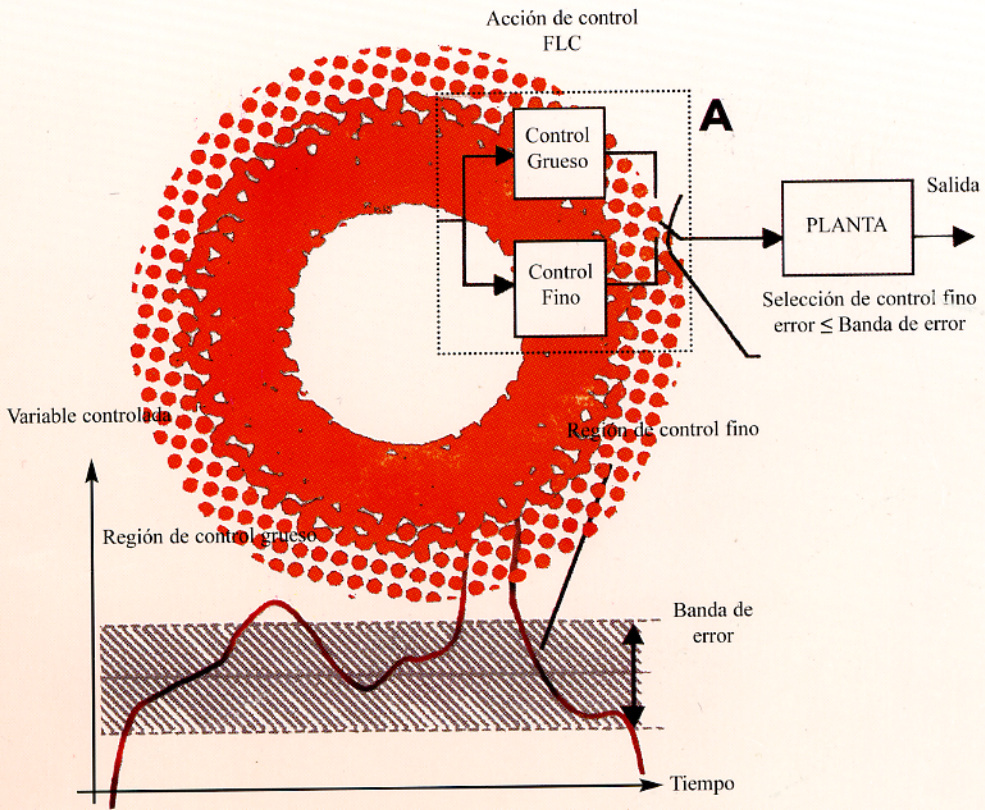


Ingeniería

Revista de la Universidad de Costa Rica
Enero/Diciembre 1999 VOLUMEN 9 Nos. 1 y 2



INGENIERIA

Revista Semestral de la Universidad de Costa Rica
Volumen 9, Enero/Diciembre 1999 Números 1 y 2

DIRECTOR

Rodolfo Herrera J.

CONSEJO EDITORIAL

Víctor Hugo Chacón P.

Ismael Mazón G.

Domingo Riggioni C.

CORRESPONDENCIA Y SUSCRIPCIONES

Editorial de la Universidad de Costa Rica
Apartado Postal 75
2060 Ciudad Universitaria Rodrigo Facio
San José, Costa Rica

CANJES

Universidad de Costa Rica
Sistema de Bibliotecas, Documentación e Información
Unidad de Selección y Aquisiciones-CANJE
Ciudad Universitaria Rodrigo Facio
San José, Costa Rica

Suscripción anual:

Costa Rica: ₡ 1 000,00

Otros países: US \$ 30,00

Número suelto:

Costa Rica: ₡ 750,00

Otros países: \$ 20,00



COMPARACIÓN DEL VALOR DEL GRADO DE LOS TERMÓMETROS DIFERENCIALES BECKMANN

Alberto J. Díaz T.¹
Victor Garbizo C.²

Resumen

Con el propósito de definir de manera realista la exactitud de la calibración del factor de corrección conocido como Valor del Grado, se realizó la comparación de los valores experimentales correspondientes a un grupo de termómetros diferenciales Beckmann construidos por diferentes fabricantes y que fueron calibrados por el Laboratorio de Temperatura del Instituto Nacional de Investigaciones en Metrología (INIMET) de Cuba, en el período desde 1991 hasta 1995. Se analizan las principales fuentes de incertidumbre del Valor del Grado y se determinan sus valores experimentales a partir de los resultados de las mediciones realizadas. Se determinó experimentalmente que el valor medio del factor de corrección es $S_{20} = 1,003\ 0\ ^\circ\text{C}/\text{gc}$ con una Incertidumbre Expandida $U_p = \pm 0,003\ 2\ ^\circ\text{C}/\text{gc}$ para un nivel de confianza aproximadamente igual al 95 %, hallándose diferencias estadísticamente significativas entre los productores. Los valores de U_p se reportan en el Esquema de Jerarquía como los límites históricos de la incertidumbre de la calibración de este parámetro, de acuerdo con lo recomendado en la "Guía para la Expresión de la Incertidumbre de la Medición".

Summary

Presently work is exposed the results of the comparison of the corrected factor well-known like value of the grade, corresponding to a group of Beckmann differential thermometers constructed by several makers and that they were calibrated in the Temperature Laboratory of the INIMET in the period. 1991-1995. The principal sources of uncertainty of S_{20} are analyzed and are determined the experimental values starting from the analysis of the measurement results. It was determined that the Value of the Grade determined experimentally is $S_{20} = 1,003\ 0\ ^\circ\text{C}/\text{gc}$ with an expanded uncertainty $U_p = \pm 0,003\ 2\ ^\circ\text{C}/\text{gc}$ for a confidence level of the 95%, finding differs significant statistical between the producers. The value of U_p is reporting in the hierarchy schemes like historical limits of uncertainty of S_{20} , according to stated by the "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement".

1. INTRODUCCIÓN

El termómetro diferencial Beckmann (vea figura No. 1) se emplea para medir pequeñas diferencias de temperatura, (máximo entre 5 y 6 °C), en diferentes ensayos físico - químicos, mediante la regulación del volumen de mercurio en su sistema de medición, de manera que el trazo cero de su escala principal puede ser cualquier valor de temperatura ajustado en el rango desde -20 hasta 150 °C. Para compensar el efecto que la variación del volumen de mercurio tiene sobre la

diferencia de las indicaciones medidas ($\Delta\theta$), esta se multiplica por un factor de corrección, denominado Valor del Grado y denotado como S_{20} , obteniéndose la diferencia real de temperaturas (Δt) según la siguiente ecuación [1]:

$$\Delta t = S_{20} \cdot \Delta\theta \cdot \left(1 + K_{cs}\right) \quad (1)$$

Donde:

K_{cs} : corrección de la columna emergente, asociada a la diferencia de temperaturas entre la

¹Ing. M.Sc. Investigador Agregado del Laboratorio de Temperatura, INIMET, Cuba.

²Ing. Metrólogo del Laboratorio de Temperatura, INIMET, Cuba.

columna termométrica y el bulbo del termómetro, adimensional. Se calcula según la siguiente ecuación:

$$K_{cs} = \gamma \cdot (t_s - t_{cs}) + \Delta K_{cs} \quad (2)$$

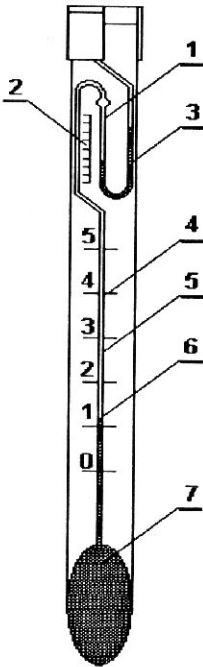
Donde:

γ : coeficiente relativo de dilatación volumétrica del mercurio con respecto al vidrio, $^{\circ}\text{C}^{-1}$.

$t_s = 22^{\circ}\text{C}$: temperatura de referencia.

t_{cs} : temperaturas real de la columna saliente, $^{\circ}\text{C}$.

ΔK_{cs} : corrección por la exactitud del método de medición de la temperatura de la columna saliente. Su esperanza matemática es cero [2] pero aporta incertidumbre al resultado de la medición. Figura No. 1. Termómetro diferencial Beckmann



Leyenda de la Figura No. 1:

1. Mecanismo de ajuste.
2. Escala auxiliar.
3. Mercurio en el dispositivo auxiliar.

4. Escala principal.
5. Capilar de medición.
6. Menisco de mercurio del dispositivo de medición principal.
7. Bulbo.

El Valor del Grado está definido para cualesquiera temperatura de ajuste (t_a), pero su valor nominal, aceptado internacionalmente como referencia [3, 4, 5, 6, 7], es:

$$S20_{nom} = 1,000\ 0\ ^{\circ}\text{C}/\text{gc para } t_a = 20^{\circ}\text{C}$$

En los Laboratorios de Calibración se determina experimentalmente el valor de $S20$, sin embargo, la diversidad de marcas es tan grande que surge una duda razonable: ¿el valor del factor de corrección y la incertidumbre con que se determina dependen del fabricante?.

La respuesta a esta pregunta es muy importante para un Laboratorio de Calibración que se propone evaluar de manera realista, la incertidumbre de la medición del Valor del Grado, de esta manera se reporta como límites históricos de exactitud de su calibración en el Esquema de Jerarquía [8].

Para comprobar lo anteriormente dicho, se propone:

1. Aplicar la Ley de Propagación de Incertidumbres al modelo matemático que representa la calibración de $S20$, identificando y evaluando las principales fuentes de incertidumbre.
2. Comprobar si existen diferencias estadísticamente significativas entre los resultados del Valor del Grado, determinados experimentalmente a varios termómetros Beckmann provenientes de diferentes sectores científicos cubanos y calibrados en el periodo desde 1991 hasta 1995.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. DEFINICIÓN DEL MODELO MATEMÁTICO

A partir de la ecuación (1), se obtiene la ecuación que representa el modelo matemático de la calibración:

$$S20 = \frac{tr_n - tr_0}{(\theta_n - \theta_0) \cdot (1 + K_{cs})} + \Delta S20_P + \Delta S20_{red} \quad (3)$$

donde:

- tr_n y tr_0 : temperaturas del baño de agua, dadas por los termómetros patrones en el último y primer trazo cifrado de la escala respectivamente, °C.

- θ_n y θ_0 : indicaciones de los termómetros diferenciales correspondientes a tr_n y tr_0 respectivamente, grados convencionales (gc).

- $\Delta S20_P$: corrección asociada a la precisión en la calibración de $S20$, °C/gc. Su esperanza matemática es cero [2] pero aporta incertidumbre al resultado de la medición.

- $\Delta S20_{red}$: corrección asociada a los errores por redondeo, °C/gc. Su esperanza matemática es cero [2] pero aporta incertidumbre al resultado de la medición.

El resto de los términos se definieron anteriormente.

2.2. DISEÑO DEL EXPERIMENTO

Se utilizaron dos termómetros patrones de mercurio en vidrio (vea Tablas No. 1 y No. 2), de manera simultánea y a iguales profundidades de inmersión. Las observaciones de las indicaciones, con resolución 0,1 del valor de división, las reali-

zaron dos observadores de amplia experiencia. Se tomaron 4 lecturas por trazo cifrado de la escala principal ($n = 4$) [1, 3, 4, 5, 6, 7].

Los termómetros se calibraron a inmersión parcial, determinándose la temperatura media de la columna saliente por el método del termómetro auxiliar [1].

Con el propósito de eliminar los resultados de las mediciones anormales desde el punto de vista estadístico y metrológico, se establecieron los parámetros que influyen en la reproducibilidad del proceso de calibración (vea Tabla No. 1), que están asociados:

1. al propio proceso de calibración y dependen de la capacidad de medición del Laboratorio y de la experiencia del personal.
2. a la calidad constructiva del sistema de medición de los termómetros diferenciales Beckmann y no dependen absolutamente del Laboratorio sino de las buenas prácticas de fabricación de los termómetros.

A partir de los resultados experimentales se comprueba estadísticamente si existe homogeneidad entre los valores medios de $S20$, aplicando el análisis de varianza paramétrico donde influye un solo factor: el fabricante [9].

Tabla No. 1. Parámetros que influyen en la reproducibilidad del proceso de calibración de los termómetros diferenciales Beckmann

Parámetro	Ecuación	Valor máximo permisible
1. Asociados al proceso de calibración:		
1.1. Diferencia entre las indicaciones corregidas de los termómetros patrones.	$\Delta tr = tp_1 - tp_2$	$\pm 0,050 \text{ } ^\circ\text{C}$
1.2. Diferencia entre la temperatura real del baño de agua y la temperatura de calibración.	$\Delta tc = tr - t_{cal}$	$\pm 0,050 \text{ } ^\circ\text{C}$
2. Asociado a la calidad constructiva del termómetro:		
2.1. Distinción entre las diferencias de las indicaciones experimental ($\Delta\theta_{n-0}$) y teórica ($\Delta\theta = 5 \text{ ó } 6 \text{ gc}$)	$\Delta\theta = \Delta\theta_{n-0} - \Delta\theta$	$\pm 0,050 \text{ gc}$

2.3. EQUIPOS DE MEDICIÓN UTILIZADOS EN LA CALIBRACIÓN

En la Tabla No. 2 se muestran los equipos de medición utilizados en la calibración, así como sus principales características metroológicas.

En la Tabla No. 3 se expone la muestra analizada de la población de los termómetros Beckmann pertenecientes a diferentes instituciones científicas de Cuba, calibrados en el Laboratorio de Temperatura del INIMET en el período 1991 - 1995:

Tabla No. 2. Equipos de medición utilizados en la calibración de los termómetros diferenciales.

Equipo de medición utilizado.	Características metroológicas.
Termómetros de mercurio en vidrio marca TR-1, de fabricación rusa.	Rango de Medición: desde 20 hasta 28 $^\circ\text{C}$ Valor de División: 0,01 $^\circ\text{C}$ Patrones de trabajo con $U_p = \pm 0,010 \text{ } ^\circ\text{C}$ para $k = 2$
Termómetro auxiliar de mercurio en vidrio marca TL-18, de fabricación rusa.	Rango de medición: desde 8 hasta 38 $^\circ\text{C}$ Valor de División: 0,1 $^\circ\text{C}$ Error Máximo Permisible: $\pm 0,20 \text{ } ^\circ\text{C}$
Baño de agua con regulación térmica, agitación mecánica y sistema de enfriamiento.	Intervalo de regulación: desde 2 hasta 40 $^\circ\text{C}$ Gradiente vertical: $\pm 0,004 \text{ } ^\circ\text{C} / \text{m}$ Gradiente horizontal: $\pm 0,09 \text{ } ^\circ\text{C} / \text{m}$ Estabilidad: $\pm 0,02 \text{ } ^\circ\text{C}$ Ascenso: 0,02 $^\circ\text{C} / \text{min}$

Tabla No. 3. Termómetros diferenciales Beckmann calibrados en el Laboratorio de Temperatura del INIMET.

Marca	Fabricante	Cantidad
TL-1	Rusia	8
GOLDBRAND(GB)	No reportado	6
BER-MAN	No reportado	1
LABOR	Hungría	1
No reportada (NR)	No reportado (NR)	5

2.4. LA INCERTIDUMBRE EN LA DETERMINACIÓN EXPERIMENTAL DE S20.

Aplicando la Ley de Propagación de Incertidumbre para magnitudes de entrada no correlacionadas al modelo no lineal representado por la ecuación (3), y despreciando los términos de orden superior en el desarrollo por Series de Taylor [2, 10], se determina la incertidumbre estándar combinada de S20 mediante la siguiente ecuación:

$$u_c(S20) = \sqrt{2 \cdot c^2(tr) \cdot u_c^2(tr) + 2 \cdot c^2(\theta) \cdot u_c^2(\theta) + c^2(K_{CS}) \cdot u_c^2(K_{CS}) + u^2(\Delta S20_P) + u^2(\Delta S20_{red})} \quad (4)$$

donde:

- $c(x_j) = \partial S20 / \partial x_j$: coeficientes de sensibilidad.

- $u(x_j)$: incertidumbre estándar de la magnitud de entrada x_j , evaluada como de tipo A, B o combinada [2, 10].

- $j = 1, 2, \dots, N$: contador de las fuentes de incertidumbre del Valor del Grado.

Para determinar los valores de la incertidumbre estándar de las magnitudes de entrada $u(x_j)$, se realizó el siguiente análisis:

PARA LOS TERMÓMETROS PATRONES:

La incertidumbre estándar, de tipo combinada, de la medición de la temperatura con los termómetros patrones, se determina según la siguiente ecuación:

metros patrones, se determina según la siguiente ecuación:

$$u_c(tr) = \left[u^2(tp) + u_{GH}^2(\Delta t) + u_{GV}^2(\Delta t) \right]^{0,5} \quad (5)$$

donde:

- $u(tp)$: incertidumbre estándar de tipo B, asociada a la trazabilidad de las mediciones corregidas de temperatura de los termómetros patrones:

$$u(tp) = \frac{U_p}{k} \quad (5.1)$$

donde:

- U_p : Incertidumbre Expandida de los resultados de la calibración del termómetro patrón, referida en su Certificado de Calibración (vea Tabla No. 2).

- $u_{GH}(\Delta t)$: incertidumbre estándar de tipo B, asociada a la diferencia de indicaciones entre los termómetros patrones y calibrados por el efecto del **gradiente horizontal** en la zona de trabajo del baño de agua. Su valor experimental, considerando que el error se distribuye según una distribución rectangular simétrica, se estima según la siguiente ecuación:

$$u_{GH}(\Delta t) = \frac{\Delta l_h \cdot \left(\frac{\partial t}{\partial l_h} \right)}{\sqrt{3}} \quad (5.2)$$

donde:

- $\partial/\partial h$: gradiente horizontal en el baño, °C/mm (vea la Tabla No. 2).

- Δl_h : distancia horizontal máxima entre los bulbos de los termómetros patrón y calibrado, mm. Su valor experimental es $\Delta l_h = 63 \text{ mm}$.

- $u_{GV}(\Delta t)$: incertidumbre estándar de tipo B, asociada a la diferencia de indicaciones entre los termómetros patrones y calibrados por el efecto del **gradiente vertical** en la zona de trabajo del baño de agua. Su valor, considerando que el error se distribuye según una distribución rectangular simétrica, se estima según la siguiente ecuación:

$$u_{GV}(\Delta t) = \frac{\Delta l_v (\partial/\partial v)}{\sqrt{3}} \quad (5.3)$$

donde:

- $\partial/\partial v$: gradiente vertical en el baño, °C/mm (vea la Tabla No. 2).

- Δl_v : distancia vertical máxima entre los bulbos de los termómetros patrones, mm. Su valor experimental es $\Delta l_v = 130 \text{ mm}$.

PARA LOS TERMÓMETROS DIFERENCIALES:

La incertidumbre estándar, de tipo combinada, de la medición de la temperatura con los termómetros diferenciales Beckmann, se determina según la siguiente ecuación:

$$u_c(\theta) = \left[u^2(\theta)_{par} + u^2(\theta)_{res} \right]^{0,5} \quad (6)$$

donde:

- $u(\theta)_{par}$: incertidumbre estándar de tipo B, asociada al error de paralaje durante las mediciones de las indicaciones. Su valor, considerando que el error se distribuye según una distribución rectangular simétrica, se estima según la siguiente ecuación:

$$u(\theta)_i)_{par} = \frac{0,5 \cdot R}{\sqrt{3}} \quad (6.1)$$

donde:

- $R = 0,001 \text{ gc}$: resolución de las lecturas del termómetro diferencial.

- $u(\theta)_{res}$: incertidumbre estándar de tipo B, asociada al error de resolución de las lecturas de las indicaciones. Su valor, considerando que el error se distribuye según una distribución rectangular simétrica, se estima según la siguiente ecuación:

$$u(\theta)_i)_{res} = \frac{0,5 \cdot R}{\sqrt{3}} \quad (6.2)$$

PARA LOS TERMÓMETROS AUXILIARES:

La incertidumbre estándar, de tipo combinada, de la medición de la temperatura de la columna saliente mediante el termómetro auxiliar, se

determina aplicando la Ley de propagación de incertidumbres a la ecuación (2):

$$u_c(K_{cs}) = \left[c_\gamma^2 \cdot u^2(\gamma) + c_{t_{cs}}^2 \cdot u^2(t_{cs}) + u^2(\Delta K_{mét}) \right]^{0,5} \quad (7)$$

donde:

- $c_j = \partial K_{cs} / \partial x_j$: coeficientes de sensibilidad.

- $u(t_{cs})$: incertidumbre estándar de tipo B, asociada al error por trazabilidad de las mediciones del termómetro auxiliar, °C . Su valor, considerando que el error máximo permisible (e_{MP}) vea Tabla No. 2) se distribuye según una distribución rectangular simétrica, se estima según la siguiente ecuación:

$$u(t_{cs}) = \frac{e_{MP}}{\sqrt{3}} \quad (7.1)$$

- $u_B(\gamma)$: incertidumbre estándar de tipo B, asociada al error del valor reportado del coeficiente relativo de dilatación volumétrica del mercurio con respecto al vidrio, °C⁻¹.

Se utilizó el valor $\gamma = 0,00016 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, correspondiente al vidrio normalizado 16^{III} [1].

Como en la literatura consultada no aparece referido el valor de su incertidumbre estándar, se consideró que su error es igual a la mitad de la menor cifra significativa reportada. Asumiendo que el error se distribuye según la distribución rectangular simétrica, el valor de su incertidumbre estándar se determina según la siguiente ecuación:

$$u(\gamma) = \frac{0,00003}{\sqrt{3}} = 1,7 \cdot 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \quad (7.2)$$

- $u(\Delta K_{cs})$: incertidumbre estándar de tipo B, asociada a la corrección por la inexactitud del método de medición de la temperatura de la columna saliente. Su valor, considerando que el error máximo de método reportado en la literatura consultada es del orden del 10 % del valor de la corrección [11] y que se distribuye según la distribución rectangular simétrica, es:

$$u(\Delta K_{mét}) = \frac{0,1 \cdot K_{cs}}{\sqrt{3}} \quad (7.3)$$

PRECISIÓN DE LA CALIBRACIÓN DEL VALOR DEL GRADO BAJO CONDICIONES DE REPRODUCIBILIDAD:

- $u(S20_p)$: incertidumbre estándar de tipo A, asociada a la variación estocástica de los valores experimentales de S20 por los efectos de las magnitudes influyentes en su determinación. Su evaluación está referida en el epígrafe 4 del actual trabajo.

Errores de redondeo:

- $u(\Delta S20)_{red}$: incertidumbre estándar de tipo B, asociada a los errores de redondeo durante el procesamiento de los resultados de S20. Su valor, considerando que se distribuye según la distribución rectangular simétrica, se estima según la siguiente ecuación:

$$u(\Delta S20_{red}) = \frac{0,5 \cdot CF}{\sqrt{3}} \quad (8)$$

donde:

- $CF = 0,0001 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{gc}$: valor de la menor cifra significativa reportada de S20.

Los valores de las incertidumbres estándares de tipo B o combinadas, de las magnitudes de entrada x_j , se muestran en la Tabla No. 4.

2.5. COEFICIENTES DE SENSIBILIDAD.

En la Tabla No. 4 también se muestran las expresiones de los coeficientes de sensibilidad $c(x_j)$, calculados según el epígrafe 2.4. del presente trabajo, y sus valores medios $\overline{c(x_j)}$ obtenidos a partir de los valores medidos de las magnitudes de entrada x_j .

3. RESULTADO DE LAS MEDICIONES

Los resultados de las mediciones durante la calibración de los termómetros Beckmann para la temperatura de ajuste $t_a = 20\text{ }^\circ\text{C}$, se muestran en la Tabla No. 5.

4. PROCESAMIENTO DE LOS RESULTADOS DE LAS MEDICIONES

Una vez excluidos los valores que incumplen las exigencias establecidas en el diseño de la calibración (vea epígrafe 2.2) y considerando la no linealidad del modelo matemático propuesto [10], se determinó el valor medio ($\overline{S20}$) para cada termómetro según la siguiente ecuación:

$$\overline{(S20)}_l = \frac{1}{4} \cdot \sum_{i=1}^4 (S20)_{i,l} \quad (9)$$

donde:

- i : contador que representa el número de observaciones por trazo calibrado.

- l : contador que representa al termómetro calibrado.

El valor de la incertidumbre estándar de las mediciones del Valor del Grado para cada termómetro calibrado, se determina según la siguiente ecuación:

$$s(\overline{S20})_l = \left[0,083 \cdot \sum_{i=1}^4 (S20_i - \overline{S20}_l)^2 \right]^{0,5} \quad (10)$$

Los resultados de los valores medios del Valor del Grado ($\overline{S20}_l$) y de sus correspondientes desviaciones estándares de la media [$s(\overline{S20})_l$], para cada termómetro diferencial Beckmann calibrado, se muestran en la Tabla No. 6.

Tabla No. 4. Coeficientes de sensibilidad $c(x_j)$ y los valores de $\overline{c(x_j)}$ y $u(x_j)$

j	x_j	$c(x_j)$	$\overline{c(x_j)}$	$u(x_j)$
1,2	tr_n, tr_0	$[(\theta_n - \theta_0) \cdot (1 + K_{cs})]^{-1}$	$0,193\ 0\ (\text{gc})^{-1}$	$0,006\ ^\circ\text{C}$
3,4	θ_n, θ_0	$\frac{(tr_n - tr_0)}{(\theta_n - \theta_0)^2 \cdot (1 + K_{cs})}$	$0,193\ 3\ ^\circ\text{C}/(\text{gc})^2$	$0,000\ 4\ \text{gc}$
5	K_{cs}	$\frac{-(tr_n - tr_0)}{(\theta_n - \theta_0) \cdot (1 + K_{cs})^2}$	$1,002\ 9\ ^\circ\text{C}/\text{gc}$	$0,000\ 1$
	γ	$t_s - t_{cs}$	$-3,0\ ^\circ\text{C}$	$1,7 \cdot 10^{-5}\ ^\circ\text{C}^{-1}$
	t_{cs}	$-\gamma$	$16 \cdot 10^{-5}\ ^\circ\text{C}^{-1}$	$0,12\ ^\circ\text{C}$

Tabla N°. 5. Resultados de las mediciones de los termómetros Beckmann en el rango de medición correspondiente a la temperatura de ajuste $t_a = 20\ ^\circ\text{C}$.

m	l	Marca	no.	$\overline{t_{cs}},\ ^\circ\text{C}$	$tr_0,\ ^\circ\text{C}$	$tr_n,\ ^\circ\text{C}$	$\theta_0,\ \text{gc}$	$\theta_n,\ \text{gc}$	
1	1	TL-1	26	25,2	20,000	25,010	0,010	5,008	
	2	TL-1	157				0,014	5,016	
2	4	TL-1	327	26,2	19,972	24,980	-0,002	5,012	
	5	TL-1	180				0,010	5,029	
	6	TL-1	263				0,017	5,026	
	7	TL-1	177				0,018	5,040	
3	8	GB	1	23,6	19,984	24,999	-0,041	5,887	
	13	N.R	5				25,972	-0,011	4,978
4	14	N.R	1603	22,8	19,981	24,979	-0,007	4,995	
	15	N.R	30				25,988	0,009	6,016
	16	LABOR	s/n				-0,015	4,950	
5	17	TL-1	948	25,5	19,954	24,977	-0,014	5,010	
6	18	TL-1	177	26,4	20,013	25,029	-0,014	5,020	
	19	BERMAN	86207				26,024	0,020	5,956

NOTAS A LA TABLA 5:

- m : contador que representa al grupo de termómetros que se calibró simultáneamente.

- Los termómetros correspondientes a los números que faltan fueron excluidos del presente análisis porque no cumplían las exigencias establecidas en la Tabla No. 1 del presente trabajo.

Tabla No. 6. Resultados del procesamiento de las magnitudes de entrada para $t_a = 20\text{ }^\circ\text{C}$.

m	l	$\overline{S20}$, $^\circ\text{C}/\text{gc}$	$s(\overline{S20})$, $^\circ\text{C}/\text{gc}$	m	l	$\overline{S20}$, $^\circ\text{C}/\text{gc}$	$s(\overline{S20})$, $^\circ\text{C}/\text{gc}$
1	1	1,002 2	0,000 1	4	14	0,9999	0,000 3
	2	1,001 4	0,000 1		15	1,007 2	0,000 3
					16	1,007 2	0,000 4
2	4	1,000 4	0,000 7	5	17	1,000 6	0,000 2
	5	0,997 5	0,001 2				
	6	1,001 4	0,000 8				
	7	0,998 3	0,000 5				
3	8	1,010 3	0,000 1	6	18	0,997 6	0,000 6
	13	1,005 6	0,000 3		19	1,013 7	0,000 8

5. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS DE LAS MEDICIONES

Los resultados del análisis de varianza paramétrico donde influye un solo factor: el fabricante del termómetro, demostraron, para un nivel de significado estadístico $\alpha = 5\%$:

- El rechazo de la hipótesis sobre varianzas homogéneas en la determinación de $S20$, aplicando el criterio de Bartlett [9]:

$$\chi^2_{calc} = 37,2 > \chi^2_{(\nu=13)} = 24,7$$

- El rechazo de la hipótesis sobre medias homogéneas del valor de $S20$, aplicando el criterio de Welk [9]:

$$F_{calc} = 292,8 > F_{(\nu_1=13; \nu_2=15)} = 2,6$$

La no homogeneidad de Varianza y Medias, a pesar de que el proceso se mantuvo bajo control metrológico, determinó el uso de la ponderación en el procesamiento de los grupos de varianzas no homogéneas [9]; los resultados son los siguientes:

$S20 = 1,0033\text{ }^\circ\text{C}/\text{gc}$ con incertidumbre estándar de tipo A, evaluada mediante el Análisis de Varianza:

$$u(\Delta S20_p) = s(S20)_{Bartlett} = 0,0011\text{ }^\circ\text{C}/\text{gc}$$

El valor experimental de la incertidumbre estándar combinada [$u_c(S20)$], determinada a partir de la ecuación (4), es:

$$u_c(S20) = 0,0016 \text{ } ^\circ\text{C/gc}$$

El valor de la incertidumbre expandida, para un factor de cobertura $k = 2$, es igual a:

$$U_p = \pm 0,0032 \text{ } ^\circ\text{C/gc}$$

6. DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

Las principales fuentes de incertidumbre son las asociadas con la medición de la temperatura mediante los termómetros patrones de líquido en vidrio y la reproducibilidad del proceso de calibración, ambas prácticamente del mismo orden, demostrándose que las magnitudes influyentes en la calibración (vea Tabla No. 1) se mantienen bajo control metrológico en el Laboratorio.

Si se compara el valor experimental de la incertidumbre expandida $U_p = \pm 0,0032 \text{ } ^\circ\text{C/gc}$, obtenida en el Laboratorio de Temperatura del INIMET, con la tolerancia del valor de $S20$, referida por los principales fabricantes del mundo [1, 3, 4, 5, 6, 7] como:

$$\Delta = 0,015 \text{ } ^\circ\text{C/gc}$$

se obtiene la relación:

$$\frac{\Delta}{U_p} = \frac{0,015}{0,0032} = 4,5$$

que satisface la recomendada entre la tolerancia y la incertidumbre de calibración de cualquier parámetro, que no debe ser menor que 3 según [12].

7. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

- El modelo matemático establecido para determinar el Valor del Grado (vea ecuación No. 3) es independiente del fabricante, sin embargo, el modelo estadístico de la calibración demuestra que existe una importante diferencia entre los

valores medios $S20$, debido a que los diferentes fabricantes no logran técnicas homogéneas de fabricación de termómetros diferenciales Beckmann, por lo tanto, el valor de $S20$ reportado en el Certificado de Calibración del termómetro no debe ser el nominal sino que debe ser el determinado experimentalmente.

- A pesar que los parámetros que influyen en la reproducibilidad del procedimiento de calibración se mantuvieron bajo control metrológico, los resultados del análisis de varianza rechazan la homogeneidad de las varianzas de los resultados. La causa está asociada a la sensibilidad del método estadístico a la falta de normalidad de las series de mediciones, sin embargo, no es recomendable incrementar el número de observaciones ni las exigencias de control de las magnitudes influyentes, pues los resultados serían muy costosos y difíciles de obtener exitosamente, por otro lado, es importante reconocer la diferencia entre la significación práctica, referida en el presente trabajo como control metrológico, y la estadística [13].

- En el Esquema de Jerarquía se reporta:

$$U_p = \pm 0,0032 \text{ } ^\circ\text{C/gc}$$

como límites históricos de control de la incertidumbre de calibración del factor de corrección para la temperatura de referencia $t_a = 20 \text{ } ^\circ\text{C}$, considerando que el factor de cobertura es $k = 2$, que representa un nivel de confianza aproximadamente igual a 95 %, que es lo usual en termometría. Este valor es una evaluación realista de la incertidumbre de la calibración, de acuerdo con lo recomendado en [10].

Se recomienda analizar la factibilidad económica relacionada con:

- La sustitución de los termómetros patrones de líquido en vidrio por los de resistencia de platino con el propósito de reducir la influencia sistemática de los errores de calibración de los termómetros.

tros patrones en la determinación del Valor del Grado de los termómetros Beckmann.

Si se introduce la mejora anteriormente recomendada, se debe reanalizar la influencia de esta fuente en los valores de los límites históricos de la incertidumbre de calibración del Valor del Grado (tégase en cuenta que la evaluación de la incertidumbre es un proceso continuo, paralelo al desarrollo del Laboratorio).

Se recomienda además, que los valores de incertidumbre por repetibilidad de la calibración del Valor del Grado para $t_a = 20\text{ }^\circ\text{C}$ no se determinen mediante la desviación estándar experimental de la media $s(S20)$ sino a partir de la desviación estándar experimental mancomunada s_p [9], según la siguiente ecuación:

$$u_{\text{repetibilidad}} = \frac{s_p}{\sqrt{n}} = \frac{u(\Delta S20_p)}{\sqrt{n}}$$

La utilización de s_p demuestra que la calibración de $S20$ es un proceso bien estudiado y caracterizado en el Laboratorio de Temperatura del INIMET.

8. AGRADECIMIENTOS

Agradezco la posibilidad que me ha brindado el Instituto de Investigaciones en Ingeniería Industrial (INII) de la Universidad de Costa Rica y especialmente a la Ing. Flor de María Muñoz, por dar a conocer un tema de gran interés en la actualidad en los ensayos pero no muy divulgado en la parte de calibración de equipos de medición.

9. BIBLIOGRAFÍA

- [1]. Rahlfs, P; Blanke, W. *Reglamentos de Prueba del PTB. Termómetro de vidrio en líquido*. Alemania . 1983.
- [2]. *The Expression of Uncertainty and Confidence in Measurement*. M 3003. United Kingdom Accreditation Service (UKAS). Edition. 1. 1995.
- [3]. *Temperatur. Einstellthermometer. Eich-und Sonderprüfvorschrift*. (ASMW-VM 236).
- [4]. GOST 8 279-78. *Termómetros de trabajo de mercurio en vidrio. Métodos y Medios de verificación*.
- [5]. GOST 8 .317-78. *Termómetros patrones de mercurio en vidrio. Métodos y Medios de verificación*.
- [6]. Wise, Jacqueline A. *Liquid-in-glass thermometry*. NBS Monograph 150. U.S Department of Commerce. January 1976.
- [7]. RS 4767-74 (CAME). *Recomendación Metodológica. Termómetro de mercurio en vidrio para la medición de diferencias de temperatura. Métodos de Verificación*.
- [8]. OIML D-5: 1996. "Principles for the establishment of hierarchy schemes for measuring instruments".
- [9]. NC 92-51:1988. *Control de la Calidad. Análisis de Varianza*.
- [10]. *Guide to the Expression of Uncertainties in Measurement*. ISO-IEC - OIML - BIPM. 1995.
- [11]. Preobrazhenski, V P. Mediciones termotécnicas y aparatos para efectuarlas. Tomo I. Editorial Mir. 1980.
- [12]. ISO 10012-1 "Quality assurance requirements for measuring equipment - Part 1: Metrological Confirmation System for measuring equipment". 1992.
- [13]. Montgomery, Douglas C. Diseño y Análisis de Experimentos. Grupo Editorial Iberoamérica. 1991.

Alberto Díaz T., teyalb@hotmail.com