pipeta expresada en grados Celsius.

T líquido (°C) = Temperatura del líquido expresada en grados Celsius.

Tamb (°C) = Temperatura ambiente medida en grados Celsius.

ρ_A = Densidad del agua expresada en gmL⁻¹

ρ_a = Densidad del aire expresada en gmL⁻¹

ρ_B = Densidad de las pesas de la balanza expresada en gmL⁻¹

α = Es el coeficiente de expansión cúbica del vidrio de borosilicato expresado en K⁻¹

Anexo 18. Formato para la determinación de la densidad del agua.

Tabla 12.

Volumen (mL)	Masa promedio (g)	Temperatura ambiente promedio (°C)	Patm promedio (Pa)	HR promedio (%)	Temperatura del líquido promedio (T _A) (°C)	T _A ² (°C)	T _A ³ (°C)	T _A ⁴ (°C)

Anexo 19. Informe de calibración de termómetros de líquido en vidrio

Instalaciones donde se realizó la calibración.

Facultad de Química UNAM

Domicilio: Ciudad Universitaria. Edificio A planta baja. Laboratorio A-001

Identificación de los instrumentos

Termómetro de inmersión parcial.

Marca: Brannan.

Alcance nominal: - 20,0 a 110,0 °C

Resolución: 1 °C

Termómetro de inmersión total.

Marca: Brannan.

Alcance nominal: - 20,0 a 110,0 °C

Resolución: 1 °C

Condiciones ambientales durante el proceso de calibración:

Temperatura ambiente: $19,3 \pm 1,3 \text{ E-01 } ^\circ\text{C}$

Humedad relativa: $60,5 \pm 2,3 \text{ E-01 } \%$

Presión atmosférica: $1015 \pm 0 \text{ Pa}$

Magnitud evaluada: Temperatura.

Procedimiento utilizado: Procedimiento de calibración de instrumentos para la determinación de temperatura por comparación directa utilizado en los laboratorios de Física de la UNAM.

Resumen del procedimiento de calibración:

El instrumento se coloca en el área donde será calibrado, para posteriormente comenzar con los puntos de calibración de 0, 20, 40, 65 y 80 °C.

La toma de datos se realizó de manera ascendente variando la temperatura con el tipo de baño utilizado durante el proceso, durante todo el proceso, se compara con el termómetro de referencia.

Termómetro de referencia.

Termómetro de inmersión parcial.

Marca: ERTCO

Modelo: A 97-112

Alcance nominal: -1,0 a 201,0 °C

Resolución: 1°C

Calibrado por:

Equipos.

Baño de hielo.

Baño de temperatura constante.

Marca:

Alcance:

Resultados de la calibración.

Tabla 13. Incertidumbres del termómetro de inmersión parcial.

Temperatura teórica (°C)	Temperatura nominal (°C)	Diferencia * (°C)	Incertidumbre ** (U ± °C)
0,0	0,0	0,0	7,0 E-01
20,0	20,0	0,0	7,0 E-01
40,0	40,0	0,0	7,0 E-01
65,0	65,0	0,0	7,0 E-01
80,0	80,0	0,0	7,0 E-01

* Diferencia= Error

** Incertidumbre de termómetro de inmersión parcial: 7,0 E-01 con k = 2 el cual cumple con el error máximo tolerado indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-011-SCFI-2004

Tabla 14. Incertidumbres del termómetro de inmersión total.

Temperatura teórica (°C)	Temperatura nominal (°C)	Diferencia * (°C)	Incertidumbre ** (U ± °C)
0,0	7,0	-7,0	7,0 E-01
20,0	26,0	-6,0	7,0 E-01
40,0	44,0	-4,0	7,0 E-01
65,0	67,0	-2,0	7,1 E-01
80,0	81,0	-1,0	7,1 E-01

* Diferencia= Error

Incertidumbre de termómetro de inmersión total: 7,0 E-01 con $k = 2$ el cual no cumple con el error máximo tolerado indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-011-SCFI-2004

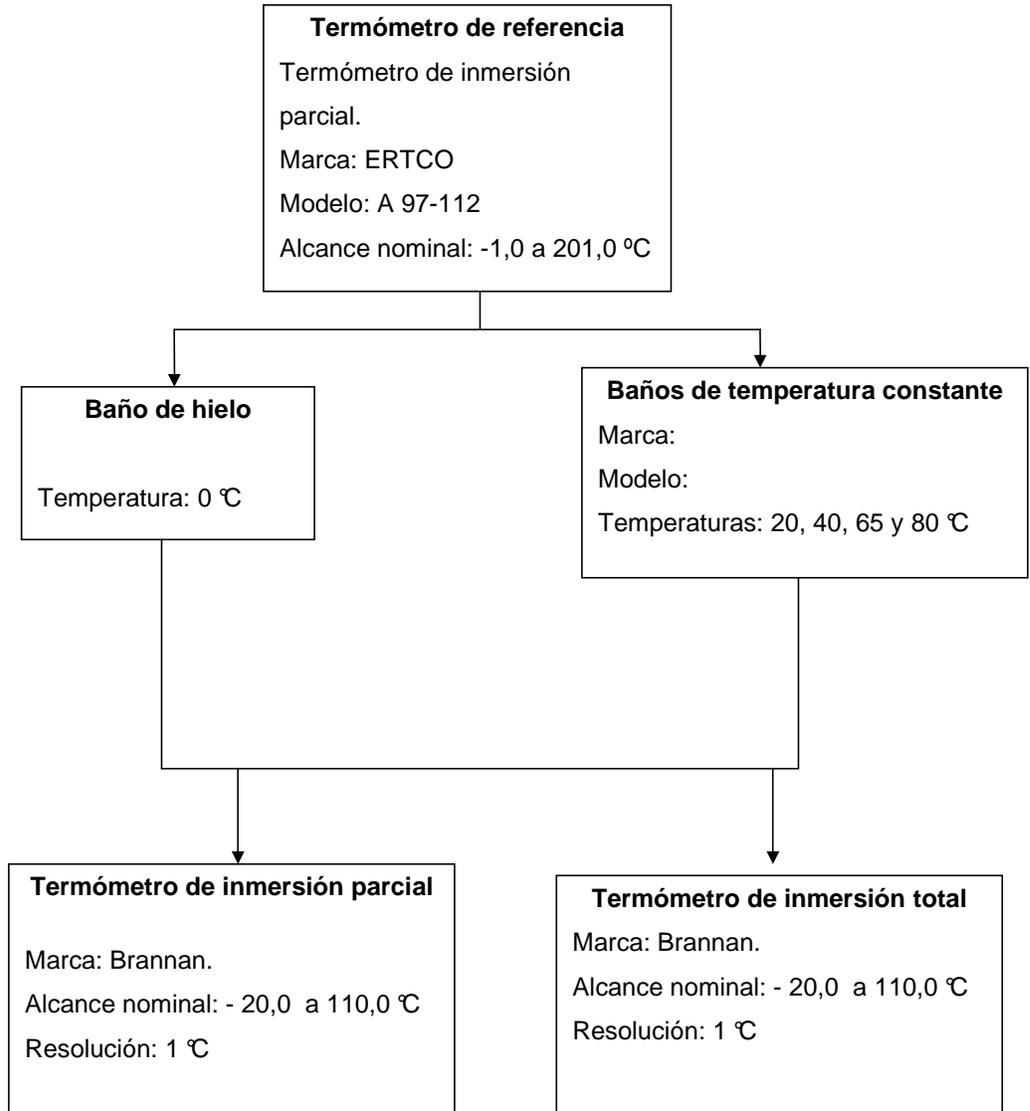
Praxedis Israel Santamaría Mata
Revisó y aprobó

Brenda Aranzazú Torres Tovar
Calibró

Anexo 20. Carta de trazabilidad de temperatura.

F
A
C
U
L
T
A
D
D
E
Q
U
Í
M
I
C
A

C
L
I
E
N
T
E



Anexo 21. Informe de calibración de instrumentos para determinar masa

Instalaciones donde se realizó la calibración.

Facultad de Química. UNAM

Domicilio: Ciudad Universitaria. Edificio A planta baja. Laboratorio A-001

Identificación del instrumento.

Balanza Analítica.

Clase de Exactitud: Especial 1.

Modelo: EP613C

Marca: Ohaus

Capacidad 610 g

Resolución: 0,001 g

Escalón de verificación: 0,001 g

Condiciones ambientales durante el proceso de calibración.

Prueba de excentricidad.

Temperatura ambiente. $18,1 \pm 1,1 \text{ E-01 } ^\circ\text{C}$

Humedad relativa: $59,5 \pm 2,0 \text{ E-01 } \%$

Presión atmosférica: $1013 \pm 0 \text{ Pa}$

Prueba de repetibilidad.

Temperatura ambiente. $20,3 \pm 1,0 \text{ E-01 } ^\circ\text{C}$

Humedad relativa: $42,0 \pm 2,0 \text{ E-01 } \%$

Presión atmosférica: $1009 \pm 0 \text{ Pa}$

Prueba de linealidad.

Temperatura ambiente. $20,7 \pm 1,1 \text{ E-01 } ^\circ\text{C}$

Humedad relativa: $40,1 \pm 3,0 \text{ E-01 } \%$

Presión atmosférica: $1010 \pm 2,0 \text{ E-01 Pa}$

Magnitud evaluada: Masa.

Procedimiento utilizado: Procedimiento de calibración de instrumentos para la determinación de masa por sustitución de masas, utilizado en los laboratorios de Física de la UNAM.

Juegos de pesas patrón utilizadas.

Juego de pesas patrón con valores nominales de 1 mg a 200 g

Piezas en total: 23 piezas

Marca: Toledo

Modelo 15884

Clase E2.

Juego de pesas patrón en donde el intervalo de masas fue:

100 g – 1 g

500 mg – 5 mg

2mg – 1 mg.

Clase: E1

Marca: s/m

Número de serie 23996

Prueba de excentricidad.

Las pesas patrón seleccionadas de la marca Toledo fueron 100 y 200 g.

Las pesas patrón seleccionadas con número de serie 23996 fueron de 100 g y 50 g.

Prueba de repetibilidad.

Las pesas patrón seleccionadas de la marca Toledo tuvieron un valor nominal de 200 y 600 g.

Prueba de linealidad.

Las pesas patrón seleccionadas de la marca Toledo fueron:

Dos pesas patrón con valor nominal de 100 g

Dos pesas patrón con valor nominal de 200 g.

Una pesa patrón seleccionada con número de serie 23996 con un valor nominal de 50 g.

Resultados de la prueba de excentricidad.

Tabla 15. Resultados de la prueba de excentricidad utilizando la pesa patrón con valor nominal de 100 g.

Lecturas	Masa (g) \bar{L}_i	Ajustes (g) LiA	Lm * (g)	Diferencias (g) Dif	Valor del EMT (g)	EMT
A	0					
1	99,999	99,999	99,999	0,0	1e	Cumple
B	0					
2	99,999	99,999		0,0		Cumple
C	0					
3	99,999	99,999		0,0		Cumple
D	0					
4	99,999	99,999		0,0		Cumple
E	0					
5	100,000	100,000		0,001		Cumple
F	0					
1	99,999	99,999		0,0		Cumple
A	0,001					

* Lm= promedio de la lectura del centro.

Los resultados de la prueba de excentricidad cumplen con el error máximo tolerado indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994.

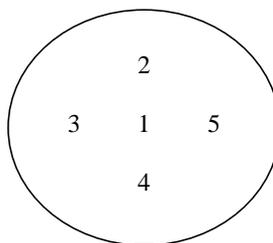
Tabla 16. Resultados de la prueba de excentricidad utilizando la pesa patrón con un valor nominal de 200 g.

Lecturas	Masa (g) \bar{L}_i	Ajustes (g) LiA	Lm * (g)	Diferencia (g) Dif	Valor del EMT (g)	EMT
A	0					
1	199,998	199,998	199,998	0,0	1e	Cumple
B	0					
2	199,997	199,9975		- 0,0005		Cumple
C	-0,001					
3	199,997	199,998		0,0		Cumple
D	-0,001					
4	199,997	199,998		0,0		Cumple
E	-0,001					
5	199,997	199,998		0,0		Cumple
F	-0,001					
1	199,997	199,998		0,0		Cumple
A	-0,001					

* Lm= promedio de la lectura del centro.

Los resultados de la prueba de excentricidad cumplen con el error máximo tolerado indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994.

Diagrama de posiciones durante la prueba de excentricidad.



Resultados de la prueba de repetibilidad.

Tabla 17. Resultados de la prueba de repetibilidad utilizando la pesa patrón con valor nominal de 200 g.

Lecturas	Masa (g)	Ajustes (g) LiA	Promedio (g) (\bar{L})	S _L de los ajustes *	S del instrumento**	EMT *** ($\pm 1e$)
A	0,000					
1	199,999	199,999	199,999	3,3 E-4	4,4 E-4	Cumple
B	0,000					
2	199,998	199,999				
C	-0,001					
3	199,997	199,999				
D	-0,002					
4	199,997	199,999				
E	-0,002					
5	199,997	199,999				
F	-0,002					
6	199,997	199,999				
G	-0,002					
7	199,997	200,000				
H	-0,003					

Continuación.

8	199,996	199,999				
I	-0,002					
9	199,997	199,999				
J	-0,002					
10	199,996	199,999				
K	-0,003					

* S_L =desviación estándar de los ajustes.

** S= desviación estándar del instrumento.

*** El error máximo tolerado (EMT) tiene un valor de 1,5 e y la palabra “cumple” indica que la desviación estándar del instrumento cumple con el error máximo tolerado indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994.

Tabla 18. Resultados de la prueba de repetibilidad utilizando la pesa patrón con valor nominal de 600 g.

Lecturas	Masa (g)	Ajustes (g) LiA	Promedio (g) (\bar{L})	S_L de ajustes *	S del instrumento **	EMT *** ($\pm 1,5e$)
A	0,000					
1	599,997	599,997	599,997	0	2,8 E-4	Cumple
B	0,000					
2	599,997	599,997				
C	0,000					
3	599,997	599,997				
D	0,000					
4	599,997	599,997				
E	0,000					
5	599,997	599,997				

Continuación.

F	0,000					
6	599,997	599,997				
G	0,000					
7	599,997	599,997				
H	0,000					
8	599,997	599,997				
I	0,000					
9	599,997	599,997				
J	0,000					
10	599,997	599,997				
K	0,000					

* S_L =desviación estándar de los ajustes.

** S= desviación estándar del instrumento.

*** El error máximo tolerado (EMT) tiene un valor de 1,5 e y la palabra “cumple” indica que la desviación estándar del instrumento cumple con el error máximo tolerado indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994.

En la siguiente tabla se muestra la incertidumbre de repetibilidad (urep) del instrumento.

Tabla 19. Incertidumbre de la prueba de repetibilidad.

Masa teórica (g)	Masa nominal (g)	urep* (+g)
200	199,999	1,4 E-04
600	599,997	9,3 E-05

* Los valores de las incertidumbres calculadas durante la prueba de repetibilidad cumplen con el error máximo tolerado indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994.

Resultados de la prueba de linealidad.

Tabla 20. Incertidumbre de la balanza.

Masa teórica (g)	Masa nominal (g)	U ± g *
50	50,0	2,8 E-04
100	100,0	1,0 E-03
150	149,999	6,0 E-03
200	199,998	3,0 E-04
250	249,999	5,8 E-04
300	299,998	3,0 E-04
350	349,997	3,0 E-04
400	399,997	3,1 E-04
450	449,997	5,9 E-04
500	499,997	5,9 E-04
550	549,997	3,2 E-04
600	599,996	5,9 E-04

* La incertidumbre de la balanza tiene un valor de 1,0 E-03 con k = 2

Praxedis Israel Santamaría Mata

Revisó y aprobó

Brenda Aranzazú Torres Tovar

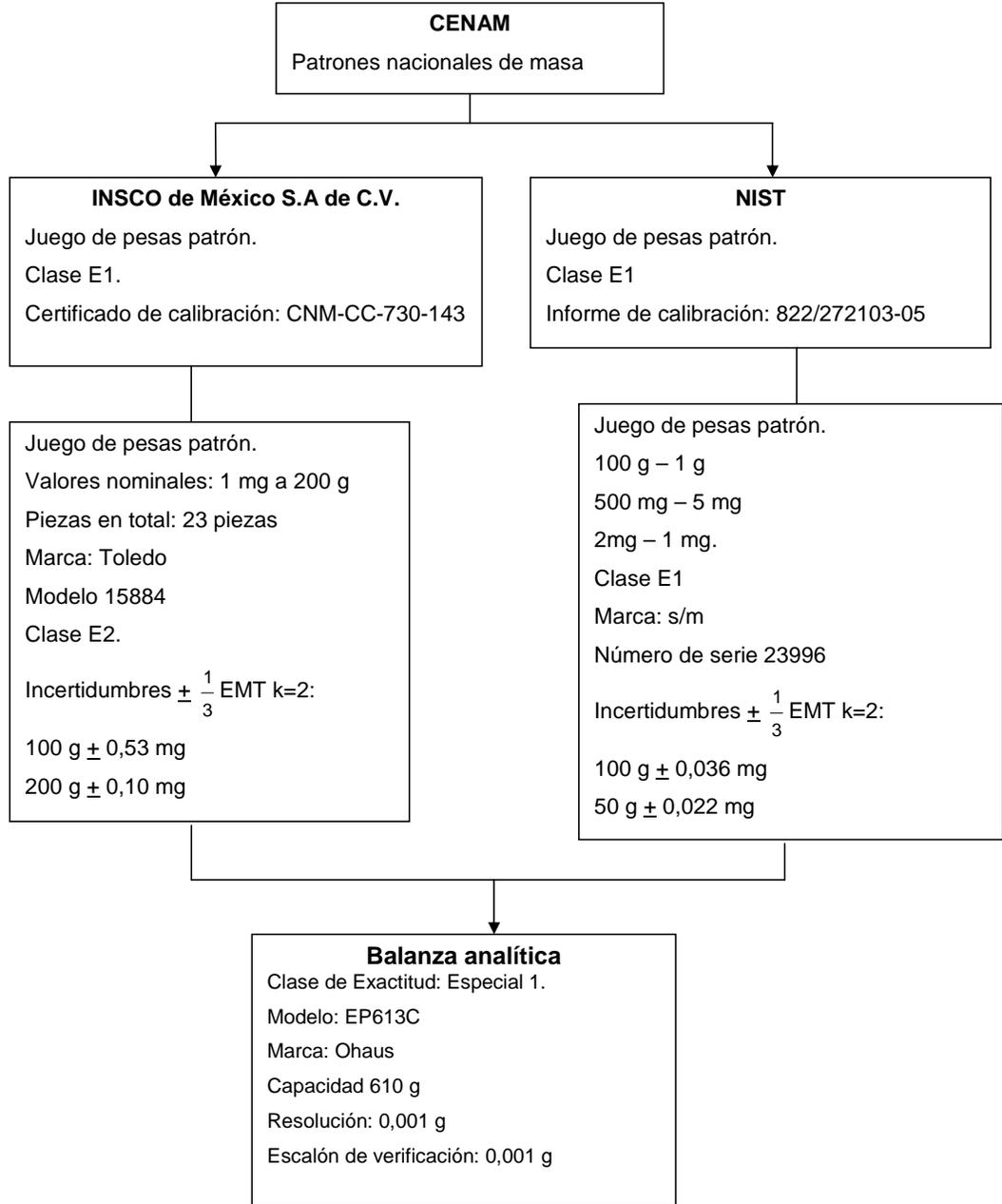
Calibró

Anexo 22. Carta de trazabilidad de masa

P
R
O
V
E
E
D
O
R

F
A
C
U
L
T
A
D
Q
U
Í
M
I
C
A

C
L
I
E
N



Anexo 23. Informe de calibración de instrumentos para entregar volúmenes

Instalaciones donde se realizó la calibración.

Facultad de Química. UNAM

Domicilio: Ciudad Universitaria. Edificio A planta baja. Laboratorio A-001

Identificación del instrumento.

Pipeta Serológica

Material: Borosilicato.

Alcance nominal: de 0,5 a 10mL

Resolución: 0,1 mL

Marca: Pyrex.

Condiciones ambientales durante el proceso de calibración.

Temperatura ambiente. $18,0 \pm 4,3 \text{ E-01 } ^\circ\text{C}$

Humedad relativa: $60,5 \pm 2,3 \text{ E-01 } \%$

Presión atmosférica: $1008 \pm 0 \text{ Pa}$

Magnitud evaluada: Volumen.

Procedimiento utilizado: Procedimiento de calibración para entregar volúmenes, utilizado en los laboratorios de Física de la UNAM.

Resumen del procedimiento de calibración.

El instrumento se coloca en el área donde será calibrado, para posteriormente comenzar con los puntos de calibración de 0, 5, 7 y 10 mL a lo largo de la escala.

La toma de datos se realizó de manera ascendente variando la cantidad de líquido tomada con el instrumento.

Instrumentos y materiales.

Agua destilada grado reactivo.

Balanza analítica.

Clase de Exactitud: Especial 1.

Modelo: EP613C

Marca: Ohaus

Capacidad 610 g

Resolución: 0,001 g

Escalón de verificación: 0,001 g

Incertidumbre: $1,0 \text{ E-}03 \text{ g}$ con $k = 2$

Termómetro de inmersión parcial.

Marca: Brannan.

Alcance nominal: - 20,0 a 110,0 °C

Resolución: 1 °C

Incertidumbre: $7 \text{ E-}01 \text{ °C}$ con $k=2$

Resultados de la calibración.

Tabla 21. Incertidumbres de los volúmenes entregados por la pipeta serológica de 10 mL.

Volumen teórico (mL)	Volumen calibrado V_{R20} (mL)	$u_{V_{R20}}$ * (mL)
1	1,0	2,0 E-02
5	4,9	3,0 E-02
7	6,9	3,0 E-02
10	9,8	1,0 E-02

* Incertidumbre de pipeta serológica de 10 mL: 1,0 E-02 mL con $k = 2$

Praxedis Israel Santamaría Mata
Revisó y aprobó

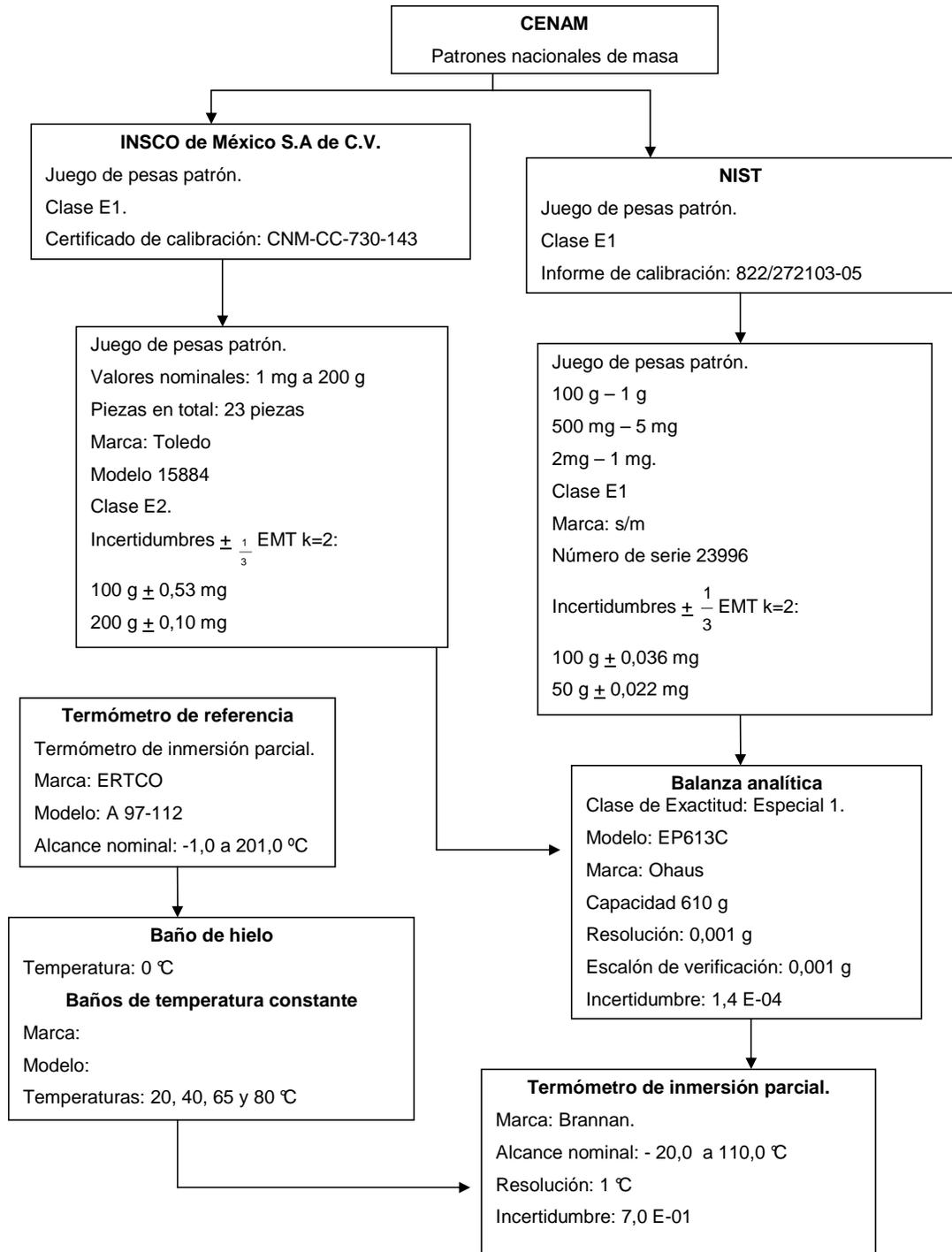
Brenda Aranzazú Torres Tovar
Calibró

Anexo 24. Trazabilidad de volumen

P
R
O
V
E
E
D
O
R

F
A
C
U
L
T
A
D
E

Q
U
Í
M
I
C
A



(Continuación)

Densidad del agua grado reactivo:
0,999 g / mL
Incertidumbre: 4,6 E-05

C
L
I
E
N
T
E

Pipeta Serológica
Material: Borosilicato.
Alcance nominal: de 0,5 a 10mL
Resolución: 0,1 mL
Marca: Pyrex.
Incertidumbre: 1,0 E-02 mL

Bibliografía.

1. Evaluación de la Incertidumbre en Datos Experimentales. Miranda Martín del Campo Javier. México 2003
2. Norma Oficial Mexicana NOM-010-SCFI-1994 Instrumentos de medición- Instrumentos para pesar de Funcionamientos no automáticos- Requisitos Técnicos y Metrológicos.
3. Guía para estimar la incertidumbre de la medición. Wolfgang A. Schmid y Ruben J. Lazos Martínez. Abril de 2004. El marqués, Querétaro, México.
4. Norma Oficial Mexicana NOM-011-SCFI-2004 Instrumentos de medición- Termómetros de líquido en vidrio para uso general- Especificaciones y métodos de prueba.
5. La Guía Metas. Metas y Metrólogos Asociados. Septiembre 2008. Jalisco, México.
6. Guía técnica sobre la trazabilidad e incertidumbre en la calibración de termómetros de líquido en vidrio en baños de líquido controlado térmicamente. México 2008.
7. Estimación de la incertidumbre en la determinación de la densidad del aire. Becerra Santiago Luis Omar. Guardado González María Elena. México. Diciembre 2001
8. Incertidumbre en la calibración de un matraz volumétrico. Trujillo Juárez Sonia, Arias Romero Roberto. Centro Nacional de Metrología. Octubre 2002.

9. Determinación de la densidad del agua tipo I ASTM utilizada en CENAM con patrones sólidos de densidad. Centeno Luz Ma, et.al. Centro Nacional de Metrología. 2004
10. Norma Mexicana NMX-BB-086-1982. Utensilios y Recipientes Volumétricos de Vidrio para Laboratorio- Especificaciones.
11. Guía técnica sobre trazabilidad e incertidumbre en los servicios de calibración de recipientes volumétricos por el método gravimétrico. Dr. Héctor O. Nava Jaimes y María Isabel López Martínez. Abril 2008. México D.F.
12. Guía para la calibración de los instrumentos para pesar de funcionamiento no automático. Publicación de Referencia EA-10/18. European co-operation for Accreditation. Abril 2007.
13. Norma Oficial Mexicana NOM-038-SCFI-2000 Pesas de clases de exactitud E1, E2, F1, F2, M1, M2 y M3.
14. Explorer *Pro* Manual de Instrucciones. Ohaus Corporation 2003.
15. Ley Federal Sobre Metrología y Normalización. 1992.
16. Procedimientos de Calibración de Balanza. Laboratorio de Física. UNAM. 2008
17. Procedimiento de Calibración de Termómetros de Líquido en Vidrio. Laboratorio de Física. UNAM. 2008.
18. Procedimiento de Calibración de Recipientes Volumétricos para Contener. Santamaría Mata Praxedis Israel. Laboratorio de Física. UNAM. 2008

19. Data Reduction and Error Analysis for the Physical Sciences. Bevington Philip R. 3er Ed. Editorial Mc Graw Hill. New York 2003.
20. Evaluating the Measurement Uncertainty. Fundamentals and practical guidance. Lira Ignacio. Chile, 2002.
21. Establecimiento de Procedimientos de Medición y Calibración de Instrumentos en el Área de Presión. Tesis de Licenciatura. Santamaría Mata Praxedis Israel. México. 1999.