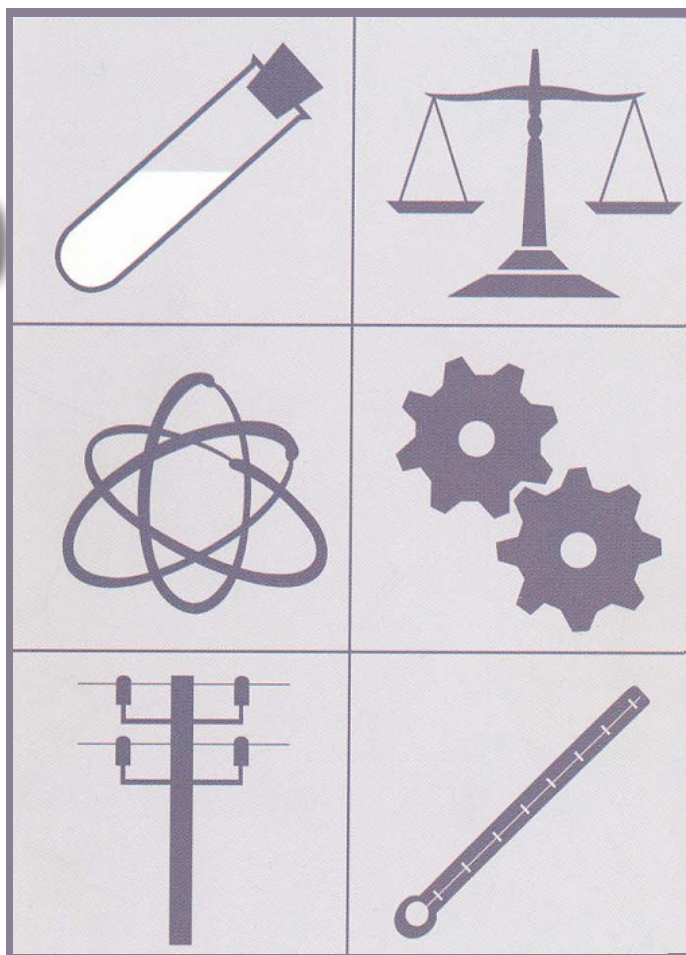


Metrología

PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN



PROCEDIMIENTO ME-005 PARA LA CALIBRACIÓN
DE BALANZAS MONOPLATO

ñ 13



MINISTERIO
DE INDUSTRIA, ENERGÍA
Y TURISMO



La presente edición de este procedimiento se emite exclusivamente en formato digital y puede descargarse gratuitamente de nuestra página web (www.cem.es).

El procedimiento ha sido revisado, corregido y actualizado, respecto a la edición anterior en papel.

Este procedimiento de calibración es susceptible de modificación permanente a instancia de cualquier persona o entidad. Las propuestas de modificación se dirigirán por escrito, justificando su necesidad, a cualquiera de las siguientes direcciones:

Correo postal:

Centro Español de Metrología
C/ del Alfar, 2,
28760 Tres Cantos, Madrid

Correo electrónico:

cem@cem.es



ÍNDICE

Página

1. OBJETO.....	4
2. ALCANCE	4
3. DEFINICIONES.....	4
4. GENERALIDADES.....	10
5. DESCRIPCIÓN.....	11
5.1. Equipos y materiales	11
5.2. Operaciones previas.....	12
5.3. Proceso de calibración.....	14
5.4. Toma y tratamiento de datos.....	18
6. RESULTADOS.....	20
6.1. Cálculo de incertidumbres.....	20
6.2. Interpretación de resultados.....	26
7. REFERENCIAS	27
8. ANEXOS.....	28



1. OBJETO

Este procedimiento tiene por objeto describir la sistemática utilizada en la calibración de instrumentos de pesaje de funcionamiento no automático.

Según la Clasificación de instrumentos de Metrología de Masa y Fuerza [7], la denominación técnica de este tipo de instrumentos es balanza monoplato, y su código de identificación es M-01.05; aunque a menudo aparecerá a lo largo de este procedimiento simplemente como balanza.

2. ALCANCE

Se refiere a balanzas monoplato de laboratorio o industriales, con escala continua y uno o más rangos de medida, ya sean las clásicas analíticas totalmente mecánicas, o aquellas más modernas que incorporan desarrollos técnicos posteriores como pueden ser: sistemas opto-electrónicos de alta resolución, mecanismos de amortiguamiento para minimizar el tiempo de estabilización, convertidores analógico-digitales, etc.

La relación entre la división de escala y el campo de medida en este tipo de balanzas es siempre superior a 10^{-7} . Generalmente cubren rangos desde algunos gramos hasta cientos de gramos, pero pueden encontrarse con capacidad hasta varias decenas de kilogramos.



3. DEFINICIONES

Son de aplicación las definiciones generales de las referencias [1] y [2] que se indican a continuación.

Instrumento de pesar [2]:

Instrumento de medida que sirve para determinar la masa de un cuerpo, utilizando la acción de la gravedad sobre dicho cuerpo.

Teniendo en cuenta el modo de funcionamiento, un instrumento de pesar se clasifica como instrumento de funcionamiento automático o instrumento de funcionamiento no automático.

Dispositivo receptor de carga [2]:

Parte del instrumento destinada a recibir la carga.

Dispositivo de puesta a cero [2]:

Dispositivo que permite poner a cero la indicación, cuando no hay carga sobre el dispositivo receptor de carga.

Dispositivo de tara [2]:

Dispositivo que permite poner a cero la indicación cuando una carga está situada sobre el dispositivo receptor de carga, bien sin alterar el rango de pesaje para cargas netas (dispositivo aditivo de tara) o reduciendo el rango de pesaje para cargas netas (dispositivo sustractivo de tara).



Puede funcionar como:

- Un dispositivo no automático (carga equilibrada por medio de un operador).
- Un dispositivo semiautomático (carga equilibrada automáticamente por medio de un único mando manual).
- Un dispositivo automático (carga equilibrada automáticamente sin la intervención de un operador).

División de escala [1] (4.20)

Parte de una escala comprendida entre dos trazos consecutivos cualesquiera.

Ajuste (de un instrumento de medida) [1] (4.30).

Operación destinada a llevar un instrumento de medida a un estado de funcionamiento conveniente para su utilización.

Sensibilidad [1] (5.10)

Cociente del incremento de la respuesta de un instrumento de medida por el incremento correspondiente de la señal de entrada.

NOTA: El valor de la sensibilidad puede depender del valor de la señal de entrada.

Resolución (de un dispositivo visualizador) [1] (5.12)

La menor diferencia de indicación de un dispositivo visualizador que puede percibirse de forma significativa.

NOTAS:

1. Para un dispositivo visualizador digital, diferencia de la indicación que corresponde al cambio de una unidad en la cifra menos significativa.
2. Este concepto se aplica también a un dispositivo registrador.



Calibración [1] (6.11)

Conjunto de operaciones que establecen, en condiciones especificadas, la relación entre los valores de una magnitud indicados por un instrumento de medida o un sistema de medida, o los valores representados por una medida materializada o por un material de referencia, y los valores correspondientes de esa magnitud realizados por patrones

NOTAS:

- 1 El resultado de una calibración permite atribuir a las indicaciones los valores correspondientes del mensurando o bien determinar las correcciones a aplicar en las indicaciones.
- 2 Una calibración puede también servir para determinar otras propiedades metrológicas tales como los efectos de las magnitudes de influencia.
- 3 Los resultados de una calibración puede consignarse en un documento denominado, a veces, **certificado de calibración** o **informe de calibración**.

Repetibilidad (de los resultados de las mediciones) [1] (3.6)

Grado de concordancia entre los resultados de sucesivas mediciones del mismo mensurando, mediciones efectuadas con aplicación de la totalidad de las mismas condiciones de medida.

NOTAS:

1. Estas condiciones se denominan **condiciones de repetibilidad**.
2. Las condiciones de repetibilidad comprenden:
 - El mismo procedimiento de medida.
 - El mismo observador.
 - El mismo instrumento utilizado en las mismas condiciones.
 - El mismo lugar.
 - Repetición de las medidas en un corto periodo de tiempo.

3. La repetibilidad puede expresarse cuantitativamente por medio de las características de dispersión de los resultados.

Desviación estándar experimental [1] (3.8)

Para una serie de n mediciones de un mismo mensurando, la magnitud s que caracteriza la dispersión de los resultados, dada por la fórmula:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

siendo x_i el resultado de la i -ésima medición y \bar{x} la media aritmética de los n resultados considerados.

NOTAS:

1. Considerando la serie de n valores como muestra de una distribución, \bar{x} es un estimador insesgado de la media μ , y s^2 es un estimador insesgado de la varianza σ^2 de dicha distribución.
2. La expresión s/\sqrt{n} es una estimación de la desviación estándar de la distribución de \bar{x} y se denomina **desviación estándar experimental de la media**.
3. La desviación estándar experimental de la media en ocasiones se denomina, incorrectamente, **error de la media**.

Error (de indicación) de un instrumento de medida [1] (5.24):

Indicación de un instrumento de medida menos un valor verdadero de la magnitud de entrada correspondiente.

NOTAS:

1. Dado que un valor verdadero no puede determinarse, en la práctica se utiliza un valor convencionalmente verdadero (ref. [1] ver 1.19 y 1.20).



2. Este concepto se aplica principalmente cuando se compara el instrumento con un patrón de referencia.
3. Para una medida materializada, la indicación es el valor que le ha sido asignado.

Corrección [1] (3.15)

Valor sumado algebraicamente al resultado sin corregir de una medición para compensar un error sistemático.

NOTAS

- 1 La corrección es igual al opuesto del error sistemático estimado.
- 2 Puesto que el error sistemático no puede conocerse perfectamente, la compensación no puede ser completa.

Incertidumbre de medida [1] (3.9)

Parámetro, asociado al resultado de una medición, que caracteriza la dispersión de los valores que podrían razonablemente ser atribuidos al mensurando.

NOTAS:

- 1 El parámetro puede ser, por ejemplo, una desviación estándar (o un múltiplo de ésta) o la semiapertura de un intervalo con un nivel de confianza determinado.
- 2 La incertidumbre de medida comprende, en general, varios componentes. Algunos pueden ser evaluados a partir de la distribución estadística de los resultados de series de mediciones y pueden caracterizarse por sus desviaciones estándar experimentales. Los otros componentes, que también pueden ser caracterizados por desviaciones estándar, se evalúan asumiendo distribuciones de probabilidad, basadas en la experiencia adquirida o en otras informaciones.



- 3 Se entiende que el resultado de la medición es la mejor estimación del valor del mensurando, y que todos los componentes de la incertidumbre, comprendidos los que provienen de efectos sistemáticos, tales como los componentes asociados a las correcciones y a los patrones de referencia, contribuyen a la dispersión.

Trazabilidad [1] (6.10)

Propiedad del resultado de una medición o de un patrón tal que pueda relacionarse con referencias determinadas, generalmente a patrones nacionales o internacionales, por medio de una cadena ininterrumpida de comparaciones teniendo todas las incertidumbres determinadas.

NOTAS:

- 1 A menudo, este concepto se expresa por el adjetivo **trazable**.
- 2 La cadena ininterrumpida de comparación se denomina **cadena de trazabilidad**.

4. GENERALIDADES

Aunque este tipo de balanzas pueden utilizarse únicamente como comparadores de pesas, con lo cual solo sería necesario el estudio de repetibilidad en las condiciones de uso y para los valores nominales de las pesas a comparar, el procedimiento tendrá en cuenta las condiciones de uso más comunes en la industria, es decir pesaje directo de cualquier objeto o sustancia susceptible de ello.

En lugar de utilizar tres cuchillas, la balanza monoplato clásica emplea solo dos, ya que el segundo plato está sustituido por un contrapeso constante y fijo.

Algunas de estas balanzas llevan pesas internas que cubren todo el rango de la balanza, Al cargar un objeto en el platillo deben extraerse las pesas necesarias para equilibrar su peso, la lectura de la balanza da los valores de las pesas extraídas de encima del platillo, es decir estas balanzas trabajan a carga constante.



Otras, las más comunes en la actualidad, llevan una única pesa (interna o externa), con la que se realiza el ajuste de linealidad. (Calibración interna).

Dada su rapidez de lectura y exactitud lograron tal difusión, que su uso en los laboratorios es prácticamente universal.

Unidades y simbología utilizadas en este procedimiento

La unidad de masa en el SI es el kilogramo, unidad básica cuyo símbolo es kg. Como submúltiplos se utilizan: el g (gramo) = 10^{-3} kg, el mg (miligramo) = 10^{-6} kg y el μg (microgramo) = 10^{-9} kg. También aparece a lo largo del procedimiento el símbolo: % hr, que se refiere al porcentaje de humedad relativa, °C que se refiere a la temperatura en grados Celsius y hPa que se refiere a la medida de presión atmosférica en múltiplo de Pa.

5. DESCRIPCIÓN

5.1. Equipos y materiales

Se entiende que el equipo a calibrar, balanza o comparador, estará situado en su lugar de utilización. Debe quedar patente que la calibración quedaría invalidada en el caso en que la balanza se cambiase de ubicación, una vez realizada esta, salvo que se haya demostrado claramente que la balanza es insensible a los efectos producidos por un cambio de ubicación.

Los equipos y materiales necesarios para la calibración serán los siguientes:



Patrón o Patrones de Trabajo

Serán necesarios patrones de masa de una clase adecuada a la balanza a calibrar y deberán cubrir todo su rango.

En las balanzas de tipo multirango se utilizarán los patrones necesarios para cada uno de los rangos considerándose, además, como calibraciones independientes. Si el rango cambia automáticamente, se considerará como una balanza monorango realizando una única calibración.

Aunque ésta no vaya a utilizarse en todo el rango, debería comprobarse su correcto funcionamiento en él.

Las pesas deberán estar convenientemente protegidas en sus cajas o estuches, y con su certificado de calibración en vigor.

Útiles de uso y limpieza

No se usará, a no ser que sea imprescindible, agua destilada, alcohol o cualquier otra sustancia para limpiar las pesas, o la balanza; sólo se utilizaran brochas de cerdas suaves para eliminar motas de polvo u otro material que haya quedado sobre la superficie, o con una gamuza seca que no deje pelusillas, restos de hilos, etc.

Las pinzas y útiles para manejar las pesas de calibración, se procurará que no sean metálicas, o que las superficies que vayan a ir en contacto con las pesas vayan protegidas.

Guantes de hilo o algodón para manejar las pesas más grandes, también pueden utilizarse de cuero, que proporcionan una mayor sujeción en las pesas grandes.



Lupa: en las balanzas monoplato clásicas es necesaria para comprobar el estado superficial de las cuchillas, posibles defectos superficiales en las aristas o en su punto de apoyo, y la limpieza de las superficies, para evitar falta o defectos de sensibilidad.

Medidores de Condiciones Ambientales

Es necesario disponer de elementos para la medida de condiciones ambientales que nos van a dar los valores entre los cuales se realiza la calibración, además de utilizarse para el cálculo de la densidad del aire durante la calibración si fuese necesario.

Será suficiente para la medida de condiciones ambientales instrumentos con resolución de al menos 0.2 °C en la medida de temperatura, 1% en la humedad relativa y 1 hPa en la de presión.

5.2. Operaciones previas

Antes de realizar la calibración se tendrán en cuenta una serie de consideraciones generales.

Consideraciones generales.

- a) La balanza monoplato deberá encontrarse perfectamente identificada en lo que se refiere a MARCA, MODELO y NÚMERO DE SERIE. En caso de que no exista alguno de estos datos, se procederá a la identificación del instrumento de la mejor forma posible (p.ej. mediante etiqueta fuertemente adherida al instrumento), de forma que no surja duda alguna en cuanto a la correspondencia entre el equipo calibrado y el certificado emitido.
- b) Deberá leerse el manual de instrucciones de la balanza si se dispone de él, y en cualquier caso estar familiarizado con el uso de la balanza y sus opciones.



- c) Se comprobará, en el caso de las balanzas con componentes eléctricos, que han sido alimentadas eléctricamente para su calentamiento y estabilización durante el tiempo establecido en el manual o el descrito en el procedimiento del cliente.
- d) Se comprobará que la balanza esté situada en un lugar adecuado, libre de vibraciones y cualquier perturbación que pueda afectar tanto al instrumento como a la calidad de las calibraciones. Si no es así, esto podrá afectar a la incertidumbre.
- e) Se comprobará que funcionan todos los sistemas mecánicos, eléctricos y ópticos de la balanza.
- f) Se comprobará el estado superficial de las pesas internas si son de fácil accesibilidad, y de la superficie de las cuchillas y soportes de éstas.
- g) Tanto los patrones de masa utilizados como la propia balanza deberán permanecer en el laboratorio o recinto de calibración el tiempo necesario para su estabilización térmica, no menos de dos horas.
- h) Todas las áreas donde están las balanzas objeto de calibración se mantendrán limpias, evitando objetos y utensilios que no sean necesarios para su calibración.
- i) Todos los equipos utilizados para la calibración, tanto pesas, como instrumentos de medida de las condiciones ambientales, deberán tener en vigor su correspondiente certificado de calibración.

Calibración "in situ".

- a) Las balanzas se calibrarán bajo las condiciones de uso del cliente, aunque en muchas ocasiones éstas no sean las más adecuadas. Por ejemplo, estar situadas cerca de fuentes de



vibración, focos de calor, mesas o bancadas no adecuadas, etc.

- b) Las masas patrón a utilizar estarán el tiempo adecuado en el lugar de la calibración para su estabilización en temperatura.
- c) Para balanzas de gran precisión deberán tomarse medidas de las condiciones ambientales en intervalos suficientemente cortos (no más de media hora) y lo más cerca de la balanza que sea posible para comprobar su variación y realizar posibles correcciones en los cálculos.

5.3. Proceso de calibración

La calibración se realizará determinando la corrección de calibración, así como su incertidumbre suponiendo que la balanza se va a utilizar para la realización de medidas absolutas.

Se realizarán los siguientes estudios:

- 1- *Repetibilidad de las lecturas*
- 2- *Efecto del descentramiento de carga (excentricidad).*
- 3- *Corrección de calibración.*

Repetibilidad de las lecturas

La repetibilidad de la balanza es una medida de lo bien que ésta será capaz de medir de forma repetitiva una masa. Junto con el resto de las pruebas a realizar, nos asegura que el valor de la masa obtenido es el correcto.

La repetibilidad de las medidas se expresa normalmente en términos de la desviación típica obtenida de una serie de lecturas repetidas, como mínimo 5 veces y 3 veces como mínimo en el caso en que la pesa o pesas sean mayores de 100 kg. Para una



buena balanza el valor obtenido de esta diferencia nunca debería exceder tres veces su resolución.

La repetibilidad deberá realizarse siempre de manera que simule lo más realmente posible la utilización habitual de la balanza.

La manera de realizar el estudio de repetibilidad será, una vez ajustado el cero, colocar y quitar la masa o masas patrón un número de veces acorde con lo descrito anteriormente, anotando, cada vez que se obtenga la estabilidad, el valor indicado. Después de cada retirada de la masa se deberá comprobar que la indicación es cero ajustándose si no fuese así antes de continuar.

Efecto del descentramiento de carga.

Este efecto se produce cuando el centro de masas de las pesas a medir no coincide con el centro del platillo, dando lugar a desviaciones o defectos de descentramiento.

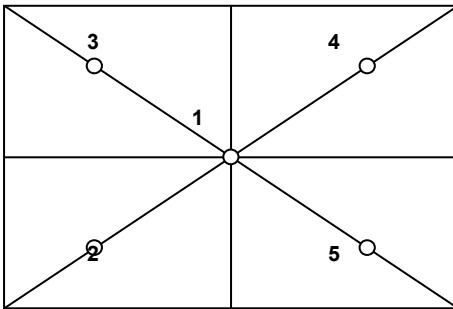
Es difícil dar valores que puedan utilizarse para corregir las lecturas de la balanza, porque el efecto, no siempre es lineal con respecto a la carga o la posición. Este ensayo, se realiza para estudiar las diferencias en las lecturas de la balanza, cuando las cargas se sitúan fuera del centro geométrico del plato.

El efecto es fácil de medir, se realizará mediante el siguiente proceso:

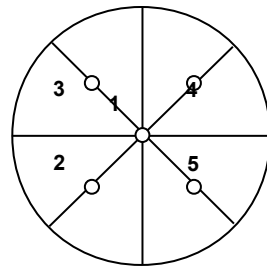
- * Situar la masa o masas Patrón en el centro del platillo y efectuar la lectura. Después realizar la misma operación con las masas desplazadas del centro a las posiciones 1, 2, 3 y 4 indicadas en la figura, haciendo la lectura correspondiente en cada posición y anotando los resultados en una tabla adecuada. También pueden colocarse las cargas en los ejes de simetría, tal como se indica en la siguiente figura, pero siempre deberá indicarse en la hoja de toma de datos y en el correspondiente certificado.

- * La medida de este efecto vendrá dada por la diferencia entre el valor obtenido en la posición central y cada uno de los valores obtenidos en el resto de las posiciones.
- * Los errores observados dependerán de lo lejos que se sitúen las masas del centro del platillo.
- * Este efecto se medirá a 1/3 ó mitad del rango total de la balanza. Puesto que el efecto no es lineal, no tienen porqué obtenerse mayores valores a cargas más grandes, evitando así el producir algún daño en el mecanismo de la balanza al situar grandes cargas lejos del eje del platillo.
- * El error de excentricidad E_{ecc} vendrá dado por la máxima diferencia entre el valor de la posición I_i y la posición central I_1 encontrado entre las cuatro posiciones descentradas.

$$E_{ecc} = I_i - I_1$$



Plato rectangular



Plato circular



Corrección de calibración

Cuando una balanza se va a utilizar para medida directa deberán comprobarse a lo largo de toda la escala los valores indicados con respecto a un juego de pesas calibradas, esto servirá para comprobar cuánto se desvía la balanza respecto a los valores nominales y aplicar por tanto las correcciones necesarias.

Esta prueba se realiza con $k_L \geq 5$ cargas de prueba diferentes L_j , $1 \leq j \leq k_L$, distribuidas de forma razonablemente uniforme en el alcance de pesada normal (alcance máximo), o en puntos de prueba individuales acordados.

Cuando se ha acordado un alcance de calibración significativamente menor, puede reducirse consecuentemente el número de cargas de prueba, siempre que haya al menos 3 puntos de prueba incluyendo Min' y Max', y que la diferencia entre dos cargas de prueba consecutivas no sea mayor que $0,15 \times \text{Max}$.

Es necesario que las cargas de prueba estén formadas por patrones de masa adecuados a la clase y características de la balanza.

La prueba, o las cargas individuales pueden repetirse para combinarse con la prueba de repetibilidad.

Se registran las indicaciones I_j para cada carga. Después de la retirada de cada carga, como mínimo se debería comprobar que la indicación sea cero, y puede ajustarse a cero si no lo es, anotando las indicaciones sin carga I_{0j}



Para cada carga de prueba L_{Tj} , el error de indicación se calcula de la manera siguiente:

$$E = I_j - m_{refj}$$

siendo m_{refj} los valores de masa convencional de los Patrones utilizados en la lectura j e I la indicación de la balanza para esos valores.

Cuando una indicación I_j es la media de más de una lectura, se entiende que I_j es el valor medio de estas.

Los valores de corrección se especificarán en el certificado de calibración para cada rango estudiado de la balanza, en una tabla como la siguiente:

Patrón Nominal	Patrón Corregido	Indicación Instrumento	Corrección Escala	Incertidumbre \pm mg

5.4. Toma y tratamiento de datos

Las variables y resultados los denominaremos de la siguiente forma:

I_{ij} : lectura (indicación) de la balanza cuando realizamos el estudio de repetibilidad con las masas patrón, donde $i = 1$ a n , (valores de



repetición); y $j = 1$ a 3 (puntos donde se realiza el estudio de repetibilidad).

I_j : indicación de la balanza cuando realizamos la determinación de la corrección de calibración ($j = 1$ a n), y se incluyen los puntos donde se ha estudiado la repetibilidad.

m_{refj} : Valor de la masa patrón (según certificado) correspondiente al punto j de calibración.

Se calcularán:

\bar{I}_j : Valor medio de los valores indicados por la balanza en cada punto j de estudio de la repetibilidad.

$$\bar{I}_j = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n I_{ij}$$

s_j : Desviación típica de los valores indicados por la balanza al medir la masa Patrón en un punto j .

$$s_j^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (I_{ij} - \bar{I}_j)^2$$

E : Es la corrección local de calibración en cada punto j

$$E = m_{refj} - \bar{I}_j \quad (\text{puntos de } n \text{ medidas})$$

$$E = m_{refj} - I_j \quad (\text{puntos de } 1 \text{ medida})$$

Deberán rechazarse de la calibración todas aquellas medidas que no cumplan las exigencias siguientes:



- i) Cualquier duda sobre la bondad de la medida por parte del operador.
- ii) Todas aquellas medidas que se hagan fuera de las condiciones ambientales del Laboratorio o cuya variación de temperatura sea superior a 3° C por hora.
- iii) Aquellas en que no se consiga una buena estabilidad de al menos dos veces la resolución del instrumento a calibrar.

Todas las anotaciones y observaciones que se realicen durante la calibración, deberán quedar reflejadas en la correspondiente hoja de calibración o de toma de datos.

Los datos mínimos que deben figurar en la correspondiente hoja serán los siguientes:

- * Número asignado de calibración.
- * Identificación clara del patrón o patrones utilizados y del instrumento.
- * Rango máximo y resolución de la balanza.
- * Anomalías detectadas, antes o durante la calibración.
- * Condiciones ambientales durante la calibración.
- * Fechas de realización.
- * Técnico que realizó la calibración.
- * Datos de la calibración, según Anexo 8.2 e incertidumbres asociadas.
- * Densidad de las masas Patrón utilizadas.



6. RESULTADOS

Una vez finalizada la calibración, y obtenidos los valores de descentramiento de carga, repetitibilidad, etc, es necesario analizar los resultados finales y asignar unos valores de incertidumbre. Estos resultados se darán de forma clara, indicando los valores encontrados de los errores o de las correcciones y su incertidumbre.

6.1. Cálculo de incertidumbres

Contribuciones a la incertidumbre

La ecuación de la calibración, como ya se describió anteriormente es:

$$E = I - m_{ref}$$

y la varianzas correspondientes:

$$u^2(E) = u^2(I) + u^2(m_{ref})$$

El valor de referencia de masa viene dado por las correcciones:

$$m_{ref} = m_N + \delta m_c + \delta m_D + \delta m_B + \delta m_{comv} + \delta m_{...}$$

donde:

m_N es el valor nominal de la masa.

δm_c es la corrección a m_N para obtener la masa convencional real m_c dada en el certificado de calibración. Su incertidumbre típica es:

$$u(\delta m_c) = U / k$$

en el caso de utilización de varias masas Patrón t, de un mismo juego en el punto j, estimaremos una correlación



total, de tal forma que la composición de las incertidumbres típicas del conjunto de masas utilizado sea mediante una ley lineal:

$$u(\delta m_c)_j = \sum_{i=1}^n u(\delta m_c)_i$$

cuando la masa patrón se usa con valor nominal y está conforme a las especificaciones de clase dados en R111 [6], $\delta m_c = 0$ y se le supone una distribución rectangular, quedando:

$$u(\delta m_c) = Tol / \sqrt{3}$$

siendo *Tol* el error máximo permitido en R111 [6] para la clase de la masa Patrón.

δm_D es la corrección por posible deriva de m_c desde la última calibración. Si no es posible tener este dato, *D* puede estimarse en función de la calidad y la frecuencia de su uso con la siguiente formula:

$$D = k_D U(m_c)$$

donde k_D es un factor comprendido entre 1 y 3.

No se aconseja aplicar una corrección y se puede suponer una distribución rectangular, con lo que la incertidumbre típica quedaría como:

$$u(\delta m_D) = D / \sqrt{3}$$



δm_B es la corrección por empuje del aire. Se pueden dar dos casos:

a) La balanza se ha ajustado justo antes de la calibración:

$$\delta m_B = -m_N(\rho_a - \rho_0)(1/\rho - 1/\rho_c)$$

ρ_a = densidad del aire ambiente

ρ = densidad de la masa

$\rho_0 = 1.2 \text{ kg/m}^3$ densidad referencia de aire

$\rho_c = 8000 \text{ kg/m}^3$ densidad referencia del acero

y su incertidumbre típica relativa

$$\hat{w}^2(m_B) = u^2(\rho_a)(1/\rho - 1/\rho_0)^2 + (\rho_a - \rho_c)^2(\rho)/\rho^4$$

b) En una calibración realizada “in situ”

$$\delta m_B = -m_{cCal}[(\rho_a - \rho_0)(1/\rho - 1/\rho_c) + \delta\rho_{as}/\rho_c]$$

y su incertidumbre típica relativa

$$\hat{w}^2(m_B) \approx (0.1\rho_0/\rho_c + Tol/(4m_n))/\sqrt{3}$$



Si no es posible conocer los valores ρ_a , ρ y las masas patrón están conformes a R111 [6], se puede recurrir a la sección 7 de dicha recomendación. No se aplica corrección y las incertidumbres relativas para cada caso serán:

$$\hat{w}(m_B) \approx Tol / (4m_N \sqrt{3})$$

y

$$\hat{w}(m_B) \approx (0.1\rho_0 / \rho_c) + Tol / (4m_N) / \sqrt{3}$$

respectivamente.

δm_{conv} es la corrección para los efectos de convección. No se aconseja aplicar una corrección, sino suponer una distribución rectangular, siendo la incertidumbre típica:

$$u(\delta m_{conv}) = \Delta m_{conv} / \sqrt{3}$$

El valor de Δm_{conv} se tomará de la tabla F2.1 del anexo F de [8].

La incertidumbre típica de la masa de referencia se obtiene de:

$$u^2(m_{ref}) = u^2(m_c) + u^2(m_D) + u^2(m_B) + u^2(m_{conv})$$



El valor de la de la indicación se compone de las correcciones:

$$I = I_L + \delta I_{digL} + \delta I_{rep} + \delta I_{ecc} - I_0 - \delta I_{dig0}$$

Como estas correcciones tienen una esperanza matemática nula sus incertidumbres típicas son:

δI_{digL} es la corrección del error de redondeo de la indicación con carga. Se le supone una distribución rectangular con lo que:

$$u(\delta I_{digL}) = d_I / 2\sqrt{3}$$

δI_{dig0} es la corrección del error de redondeo de la indicación sin carga. Se le supone una distribución rectangular con lo que:

$$u(\delta I_{dig0}) = d_0 / 2\sqrt{3}$$

δI_{rep} es la corrección del error debido a la repetibilidad. Se le supone una distribución normal y se estima por:

$$u(\delta I_{rep}) = s(I_j)$$

si la indicación I_j es la media de n lecturas, la incertidumbre típica será:

$$u(\delta I_{rep}) = s(I_j) / \sqrt{n}$$

δI_{ecc} es la corrección por descentramiento. Se le supone una distribución rectangular con lo que:

$$u(\delta I_{ecc}) = I \left| \Delta I_{ecc,i} \right|_{\max} / (2L_{ecc} \sqrt{3})$$

donde $\Delta I_{ecc,i}$ es el valor de la lectura en la posición i , y L_{ecc} es el valor nominal de la pesa que se ha utilizado.



En incertidumbre relativa quedaría:

$$\hat{w}(I_{ecc}) = \left| \Delta I_{ecc,i} \right|_{\max} / (2L_{ecc} \sqrt{3})$$

La incertidumbre típica de la indicación se obtendría de:

$$u^2(I) = d_0^2 / 12 + d_I^2 / 12 + s^2(I) + \hat{w}^2(I_{ecc})$$

Con lo que la incertidumbre típica $u^2(E)$ quedaría como:

$$u^2(E) = d_0^2 / 12 + d_I^2 / 12 + s^2(I) + \hat{w}^2(I_{ecc}) \\ + u^2(m_c) + u^2(m_D) + u^2(m_B) + u^2(m_{conv})$$



En la tabla siguiente se muestran las diferentes componentes evaluadas para el cálculo de la incertidumbre típica $u(E)$ y la incertidumbre expandida del error $U(E)$

Magnitud o influencia	estimación	Incertidumbre típica	Distribución/ grados de libertad
Repetibilidad	δI_{rep}	$u(\delta I_{rep})=s(I)_j$	normal/n-1
Resolución indicación sin carga	δI_{dig0}	$u(\delta I_{dig0})=d_0 / 2 \sqrt{3}$	rectangular
Resolución indicación con carga	δI_{dig1}	$u(\delta I_{dig1})=d_1 / 2 \sqrt{3}$	rectangular
Excentricidad	δI_{ecc}	$\hat{w}(I_{ecc})= \Delta I_{ecc} _{máx} / (2L_{ecc} \sqrt{3})$	rectangular
Corrección valor convencional	δm_c	$u(\delta m_c)=U / k$	rectangular
Deriva	δm_D	$u(\delta m_D)=D / \sqrt{3}$	rectangular
Empuje del aire	δm_B	$\hat{w}(\delta m_B) \approx Tol / (4m_N \sqrt{3})$	rectangular
Efectos de convención	δm_{conv}	$u(\delta m_{conv})=\Delta m_{conv} / \sqrt{3}$	rectangular
Incertidumbre combinada	$u(E)=\sqrt{u^2(\delta I_{rep})+u^2(\delta I_{dig0})+u^2(\delta I_{dig1})+u^2(\delta I_{ecc})+u^2(\delta m_c)+u^2(\delta m_D)+\hat{w}^2(\delta m_B)+u^2(\delta m_{conv})}$		
Incertidumbre Expandida	$U(E) = ku(E)$		

El valor de k debería escogerse de manera que la incertidumbre expandida corresponda a una probabilidad de aproximadamente el 95,45%. El valor $k = 2$, correspondiente a una probabilidad del 95,45% se aplica cuando al error de indicación se le puede atribuir una distribución normal y el número de grados de libertad de $u(E)$ es suficientemente grande (>10000).



6.2. Interpretación de resultados

Una vez finalizado todo el proceso, será necesario analizar los resultados de calibración y en función de los errores o desviaciones obtenidos, se determinará la necesidad o no de realizar ajustes sobre la balanza.

En el caso de que sea necesario realizar este ajuste, se procederá a una nueva calibración completa, y en el certificado de calibración figurarán los resultados de la calibración antes y después de los ajustes realizados.

El valor de la incertidumbre de uso deberá darse a petición del cliente.

Recalibración

La recalibración de la balanza dependerá mucho del uso y condiciones de utilización, por ejemplo una balanza en un laboratorio de calibración con buen control de las condiciones ambientales, ubicada en una buena bancada, utilizada siempre por el mismo operario, que solamente se utilizará para calibración de pesas, no requerirá los mismos períodos de recalibración que otra utilizada en un taller, donde no se dispone de buenas condiciones, y que se utiliza continuamente para pesaje de distinto tipo de material por diferentes operarios.

La calibración interna de la balanza deberá realizarse periódicamente, lo ideal es cada vez que se utilice, dado lo rápido y simple de su proceso. La calibración como tal se ha explicado en el procedimiento no debería sobrepasar el período de un año.

En cualquier caso el responsable final de asignar un período de recalibración es el usuario, quién mejor sabe las condiciones y uso de la balanza.



7. REFERENCIAS

- [1] Vocabulario Internacional de términos básicos y generales de metrología (VIM)-CEM. 2000.
- [2] UNE-EN 45501 Noviembre 1995.
- [3] Guide to the expression of uncertainty in measurement. ISO 1993. (ISBN92-67-10188-9).
- [4] Balances, weights and precise laboratory weighing NPL, Notes on Applied Science, 1962.
- [5] The Calibration of balances, David B. Prowse, CSIRO, Australia, 1983.
- [6] INTERNATIONAL RECOMMENDATION, Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ and M₃. OIML R 111-1 Edition 2004 (E).
- [7] Clasificación de Instrumentos de Metrología de Masa y Fuerza. SCI-MINER. 1ª edición 1994.
- [8] EURAMET/cg-18/V.03 “Guidelines on the calibration of non-automatic weighing instruments”. EURAMET, 2011.



1. ANEXOS

Ejemplo numérico

Calibración de una balanza analítica monoplato

Instrumento: balanza monoplato marca xxxx, modelo xxxx y número de serie xxxx, de 200 g de capacidad y 0,1 mg de división de escala. Tiene un dispositivo interno de ajuste y actúa automáticamente cuando se enciende o cuando la variación de temperatura es mayor de 3 K. El coeficiente de temperatura dado por el fabricante es $TC \leq 1,5 \times 10^{-6} / K$. El plato tiene un diámetro de 80 mm

La temperatura en la sala durante la calibración estuvo entre 20,2 °C y 20,6 °C. El acondicionamiento de la sala está estabilizado en $21 \text{ °C} \pm 1 \text{ °C}$ y la altura es de $h \approx 300 \text{ m}$

Las masas patrón utilizadas son de clase E_2 según OIML R111 [6] y se utilizarán con el valor nominal.

La calibración se realiza siguiendo los pasos indicados en el punto 5.3.

La repetibilidad de la balanza se obtiene realizando seis repeticiones al 50% de la escala (100g) ajustando la indicación a cero cuando es necesario.

Corrección de calibración

En la tabla final se dan todos los valores obtenidos de las correcciones locales de calibración, tanto para los valores en que se ha estudiado la repetibilidad, como para aquellos en que solo se ha realizado una medida.



indicación I	30	60	100	150	200
I_j	30,0001	60,0003	100,0002	150,0006	200,0001
			100,0002		
			100,0001		
			100,0002		
			100,0001		
			100,0001		

Efecto del descentramiento de carga

La determinación de la excentricidad se realizará a 1/2 de la máxima capacidad de la balanza, cargando el plato en 4 posiciones: delante, detrás, izquierda y derecha del plato.

Se han obtenido los siguientes datos con una carga de 100 g.

excentricidad	$L_{ecc} = 100 \text{ g}$
I_1	100,0005
I_2	100,0003
I_3	100,0004
I_4	100,0006
I_5	100,0004

máx. diferencia: 0.2 mg



Cálculo de la incertidumbre local de calibración

- Corrección de calibración E :

La corrección de calibración en cada punto será la diferencia obtenida entre la indicación I_j y el valor de la masa patrón excepto en el punto de 100 g, punto en el que se ha realizado el estudio de repetibilidad, donde la corrección es la diferencia entre el valor de la media de las indicaciones en ese punto y el valor de la masa patrón:

$$\begin{aligned}E_{30} &= 30.0001 - 30 = 0.0001 \text{ g} \\E_{60} &= 60.0003 - 60 = 0.0003 \text{ g} \\E_{100} &= 100.0001 - 100 = 0.00015 \text{ g} \\E_{150} &= 150.0006 - 150 = 0.0006 \text{ g} \\E_{200} &= 200.0001 - 200 = 0.0001 \text{ g}\end{aligned}$$

Las contribuciones debidas a la indicación son:

- Contribución por repetibilidad:
La repetibilidad es la desviación típica s de las indicaciones obtenidas en el estudio de repetibilidad:

$$s_j = \sqrt{\frac{1}{5} \sum_{i=1}^6 (I_{ij} - \bar{I}_j)^2}$$

y su contribución es

$$u(\delta I_{rep}) = s(I_j) = 0.05 \text{ mg}$$

y con 5 (n-1) grados de libertad.

- Contribución por error de redondeo de la indicación sin carga:

$$u(\delta I_{dig0}) = \frac{d_0}{2\sqrt{3}} = \frac{0.1}{\sqrt{12}} = 0.03 \text{ mg}$$

donde d_0 es la división de escala de la balanza.

- Contribución por error de redondeo de la indicación con carga:

$$u(\delta I_{\text{digl}}) = \frac{d_I}{2\sqrt{3}} = \frac{0.1}{\sqrt{12}} = 0.03 \text{ mg}$$

donde d_I es la apreciación que se puede realizar entre dos trazos de la división de escala, en instrumentos digitales es 1 dígito con lo que d_I , en este caso, es la división de escala de la balanza.

- Contribución por error de excentricidad:

El error de excentricidad es la máxima diferencia entre la posición central I_1 y el resto de las posiciones de prueba. En este ejemplo $\Delta I_{\text{ecc}} = 0,2 \text{ mg}$. Su contribución en notación relativa es:

$$\hat{w}(I_{\text{ecc}}) = \frac{|\Delta I_{\text{ecc}}|_{\text{max}}}{2L_{\text{ecc}}\sqrt{3}} = \frac{0.0002}{2 \times 100 \times 10^3 \times \sqrt{3}} = 0.0006 \times 10^{-3}$$

que es despreciable y donde L_{ecc} es el valor de la masa patrón de prueba (100 g).

La incertidumbre típica de las indicaciones se calcula sumando cuadráticamente las contribuciones obtenidas anteriormente:

$$u^2(I) = d_0^2 / 12 + d_I^2 / 12 + s^2(I) + \hat{w}^2(I_{\text{ecc}}) \cdot I$$
$$u(I)_{30g} = \sqrt{0.03^2 + 0.03^2 + 0.05^2 + (0.0006 \cdot 30)^2} = 0.07 \text{ mg}$$

$$u(I)_{60g} = \sqrt{0.03^2 + 0.03^2 + 0.05^2 + (0.0006 \cdot 60)^2} = 0.07 \text{ mg}$$
$$u(I)_{100g} = \sqrt{0.03^2 + 0.03^2 + 0.05^2 + (0.0006 \cdot 100)^2} = 0.09 \text{ mg}$$
$$u(I)_{150g} = \sqrt{0.03^2 + 0.03^2 + 0.05^2 + (0.0006 \cdot 150)^2} = 0.11 \text{ mg}$$
$$u(I)_{200g} = \sqrt{0.03^2 + 0.03^2 + 0.05^2 + (0.0006 \cdot 200)^2} = 0.14 \text{ mg}$$

Las contribuciones debidas a la masa de referencia:

- Contribución por corrección del patrón:

Como las masas patrón son conformes a la R111 se utilizan con su valor nominal, asumiendo como incertidumbre típica el máximo error permitido de acuerdo con su clase, además en los puntos de calibración en que se utilicen más de una masa patrón, la incertidumbre típica del patrón será la suma lineal de las incertidumbres típicas de las masas que intervengan en él.

Las contribuciones para cada punto son:

$$u(\delta m_c)_{30g(10+20)g} = \frac{0.06 + 0.08}{\sqrt{3}} = 0.08 \text{ mg}$$

$$u(\delta m_c)_{60g(10+50)g} = \frac{0.06 + 0.1}{\sqrt{3}} = 0.09 \text{ mg}$$

$$u(\delta m_c)_{100g} = \frac{0.16}{\sqrt{3}} = 0.09 \text{ mg}$$

$$u(\delta m_c)_{150g(50+100)g} = \frac{0.1 + 0.16}{\sqrt{3}} = 0.15 \text{ mg}$$

$$u(\delta m_c)_{200g} = \frac{0.3}{\sqrt{3}} = 0.17 \text{ mg}$$

- Contribución por corrección de deriva:



Para el cálculo, como las masas patrón son conformes a la R111, consideramos que D es igual al error máximo permitido para su clase.

Las contribuciones por la incertidumbre típica de la deriva en cada punto son:

$$u(\delta m_D)_{30g} = \frac{D}{3\sqrt{3}} = \frac{0.06 + 0.08}{3\sqrt{3}} = 0.03 \text{ mg}$$

$$u(\delta m_D)_{60g} = \frac{D}{3\sqrt{3}} = \frac{0.06 + 0.1}{3\sqrt{3}} = 0.03 \text{ mg}$$

$$u(\delta m_D)_{100g} = \frac{D}{3\sqrt{3}} = \frac{0.16}{3\sqrt{3}} = 0.03 \text{ mg}$$

$$u(\delta m_D)_{150g} = \frac{D}{3\sqrt{3}} = \frac{0.1 + 0.16}{3\sqrt{3}} = 0.05 \text{ mg}$$

$$u(\delta m_D)_{200g} = \frac{D}{3\sqrt{3}} = \frac{0.3}{3\sqrt{3}} = 0.06 \text{ mg}$$

- Contribución por corrección del empuje del aire:

En este ejemplo, como las masas patrón están conformes a R111 y no se dispone de información precisa sobre las densidades del aire y de las masas patrón, se calcula la contribución según el apartado 7 de la recomendación. Además, como se ajusta la balanza previamente a la calibración, se utilizará

$$\hat{w}(m_B)m_N = Tol / (4\sqrt{3})$$

Con lo que las contribuciones en cada punto son:

$$\hat{w}(m_B)_{30g} = \frac{0.06 + 0.08}{4\sqrt{3}} = 0.02 \text{ mg}$$

$$\hat{w}(m_B)_{60g} = \frac{0.06 + 0.1}{4\sqrt{3}} = 0.02 \text{ mg}$$

$$\hat{w}(m_B)_{100g} = \frac{0.16}{4\sqrt{3}} = 0.02 \text{ mg}$$

$$\hat{w}(m_B)_{150g} = \frac{0.1 + 0.16}{4\sqrt{3}} = 0.04 \text{ mg}$$

$$\hat{w}(m_B)_{200g} = \frac{0.3}{4\sqrt{3}} = 0.04$$

- Contribución por corrección de los efectos de la convección:

$$u(\delta m_{conv}) = \Delta m_{conv} / \sqrt{3}$$

El valor de Δm_{conv} se tomará de la tabla F2.1 del anexo F de [8] siendo $\Delta T = 0.4 \text{ K}$ ($\approx 1 \text{ K}$ caso más desfavorable)

$$u(\delta m_{conv})_{30g} = (0.01 + 0.01) / \sqrt{3} = 0.01 \text{ mg}$$

$$u(\delta m_{conv})_{60g} = (0.01 + 0.03) / \sqrt{3} = 0.03 \text{ mg}$$

$$u(\delta m_{conv})_{100g} = (0.05) / \sqrt{3} = 0.03 \text{ mg}$$

$$u(\delta m_{conv})_{150g} = (0.03 + 0.05) / \sqrt{3} = 0.05 \text{ mg}$$

$$u(\delta m_{conv})_{200g} = (0.08) / \sqrt{3} = 0.05 \text{ mg}$$



La incertidumbre típica de la calibración en cada punto vendrá dada por la composición siguiente:

$$u(E) = \sqrt{u^2(\delta I_{rep}) + u^2(\delta I_{dig0}) + u^2(\delta I_{dig1}) + \hat{w}^2(\delta I_{ecc}) + u^2(\delta m_c) + u^2(\delta m_D) + \hat{w}^2(\delta m_B) + u^2(\delta m_{conv})}$$

Obteniendo las siguientes incertidumbres típicas en cada punto:

$$u(E)_{30g} = 0,11 \text{ mg}$$

$$u(E)_{60g} = 0,13 \text{ mg}$$

$$u(E)_{100g} = 0,13 \text{ mg}$$

$$u(E)_{150g} = 0,20 \text{ mg}$$

$$u(E)_{200g} = 0,24 \text{ mg}$$

Para calcular el factor de cobertura k correspondiente a una probabilidad del 95,45 % y poder calcular la incertidumbre expandida de medida, se seguirá lo expuesto en el anexo 2 de [8].



Los resultados obtenidos están reflejados en la siguiente tabla

magnitud o influencia	Punto calibración					distribución/ grados de libertad
	30	60	100	150	200	
Indicación I	30	60	100	150	200	
error E (mg)	0,1	0,3	0,1	0,4	0,1	
Repetibilidad	0,05					normal/5
Resolución $d_0/\sqrt{12}$	0,03					rectangular
Resolución $d_i/\sqrt{12}$	0,03					rectangular
Excentricidad $\hat{w}_{ecc}(l)$	0,0006					rectangular
$u(l)$	0,07	0,07	0,09	0,11	0,14	
composición de masas patrón	10+20	10+50	100	50+100	200	
$u(\delta m_c)$	0,08	0,09	0,09	0,15	0,17	rectangular
$u(\delta m_D)$	0,03	0,03	0,03	0,05	0,06	rectangular
$\hat{w}(m_B)$	0,02	0,02	0,02	0,04	0,04	rectangular
$u(\delta m_{conv})$	0,01	0,03	0,03	0,05	0,05	
Inc tip error $u(E)$	0,11	0,13	0,13	0,20	0,24	
v_{eff}	123	202	265	1378	2446	
$k (95,45\%)$	2,02	2,01	2,01	2,00	2,02	
$U(E)=ku(E)$	0,23	0,25	0,27	0,41	0,47	



La siguiente tabla muestra el resultado de la calibración que aparecerá en el certificado

Patrón Nominal	Patrón Corregido	Indicación Instrumento	Corrección Escala (mg)	Incertidumbre \pm mg
30	30	30,0001	0,1	0,23
60	60	60,0003	0,3	0,25
100	100	100,00015	0,15	0,27
150	150	150,0006	0,6	0,41
200	200	200,0001	0,1	0,47

Sería aceptable declara en el certificado solamente el valor máximo de la incertidumbre expandida para todos los errores obtenidos.

“La incertidumbre expandida asociada a la calibración es

$$U(E) = 0,47$$

para una probabilidad de cobertura de aproximadamente el 95,45%”

