

## CONTENIDO

1. OBJETIVO .....	3
2. DESTINATARIOS .....	3
3. GLOSARIO .....	3
4. REFERENCIAS .....	4
5. GENERALIDADES .....	5
5.1 EQUIPAMIENTO .....	6
5.1.1 Equipamiento patrón .....	7
5.1.2 Equipamiento auxiliar .....	7
5.2 Accesorios e implementos de limpieza .....	7
6. REPRESENTACIÓN ESQUEMÁTICA DEL PROCEDIMIENTO .....	7
7. DESCRIPCIÓN DE ETAPAS Y ACTIVIDADES .....	8
7.1 ETAPA 1: REVISAR EL ESTADO DEL RECIPIENTE Y REALIZAR EL PREMOJADO .....	9
■ .....	9
■ .....	9
7.1.1 Revisar el estado del recipiente volumétrico .....	9
7.1.2 Llenar el recipiente volumétrico metálico bajo comprobación .....	9
7.2 ETAPA 2: COMPROBAR LA CAPACIDAD DEL RECIPIENTE VOLUMÉTRICO PARA SUMINISTRAR LÍQUIDO .....	9
7.2.1 Comprobar la capacidad del recipiente volumétrico metálico .....	9

Elaborado por:	Revisado y Aprobado por:	Aprobación Metodológica por:
Nombre: Stivinson Córdoba Sánchez-Yenny Astrid Hernández Gómez Cargo: - Contratistas Dirección de Investigaciones para el Control y Vigilancia de Reglamentos técnicos y Metrología Legal	Nombre: Ana María Prieto Rangel Cargo: Directora de Investigaciones para el Control y Vigilancia de Reglamentos técnicos y Metrología Legal (e)	Nombre: Giselle Johanna Castelblanco Muñoz Cargo: Representante de la Dirección para el Sistema de Gestión de Calidad Fecha: 2021-05-24

Cualquier copia impresa, electrónica o de reproducción de este documento sin la marca de agua o el sello de control de documentos, se constituye en copia no controlada.

7.3	ETAPA 3: CALCULAR Y ANALIZAR LOS DATOS REGISTRADOS PARA DETERMINAR LA CAPACIDAD DEL RECIPIENTE VOLUMETRICO CON SU INCERTIDUMBRE ASOCIADA.....	11
7.3.1	Calcular y analizar los datos registrados .....	11
7.3.2	Estimar la incertidumbre de medición.....	13
7.3.3	Estimar la incertidumbre estándar compuesta asociada a la capacidad del RVC .....	15
7.3.4	Calcular los coeficientes de sensibilidad .....	18
7.3.5	Calcular los grados de libertad .....	20
7.3.6	Calcular los grados efectivos de libertad y factor de cobertura .....	20
7.3.7	Estimar incertidumbre expandida .....	20
8.	DOCUMENTOS RELACIONADOS.....	21
9.	RESUMEN CAMBIOS RESPECTO A LA ANTERIOR VERSIÓN .....	21

COPIA CONTROLADA

## 1. OBJETIVO

Describir la metodología utilizada en las comprobaciones intermedias de recipientes volumétricos, con capacidad de 18 927,06 mL (5 galones), según el documento normativo que contiene el método definido en la Euramet No.19 “Guía de calibración” versión 3.0 (09/2018); para observar el comportamiento de recipiente volumétrico Patrón-RVP.

## 2. DESTINATARIOS

Servidores públicos y/o contratistas que hagan parte del laboratorio de volumen.

## 3. GLOSARIO

La terminología y simbología empleada en este documento está basada principalmente en los siguientes documentos:

- GUM (2008): para los términos relacionados con la determinación de los resultados de la incertidumbre de la medición.
- NTC 1848 (2007): para los términos relacionados con las pesas patrón.
- Guía SIM MW G7/cg-01/v.00: para los términos relacionados con el funcionamiento IPFNA.
- VIM versión actual: para los términos relacionados en la calibración.
- Decreto 1595 / 2015

**CADENA DE TRAZABILIDAD METROLÓGICA:** sucesión de patrones y calibraciones que relacionan un resultado de medida con una referencia.

**ERROR DE MEDIDA:** diferencia entre un valor de medido de una magnitud y un valor de referencia.

**INCERTIDUMBRE DE MEDIDA:** parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de los valores atribuidos a un mensurando, a partir de la información que se utiliza.

**RESPONSABLE DE LA DIRECCIÓN TÉCNICA:** es el servidor público o contratista encargado de autorizar los certificados de calibración y al personal clave para la realización de las calibraciones.

**RESPONSABLE DE LAS COMPROBACIONES:** servidor público o contratista que realiza las comprobaciones intermedias del recipiente volumétrico, según lo definido en este procedimiento.

**RVC:** recipiente volumétrico a comprobar

**RVT:** objeto retenido-recipiente volumétrico

**RVP:** recipiente volumétrico patrón

**TRAZABILIDAD METROLÓGICA:** propiedad de un resultado de medida por la cual el resultado puede relacionarse con una referencia mediante una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones, cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medida.

**IPFNA:** Instrumento de pesaje de funcionamiento no automático

#### 4. REFERENCIAS

Jerarquía de la norma	Numero/Fecha	Título	Artículo	Aplicación Específica
Decreto	1595 de 2015	Por el cual se dictan normas relativas al Subsistema Nacional de la Calidad y se modifica el capítulo 7 y la sección 1 del capítulo 8 del título 1 de la parte 2 del libro 2 Del Decreto Único Reglamentario del Sector Comercio, Industria Y Turismo, Decreto 1074 de 2015 y se dictan otras disposiciones	Sección 2, artículo 2.2.1.7.2.1	Definiciones
Guía de calibración Euramet cg. 21	Versión 2.0 (05/2020)	Guía para la calibración de patrones de volumen utilizando el método volumétrico.	Numeral 6.3.3.10. 6.3.3.7	Calibración de los patrones de volumen por el método volumétrico.
Guía de calibración Euramet No.19	Versión 3.0 (09/2018)	Guía para la determinación de la incertidumbre en el método gravimétrico en volumen	Aplicación total	Calibración de los patrones de volumen por el método gravimétrico.

Jerarquía de la norma	Numero/Fecha	Título	Artículo	Aplicación Específica
ISO/IEC 17025	2ª edición 2017	Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración	Aplicación total	Comprobaciones intermedias
VIM	3ª edición 2012	Vocabulario intencional de metrología. Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados.	Aplicación total	Para sistemas de conceptos fundamentales y generales utilizados en metrología
GUM	2008	Guía para estimar la incertidumbre de la medición	Aplicación total	Lineamientos para estimar incertidumbres
NTC ISO	10012:2003	Sistema de gestión de la medición. Requisitos para los procesos de medición y los equipos de medición	Aplicación total	Confirmación metrológica y realización de los procesos de medición.

## 5. GENERALIDADES

- El método gravimétrico consiste en pesar la masa de agua que puede contener o suministrar un instrumento volumétrico bajo calibración con respecto a su densidad, a partir de la diferencia de masa cuando el recipiente está vacío y lleno de líquido. El líquido usado generalmente para el desarrollo de este método es agua pura grado 3 (destilada, bi-destilada o des ionizada) con conductividades igual o menor a 5  $\mu\text{S}/\text{cm}$ . La densidad del agua pura se determina en función de la temperatura.
- Para realizar la evaluación del volumen correctamente se deben registrar la temperatura del medio ambiente, la humedad relativa, la presión atmosférica, la temperatura del líquido, y conocer el coeficiente cúbico de expansión térmica del material de construcción del instrumento.
- Los equipos patrones a utilizar, deben encontrarse dentro del periodo de validez de calibración.
- Los equipos a comprobar, deben estar limpios para no tener interferencias en el proceso de comprobaciones intermedias.

- En la hoja de cálculo RT03-F33, se contemplan los factores de corrección a los que haya lugar.
- Como separador decimal el laboratorio opta por usar la coma (,).
- Para tomar la lectura del volumen en el recipiente volumétrico metálico bajo comprobación, se observa el menisco que se forma en el visor. Para evitar el error de paralaje se debe leer el menisco en su punto más bajo. Ver figura 1.

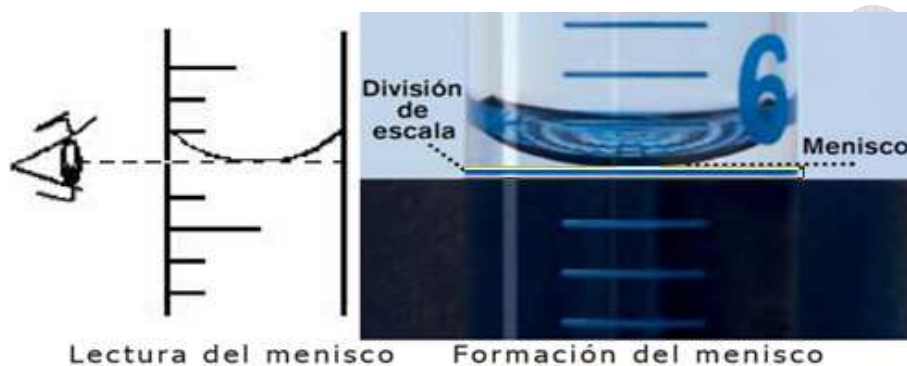


Figura 1. Visión en paralelo del menisco

**Nota 1:** Una vez termine la comprobación limpiar el tubo visor del recipiente volumétrico metálico.

Criterios y frecuencia para la realización de comprobaciones intermedias del recipiente volumétrico:

- Cuando ingresa al laboratorio equipamiento nuevo recipiente volumétrico
- En casos inesperados (golpes, caídas, manipulación inadecuada, certificado de calibración con inconsistencias en sus resultados de medición) entre otros.
- A intervalos intermedios con respecto a su período de calibración, según lo indicado en el registro RT03-F44.

Para realizar las comprobaciones intermedias se tiene en cuenta el programa de control de mantenimiento, comprobaciones intermedias y calibración del equipamiento RT03-F22 y el formato R03-F44.

## 5.1 EQUIPAMIENTO

Los equipos, instrumentos y accesorios usados en el laboratorio para realizar las comprobaciones intermedias de los recipientes volumétricos, son los siguientes:

### 5.1.1 Equipamiento patrón

- Instrumento de pesaje de funcionamiento no automático-IPFNA
- Termómetros
- Probeta
- Pipeta
- Termo higrómetros (barómetro)

### 5.1.2 Equipamiento auxiliar

- Mesa de planitud
- Cronómetro
- Nivelador tipo ojo de buey o gota deslizante
- Pie de rey
- Sistema de filtrado de agua
- Bidones para almacenamiento de agua grado 3
- Conductivímetro
- Pipetas

### 5.2 ACCESORIOS E IMPLEMENTOS DE LIMPIEZA

Precinto, perilla sopladora, pipeteador, jeringa bayetilla, balde, cepillos, churruscos, desengrasante, detergentes, guantes, herramientas manuales, linterna, lupa, mesa hidráulica y toallas de papel.

### 6. REPRESENTACIÓN ESQUEMÁTICA DEL PROCEDIMIENTO

No.	ETAPAS	ENTRADAS	DESCRIPCIÓN DE LA ETAPA	RESPONSABLE	SALIDAS
1	REVISAR EL ESTADO DEL RECIPIENTE Y REALIZAR EL PREMOJADO	Recipiente volumétrico a comprobar-RVC	<p>Comprende las siguientes actividades:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Revisar el estado del recipiente Volumétrico</li> <li>- Llenar el recipiente volumétrico metálico bajo comprobación</li> </ul>	Responsable de las comprobaciones intermedias	<p>Hoja de vida del equipamiento RT03-F42</p> <p>Hoja de cálculo de comprobaciones intermedias de recipientes volumétricos RT03-F33</p>

No.	ETAPAS	ENTRADAS	DESCRIPCIÓN DE LA ETAPA	RESPONSABLE	SALIDAS
2	COMPROBAR LA CAPACIDAD DEL RECIPIENTE VOLUMÉTRICO PARA SUMINISTRAR LÍQUIDO	RVC Hoja de cálculo para comprobaciones intermedias de recipientes volumétricos RT03-F33 con registro de datos	Comprende las siguientes actividades: - Comprobar la capacidad del recipiente volumétrico metálico.	Responsable de las comprobaciones intermedias	Hoja de cálculo para comprobaciones intermedias de recipientes volumétricos RT03-F33 Diligenciada  Recipiente volumétrico comprobado
3	CALCULAR Y ANALIZAR LOS DATOS REGISTRADOS PARA DETERMINAR LA CAPACIDAD DEL RECIPIENTE VOLUMÉTRICO CON SU INCERTIDUMBRE ASOCIADA	Hoja de cálculo para comprobaciones intermedias de recipientes volumétricos RT03-F33 con registro de datos	Comprende las siguientes actividades: - Calcular y analizar los datos registrados. - Estimar la incertidumbre de medición - Estimar la incertidumbre estándar compuesta asociada a la capacidad del RVC. - Calcular los coeficientes de sensibilidad - Calcular los grados de libertad. - Calcular los grados efectivos de libertad y factor de cobertura - Estimar incertidumbre expandida	Responsable de las comprobaciones intermedias	Hoja de cálculo para comprobaciones intermedias de recipientes volumétricos RT03-F33 Diligenciada

## 7. DESCRIPCIÓN DE ETAPAS Y ACTIVIDADES



## **7.1 ETAPA 1: REVISAR EL ESTADO DEL RECIPIENTE Y REALIZAR EL PREMOJADO**

Realizar el premojado del recipiente volumétrico metálico teniendo en cuenta las siguientes actividades:

### **7.1.1 Revisar el estado del recipiente volumétrico**

Revisar que el recipiente volumétrico este en óptimas condiciones de: limpieza, no presente golpes ni abolladuras, que el tubo visor no se encuentre roto, y verificar que no presente fugas, llenándolo con agua al menos una hora antes de realizar su comprobación y de observar o detectar un cambio significativo en el RVC, se realiza la observación en la hoja de vida del equipamiento RT03-F42 y se le comunica al personal del laboratorio.

### **7.1.2 Llenar el recipiente volumétrico metálico bajo comprobación**

Llenar el recipiente con agua hasta el trazo superior de la escala, esta operación permite realizar un pre-humedecimiento de las paredes internas del recipiente. Llenar el recipiente a baja velocidad de flujo de agua y baja presión para evitar la formación excesiva de burbuja, dejando las respectivas observaciones en el RT03-F33.

#### **Punto de control:**

- Revisar el estado del RVC verificando que se encuentra en buenas condiciones a través del RT03-F42 en caso de que aplique.
- Revisar las observaciones en el formato RT03-F33, con el fin de haya sido pre humidificado antes de iniciar la comprobación, con el fin de generar un equilibrio térmico del recipiente volumétrico con el agua de trabajo.

## **7.2 ETAPA 2: COMPROBAR LA CAPACIDAD DEL RECIPIENTE VOLUMÉTRICO PARA SUMINISTRAR LÍQUIDO**

Se inicia la comprobación del cuerpo del recipiente volumétrico metálico y para ello se realizan las siguientes actividades:

### **7.2.1 Comprobar la capacidad del recipiente volumétrico metálico**

- a. Verificar la nivelación adecuada del recipiente mediante el instrumento nivelador (usar nivel ojo de buey o gota) ubicándolo sobre el cuello del recipiente. En caso de que el recipiente tenga patas ajustables usarlas para su respectiva nivelación.

- b. Llenar el recipiente con agua grado 3, a baja velocidad y baja presión para evitar la formación excesiva de burbujas, hasta unos mililitros por encima del trazo correspondiente a la capacidad nominal.
- c. Retirar las burbujas del RVC, mediante: golpes, semi giros, purga con la válvula de desagüe en caso de que lo tuviese, entre otros.
- d. Ajustar el menisco para que la parte inferior quede tangente a la marca del valor nominal a medir. (Emplear ayudas como mirillas de papel, lámparas para iluminación, lupas, jeringas, pipetas, entre otros)
- e. Limpiar el cuello del recipiente cuidadosamente para no desajustar el menisco y retirar los excedentes de líquido.
- f. Pesar el recipiente con la carga de agua ajustada, y registrar la masa del recipiente en el formato RT03-F33.
- g. Registrar las condiciones ambientales para efectos del cálculo de la densidad del aire, (temperatura del aire, humedad relativa y presión atmosférica), en el formato RT03-F33.
- h. Medir la temperatura del agua justo después de registrar la indicación del-IPFNA.
- i. Efectuar el drenaje tomando nota del tiempo total empleado, en caso de que el recipiente disponga de una válvula de drenaje, esta se abre completamente, teniendo en cuenta 30 segundos de escurrido, después de haber cesado su flujo principal.
- j. Pasados los 30 segundos de escurrido, después del cese del flujo principal en la válvula, se seca la parte externa del recipiente, tener especial cuidado con las salpicaduras de agua en las patas, y registrar la indicación del IPFNA, este peso será el correspondiente al peso vacío húmedo.

**Nota 2:** Se repite cinco (5) ciclos el proceso anterior desde la letra b, cinco (5) ciclos, registrando los datos en el formato RT03-F33,

**Punto de control:** revisa que todos los datos estén totalmente diligenciados en el formato RT03-F33

### 7.3 ETAPA 3: CALCULAR Y ANALIZAR LOS DATOS REGISTRADOS PARA DETERMINAR LA CAPACIDAD DEL RECIPIENTE VOLUMETRICO CON SU INCERTIDUMBRE ASOCIADA.

Registrar los datos obtenidos de las comprobaciones en el formato RT03-F33, teniendo en cuenta las siguientes actividades:

#### 7.3.1 Calcular y analizar los datos registrados

Con base en los resultados obtenidos de las comprobaciones, calcular, analizar y registrar los datos, teniendo en cuenta lo siguiente:

- Para el cálculo de la capacidad del RVC es necesario emplear los datos de entradas registrados en el formato RT03-F33, usando el modelo matemático de la guía Euramet cg. 19, ecuación (1)

$$V_0 = (I_L - I_E) * \frac{1}{\rho_W - \rho_A} * \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) * [1 - \gamma(t - t_0)]$$

Dónde:

- $V_0$  Volumen a la temperatura de referencia en mL
- $I_L$  Indicación de la masa del RVC lleno de agua en gramos
- $I_E$  Indicación de la masa del RVC vacío en gramos
- $\rho_A$  Es la densidad del aire a las condiciones ambientales del laboratorio en  $\text{g/cm}^3$
- $\rho_W$  Es la densidad del agua usada en la calibración en  $\text{g/cm}^3$
- $\rho_B$  Es la densidad de las pesas ( $8 \text{ g/cm}^3$ ) valor convencional según la OIML R111-1
- $t$  Temperatura del agua medida durante la calibración en  $^{\circ}\text{C}$
- $\gamma$  Coeficiente cúbico de expansión térmica del material de construcción del instrumento RVC en  $^{\circ}\text{C}^{-1}$
- $t_0$  Temperatura de referencia del RVC en  $^{\circ}\text{C}$ .

- **Calculo de la densidad del agua  $\rho_W$ .**

El cálculo adecuado de la densidad del agua refleja una buena estimación de la capacidad del instrumento. El valor es obtenido del tratamiento de la ecuación propuesta por TANAKA [XX], por esta razón se tienen en cuenta factores como la incertidumbre que aporta la medición de la temperatura en el agua, la presión del ambiente, la estabilidad de la temperatura y una contribución final debida al modelo matemático.

$$\rho_W = \left\{ a_5 \left[ 1 - \frac{(t + a_1)^2(t + a_2)}{a_3(t + a_4)} \right] * [1 + (k_0 + k_1t + k_2t^2) * (p - 101325)] \right\} + s_0 + s_1t$$

Dónde:

CONSTANTES		
$a_1$	-3,983035 °C	
$a_2$	301,797 °C	
$a_3$	522 528,9 °C <sup>2</sup>	
$a_4$	69,34881 °C	
$a_5$ (kg/m <sup>3</sup> )	999,97200	
FACTOR DE CORRECCIÓN POR COMPRESIBILIDAD		
$k_0$	5,07 x 10 <sup>-10</sup>	Pa <sup>-1</sup>
$k_1$	-3,26 x 10 <sup>-12</sup>	Pa <sup>-10</sup> C <sup>-1</sup>
$k_2$	4,16 x 10 <sup>-14</sup>	Pa <sup>-10</sup> C <sup>-2</sup>
$P_0$	101325	Pa
CORRECCIÓN POR EL AIRE DISUELTU EN EL AGUA		
$s_0$	-4,61E-03	
$s_1$	1,06E-04	

**Nota 3:**  $a_5$  hace referencia al tipo de agua empleada en la calibración. Cuando se usa agua corriente (agua de la llave) en vez de agua oceánica  $a_5$  toma el valor de 999.972 kg/m<sup>3</sup>

- **Calculo de la densidad del aire  $\rho_A$ .**

La densidad del aire se calcula usando la versión simplificada de la formula CIPM. La fórmula ofrece resultados con una incertidumbre relativa de aproximadamente  $2,4 \times 10^{-4}$  bajo las siguientes condiciones ambientales durante la comprobación (incertidumbres de medición de presión atmosférica, humedad relativa, temperatura no incluida).  $600 \text{ hPa} \leq P \leq 1\ 100 \text{ hPa}$ ,  $20 \% \leq h_r \leq 80 \%$ ,  $15 \text{ °C} \leq t \leq 27 \text{ °C}$

$$\rho_A = \frac{0,34848p - 0,009h_r * \exp(0,061t)}{t + 273.15} \text{ kg/m}^3$$

Otros parámetros fundamentales en la determinación de la capacidad del RVC son:

- Medición de la masa del RVC vacío ( $I_E$ )
- Medición de la masa del RVC lleno ( $I_L$ )
- Medición de temperatura del líquido ( $t$ )

- Medición de las condiciones ambientales (temperatura del aire (t), humedad relativa (hr) y la presión atmosférica (P)).

- **Densidad de las pesas ( $\rho_B$ ).**

Tomar como referencia el valor de la densidad de las pesas especificado en la OIML R 111-1 [XX], la cual tiene un valor de  $800 \text{ kg/m}^3$  ( $8 \text{ g/cm}^3$ ) aproximadamente para las pesas fabricadas en acero inoxidable. Este valor también puede ser consultado en el certificado de calibración de las pesas con las que se calibró el IPFNA.

- **Coefficiente cubico de expansión térmica ( $\gamma$ ).**

El coeficiente cúbico de expansión térmica se obtiene de la literatura o generalmente de la información del fabricante del recipiente, de acuerdo con el tipo de material del cual están construidos los equipos volumétricos. En la siguiente tabla se muestra algunos coeficientes cúbicos de expansión térmica para diferentes materiales.

Material	Coefficiente cubico de expansión térmica $\gamma$ ( $1/^\circ\text{C}$ )
Vidrio Borosilicato 3.3	$9.9 \times 10^{-6}$
Vidrio Borosilicato 5.0	$15 \times 10^{-6}$
Vidrio soda lime	$2.5 \times 10^{-5}$
Plástico (polipropileno)	$2.4 \times 10^{-4}$
Plástico	$300 \times 10^{-6}$ a $600 \times 10^{-6}$
Acero inoxidable 304	$51.8 \times 10^{-6}$
Acero inoxidable 316	$47.7 \times 10^{-6}$

### 7.3.2 Estimar la incertidumbre de medición

Para la estimación y cálculo de la incertidumbre se toma como base el documento: JGCM 100. GUM-1995 con correcciones menores, sin embargo, para las particularidades del método gravimétrico, se toma como base la guía Euramet cg. 19.

La metodología de cálculo establecida es la siguiente:

- Identificación del modelo matemático.
- Establecimiento de las variables a evaluar.
- Ecuación general de incertidumbre estándar de la capacidad.
- Cuantificación de la incertidumbre estándar de cada variable.
- Determinación de los coeficientes de sensibilidad.
- Determinación de los grados de libertad de cada variable evaluada.
- Calculo de la incertidumbre estándar combinada de la medición.
- Calculo de los grados efectivos de libertad de la incertidumbre estándar combinada.
- Designación del factor de cobertura apropiado de acuerdo al nivel de confianza requerido.
- Calculo de la incertidumbre expandida.

De acuerdo a lo anterior se tienen en cuenta los siguientes parámetros:

- **Pesaje:** los resultados de las mediciones de la masa de agua que contienen o suministran los recipientes volumétricos se ven altamente influenciados por las condiciones del IPFNA, por tal razón se tienen en cuenta factores como la resolución del instrumento, la calibración del IPFNA: excentricidad, linealidad y repetibilidad, excentricidad, que son tomados como el resultado del certificado de calibración.
- **Densidad del agua:** El valor es obtenido del tratamiento de la ecuación propuesta por TANAKA, por esta razón se tienen en cuenta factores como:
  - la incertidumbre que aporta la medición de la temperatura en el agua,
  - la deriva del termómetro, la resolución del termómetro, la incertidumbre de la medición de la presión atmosférica,
  - la resolución de la presión atmosférica,
  - deriva de la presión atmosférica ,
  - contribución debida la incertidumbre del modelo matemático,
  - contribución por la composición isotópica del agua,
  - contribución debido al coeficiente de expansión del agua.
- **Temperatura del agua:** La temperatura del agua tiene una incidencia directa sobre el cálculo de la densidad y por tanto del volumen, ya que esta cambia de acuerdo a las variaciones de temperatura. Para el cálculo de la contribución de incertidumbre debida a la medición de la temperatura durante el proceso, se tienen en cuenta contribuciones como:
  - Calibración del termómetro,
  - la resolución para la lectura de temperatura,

- gradiente entre la temperatura del agua y la temperatura del aire,
- deriva del termómetro, que es un factor que depende de la manipulación y reutilización del líquido de calibración.
- **Densidad del aire:** para esta contribución se tienen en cuenta principalmente las condiciones ambientales corregidas, por tanto las contribuciones de los instrumentos, son: la resolución, la deriva, y la incertidumbre del termohigrómetro (°C, hr, hPa) al momento de la medición y una contribución debida al modelo matemático empleado para el cálculo de dicha densidad.
- **Densidad de las pesas:** Es importante tener en cuenta la incertidumbre de este factor mediante la contribución de la densidad de las pesas con las que fue calibrado el IPFNA y la relación de la misma con la densidad del aire. Normalmente se toma de la recomendación internacional del OIML R-111-1, o la reportada en el certificado de calibración.
- **Coefficiente de expansión del material:** Esta estimación toma los estudios realizados a los materiales de fabricación de los instrumentos.
- **Otros parámetros:** La incertidumbre debido al ajuste del menisco, la incertidumbre debido a la evaporación, los cuales están relacionado con las habilidades del operador.

Por otro lado, cabe resaltar que se debe contemplar la contribución tipo A de la medición.

### 7.3.3 Estimar la incertidumbre estándar compuesta asociada a la capacidad del RVC

La incertidumbre combinada se calcula a partir de la siguiente ecuación, pero antes de aplicarla se deben establecer y calcular cada una de las contribuciones aquí descritas:

$$u_{V_0} = \sqrt{\left(\frac{\partial V_0}{\partial I_L} * u_{I_L}\right)^2 + \left(\frac{\partial V_0}{\partial I_E} * u_{I_E}\right)^2 + \left(\frac{\partial V_0}{\partial \rho_w} * u_{\rho_w}\right)^2 + \left(\frac{\partial V_0}{\partial \rho_A} * u_{\rho_A}\right)^2 + \left(\frac{\partial V_0}{\partial \rho_B} * u_{\rho_B}\right)^2 + \left(\frac{\partial V_0}{\partial \gamma} * u_{\gamma}\right)^2 + \left(\frac{\partial V_0}{\partial \rho_t} * u_{\rho_t}\right)^2 + u^2(\delta V_{op}) + u^2(\delta V_{evap}) + u^2(\delta V_{rep})}$$

#### - Contribución por la lectura de masa:

La contribución a la incertidumbre debida a la medición de masa del RVC, lleno está dada por:

$$u(I_L) = \sqrt{uI_L^2 + \frac{r^2}{\sqrt{12}} + u^2(\delta I_{ecc})}$$

- **Incertidumbre del IPFNA  $uI_L$ :** Tomada del certificado de calibración, es la incertidumbre asociada al error reportado para el punto más cercano al valor medido para el recipiente lleno; se debe tener en cuenta si la ecuación que viene en el certificado arroja el resultado de la incertidumbre expandida y cuál es el factor de cobertura.
- **Resolución del instrumento de pesaje ( $r$ ):** Asumido como medio intervalo con una distribución uniforme.
- **Incertidumbre por excentricidad de carga ( $\delta I_{ecc}$ ):** Se asume una distribución de probabilidad rectangular.

La contribución a la incertidumbre debida a la medición de masa del recipiente vacío está dada por:

$$u(I_E) = \sqrt{uI_E^2 + \frac{r^2}{\sqrt{12}} + u^2(\delta I_{ecc})}$$

- **Incertidumbre del IPFNA  $uI_E$ :** Tomada del certificado de calibración, es la incertidumbre asociada al error reportado para el punto más cercano al valor medido para el recipiente vacío; se debe tener en cuenta si la ecuación que viene en el certificado arroja el resultado de la incertidumbre expandida y cuál es el factor de cobertura.
- **Resolución del instrumento de pesaje ( $r$ ):** Asumido como medio intervalo con una distribución uniforme.
- **Incertidumbre por excentricidad de carga ( $\delta I_{ecc}$ ):** Se asume una distribución de probabilidad rectangular.
- **Contribución por la temperatura del agua:**

La siguiente ecuación expresa las contribuciones que constituyen la incertidumbre por medición de la temperatura del agua:

$$u(t) = \sqrt{\left(\frac{U(ter)}{k}\right)^2 + u^2(res) + u^2(\delta t) + u^2(\delta t_w) + u^2(\delta t_s)}$$



- $U(ter)$  Incertidumbre expandida de la calibración del termómetro en °C
- $u(res)$  Incertidumbre por resolución del termómetro.
- $u(\delta t)$  Incertidumbre por deriva del termómetro calibraciones consecutivas.
- $u(\delta t_w)$  Incertidumbre debido a los gradientes de la temperatura durante la calibración.
- $u(\delta t_s)$  Incertidumbre debido a la cercanía de la temperatura del aire con la temperatura del agua.

- **Contribución por el cálculo de la densidad del agua:**

La contribución por la densidad del agua está calculada mediante la estimación a partir de la ecuación de Tanaka.

**Nota 4:** Se debe tener en cuenta que la incertidumbre se tomar en su forma estándar para incluirla en la ecuación general de cálculo de incertidumbre.

$$u(\rho_w(t_w)) = \sqrt{u^2(\rho_{w.form}) + u^2(\rho_{w.t}) + u^2(\delta\rho_w)}$$

Donde

- $u(\rho_{w.form})$  es la incertidumbre estándar de la fórmula de tanaka la cual tiene un valor de  $4,5 \times 10^{-7}$  g/mL
- $u(\rho_{w.t})$  incertidumbre estándar debido a la expansión térmica del agua la cual de determina mediante la siguiente expresión  $u(\rho_{w.t}) = u(t_w) * \beta * \rho_w(t_w)$
- $u(\delta\rho_w)$  Incertidumbre estándar por la composición isotópica del agua.

- **Contribución del cálculo de la densidad del aire:**

La contribución de la densidad del aire debe ser evaluada de acuerdo a la ecuación elegida para la realización del cálculo, con respecto a la estimación a partir de la ecuación del CIPM-2007

$$u(\rho_A) = \rho_A * \sqrt{\left(\frac{u_{P_A(\rho_A)}}{\rho_A} * u(P_A)\right)^2 + \left(\frac{u_{t_A(\rho_A)}}{\rho_A} * u(t_A)\right)^2 + \left(\frac{u_{hr(\rho_A)}}{\rho_A} * u(h_r)\right)^2 + \left(\frac{u_{form(\rho_A)}}{\rho_A}\right)^2}$$

- **Contribución por la densidad de las pesas:**

Normalmente se toma de la recomendación internacional del OIML R-111-1, la cual tiene un valor de **800 kg/m<sup>3</sup> (8 g/cm<sup>3</sup>)** aproximadamente para las pesas

fabricadas en acero inoxidable, y una incertidumbre expandida de 140  $\text{kg/m}^3$  con  $k = 2$ , o la reportada en el certificado de calibración.

- **Contribución por el coeficiente cúbico de expansión térmica del material de construcción del recipiente**

De acuerdo a lo evidenciado en la guía Euramet No.19, numeral 7.3.6, de la literatura se tiene una duda para este valor de referencia entre el 5% y el 10%, por lo tanto, se le asigna este porcentaje al valor escogido para el cálculo, ya sea el reportado por la literatura o la información que proporcionen los fabricantes de los recipientes, según la siguiente ecuación:

$$\mu(\gamma) = \frac{(0.10 * \gamma(^{\circ}\text{C}^{-1}))}{\sqrt{3}}$$

- 
- **Contribución por el efecto del operador (Ajuste del menisco):** esta contribución depende de la experiencia y de la habilidad del operador. Para evaluar contribución a la incertidumbre, el laboratorio implementa lo descrito en la guía Euramet No.19, numeral 7.3.7.1 letra b):

$$u(\delta V_{men}) = u_p * E$$

**Donde**

E: es la sección transversal en el cuello del recipiente donde se forma el menisco.

$u_p$ : incertidumbre en el punto más bajo de la posición del menisco.

- **Contribución por el efecto de evaporación:** Contribución adicional a la incertidumbre de medida, valor tomado de la tabla 2 de la guía Euramet No. 21 para recipientes con capacidad de 20 litros

- **Contribución por repetibilidad en la medición del volumen Tipo A.**  
Tomada como la desviación estándar del volumen total así:

$$u(\delta V_{rep}) = \frac{s(V_0)}{\sqrt{n}}$$

### 7.3.4 Calcular los coeficientes de sensibilidad

- **Lectura de masa para el recipiente vacío:**

$$\frac{\partial V_0}{\partial I_E} = \left[ -1 * \left( \frac{1}{\rho_w - \rho_A} \right) * \left( 1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} \right) * (1 - \gamma * (t - t_0)) \right]$$

- **Lectura de masa para el recipiente lleno**

$$\frac{\partial V_0}{\partial I_L} = \left[ -1 * \left( \frac{1}{\rho_w - \rho_A} \right) * \left( 1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} \right) * (1 - \gamma * (t - t_0)) \right]$$

- **Densidad del agua**

$$\frac{\partial V_0}{\partial \rho_w} = \left[ \left( \frac{-(I_L - I_E)}{(\rho_w - \rho_A)^2} \right) * \left( 1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} \right) * (1 - \gamma * (t - t_0)) \right]$$

- **Densidad del aire**

$$\frac{\partial V_0}{\partial \rho_A} = \left[ \left( \frac{(I_L - I_E)}{(\rho_w - \rho_A)^2} \right) + \left[ \left( -\frac{1}{\rho_B} \right) * \left( \frac{I_L - I_E}{\rho_w - \rho_A} \right) \right] * (1 - \gamma * (t - t_0)) \right]$$

- **Densidad de las pesas**

$$\frac{\partial V_0}{\partial \rho_A} = \left[ \left( \frac{(I_L - I_E)}{(\rho_w - \rho_A)} \right) * \left[ \frac{\rho_A}{\rho_B^2} \right] * (1 - \gamma * (t - t_0)) \right]$$

- **Coefficiente de expansión térmica**

$$\frac{\partial V_0}{\partial \gamma} = \left[ \left( \frac{(I_L - I_E)}{(\rho_w - \rho_A)} \right) * \left( 1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} \right) * (-1 * (t - t_0)) \right]$$

- **Temperatura de trabajo**

$$\frac{\partial V_0}{\partial t} = \left[ \left( \frac{(I_L - I_E)}{(\rho_w - \rho_A)} \right) * \left( 1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} \right) * (1 * (-\gamma)) \right]$$

- **Efecto operador**

$$\frac{\partial V_0}{\partial \delta V_{op}} = 1$$

- **Evaporación**

$$\frac{\partial V_0}{\partial \delta V_{evap}} = 1$$

- **Repetibilidad del proceso de medición**

$$\frac{\partial V_0}{\partial \delta V_{rep}} = 1$$

### 7.3.5 Calcular los grados de libertad

Los grados de libertad  $v_i$  han sido establecidos de acuerdo a la experiencia del laboratorio y al conocimiento del proceso de medición, así pues, para las contribuciones a la incertidumbre debidas a las mediciones, **se asigna los valores de n-1 y para las contribuciones sistemáticas, se asignan los valores mediante la siguiente expresión tomada de la GUM, anexo g**

$$v_i \approx \frac{1}{2} \frac{u^2(x_i)}{\sigma^2[u(x_i)]} \approx \frac{1}{2} \left[ \frac{\Delta u(x_i)}{u(x_i)} \right]^{-2}$$

### 7.3.6 Calcular los grados efectivos de libertad y factor de cobertura

Teniendo estimadas y calculadas las contribuciones a la incertidumbre, se asume que el comportamiento de la distribución de las incertidumbres es normal y por lo tanto se puede realizar una aproximación a la distribución por medio de una distribución  $t$ , calculada a su vez por medio de un número efectivo de grados de libertad  $v_{eff}$ , obtenido mediante la fórmula de Welch-Satterthwaite:

$$v_{eff} = \frac{u_c^4(x)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(x)}{v_i}}$$

**Nota 5:** Para hallar el factor de cobertura  $k$ , se formula mediante la función **fx=INV.T.2 C(XX)** en el formato **RT03-F33**, con una probabilidad del 95%.

### 7.3.7 Estimar incertidumbre expandida

Finalmente se obtiene la incertidumbre expandida  $U$ , con un nivel de confianza de aproximadamente el 95% de acuerdo a los cálculos anteriores, mediante la siguiente expresión:

$$U = k * \mu(V_0)$$

La incertidumbre se expresa en su forma expandida y con una aproximación a 2 cifras significativas del valor.

Identificar la Incertidumbre Dominante.

La cual se obtiene del mayor valor entre las Incertidumbres Tipo A y Tipo B,

$$\text{Si } \frac{\sqrt{\sum_i (\text{Tipo A})^2 + (\text{Tipo B})^2}}{u_{\text{cal}}} = \begin{cases} \leq 0.3 \\ \geq 0.3 \end{cases}$$

Si  $\leq 0.3$ , entonces se asume un factor k de cobertura  $k= 1.65$

Si  $\geq 0.3$ , entonces el factor de cobertura  $k=2$ , para un nivel de confianza del 95%

## 8. DOCUMENTOS RELACIONADOS

- RT03-F22 Programa de control de mantenimiento, comprobaciones intermedias y calibración del equipamiento
- RT03-F33 Hoja de cálculo para comprobaciones intermedias de recipientes volumétricos.
- RT03-F42 Hoja de vida del equipamiento
- RT03-F44 Intervalos de calibración y gráficos de control

## 9. RESUMEN CAMBIOS RESPECTO A LA ANTERIOR VERSIÓN

1. Modificación del método para comprobar el recipiente volumétrico
2. Modificación parcial del numeral 3 y 5
3. Modificación del numeral 4, incluyendo guía de calibración Euramet cg. 21, guía de calibración Euramet No.19 y NTC ISO 10012:2003.
4. Modificación del numeral 6
5. Modificación de las etapas 1, 2, 3 y sus respectivas actividades
6. Inclusión de los siguientes formatos RT03-F22, RT03-F44

---

Fin documento