

REALIZACIÓN METROLOGICA Y MANTENIMIENTO DE LA ESCALA NACIONAL DE MASA

Leonardo Carrasco.

*Instituto Nacional de Tecnología Industrial, Avda. Gral Paz 5445, Buenos Aires, ARGENTINA
0054-11-4724-6200 Int. 6259, 6235, masas@inti.gov.ar, leojcar@inti.gov.ar*

RESUMEN

La realización y el mantenimiento de la escala Nacional de masa es de vital importancia estratégica, ya que de ella dependen entre otras cosas, los procesos industriales, en la formulación de medicamentos y el movimiento de intercambio comercial que realiza un estado interactuando dentro de un escenario global. La Argentina no es una excepción al respecto y por ende necesita del desarrollo de estas tareas.

El INTI ha trabajado durante años para definir la escala de masa y su posterior mantenimiento, con el fin de brindar asistencia industrial y legal que permita efectuar mediciones con el máximo nivel de exactitud.

La realización y el mantenimiento de esta escala comprende un conjunto de tareas que permite, partiendo de la masa del prototipo internacional de 1 kg establecer la escala de masa para unidades materializadas desde 1 mg a 1 000 kg.

El presente trabajo comprende la diseminación de múltiplos y submúltiplos, tratamientos de incertidumbre, niveles de exactitud alcanzados, trabajos de intercomparación llevados a cabo con Institutos Nacionales de Metrología de otros países.

Palabras Claves: masa, diseminación, trazabilidad.

1. INTRODUCCIÓN

Antes de introducirnos en lo que respecta específicamente a la **“Realización Metroológica y Mantenimiento de la Escala Nacional de Masa”**, vamos a hacer una breve reseña histórica para ubicarnos en el contexto.

Es importante destacar que el kilogramo es una de las unidades de base del Sistema Internacional de Unidades (SI). Este sistema tiene la particularidad de ser un sistema coherente, esto quiere decir que todas las unidades derivadas se obtienen a partir de producto de unidades de base elevadas a exponentes enteros, que pueden ser negativos o positivos o cero.

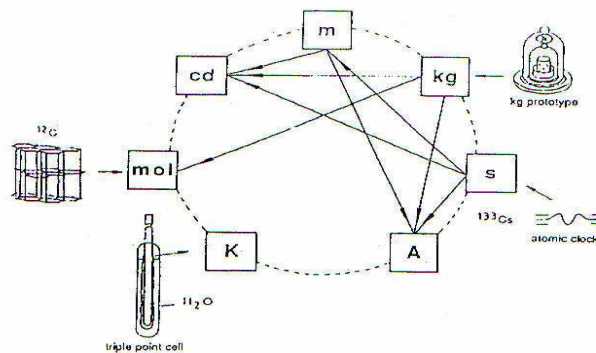


Figura 1. Unidades de base del SI.

La particularidad que presenta hasta el día de hoy el kilogramo como unidad de base del Sistema Internacional de Unidades, es que la misma es la única unidad representada por un prototipo físico. El resto de las unidades de base están representadas a través de constantes físicas universales.

El hecho de que el kilogramo esté representado por un prototipo físico trae aparejado que su masa varía con el tiempo, en cambio el resto al estar referidas a constantes físicas universales no varían. Como podemos ver en el esquema (figura 1) algunas de estas unidades están relacionadas entre sí, con lo que si se produce una variación en el prototipo pueden ponerse en peligro estas relaciones.

El Bureau Internacional de Pesas y Medidas (BIPM) ha realizado estudios que permiten suponer que el prototipo internacional del kilogramo ha variado unos 50 microgramos en los últimos 100 años.

Para eliminar estas desventajas se han estado realizando varios experimentos para una redefinición del kilogramo: la esfera de silicio, la acumulación de iones o la balanza de Watt, pero el avance ha sido muy lento y poco significativo desde el punto de vista de la

incertidumbre; los mejores resultados presentan una incertidumbre estándar relativa del orden de 10^{-7} mientras que 10^{-8} es lo considerado como satisfactorio.

Pero según la propuesta no es conveniente seguir esperando a que los resultados de los experimentos mejoren y se recomienda fijar una de las dos siguientes constantes: la constante de Plank o el número de Avogadro. Mientras tanto, según los autores, se podría seguir intentando mejoras en los experimentos hasta que se alcance el objetivo deseado.

Si se hace esto último las incertidumbres estándar de aquellas constantes físicas que se pueden expresar del A, mol, cd mejorarán muy significativamente, 10 a 1000 veces. Por ejemplo, si se fija la constante de Plank, la incertidumbre estándar relativa de la carga del electrón pasa de $8,5 \times 10^{-8}$ a $0,17 \times 10^{-8}$, mientras que la incertidumbre del Prototipo Internacional del kilogramo pasa de 0 a 10^{-8} , asumiendo que se materializa a través de la balanza de Watt.

El kilogramo fue definido como tal con motivo de la Convención del Metro llevada a cabo en París en 1875. Para esto se confeccionaron el prototipo del kilogramo, sus testigos y las replicas de estos que fueron entregadas a cada país signatario de esta Convención.

El material elegido para su fabricación fue una barra constituida por una aleación de 90% de Platino y 10% de Iridio, cabe destacar que todos fueron cortados de la misma barra.



Figura 2. Patrón de Platino - Iridio.

En nuestro país el responsable de la custodia y del mantenimiento de los **Patrón Nacional del kilogramo** y del resto de los patrones nacionales es el **Instituto Nacional de Tecnología Industria (INTI)**.

Esta responsabilidad le fue conferida al Instituto mediante la Ley de Metrología 19 511 y sus decretos reglamentarios.

Luego de esta breve reseña nos vamos a dedicar a hacer una primera aproximación en lo que respecta a la realización y mantenimiento de la **Escala Nacional de Masa**.

La realización de esta escala consiste en una serie de operaciones que permite a partir del conocimiento de la masa del patrón nacional de 1 kg transferir la trazabilidad de este a los múltiplos y submúltiplos de este.

El valor de la masa del patrón nacional se obtiene a partir de la calibración del mismo contra el prototipo Internacional y la transferencia de la trazabilidad a los múltiplos y submúltiplos se realiza mediante el proceso de diseminación. En la práctica todo este trabajo tiene por objetivo el aseguramiento de la trazabilidad en las mediciones de masa realizadas en nuestro país, lo que se va a evidenciar en el momento que se realicen pesadas en la industria, en los comercios o en los puertos de embarque, por citar algunos ejemplos.

2. DESARROLLO

La realización Metrológica de la escala Nacional de masa y su mantenimiento consiste en una serie de operaciones que dan por resultado la diseminación de la trazabilidad en cuanto a la magnitud masa se refiere.

Para comenzar con este trabajo el primer peldaño es la calibración del patrón nacional del kilogramo (Denominado K30). Este patrón es una pesa cilíndrica de acero inoxidable austenítico fabricada en el INTI, a principios de la década del ochenta.

Esta pesa ha sido enviada periódicamente al BIPM y a otros Institutos Nacionales para ser calibrada, y de esta manera establecer la estabilidad de su masa en el tiempo. Estos datos relevados nos han permitido establecer el período de recalibración de la misma, el cual actualmente es de seis años. Es importante destacar que la incertidumbre de calibración expandida informada por el BIPM es de $\pm 26 \mu\text{g}$ para $k=2$.

Una vez realizado este primer paso debemos empezar a trabajar en nuestro laboratorio, el primer paso a llevar a cabo será la calibración de tres pesas de 1 kg contra el patrón nacional, de las cuales habrá dos testigos de masa conocida, que servirán para asegurar el resultado de la tercera pesa de 1 kg (denominada K29), Esta comparación se realizará en una comparadora de masa de capacidad máxima de 1 kg, con una resolución de $1 \mu\text{g}$.

Luego de haber obtenido el valor de masa de esta pesa vamos a comenzar a diseminar su masa a múltiplos y submúltiplos del kilogramo. Un dato que va a permitir ir viendo como se va degradando la incertidumbre durante todo este proceso es la incertidumbre expandida obtenida en este paso, la cual resulta ser $\pm 50 \mu\text{g}$.

La diseminación de la unidad de masa es un proceso que nos va a permitir transferir la trazabilidad a pesas múltiplos y submúltiplos, cuyos valores nominales van a ir desde 1 mg a 5 000 kg.

La serie de pesas que cubre este rango están constituida con valores nominales que mantienen la siguiente configuración:

$$1 \times 10^n \text{ g}$$

$$2 \times 10^n \text{ g}$$

$$5 \times 10^n \text{ g}$$

donde n es un número entero positivo, negativo o igual a cero.

Esta distribución de valores nominales permite realizar comparaciones entre el patrón y diversas combinaciones de pesas. Las comparadoras primarias asociadas a la diseminación son: una comparadora de masa de capacidad máxima 10 kg con resolución 0,1 mg, comparadora de masa de capacidad máxima 1 kg con resolución 1 µg, comparadora de masa de capacidad máxima 100 g con resolución 1 µg, comparadora de masa de capacidad máxima 50 g con resolución 1 µg y comparadora de masa de capacidad máxima 5 g con resolución 0,1 µg.

Para esto se debe establecer previamente el esquema de comparaciones (matriz X) que se va a utilizar (a modo de ejemplo se da un esquema ortogonal).

2.1 Matriz (X)

Para una calibración, por ejemplo de la década de 1 g, en la que intervienen pesas de 500; 200; 200 y 100 miligramos, la pesa de 1g (calibrada previamente) oficia de patrón y se agrega otra pesa se 100mg como referencia ($100^{(n)}$ mg), un esquema posible se representa como sigue mediante la matriz **(X)** de las comparaciones. Este es un diseño ortogonal con lo que se minimiza la incertidumbre debida al esquema, por otra parte no se realizan comparaciones entre las menores pesas de la década en las que hay una mayor influencia del desvío histórico de las balanza.

1 g 500 mg 200 mg 200* mg 100 mg $100^{(n)}$ mg resultando:

$$(X) = \begin{pmatrix} -1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ -1 & 1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ 0 & -1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\ 0 & 0 & 1 & -1 & 1 & -1 \\ 0 & 0 & 1 & -1 & 1 & -1 \\ 0 & 0 & 1 & -1 & -1 & 1 \\ 0 & 0 & 1 & -1 & -1 & 1 \\ 0 & 0 & -1 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & -1 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & -1 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & -1 & 1 & 1 \end{pmatrix} \quad (X_I) = \begin{pmatrix} 1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ 1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\ -1 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ -1 & 1 & 1 & 0 & 1 \\ 0 & 1 & -1 & 1 & -1 \\ 0 & 1 & -1 & 1 & -1 \\ 0 & 1 & -1 & -1 & 1 \\ 0 & 1 & -1 & -1 & 1 \\ 0 & -1 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & -1 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & -1 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & -1 & 1 & 1 \end{pmatrix} \quad (X_P) = \begin{pmatrix} 1 \\ 1 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}$$

Dicha matriz está formada por ceros y unos donde cada fila representa cada una de las comparaciones y cada columna representa a una pesa de la década. Un elemento representado con (1) indica que esa pesa participa en dicha comparación como elemento patrón, mientras que un elemento representado con (-1) indica que esa pesa interviene como elemento incógnita. Dicha matriz se puede desdoblar en dos matrices, una conteniendo a las pesas incógnitas (X_I) y otra el patrón (X_P) tal que:

$$(X) = (X_I) - (X_P) \quad (1)$$

Por lo que los unos de (X_P) quedan positivos.

En la calibración de los submúltiplos el patrón es la pesa de mayor masa de cada década, por lo que para iniciar la diseminación se debe calibrar con el patrón nacional la pesa de 1kg del juego. Una vez calibrada, la misma hace de patrón para su década, o sea hasta la pesa de 100g, la que a su vez será patrón de su década hasta la pesa de 10g y así sucesivamente hasta terminar en la década de 10mg. Para los múltiplos de la unidad de masa el patrón será la pesa de menor masa de cada década.

Para poder realizar todas las comparaciones de cada década es necesario agregar una pesa adicional, por lo que resulta conveniente que dicha pesa sea de masa conocida y así puede ser utilizada como una referencia para comprobar el cierre de las calibraciones.

Con respecto al diseño del esquema de las comparaciones dentro de cada década puede utilizarse el ejemplo dado u otro diseñado de acuerdo a la composición del juego de pesas u otra conveniencia, pudiendo variar tanto las pesas intervinientes como las combinaciones y número de comparaciones.

En forma matricial el modelo de la calibración es el siguiente:

$$(X_I) \cdot (M_I) = (X_P) \cdot M_P + (L) + (\rho_a) \cdot [(X_I) \cdot (V_I) - (X_P) \cdot V_P] \quad (2)$$

Donde las variables encerradas entre paréntesis son matrices y las que no, son escalares.

(X_I) : matriz de N filas (n° de comparaciones) por n columnas (n° de incógnitas, incluyendo la pesa de referencia) de los coeficientes de las pesas incógnitas.

(X_P) : matriz de N filas por una columna de los coeficientes de la pesa patrón (los unos de esta matriz son de signo positivo producto del desdoblamiento de la matriz **(X)** como una resta.

(M_I) : matriz de n filas por una columna de los valores de masa real de las pesas incógnitas a ser determinados.

M_P : masa real del patrón

(L) : matriz de N filas por una columna de los promedios de tres ciclos ABBA (como mínimo) de cada una de las N comparaciones.

(ρ_a) : matriz diagonal de N filas por N columnas en la que cada elemento de la diagonal es la densidad de aire promedio durante cada una de las comparaciones.

(V_I) : matriz de n filas por una columna de los valores de volumen de cada una de las pesas incógnitas.

V_P : volumen de la pesa patrón.

Llamando **(Y)** al segundo miembro la ecuación queda:

$$(X_I) \cdot (M_I) = (Y) \quad (3)$$

Resolviendo el sistema mediante el método de los cuadrados mínimos se obtiene la matriz de los valores de masa **(M_I)** de cada una de las pesas con la siguiente expresión:

$$(M_I) = [(X_I)^T \cdot (X_I)]^{-1} \cdot (X_I)^T \cdot (Y) \quad (4)$$

Donde el símbolo "T" indica la matriz transpuesta y el superíndice "-1" matriz inversa.

Se obtienen los errores simplemente restando a cada elemento su correspondiente valor nominal.

Un control de los resultados debe realizarse verificando que el valor de masa obtenido de la pesa de referencia sea congruente con el valor que figura en su certificado. En el caso de que

las pesas cuenten con certificados anteriores se deben comparar los resultados con los valores de dichos certificados.

También deben controlarse los residuos para verificar que la calibración estuvo bajo control.

Los residuos se calculan de la siguiente manera:

$$(R) = (Y) - (X_I) \cdot (M_I) \quad (5)$$

Donde **(R)** es la matriz de N filas por una columna de los residuos de cada una de las comparaciones. Se debe verificar que todos sean de aproximadamente del mismo orden. En caso de que algunos tengan valores dispares y que estos contribuyan en manera significativa en la estimación de los errores se debe repetir la comparación en la que se presentó la irregularidad.

Una vez concluidos todos los pasos antes mencionados para cada década se llega a obtener el valor de masa para dos juegos de pesas de 1 mg hasta la pesa de 10 kg.

Cabe mencionar que según nuestra reglamentación (resolución 456 de la Secretaría de Comercio) y la Recomendación Internacional R 111-1 de la OIML (Organización Internacional de Metrología Legal), las pesas se agrupan en distintas clases de precisión, siendo estas ordenadas en forma descendente:

E1, E2, F1, F2, M1, M2, M3 (Esta última sólo contemplada en la R 111-1)

Los juegos de pesas cuyos valores de masa fueron obtenidos por el proceso de disseminación poseen una incertidumbre que como máximo puede llegar al tercio de la incertidumbre prevista para la clase E1, con lo cual a partir de esta instancia permite calibrar pesas E1 de 1 mg a 10 kg por comparación directa contra estas, después con estas E1 se pueden calibrar pesas E2 por comparación, con las E2 calibrar F1 también por comparación y así sucesivamente hasta llegar a la clase M3.

Para llegar a obtener valores de masa de pesas superiores a los 10 kg se realizan sumatorias de pesas, por ejemplo con dos pesas de 10 kg se calibra una de 20 kg, con dos de 20 kg y una de 10 kg se calibra una de 50 kg y así sucesivamente hasta llegar a pesas de 5 000 kg.

3. CADENA DE TRAZABILIDAD

La trazabilidad en las mediciones de Masa consiste en una cadena ininterrumpida de calibraciones que vinculan al prototipo internacional del kilogramo con el instrumento de medición utilizado. En la figura 3 podemos ver su esquema.

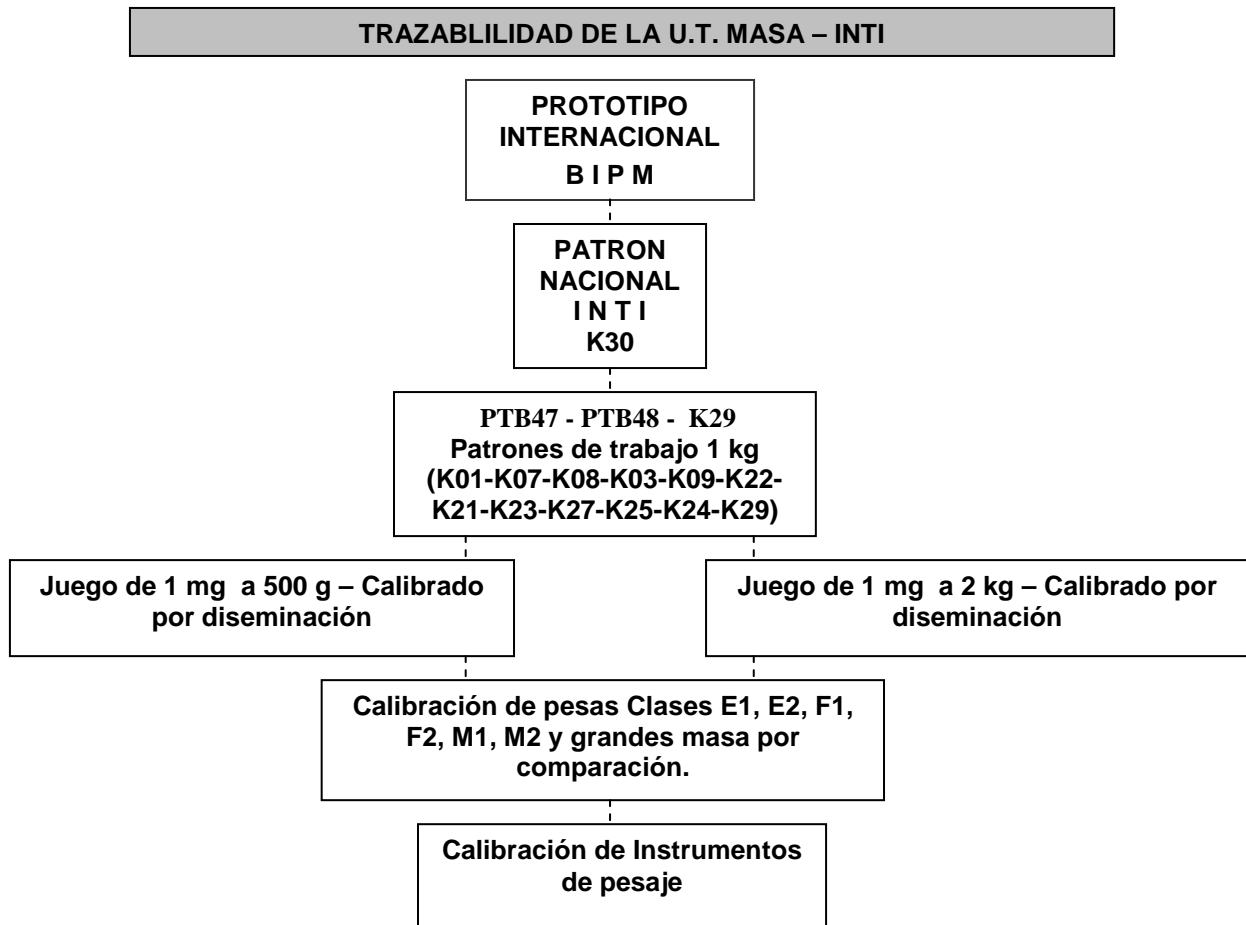
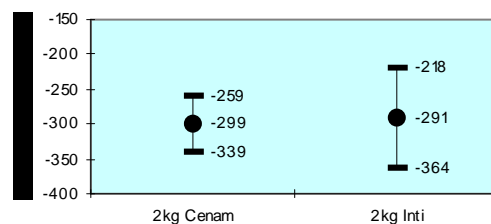


Figura 3 Esquema de Trazabilidad.

Para asegurar la trazabilidad y validar la diseminación se participa en comparaciones internacionales, en las que se comparan los resultados para los mismos valores de masa por varios laboratorios. Así generalmente se emplean patrones viajeros, siendo calibrados por los distintos laboratorios. Veremos el desempeño obtenido en algunas de estas comparaciones como el caso de una comparación bilateral hecha entre el CENAM (México) y el INTI durante el año 2003 para los siguientes valores nominales: 2 kg, 1 kg, 200 g, 50 g, 1 g y 200 mg. Seguidamente vamos a ver algunos de los gráficos (figura 4) de los resultados con sus incertidumbres obtenidos por cada uno de los participantes para cada valor de masa.



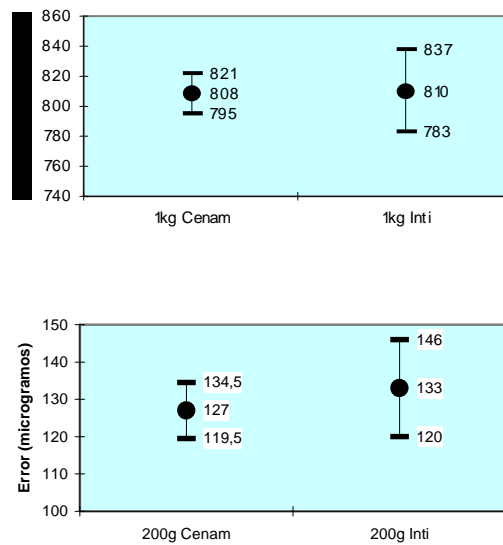


Figura 4 Gráficos de intercomparación.

Es importante destacar que las incertidumbres fueron calculadas para un $k=1$.

4. CONCLUSIONES

Los procedimientos y tareas descritos en esta trabajo hacen posible asignar trazabilidad a las mediciones de masa realizadas en el país, para diferentes rangos de medida y para distintos niveles de incertidumbre.

La Realización Metrológica y Mantenimiento de la Escala Nacional de Masa posibilita asegurar las mediciones a nivel industrial, legal, comercial, en la salud y en otros ámbitos.

5. REFERENCIAS

- [1] Resolución Nacional de la SECRETARIA DE ESTADO DE COMERCIO Y NEGOCIACIONES ECONOMICAS INTERNACIONALES N° 456 del 02 de diciembre de 1983.
- [2] Lic. Carlos Porta, *LA CALIBRACIÓN DE LOS MÚLTIPLOS Y SUBMÚLTIPLOS DE LA UNIDAD DE MASA*, Carta Metrológica, N°5, Diciembre de 1982.
- [3] G.D. Chapman, *ORTHOGONAL DESIGNS FOR THE CALIBRATION OF KILOGRAM SUBMULTIPLES*, Institute for National Measurement Standards, National Research Council Canada, November 1993.
- [4] Recomendación Internacional de la OIML R 111-1 edición 2004 (E), *Weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M1-2, M2, M2-3, M3*, Año 2004.