

## **SOP N°. 4**

### **Procedimiento normalizado de operación recomendado para el Pesaje por doble sustitución utilizando una balanza mecánica con un solo platillo, una balanza completamente electrónica o una balanza con indicadores digitales y pesas internas**

#### **1.0 Introducción**

##### **1.1. Propósito**

El procedimiento de doble sustitución es aquel en el que un patrón y una pesa desconocida son intercomparados dos veces para determinar la diferencia promedio entre las dos pesas. Los errores en cualquier pesa interna o en los indicadores de la balanza son eliminados al usar la balanza sólo como un comparador y al calibrar los indicadores de la balanza a lo largo del intervalo de uso para la medición con una pesa de sensibilidad. Por consiguiente, el procedimiento es especialmente útil para calibraciones de alto grado de exactitud. El procedimiento no incorpora pasos de control de la medición para asegurar la validez de los patrones y del proceso de medición; por lo tanto, se deben tomar precauciones adicionales.

##### **1.2. Requisitos esenciales**

- 1.2.1. Verificar que hay disponibles certificados de calibración válidos para los patrones utilizados en el ensayo.
- 1.2.2. Verificar que los patrones que serán utilizados tienen incertidumbres estándar lo suficientemente pequeñas para el nivel de calibración previsto. Los patrones primarios no deberían ser utilizados en este nivel.
- 1.2.3. Verificar que la balanza se encuentra en buenas condiciones de funcionamiento con una desviación estándar del proceso lo suficientemente pequeña, verificada por un gráfico de control válido o experimentos preliminares, para determinar la calidad del funcionamiento cuando una nueva balanza se pone en servicio.
- 1.2.4. Verificar que el operador tiene experiencia en materia de técnicas de pesaje de precisión y que ha recibido adiestramiento específico en el SOP 2, el SOP 4, el SOP 29, las Buenas prácticas de metrología (GMP) 4 y GMP 10.
- 1.2.5. Verificar que las instalaciones del laboratorio cumplen con las siguientes condiciones mínimas para lograr la incertidumbre prevista posible con este procedimiento.

**Tabla 1. Condiciones ambientales**

Nivel	Temperatura	Humedad relativa (porcentaje)
II	20 °C a 23 °C, un punto de referencia de $\pm 2$ °C, cambio máximo 1.0 °C/h	40 a 60 $\pm 10$ / 4 h
III	18 °C a 27 °C, cambio máximo 2.0 °C/h	40 a 60 $\pm 20$ / 4 h

## 2. Metodología

### 2.1. Ámbito de aplicación, precisión, exactitud

Este método es aplicable a todos los pesajes que utilicen un comparador de masas, una balanza mecánica con un solo platillo, una balanza completamente electrónica o una balanza que combine indicadores digitales con el uso de pesas internas (balanza mixta). La precisión dependerá de la sensibilidad de la balanza y del cuidado ejercitado para hacer los pesajes requeridos. La exactitud alcanzable con este procedimiento depende de la exactitud de la calibración de los patrones de trabajo y de la precisión de la intercomparación.

### 2.2. Resumen

La balanza se ajusta si es necesario, para obtener las lecturas de la balanza para todas las mediciones que se encontrarán dentro del rango de la escala óptica o de los indicadores digitales de la balanza sin cambiar el tarado para las pesas internas, si las hubiera. Se pesa el patrón y se pesa la pesa bajo ensayo. Una pesa pequeña y calibrada, llamada pesa de sensibilidad, se añade a la pesa bajo ensayo y se pesan. Luego se pesa el patrón con la misma pesa de sensibilidad. Estos últimos dos pesajes proporcionan un segundo evento de pesaje para el patrón y la pesa bajo ensayo así como una determinación de la sensibilidad de la balanza bajo condiciones de carga en el momento de la intercomparación. Todos los pesajes se realizan en intervalos espaciados regularmente para cancelar cualquier efecto causado por la deriva del instrumento.

El procedimiento de doble sustitución es el mismo para todas las balanzas mencionadas anteriormente, pero el ajuste de la balanza para la preparación de la intercomparación así como la selección de la pesa de sensibilidad difieren un poco dependiendo de la balanza utilizada. Cuando se requieran pasos específicos para una balanza en particular, éstos se proporcionan en subsecciones del procedimiento identificadas con una a, b, y c junto con el tipo de la balanza.

### 2.3. Aparatos /equipo requerido

2.3.1. Una balanza de precisión con la capacidad y sensibilidad suficientes para las calibraciones planificadas.

- 2.3.2. Patrones de trabajo y pesas de sensibilidad calibrados con valores recientes de calibración trazables al NIST.
- 2.3.3. Patrones pequeños calibrados con certificados y valores de calibración recientes trazables al NIST que serán usados como pesas de tara.
- 2.3.4. Pesas sin calibrar que serán utilizadas para ajustar la balanza en el rango de lectura deseado.
- 2.3.5. Pinzas para manipular las pesas o guantes que serán usados si las pesas son movidas con la mano.
- 2.3.6. Cronómetro u otro dispositivo de tiempo para observar el tiempo de cada medición.
- 2.3.7. Un barómetro calibrado con una exactitud de  $\pm 66.5$  Pa (0.5 mm Hg) con valores de calibración recientes trazables al NIST para determinar la presión atmosférica.
- 2.3.8. Un termómetro calibrado con una exactitud de  $\pm 0.10$  °C con valores de calibración recientes trazables al NIST para determinar la temperatura del aire.
- 2.3.9. Un higrómetro calibrado con una exactitud de  $\pm 10$  por ciento con valores de calibración recientes trazables al NIST para determinar la humedad relativa.<sup>1</sup>

#### 2.4. Símbolos

**Tabla 2. Símbolos utilizados en este procedimiento**

Símbolo	Descripción
$S$	patrón de referencia
$X$	pesa a ser calibrada
$t$	pequeña pesa de tara calibrada. Un subíndice $s$ o $x$ se utiliza para indicar la pesa mayor con la que está siendo asociada.
$sw$	pesa pequeña calibrada utilizada para evaluar la sensibilidad de la balanza
$M$	la masa (masa verdadera) de una pesa específica. Los subíndices $s$ , $x$ , $t$ , $sw$ son utilizados para identificar la pesa (equivale al peso nominal más la corrección).
$N$	el valor nominal de una pesa específica. Los subíndices $s$ , $x$ , son utilizados para identificar la pesa.

<sup>1</sup>El barómetro, termómetro e higrómetro son utilizados para determinar la densidad del aire en el momento de la medición. La densidad del aire se utiliza para hacer una corrección por el empuje del aire. Las exactitudes especificadas se recomiendan para la calibración de alta precisión. Se puede utilizar equipo de menor exactitud resultando en tan sólo una pequeña pérdida de la exactitud general de la medición.

Símbolo	Descripción
$C$	la corrección para una pesa específica. Los subíndices $s$ , $x$ , son utilizados para identificar la pesa.
$CM$	la masa convencional de una pesa específica. Los subíndices $s$ , $x$ , $t$ , $sw$ son utilizados para identificar la pesa.
$\rho_a$	la densidad del aire en el momento de la calibración
$\rho_n$	densidad del aire normal ( $1.2 \text{ kg/m}^3$ )
$\rho$	la densidad de las masas. Los subíndices $s$ , $x$ , $t_s$ , $t_x$ , $sw$ son utilizados para identificar la pesa.

## 2.5. Procedimiento

### 2.5.1. Procedimiento preliminar

- 2.5.1.1. Coloque la pesa bajo ensayo y los patrones en la cámara de la balanza o cerca de la balanza para que permanezcan ahí durante la noche permitiendo que las pesas y la balanza alcancen el equilibrio térmico.
- 2.5.1.2. Realice mediciones preliminares para obtener un valor aproximado de la diferencia entre el patrón y la pesa desconocida, para determinar dónde ocurren las lecturas en la balanza, a fin de determinar si se requieren pesas de tara, determinar qué pesa de sensibilidad debe ser utilizada así como el intervalo requerido para que el indicador de lectura de la balanza se estabilice.

Casi nunca se necesitan pesas de tara para los patrones de masa de alta precisión. Si se requieren pesas de tara, lleve pesas de tara,  $t_s$  y  $t_x$ , con el patrón y la pesa desconocida,  $S$  y  $X$ , respectivamente. Las pesas de tara deben ser patrones calibrados con incertidumbres válidas que son evaluadas en el proceso de la determinación de las incertidumbres de la calibración. El patrón y su pesa de tara,  $S + t_s$ , deberían tener "casi la misma masa" así como la pesa desconocida y su pesa de tara,  $X + t_x$ . "Casi la misma masa" depende de la balanza que está siendo utilizada (véase la Buena práctica de metrología "GMP" 14, en la Tabla 1). Seleccione  $t_s$  y  $t_x$  de tal manera que la diferencia en la masa entre  $S + t_s$  y  $X + t_x$  sea:

- a. Balanza mecánica con un solo platillo: menor que  $\frac{1}{10}$  del rango de la escala óptica.
- b. Balanza completamente electrónica: menor que el 0.05 por ciento de la capacidad de la balanza.

c. Balanza mixta: menor que  $\frac{1}{10}$  del rango de los indicadores digitales.

d. Comparador de masa: menor que  $\frac{1}{10}$  del rango digital.

Una pesa de sensibilidad debe ser utilizada en balanzas de brazos iguales, y es normalmente utilizada en balanzas mecánicas con un solo platillo y en balanzas electrónicas, a fin de asegurar que las diferencias medidas determinadas mediante el uso de la escala óptica o el rango electrónico tengan una exactitud y trazabilidad válidas (véase la Buena práctica de metrología "GMP" 14, en la Tabla 2) (p. ej., la escala óptica es *calibrada* cada vez que el procedimiento se realiza mediante el uso de una pesa de sensibilidad). La incertidumbre de la pesa de sensibilidad no necesita generalmente ser incluida en los cálculos de la incertidumbre debido a que el valor de la incertidumbre está distribuido a lo largo de su intervalo de uso.

Si se utilizará una pesa de sensibilidad, seleccione una que sea:

- a. Balanza mecánica con un solo platillo: entre  $\frac{1}{4}$  y  $\frac{1}{2}$  del rango de la escala óptica y por lo menos 4 veces la diferencia de masa entre  $X$  y  $S$ .
- b. Balanza completamente electrónica: por lo menos 4 veces la diferencia de masa entre  $X$  y  $S$ , pero que no sobrepase el uno por ciento de la capacidad de la balanza.
- c. Balanza mixta: entre  $\frac{1}{4}$  y  $\frac{1}{2}$  del rango de los indicadores digitales y por lo menos 4 veces la diferencia de masa entre  $X$  y  $S$ .
- d. Comparador de masa: por lo menos 4 veces la diferencia de masa entre  $X$  y  $S$ , pero que no sobrepase la  $\frac{1}{2}$  del rango digital.

No se requiere una pesa de sensibilidad si el comparador de masa electrónico que se está utilizando ha sido evaluado (con disponibilidad de datos que lo respalden) para determinar que la balanza tiene una exactitud, resolución, repetibilidad y estabilidad suficientes de manera que no haya un beneficio del uso de una pesa de sensibilidad. Por ejemplo, cualquier error posible debe ser menor de lo que se contribuye a la incertidumbre. Cuando un comparador de masa se utiliza sin una pesa de sensibilidad, la sensibilidad debe ser verificada y documentada periódicamente.

- 2.5.1.3. Determine qué secuencia opcional será utilizada, A o B. La secuencia opcional A utiliza el patrón en la balanza para la primera y cuarta observación (lectura) y la pesa desconocida en

la balanza para la segunda y la tercera observación; esto se conoce frecuentemente como la secuencia “SXXS”. La secuencia opcional B inicia con la pesa desconocida en la balanza para la primera observación y la última observación, y el patrón en la balanza para la segunda observación y la tercera observación; esto se conoce frecuentemente como la secuencia “XSSX”. La ventaja principal de la secuencia B es una menor manipulación de los patrones de masa. La ventaja de la secuencia A se muestra en el caso donde la pesa desconocida es una sumatoria de pesas que requiere un arreglo cuidadoso en el platillo de la balanza sólo una vez.

2.5.1.4. Ajuste la balanza de un solo platillo o la balanza mixta de manera que las dos primeras lecturas de la doble sustitución se encuentren en el primer cuarto de la escala óptica o de los indicadores digitales. El ajuste del cero de la balanza y el ajuste de tara pueden ser utilizados. Se pueden colocar pesas pequeñas en el platillo de la balanza para alcanzar el rango de lectura deseado. Estas pesas permanecen en el platillo de la balanza a lo largo del procedimiento de doble sustitución. Una vez que la balanza ha sido ajustada en la posición deseada, no se deben cambiar durante la medición: las perillas de ajuste de la balanza, el ajuste del cero, la tara, ni las pesas pequeñas colocadas en el platillo de la balanza.

2.5.1.5. Si la balanza tiene un mecanismo de frenado para el platillo, detenga el platillo entre cada observación (lectura).

#### 2.5.2. Procedimiento de medición, secuencia opcional A (SXXS)

**Tabla 3. Secuencia opcional A**

Nº. de medición	Pesas en el platillo	Observación (lectura)
1	$S + t_s$	$O_1$
2	$X + t_x$	$O_2$
3	$X + t_x + sw$	$O_3$
4	$S + t_s + sw$	$O_4$

Todas las observaciones deberían ser anotadas en formularios de datos adecuados, tales como aquellos presentados en el apéndice. Anote la temperatura ambiente, la presión barométrica y la humedad relativa del laboratorio.

2.5.2.1. Observación 1. Coloque la(s) pesa(s) patrón,  $S$ , junto con  $t_s$  en el platillo de la balanza. Si la balanza tiene un mecanismo de frenado para el platillo, desarreste el platillo de la balanza. Cuando desarreste el platillo, active el cronómetro y anote la

observación  $O_1$  una vez que el indicador de lectura de la balanza se haya estabilizado.

- 2.5.2.2. Observación 2. Retire la(s) pesa(s)  $S$  y  $t_s$  y reemplácelas con la pesa bajo ensayo  $X$  y su pesa de tara,  $t_x$ . Desarreste el platillo de la balanza, tome el tiempo del intervalo y anote la observación  $O_2$ .
- 2.5.2.3. Observación 3. Añada la pesa de sensibilidad,  $sw$ , a las pesas de la observación 2. Desarreste el platillo de la balanza, tome el tiempo del intervalo y anote la observación  $O_3$ .
- 2.5.2.4. Observación 4. Retire las pesas  $X$  y  $t_x$  y reemplácelas con  $S$  y  $t_s$ . La pesa de sensibilidad,  $sw$ , permanece en el platillo de la balanza. Desarreste el platillo de la balanza, tome el tiempo del intervalo y anote la observación  $O_4$ .
- 2.5.2.5. Compare las dos diferencias  $(O_2 - O_1)$  y  $(O_3 - O_4)$ ; no deberían diferir la una de la otra por más de dos desviaciones estándar de la balanza para este proceso y carga. Si la diferencia es mayor, rechace los datos y vuelva a realizar las mediciones. Investigue las posibles causas del exceso de variabilidad si las mediciones no concuerdan con estos límites.
- 2.5.2.6. Si se realizan dobles sustituciones repetidas, los valores entre las pruebas sucesivas no deberían diferir el uno del otro por más de  $\pm 2$  desviaciones estándar de la balanza para este proceso y carga. Si esta diferencia es mayor, rechace los datos y tome una nueva serie de mediciones que concuerden de esta manera.

#### 2.5.3. Procedimiento de medición, secuencia opcional B (XSSX)

**Tabla 4. Secuencia opcional B**

Nº. de medición	Pesas en el platillo	Observación (lectura)
1	$X + t_x$	$O_1$
2	$S + t_s$	$O_2$
3	$S + t_s + sw$	$O_3$
4	$X + t_x + sw$	$O_4$

Las mediciones para la opción B son realizadas de la manera descrita en la opción A excepto que  $X$ ,  $S$ ,  $t_x$ , y  $t_s$  son intercambiadas.

### 3. Cálculos

- 3.1. No se realiza una corrección por empuje del aire. Calcule la corrección de masa convencional,  $C_x$ , para la pesa bajo ensayo de la siguiente manera, conforme a la secuencia opcional utilizada. En cada caso, las correcciones de masa convencional para la(s) pesa(s) patrón,  $C_s$ , la masa convencional de las pesas de tara,  $CM_{t_s}$  y  $CM_{t_x}$ , la masa convencional de la pesa de sensibilidad,  $CM_{sw}$ , son incluidas. Los símbolos  $N_s$  y  $N_x$  se refieren a los valores nominales de  $S$  y  $X$ , respectivamente. Si no se utilizan las pesas de tara, y se utilizan valores nominales iguales, aquellos términos pueden ser todos cancelados en las ecuaciones.

#### 3.1.1. Secuencia opcional A (SXXS)

$$C_x = C_s + CM_{t_s} - CM_{t_x} + \left[ \frac{(O_2 - O_1) + (O_3 - O_4)}{2} \right] \left[ \frac{CM_{sw}}{O_3 - O_2} \right] + N_s - N_x$$

#### 3.1.2. Secuencia opcional B (XSSX)

$$C_x = C_s + CM_{t_s} - CM_{t_x} + \left[ \frac{(O_1 - O_2) + (O_4 - O_3)}{2} \right] \left[ \frac{CM_{sw}}{O_3 - O_2} \right] + N_s - N_x$$

### 3.2. Corrección por empuje del aire

- 3.2.1. Calcule la densidad del aire,  $\rho_a$ , como se describe en el Apéndice del SOP N°. 2.

- 3.2.2. Calcule la masa  $M_x$  de la pesa bajo ensayo, y su corrección de masa  $C_x$  utilizando la masa de la(s) pesa(s) patrón, las pesas de tara y las pesas de sensibilidad de acuerdo a la secuencia opcional utilizada.

#### 3.2.2.1. Secuencia opcional A (SXXS)

$$M_x = \frac{M_s \left( 1 - \frac{\rho_a}{\rho_s} \right) + M_{t_s} \left( 1 - \frac{\rho_a}{\rho_{t_s}} \right) - M_x \left( 1 - \frac{\rho_a}{\rho_{t_x}} \right) + \left[ \frac{(O_2 - O_1) + (O_3 - O_4)}{2} \right] \left[ \frac{M_{sw} \left( 1 - \frac{\rho_a}{\rho_{sw}} \right)}{O_3 - O_2} \right]}{\left( 1 - \frac{\rho_a}{\rho_x} \right)}$$



## 3.2.2.2. Secuencia opcional B (XSSX)

$$M_x = \frac{M_s \left( 1 - \frac{\rho_a}{\rho_s} \right) + M_{t_s} \left( 1 - \frac{\rho_a}{\rho_{t_s}} \right) - M_{t_x} \left( 1 - \frac{\rho_a}{\rho_{t_x}} \right) + \left[ \frac{(O_1 - O_2) + (O_4 - O_3)}{2} \right] \left[ \frac{M_{sw} \left( 1 - \frac{\rho_a}{\rho_{sw}} \right)}{O_3 - O_2} \right]}{\left( 1 - \frac{\rho_a}{\rho_x} \right)}$$

3.2.3. Calcule la corrección de masa  $C_x$ , de la siguiente manera:

$$C_x = M_x - N_x$$

donde  $N_x$  es el valor nominal para  $X$ .

3.2.4. Calcule la masa convencional<sup>2</sup> de  $X$ ,  $CM_x$ . Se recomienda que se informe la masa convencional.

3.2.4.1. Masa convencional

$$CM_x = \frac{M_x \left( 1 - \frac{\rho_n}{\rho_x} \right)}{\left( 1 - \frac{\rho_n}{8.0} \right)}$$

3.2.5. Si se solicita, se podría calcular la masa aparente contra la densidad de referencia del latón. Este valor debería ser utilizado solamente cuando se calibren balanzas mecánicas que han sido ajustadas con esta densidad de referencia.

3.2.5.1. Masa aparente contra latón

$$AM_{x \text{ contra latón}} = \frac{M_x \left( 1 - \frac{\rho_n}{\rho_x} \right)}{\left( 1 - \frac{\rho_n}{8.3909} \right)}$$

---

<sup>2</sup> La masa convencional: “El valor convencional del resultado de pesar un cuerpo en el aire equivale a la masa de un patrón, de una densidad convencionalmente elegida, a una temperatura convencionalmente elegida, lo que da equilibrio a este cuerpo a esta temperatura de referencia, en aire de densidad convencionalmente elegida”. Las convenciones son: una densidad de referencia de 8.0 g/cm<sup>3</sup>; una temperatura de referencia de 20 °C; una densidad del

## 4. Aseguramiento metrológico

- 4.1. Duplique el proceso con un patrón de verificación adecuado (véase GLP 1, SOP 9, SOP 30, y Sec. 7.4).
- 4.2. Trace el valor del patrón de verificación y verifique que se encuentre dentro de los límites establecidos; una prueba t podría ser incorporada para verificar el valor observado contra el valor aceptado.
- 4.3. La media del patrón de verificación se utiliza para evaluar el sesgo y la deriva con el tiempo.
- 4.4. Las observaciones del patrón de verificación se utilizan para calcular la desviación estándar del proceso de medición,  $s_p$ .

## 5. Asignación de la incertidumbre

Los límites de la incertidumbre expandida,  $U$ , incluyen estimaciones de la incertidumbre estándar de los patrones de masa utilizados,  $u_s$ , estimaciones de la desviación estándar del proceso de la medición,  $s_p$ , y estimaciones del efecto de otros componentes asociados con este procedimiento,  $u_o$ . Estas estimaciones deberían ser combinadas utilizando el método de la raíz cuadrada de la suma de los cuadrados (RSS), y la incertidumbre expandida,  $U$ , informada con un factor de cobertura igual a dos ( $k = 2$ ), para darnos aproximadamente un nivel de confianza del 95 por ciento. Véase el SOP N°. 29 para consultar el procedimiento normalizado de operación completo para el cálculo de la incertidumbre.

- 5.1. La incertidumbre expandida para el patrón,  $U$ , se obtiene del informe de calibración. Se utiliza la incertidumbre estándar combinada,  $u_c$ , y no la incertidumbre expandida,  $U$ , por lo tanto, la incertidumbre informada para el patrón usualmente necesitará ser dividida entre el factor de cobertura  $k$ .
- 5.2. El valor para  $s_p$  se obtiene de los datos del gráfico de control para los patrones de verificación utilizando mediciones de doble sustitución (véase el SOP N°. 9).
- 5.3. Otras incertidumbres estándar usualmente incluyen en este nivel de calibración incertidumbres asociadas con el cálculo de la densidad del aire e incertidumbres estándar asociadas con la densidad de los patrones utilizados.
- 5.4. La incertidumbre expandida,  $U$ , debe ser  $\leq 1/3$  de la tolerancia aplicable según ASTM E617-97 y OIML R111 para clasificar patrones de masa.

## 6. Informe

Informe los resultados como se describe en el SOP N°. 1, Preparación de informes de calibración / ensayos.

---

aire *normal* de 0.0012 g/cm<sup>3</sup>. La masa convencional era antiguamente llamada “Masa aparente contra 8.0 g/cm<sup>3</sup>” en los Estados Unidos de América. Véase OIML IR 33 (1973, 1979), *bajo proceso de revisión*.

Apéndice  
Formulario de datos para el método de doble sustitución  
(Secuencia opcional A)  
SXXS

**Datos y condiciones del laboratorio:**

Operador			
Fecha		Temperatura	
Balanza		Presión	
Carga nominal		Humedad relativa	
Desviación estándar del proceso obtenida del gráfico de control, $s_p$			

**Datos de los patrones de masa:**

Id.	Valor nominal	Corrección de masa*	Incert. expandida: Del informe de cal.	Incert.: factor k	Densidad g/cm <sup>3</sup>
$S$					
$X$					
$sw$					
$t_s$					
$t_x$					

\*Corrección de masa = *Masa verdadera* si se utiliza la corrección de empuje. Corrección de masa = *Masa convencional* si NO se utiliza la corrección de empuje. La densidad se utiliza sólo con las correcciones de empuje.

**Observaciones:**

Nº. de observación	Pesas	Observaciones (lecturas) de la balanza, unidades
Hora:		
1 ( $O_1$ )	$S + t_s$	
2 ( $O_2$ )	$X + t_x$	
3 ( $O_3$ )	$X + t_x + sw$	
4 ( $O_4$ )	$S + t_s + sw$	
Hora:		

**Aseguramiento metrológico (Duplicación del proceso):**

Nº. de observación	Pesas	Observaciones (lecturas) de la balanza, unidades
Hora:		
1 ( $O_1$ )	$S + t_s$	
2 ( $O_2$ )	$S_c + t_{Sc}$	
3 ( $O_3$ )	$S_c + t_{Sc} + sw$	
4 ( $O_4$ )	$S + t_s + sw$	
Hora:		

Nota: la raya punteada representa al punto decimal.

Apéndice  
Formulario de datos para el método de doble sustitución  
(Secuencia opcional B)  
XSSX

**Datos y condiciones del laboratorio:**

Operador			
Fecha		Temperatura	
Balanza		Presión	
Carga		Humedad relativa	
Desviación estándar del proceso obtenida del gráfico de control, $s_p$			

**Datos de los patrones de masa:**

Id.	Valor nominal	Corrección de masa*	Incert. expandida: Del informe de cal.	Incert.: factor k	Densidad g/cm <sup>3</sup>
$X$					
$S$					
$sw$					
$t_x$					
$t_s$					

\*Corrección de masa = *Masa verdadera* si se utiliza la corrección de empuje. Corrección de masa = *Masa convencional* si NO se utiliza la corrección de empuje. La densidad se utiliza sólo con las correcciones de empuje.

**Observaciones:**

Nº. de observación	Pesas	Observaciones (lecturas) de la balanza, unidades
Hora:		
1 ( $O_1$ )	$X + t_x$	
2 ( $O_2$ )	$S + t_s$	
3 ( $O_3$ )	$S + t_s + sw$	
4 ( $O_4$ )	$X + t_x + sw$	
Hora:		

**Aseguramiento metrológico (Duplicación del proceso):**

Nº. de observación	Pesas	Observaciones (lecturas) de la balanza, unidades
Hora:		
1 ( $O_1$ )	$S_c + t_{Sc}$	
2 ( $O_2$ )	$S + t_s$	
3 ( $O_3$ )	$S + t_s + sw$	
4 ( $O_4$ )	$S_c + t_{Sc} + sw$	
Hora:		

Nota: la raya punteada representa al punto decimal.

Ejemplo: Con correcciones de empuje  
Formulario de datos para el método de doble sustitución  
(Secuencia opcional A)  
SXXS

**Datos y condiciones del laboratorio:**

Operador	HO		
Fecha	24/8/86	Temperatura	22.3 °C
Balanza	M5SA	Presión	753.5 mm Hg
Carga nominal	10 g	Humedad relativa	45 %
Desviación estándar del proceso obtenida del gráfico de control, $s_p$			0.002 9 mg

**Datos de los patrones de masa:**

Id.	Valor nominal	Corrección de masa*	Incert. expandida: Del informe de cal. (mg)	Incert.: factor k	Densidad g/cm <sup>3</sup>
$S$	10 g	-0.679 mg	0.014 mg	3	8.00
$X$	10 g	A ser determinada	A ser determinada	2	7.84
$sw$	5 mg	-0.0227 mg	0.000 28	2	8.5
$t_s$	---	---	---	---	---
$t_x$	---	---	---	---	---
$S_c$	10 g	0.321 mg	0.025 mg	2	8.0

\*Corrección de masa = *Masa verdadera* si se utiliza la corrección de empuje. Corrección de masa = *Masa convencional* si NO se utiliza la corrección de empuje. La densidad se utiliza sólo con las correcciones de empuje.

**Observaciones:**

Nº. de observación	Pesas	Observaciones (lecturas) de la balanza, unidades <u>mg</u>
Hora: 8:35 a.m.		
1 ( $O_1$ )	$S + t_s$	1 : 268
2 ( $O_2$ )	$X + t_x$	1 : 821
3 ( $O_3$ )	$X + t_x + sw$	6 : 798
4 ( $O_4$ )	$S + t_s + sw$	6 : 245
Hora: 8:47 a.m.		

**Aseguramiento metrológico (Duplicación del proceso):**

Nº. de observación	Pesas	Observaciones (lecturas) de la balanza, unidades <u>mg</u>
Hora: 9:00 a.m.		
1 ( $O_1$ )	$S + t_s$	1 : 270
2 ( $O_2$ )	$S_c + t_{Sc}$	2 : 271
3 ( $O_3$ )	$S_c + t_{Sc} + sw$	7 : 248
4 ( $O_4$ )	$S + t_s + sw$	6 : 248
Hora: 9:10 a.m.		

Nota: la raya punteada representa al punto decimal.

Calcule la densidad del aire (SOP 2):

$$\rho_a = 1.1795 \text{ mg/cm}^3 = 0.0011795 \text{ g/cm}^3$$

Utilice la ecuación 3.2.2.1 para la secuencia opcional A (SXXS) con las correcciones de empuje<sup>3</sup>:

$$M_x = \frac{M_s \left( 1 - \frac{\rho_a}{\rho_s} \right) + M_{t_s} \left( 1 - \frac{\rho_a}{\rho_{t_s}} \right) - M_{t_x} \left( 1 - \frac{\rho_a}{\rho_{t_x}} \right) + \left[ \frac{(O_2 - Q) + (O_3 - Q)}{2} \right] \left[ \frac{M_{sw} \left( 1 - \frac{\rho_a}{\rho_{sw}} \right)}{O_3 - Q_2} \right]}{\left( 1 - \frac{\rho_a}{\rho_x} \right)}$$

$$M_x = \frac{9.999321 \left( 1 - \frac{0.0011795}{8.0} \right) + 0 - 0 + \left[ \frac{(1.821 - 1.268) + (6.798 - 6.245)}{2} \right] \left[ \frac{0.0049773 \left( 1 - \frac{0.0011795}{8.5} \right)}{6.798 - 1.821} \right]}{\left( 1 - \frac{0.0011795}{7.84} \right)}$$

$$M_x = \frac{(9.9978461 + 0.000552957)}{0.99984949} = 9.9999041 \text{ g}$$

Calcule la corrección de masa (*masa verdadera*):

$$C_x = M_x - N_x$$

$$C_x = 9.9999041 \text{ g} - 10 \text{ g} = -0.0000959 \text{ g} = -0.0959 \text{ mg}$$

Calcule el valor de masa convencional:

$$CM_x = \frac{M_x \left( 1 - \frac{\rho_n}{\rho_x} \right)}{\left( 1 - \frac{\rho_n}{8.0} \right)}$$

<sup>3</sup> Tenga en mente que estas ecuaciones pueden ser truncadas para efectos de este ejemplo y que puede que se vean pequeñas diferencias en los últimos lugares decimales debido al uso de calculadoras u hojas de cálculo.

$$CM_x = \frac{9.999\,9041 \left( 1 - \frac{0.0012}{7.84} \right)}{0.999\,850}$$

$$CM_x = \frac{9.999\,9041 (0.999\,8469)}{0.999\,850} = 9.999\,873\,51\text{ g}$$

$$C_x = CM_x - N_x$$

$$C_x = 9.999\,873\,51\text{ g} - 10\text{ g}$$

$$C_x = -0.000\,126\,49\text{ g} = -0.126\,49\text{ mg}$$

Calcule la incertidumbre para la calibración:

$$U = u_c * 2$$

$$u_c = \sqrt{u_s^2 + s_p^2 + u_o^2}$$

La incertidumbre para el patrón,  $U$ , debe ser dividida entre el factor  $k$  para determinar la  $u_s$ .

$$u_c = \sqrt{(0.004\,667)^2 + (0.002\,9)^2 + (0.000\,000\,032)^2}$$

$$u_c = 0.005\,494\,623\,6\text{ mg}$$

$$U = 0.005\,494\,623\,6 * 2 = 0.010\,989\,247\,3\text{ mg}$$

### **Declaración de la incertidumbre**

La incertidumbre informada es la raíz cuadrada de la suma de los cuadrados de la incertidumbre estándar del patrón, la desviación estándar del proceso y un error sistemático sin corrección por la falta de correcciones de empuje, multiplicada por un factor de cobertura igual a 2 ( $k = 2$ ) para obtener un intervalo de confianza del 95 por ciento aproximadamente. Los factores que no se incluyen en la evaluación son: el magnetismo (se considera que las pesas cumplen con las especificaciones magnéticas a menos que se noten aberraciones en la medición), el descentramiento y la linealidad de la balanza (estos factores son considerados como parte del proceso de la medición cuando se obtiene la desviación estándar del proceso).

### Evaluación del cumplimiento

Tenemos que evaluar la corrección con su incertidumbre expandida para determinar si la pesa se encuentra o no dentro de los límites de tolerancia. La magnitud de la incertidumbre expandida tiene que ser menor que 1/3 de la tolerancia para ser capaz de realizar esa evaluación, según ASTM E617-97 y OIML R111.

Carga = 10 g

ASTM E617		OIML R111	
Clase	Tolerancia (mg)	Clase	Tolerancia (mg)
0	0.025	E <sub>1</sub>	0.020
1	0.050	E <sub>2</sub>	0.060
2	0.054	F <sub>1</sub>	0.20

Si vemos el triple del valor de la incertidumbre:  $0.011 \text{ mg} \times 3 = 0.033 \text{ mg}$ , nos damos cuenta de que la incertidumbre cumple con la regla de 1/3 correspondiente a las clases 1 y 2 de ASTM y las clases E<sub>2</sub> y F<sub>1</sub> de OIML.

A continuación, vemos a la corrección con la incertidumbre:  $-0.126 \text{ mg} \pm 0.011 \text{ mg}$ .

Podemos ver que el valor absoluto de la corrección se encuentra dentro de:  $0.115 \leq C_x \leq 0.137$ , por lo tanto, éste sólo cumple con la clase F<sub>1</sub> de OIML.

### Informes

La corrección de masa convencional y la incertidumbre serían informadas de la siguiente manera:

$$C_x = -0.126 \text{ mg} \pm 0.011 \text{ mg}$$



Ejemplo: Sin correcciones de empuje  
Formulario de datos para el método de doble sustitución  
(Secuencia opcional B)  
XSSX

**Datos y condiciones del laboratorio:**

Operador		HO	
Fecha	24/8/86	Temperatura	22.3 °C
Balanza	CB 100	Presión	753.5 mm Hg
Carga	30 g y 1 oz troy	Humedad relativa	45 %
Desviación estándar del proceso obtenida del gráfico de control, $s_p$			0.018 mg

**Datos de los patrones de masa:**

Id.	Valor nominal	Corrección de masa*	Incert. expandida: Del informe de cal.	Incert.: factor k	Densidad g/cm <sup>3</sup>
$S$	30 g	0.407 mg	0.022 mg	3	8
$X$	1 t oz	A ser determinada	A ser determinada	2	7.84
$sw$	50 mg	-0.084 00 mg	0.000 65 mg	2	8.5
$t_s$	1.1 g	0.359 6 mg	0.006 3 mg	3	8.04
$t_x$	Ninguno	---	---	---	---
$S_c$	30 g	0.907 mg	0.030 mg	2	8

\*Corrección de masa = *Masa verdadera* si se utiliza la corrección de empuje. Corrección de masa = *Masa convencional* si NO se utiliza la corrección de empuje. La densidad se utiliza sólo con las correcciones de empuje.

**Observaciones:**

Nº. de observación	Pesas	Observaciones (lecturas) de la balanza, unidades <u>mg</u>	
Hora: 9:00 a.m.			
1 ( $O_1$ )	$X + t_x$	20	93
2 ( $O_2$ )	$S + t_s$	17	21
3 ( $O_3$ )	$S + t_s + sw$	67	08
4 ( $O_4$ )	$X + t_x + sw$	70	81
Hora: 9:05 a.m.			

**Aseguramiento metrológico (Duplicación del proceso):**

Nº. de observación	Pesas	Observaciones (lecturas) de la balanza, unidades <u>mg</u>	
Hora: 9:15 a.m.			
1 ( $O_1$ )	$S + t_s$	20	95
2 ( $O_2$ )	$S_c + t_{Sc}$	21	45
3 ( $O_3$ )	$S_c + t_{Sc} + sw$	71	32
4 ( $O_4$ )	$S + t_s + sw$	70	83
Hora: 9:20 a.m.			

Nota: la raya punteada representa al punto decimal.

Utilice la ecuación 3.1.2 para la secuencia opcional B (XSSX) SIN correcciones de empuje<sup>4</sup>:

$$C_x = C_s + CM_{t_s} - CM_{t_x} + \left[ \frac{(O_1 - O_2) + (O_4 - O_3)}{2} \right] \left[ \frac{CM_{sw}}{O_3 - O_2} \right] + N_s - N_x$$

Nota: ¡tenga cuidado en combinar solamente las magnitudes que tengan las mismas unidades!

$$C_x = 0.407 \text{ mg} + 1.100\,359\,6 \text{ g} - 0 + \left[ \frac{(20.93 - 17.21) + (70.81 - 67.08)}{2} \right] \left[ \frac{49.916 \text{ mg}}{67.08 - 17.21} \right] + 30 \text{ g} - 1 \text{ t oz}$$

$$C_x = 0.407 \text{ mg} + 1.100\,359\,6 \text{ g} - 0 + 3.728\,435\,9 \text{ mg} + 30 \text{ g} - 31.103\,47\,68 \text{ g}$$

$$C_x = 1\,104.495\,036 \text{ mg} - 1.103\,476\,8 \text{ g}$$

$$C_x = 1.018\,236 \text{ mg}$$

Calcule la incertidumbre para la calibración:

$$U = u_c * 2$$

$$u_c = \sqrt{u_s^2 + s_p^2 + u_o^2}$$

La incertidumbre para el patrón,  $U$ , debe ser dividida entre el factor  $k$  para el patrón y la pesa de tara para determinar la  $u_s$  de cada uno de ellos. La incertidumbre adicional que resulta de no realizar la corrección por el empuje del aire puede ser determinada utilizando la magnitud de la corrección por el empuje del aire del SOP 2.

$$u_c = \sqrt{(0.007\,33)^2 + (0.002\,1)^2 + (0.018)^2 + (0.001\,6)^2}$$

$$u_c = 0.019\,617\,15 \text{ mg}$$

$$U = 0.019\,617\,15 * 2 = 0.039\,234 \text{ mg}$$

La corrección de masa convencional y la incertidumbre serían informadas de la siguiente manera:

$$C_x = 1.018 \text{ mg} \pm 0.039 \text{ mg}$$

O

$$C_x = 0.000\,032\,7 \text{ oz t} \pm 0.000\,001\,3 \text{ oz t}$$

---

<sup>4</sup> Tenga en mente que estas ecuaciones pueden ser truncadas para efectos de este ejemplo y que puede que se vean pequeñas diferencias en los últimos lugares decimales debido al uso de calculadoras u hojas de cálculo.