

| | | |
|---|---|------------------|
|  | PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN DE RECIPIENTES VOLUMÉTRICOS USANDO EL MÉTODO GRAVIMÉTRICO | Código: RT03-P20 |
| | | Versión: 4 |
| | | Página 1 de 36 |

CONTENIDO

| | | |
|----|---|----|
| 1. | OBJETIVO | 3 |
| 2. | DESTINATARIOS | 3 |
| 3. | GLOSARIO | 3 |
| 4. | REFERENCIAS | 4 |
| 5. | GENERALIDADES | 6 |
| | 5.1 EQUIPAMIENTO | 8 |
| | 5.1.1 Equipamiento patrón | 8 |
| | 5.1.2 Equipamiento auxiliares | 8 |
| | 5.2 Accesorios e implementos de limpieza | 8 |
| 6. | REPRESENTACIÓN ESQUEMÁTICA DEL PROCEDIMIENTO | 8 |
| 7. | DESCRIPCIÓN DE ETAPAS Y ACTIVIDADES | 11 |
| | 7.1 ETAPA 1: RECEPCIONAR Y REVISAR EL ESTADO DEL RECIPIENTE VOLUMÉTRICO (RVC) | 11 |
| | 7.1.1 Recepcionar y revisar el estado del recipiente volumétrico | 11 |
| | 7.1.2 Realizar prueba de fugas | 12 |
| | 7.2 ETAPA 2: SELECCIONAR EL INSTRUMENTO PATRÓN DE TRABAJO DE MEDICIÓN | 12 |
| | 7.2.1 Seleccionar los instrumentos de medición patrones de trabajo y líquido de calibración | 12 |
| | 7.2.2 Realizar la comprobación funcional del instrumento de pesaje de funcionamiento no automático (IPFNA) | 13 |
| | 7.2.3 Realizar ajuste y lectura de menisco del RVC | 13 |
| | 7.3 ETAPA 3: CALIBRAR EL CUERPO DEL RVC | 13 |

| | | |
|---|---|---|
| Elaborado por: Nombre: Leonardo Suárez Sánchez Cargo: Contratista Dirección de Investigaciones para el Control y Vigilancia de Reglamentos técnicos y Metrología Legal | Revisado y Aprobado por: Nombre: Ana María Prieto Rangel Cargo: Directora de Investigaciones para el Control y Vigilancia de Reglamentos técnicos y Metrología Legal | Aprobación Metodológica por: Nombre: Giselle Johanna Castelblanco Muñoz. Cargo: Representante de la Dirección para el Sistema de Gestión de Calidad Fecha: 2024-04-26 |
|---|---|---|

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.

| | | |
|-------|--|----|
| 7.3.1 | Calibrar y determinar la capacidad del recipiente volumétrico metálico | |
| RVC | 13 | |
| 7.3.2 | Ajustar la escala..... | 15 |
| 7.3.3 | Calibrar el cuerpo después de ajuste de la escala..... | 15 |
| 7.3.4 | Calibrar la escala | 16 |
| 7.4 | ETAPA 4: CALCULAR Y ANALIZAR LOS DATOS REGISTRADOS DE LA INCERTIDUMBRE DEL RVC | 17 |
| 7.4.1 | Calcular y analizar los datos registrados | 18 |
| 7.4.2 | Realizar la estimación de incertidumbre | 20 |
| 7.4.3 | Calcular la incertidumbre estándar compuesta, asociada con la capacidad y con la temperatura de referencia | 22 |
| 7.4.4 | Calcular los coeficientes de sensibilidad..... | 25 |
| 7.4.5 | Asignar grados de libertad | 27 |
| 7.4.6 | Asignar grados efectivos de libertad y factor de cobertura | 27 |
| 7.4.7 | Calcular la incertidumbre expandida..... | 27 |
| 7.4.8 | Generar los resultados de la calibración del RVC..... | 28 |
| 7.5 | ETAPA 5: CALCULAR Y ANALIZAR LOS DATOS DE LA INCERTIDUMBRE DE LA ESCALA..... | 28 |
| 7.5.1 | Calcular y analizar los datos de la incertidumbre de la escala..... | 28 |
| 7.5.2 | Generar los resultados de la verificación de la escala | 30 |
| 7.5.3 | Identificar el recipiente volumétrico calibrado y precintarlo | 30 |
| 7.5.4 | Elaborar y enviar certificado de calibración | 31 |
| 7.6 | ETAPA 6. REVISAR, AUTORIZAR Y ENTREGAR EL CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN Y EL RECIPIENTE VOLUMÉTRICO CALIBRADO..... | 31 |
| 7.6.1 | Revisar el certificado de calibración por el responsable de la dirección técnica (sustituto) y el responsable del SGL, antes de su liberación o emisión: 31 | |
| 7.6.2 | Entregar el RVC y el certificado de calibración | 35 |
| 7.6.3 | Aplicar la encuesta de satisfacción RT03-F07 | 35 |
| 8. | DOCUMENTOS RELACIONADOS..... | 36 |
| 8.1 | DOCUMENTOS EXTERNOS | 36 |
| 9. | RESUMEN CAMBIOS RESPECTO A LA ANTERIOR VERSIÓN | 36 |

1. OBJETIVO

Describir la metodología empleada para realizar la calibración de recipientes volumétricos con capacidad de 2 L, 20 L, 1, 892706 mL (0,5 gal) y 18 927,06 mL (5 gal), según el documento normativo que contiene el método definido en la Euramet Guía de calibración No. 19 Versión 3.0 (09/ 2018); para: alcaldías, red nacional de protección al consumidor y del grupo de trabajo de inspección y vigilancia de metrología legal.

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.

CALIBRACIÓN: operación que bajo condiciones especificadas establece, en una primera etapa, una relación entre los valores y sus incertidumbres de medida asociadas obtenidas a partir de los patrones de medida, y las correspondientes indicaciones con sus incertidumbres asociadas y, en una segunda etapa, utiliza esta información para establecer una relación que permita obtener un resultado de medida a partir de una indicación.

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 DEL SISTEMA DE GESTIÓN DE LOS LABORATORIOS-SGL: es el servidor público o contratista encargado de diseñar, documentar, implementar y hacer seguimiento a todos los documentos propios del laboratorio, así como los documentos definidos en el SIGI.

RESPONSABLE DE LAS CALIBRACIONES: servidor público o contratista que realiza la calibración del recipiente volumétrico, según lo definido en este procedimiento.

RVC: recipiente volumétrico a calibrar.

SIC-calibra: Aplicativo que busca automatizar y agilizar mediante un sistema de gestión las solicitudes de calibración de los equipos de medición.

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.

V_{sp} : Volumen suministrado por probetas

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 | Sección 2, artículo 2.2.1.7.2.1 | Definiciones |

| Jerarquía de la norma | Numero/Fecha | Título | Artículo | Aplicación Específica |
|-----------------------|-------------------|---|---------------------------------------|--|
| | | Del Decreto Único Reglamentario del Sector Comercio, Industria Y Turismo, Decreto 1074 de 2015 y se dictan otras disposiciones | | |
| Euramet Calibration | Guide No. 21. | Guía para la calibración de patrones de volumen utilizando el método volumétrico. | Numeral 6.3.3.10. 6.3.3.7. 4.5. | Calibración de los patrones de volumen por el método volumétrico. |
| Euramet Calibration | Guide No. 19 | 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. |
| ISO/IEC | 17025 | Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración | Aplicación total | Competencia de los laboratorios para la calibración de volumen. |
| Euramet Calibration | Guideline No. 18 | Guidelines on the Calibration of Non-Automatic Weighing Instruments | Aplicación parcial | Lineamientos para estimar incertidumbres de instrumentos de pesaje de funcionamiento no automático |
| VIM | BIPM | Vocabulario intencional de metrología. Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados. | Aplicación total | Para sistemas de conceptos fundamentales y generales utilizados en metrología |
| OIML | R 120 | Sistemas de medición para líquidos distintos al agua: medidores volumétricos patrones | Numeral 2.2.2.2 | Errores máximos permitidos |
| GUM | BIPM | Guía para estimar la incertidumbre de la medición | Aplicación total | Lineamientos para estimar incertidumbres |
| OIML | R 111-1 | Weights of clases E1, E2, F1, F2, M1, M2, M3. | Aplicación parcial | Tabla B7.9.3 |
| Tanaka, M. | 2001, 38, 301-309 | Tanaka, M., et. al; Recommended table for the density of water between 0 °C and 40 °C based on recent experimental reports, metrología, 2001, 38, 301-309 | Aplicación total | Calibración de los patrones de volumen por el método gravimétrico. |

| Jerarquía de la norma | Numero/Fecha | Título | Artículo | Aplicación Específica |
|-----------------------|--------------|---|--|--|
| ISO | 4787 | Vidrio y artículos de plástico para laboratorios. Instrumentos volumétricos. Métodos para el ensayo de la capacidad y su uso. | Numerales 6.1 6.2 6.3 7.2.2 9.2 | Métodos para el ensayo de la capacidad y su uso. |

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 cuando está lleno de líquido. El líquido usado generalmente para el desarrollo de este método es agua pura grado 3 (destilada, bi-destilada o desionizada) 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 cubico de expansión térmico del material de construcción del instrumento.
- Los equipos patrones a utilizar, deben encontrarse dentro del período de validez de calibración, según lo definido en el formato RT03-F44 y RT03-F22.
- Los equipos por calibrar deben estar limpios para no tener interferencias en el proceso de calibración.
- El líquido usado para la calibración es agua grado 3 (destilada, bidestilada o desionizada) con conductividad menor o igual a 5 $\mu\text{S}/\text{cm}$.
- En la hoja de cálculo se contemplan los factores de corrección a los que haya lugar
- Como separador decimal el laboratorio opta por usar la coma (,).
- Para la calibración de la escala se usa el intervalo de :
 - $\pm 189,3 \text{ mL}$ ($\pm 10 \text{ in}^3$) para recipientes volumétricos con capacidad nominal 5 gal;
 - $\pm 200 \text{ mL}$ para recipientes volumétricos con capacidad nominal 20 L;

- $\pm 18,9$ mL ($1,2$ in³) para recipientes volumétricos con capacidad nominal 0,5 gal;
- ± 20 mL para recipientes volumétricos con capacidad nominal 2 L, teniendo como referencia el punto cero de la escala.
- Para los recipientes volumétricos los cuales, su escala de medición viene en porcentaje (%) se debe calibrar la escala en el intervalo de ± 1 % de la capacidad nominal del recipiente.
- Para tomar la lectura del volumen en el recipiente volumétrico metálico bajo calibración, 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.

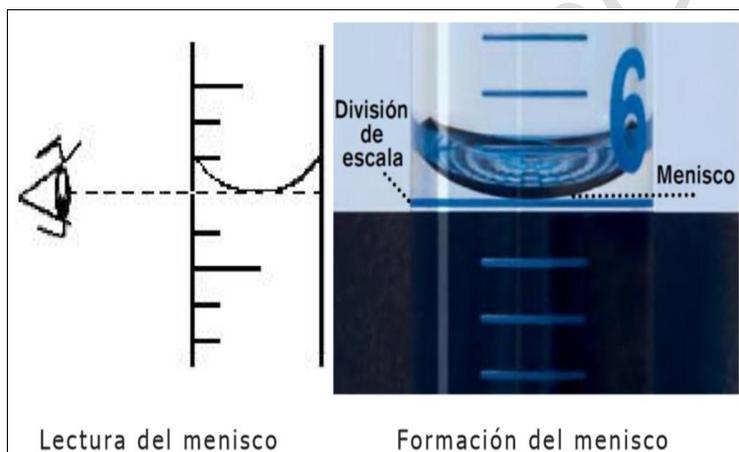


Figura 1. Visión en paralelo del menisco

- Antes de realizar la calibración se tienen en cuenta los siguientes tiempos:

Tiempo de respuesta a solicitud de calibración: 5 días hábiles

Tiempo de calibración del recipiente volumétrico: 3 días hábiles

Tiempo de entrega del recipiente volumétrico calibrado y del certificado de calibración al usuario: 2 días hábiles después de los 3 días de realizada la calibración.

Nota 1: La asignación al metrólogo se realiza a través del correo electrónico, teniendo en cuenta el programa de calibración RT03-F21 o a través de la plataforma SIC-calibra.

5.1 EQUIPAMIENTO

Los equipos, instrumentos y accesorios usados en el laboratorio para realizar la calibración de los recipientes volumétricos, son los siguientes:

5.1.1 Equipamiento patrón

- Instrumento de pesaje de funcionamiento no automático (IPFNA).
- Termómetros
- Probeta
- Pipeta
- Termohigrómetros
- barómetro

5.1.2 Equipamiento auxiliares

- Mesa de planitud.
- Cronómetro.
- Nivelador tipo ojo de buey o gota deslizante.
- Pie de rey.
- Sistema de filtrado de agua.

5.2 ACCESORIOS E IMPLEMENTOS DE LIMPIEZA

Precinto, perilla sopladora, pipeteador, bayetilla, balde, cepillos, churruscos, desengrasante, detergentes, guantes, herramientas manuales, linterna, mesa hidráulica, toallas de papel, lupa, o sistemas de optimización de visión (lentes, cámara, linternas, sistemas de iluminación).

6. REPRESENTACIÓN ESQUEMÁTICA DEL PROCEDIMIENTO

| No. | ETAPAS | ENTRADAS | DESCRIPCIÓN DE LA ETAPA | RESPONSABLE | SALIDAS |
|-----|--|--|---|--|---|
| 1 | RECEPCIONAR Y REVISAR EL ESTADO DEL RECIPIENTE VOLUMÉTRICO (RVC) | Solicitud de calibración de equipos RT03-F08 y/o SIC-calibra | Comprende las siguientes actividades: - Recepcionar y revisar el estado del recipiente volumétrico. - Realizar prueba de fugas. | Responsable de dirección técnica y/o Suplente Responsable de la calibración | Lista de chequeo para recepción y entrega de equipos RT03-F09 |

| No. | ETAPAS | ENTRADAS | DESCRIPCIÓN DE LA ETAPA | RESPONSABLE | SALIDAS |
|-----|---|---|---|-------------------------------|--|
| 2 | SELECCIONAR EL INSTRUMENTO PATRÓN DE TRABAJO DE MEDICIÓN | Lista de chequeo para recepción y entrega de equipos RT03-F09 diligenciada. RVC. | Comprende las siguientes actividades: - Seleccionar los instrumentos de medición patrones de trabajo y líquido de calibración. - Realizar la comprobación funcional del instrumento de pesaje de funcionamiento no automático-IPFNA. - Realizar ajuste y lectura de menisco del RVC. | Responsable de la calibración | Hoja de cálculo para calibración de recipientes volumétricos usando el método gravimétrico RT03-F52 diligenciada |
| 3 | CALIBRAR EL CUERPO DEL RVC | Patrones de trabajo y RVC Hoja de cálculo de recipientes volumétricos RT03-F52 con registro de datos | Comprende las siguientes actividades: - Calibrar y determinar la capacidad del recipiente volumétrico metálico RVC. - Ajustar la escala. - Calibrar el cuerpo después de ajuste de la escala. - Calibrar la escala. | Responsable de la calibración | Hoja de cálculo para calibración de recipientes volumétricos usando el método gravimétrico RT03-F52 diligenciada |
| 4 | CALCULAR Y ANALIZAR LOS DATOS REGISTRADOS DE LA INCERTIDUMBRE DEL RVC | Hoja de cálculo para calibración de recipientes volumétricos usando el método gravimétrico RT03-F52 con registro de datos | comprende las siguientes actividades: - Calcular y analizar los datos registrados. - Realizar la estimación de la incertidumbre. - Calcular la incertidumbre estándar compuesta, asociada con la capacidad y con la | Responsable de la calibración | Hoja de cálculo para calibración de recipientes volumétricos usando el método gravimétrico RT03-F52 diligenciada |

| No. | ETAPAS | ENTRADAS | DESCRIPCIÓN DE LA ETAPA | RESPONSABLE | SALIDAS |
|-----|---|--|--|---|--|
| | | | temperatura de referencia. - Calcular los coeficientes de sensibilidad. - Asignar grados de libertad. - Asignar grados efectivos de libertad y factor de cobertura. - Calcular la incertidumbre expandida. - Generar los resultados de la calibración del RVC. | | |
| 5 | CALCULAR Y ANALIZAR LOS DATOS DE LA INCERTIDUMBRE DE LA ESCALA | Hoja de cálculo para calibración de recipientes volumétricos usando el método gravimétrico RT03-F52 con registro de datos | Comprende las siguientes actividades: - Calcular y analizar los datos de la incertidumbre de la escala. - Generar los resultados de la verificación de la escala. - Identificar el recipiente volumétrico calibrado y precintarlo - Elaborar y enviar certificado de calibración | Responsable de la calibración | Hoja de cálculo para calibración de recipientes volumétricos usando el método gravimétrico RT03-F52 diligenciada |
| 6 | REVISAR, AUTORIZAR Y ENTREGAR EL CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN Y EL RECIPIENTE VOLUMÉTRICO CALIBRADO | Recipiente volumétrico calibrado Lista de chequeo para recepción de equipos a calibrar RT03-F09 Con registro de datos | Comprende las siguientes actividades: - Revisar el certificado de calibración por el responsable de la dirección técnica (sustituto) y el responsable del SGL, antes de su liberación o emisión. - Entregar el RVC y el certificado de calibración. | Responsable de dirección técnica y/o suplente | Lista de chequeo para recepción y entrega de equipos RT03-F09 Totalmente diligenciada Certificado de calibración de recipientes volumétricos RT03-F53 |

| No. | ETAPAS | ENTRADAS | DESCRIPCIÓN DE LA ETAPA | RESPONSABLE | SALIDAS |
|-----|--------|----------|--|-------------|---|
| | | | - Aplicar la encuesta de satisfacción RT03-F07 | | <p>Lista de chequeo de certificados de calibración de recipientes volumétricos RT03-F30</p> <p>Encuesta de satisfacción de la prestación de servicios de calibración RT03-F07</p> |

7. DESCRIPCIÓN DE ETAPAS Y ACTIVIDADES

7.1 ETAPA 1: RECEPCIONAR Y REVISAR EL ESTADO DEL RECIPIENTE VOLUMÉTRICO (RVC)

Recepcionar el recipiente volumétrico a calibrar-RVC, en el área destinada para tal fin, de las instalaciones del INM, teniendo en cuenta las siguientes actividades:

7.1.1 Recepcionar y revisar el estado del recipiente volumétrico

Recepcionar y revisar el estado del RVC, diligenciando el formato RT03-F09, y de observar o detectar (imperfecciones, abolladuras, tubo visor roto, golpes, entre otros), se realiza lo siguiente:

- Elaborar comunicación radicada en el sistema de trámites, teniendo en cuenta el radicado de la solicitud de calibración.
- Devolver el equipo con el informe de recipientes volumétricos no aptos (RVC) RT03-F17.

Si el (RVC) está en condiciones para calibrar, se continúa con la siguiente actividad.

Nota 2: Una vez se ingresa el equipo a calibrar, se debe cargar en el sistema de trámites el registro RT03-F09 con el siguiente perfil: trámite: 23, evento: 0 y actuación 902 y/o por SIC-calibra.

7.1.2 Realizar prueba de fugas

Realice el pesaje del recipiente volumétrico vacío, si este tiene una masa que sumando el líquido de referencia pueda dar más de 25 kg, es necesario utilizar accesorios o herramientas adicionales para tal fin o la ayuda de otra persona para su manipulación.

Llenar el RVC con agua en condiciones de uso, hasta el trazo superior de la escala y dejar en reposo mínimo 1 h 00 min.

Si el RVC presenta fugas se emite informe de recipientes volumétricos no aptos RT03-F17 y se devuelve el recipiente volumétrico. Diligenciando el formato RT03-F09.

Si no presenta fugas, continua con la siguiente etapa.

Nota 3: En caso de que presente fugas anexar al informe un registro fotográfico.

Punto de control: revisar el estado del equipo visualmente y a través de la prueba de fugas, dejando el respectivo soporte en el formato RT03-F09.

7.2 ETAPA 2: SELECCIONAR EL INSTRUMENTO PATRÓN DE TRABAJO DE MEDICIÓN

En esta etapa se realizan las siguientes actividades:

7.2.1 Seleccionar los instrumentos de medición patrones de trabajo y líquido de calibración.

Para el desarrollo de las calibraciones de los distintos recipientes volumétricos el personal del laboratorio realiza lo siguiente:

- Para asegurar que el instrumento de pesaje de funcionamiento no automático sea el adecuado para las calibraciones de los recipientes volumétricos, se recomienda que la resolución del IPFNA (d) cumpla con lo siguiente $d \leq \frac{EMP}{10}$, donde EMP es el error máximo permitido del recipiente volumétrico.
- Para medir la temperatura del líquido de calibración (agua) el termómetro debe contar máximo con una resolución de 0,1 °C y una incertidumbre de expandida de 0,2 °C.
- Para medir la temperatura del aire en el laboratorio de calibración el termómetro debe contar máximo con una resolución de 0,1 °C y una incertidumbre de expandida de 0,2 °C. en un intervalo de 17 °C a 23 °C.

- El termohigrómetro para medir la humedad en el área de calibración debe contar máximo con una resolución de 1 % hr, y una incertidumbre expandida del 5 % hr, en un intervalo del 30 % hr y 80 % hr.
- El termohigrómetro para medir la presión atmosférica en el área de calibración debe contar máximo con una resolución de 0,1 kPa y una incertidumbre expandida del 1 kPa.
- El líquido de prueba debe ser agua grado 3 (desionizada).

7.2.2 Realizar la comprobación funcional del instrumento de pesaje de funcionamiento no automático (IPFNA).

Realizar la comprobación funcional del IPFNA en las cargas más cercana donde se realizarán las mediciones de la masa del recipiente con agua y vacío húmedo, usando pesas patrones de trabajo, dejando las observaciones en las hojas de cálculo para calibración de recipientes volumétricos usando el método gravimétrico RT03-F52.

7.2.3 Realizar ajuste y lectura de menisco del RVC

Llenar con líquido el RVC hasta unos mililitros por arriba del punto que indicación su capacidad nominal, sustraer la cantidad de líquido sobrante del RVC, hasta ubicar la parte más baja del menisco la cual debe quedar tangente al punto cero (0) de la escala graduada.

Punto de control: revisar que las indicaciones del IPFNA estén acordes a los resultados del certificado de calibración, si la balanza entrega resultados dudosos en esta comprobación funcional no se debe desarrollar la calibración del recipiente volumétrico, dejando el soporte en el formato RT03-F52.

7.3 ETAPA 3: CALIBRAR EL CUERPO DEL RVC

Se inicia la calibración del cuerpo del recipiente volumétrico metálico “RVC” y para ello se realizan las siguientes actividades:

7.3.1 Calibrar y determinar la capacidad del recipiente volumétrico metálico RVC

- 1) Verificar la nivelación adecuada del recipiente mediante el instrumento nivelador (usar nivel ojo de buey o gota) ubicándolo sobre el cuello del recipiente.

- 2) Llenar el recipiente con agua grado 3 (desionizada) hasta unos mililitros por encima del trazo correspondiente a la capacidad nominal. Preferiblemente realizar el llenado desde la parte inferior del recipiente cuando se pueda realizar el montaje, de lo contrario llenarlo desde la parte superior a baja velocidad de flujo de agua y baja presión para evitar la formación excesiva de burbujas.
- 3) Retirar las burbujas haciendo una purga con la válvula, en caso de que el recipiente volumétrico este provisto de una válvula de desagüe, si el recipiente no está provisto de válvula de desagüe dar pequeños golpes en la superficie del recipiente.
- 4) Con un instrumento auxiliar como una pipeta o jeringa, dependiendo del diámetro del cuello y la cantidad necesaria, se ajusta el menisco para que la parte inferior del menisco quede completamente tangente a la marca del valor nominal a medir. (Emplear ayudas visuales como mirillas de papel, lámparas para iluminación, lupas, etc.).
- 5) Limpiar el cuello del recipiente cuidadosamente para no desajustar el menisco y retirar los excedentes de líquido.
- 6) Pesar el recipiente con la carga de agua ajustada, y registrar la masa del recipiente en el formato RT03-F52.
- 7) Registrar las condiciones ambientales para efectos del cálculo de la densidad del aire, (temperatura del aire, humedad relativa y presión atmosférica).
- 8) Agitar con el sensor del termómetro que se encuentre a la misma temperatura del líquido aproximadamente (dejar el sensor del termómetro estabilizar y atemperar dentro de agua desde el ingreso del equipo) y medir la temperatura del agua justo después de registrar la indicación de la balanza-IPFNA.
- 9) 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, incluyendo 30 segundos de escurrido, después de haber cesado su flujo principal.
- 10) Pasados los 30 s 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, y registrar la indicación de la balanza, este peso será el correspondiente al peso vacío húmedo.

- 11) Se repite el proceso anterior desde el punto 2, tres veces como se especifica en el formato RT03-F52, intentado mantener el tiempo registrado inicialmente para el drenaje en todas las mediciones.

Nota 4:

- En el último ciclo no verter el contenido del RVC en el desagüe y continuar con la siguiente actividad.
- Para los parámetros de las condiciones ambientales (temperatura del aire, humedad relativa y presión atmosférica) nos remitimos a lo definido en el procedimiento RT03-P07.
- Medir el diámetro interno del cuello usando el pie de rey para los cálculos de la incertidumbre de medida.

Si el resultado de la calibración del RVC, error más su incertidumbre de medida están por fuera de sus errores máximos permitidos, realizar ajuste de escala, previa autorización del usuario a través de la solicitud de calibración de equipos o a través de la lista de chequeo de recepción y entrega de equipos RT03-F09.

7.3.2 Ajustar la escala

Se realizan los siguientes pasos:

- Retirar el precinto del RVC en caso de que este lo tenga.
- Desplazar la escala del RVC para ajustar su capacidad.

Nota 5: Si hay ajuste de escala, se menciona en el certificado RT03-F53

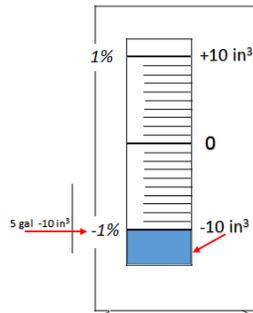
7.3.3 Calibrar el cuerpo después de ajuste de la escala

- 1) Llenar el recipiente con agua grado 3 (desionizada) hasta unos mililitros por encima del trazo correspondiente a la capacidad nominal. Preferiblemente realizar el llenado desde la parte inferior del recipiente cuando se pueda realizar el montaje, de lo contrario llenarlo desde la parte superior a baja velocidad de flujo de agua y baja presión para evitar la formación excesiva de burbujas.
- 2) Retirar las burbujas haciendo una purga con la válvula en caso de que el recipiente volumétrico este provisto de una válvula de desagüe, si el recipiente no está provisto de válvula de desagüe dar pequeños golpes en la superficie del recipiente.

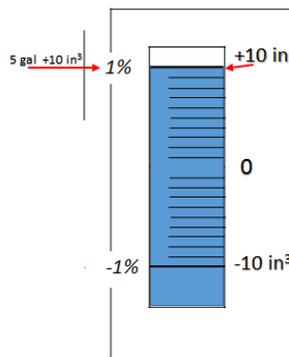
- 3) Con un instrumento auxiliar como una pipeta o jeringa, dependiendo del diámetro del cuello y la cantidad necesaria, se ajusta el menisco para que la parte inferior del menisco quede completamente tangente a la marca del valor nominal a medir. (Emplear ayudas visuales como mirillas de papel, lámparas para iluminación, lupas, etc.)
- 4) Limpiar el cuello del recipiente cuidadosamente para no desajustar el menisco y retirar los excedentes de líquido.
- 5) Pesar el recipiente con la carga de agua ajustada, y registrar la masa del recipiente en el formato RT03-F52.
- 6) Registrar las condiciones ambientales para efectos del cálculo de la densidad del aire, (temperatura del aire, humedad relativa y presión atmosférica).
- 7) Agitar con el sensor del termómetro que se encuentre a la misma temperatura del líquido aproximadamente (dejar la varilla estabilizar y atemperar dentro de agua desde el ingreso del equipo) y medir la temperatura del agua justo después de registrar la indicación IPFNA.
- 8) 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, incluyendo 30 segundos de escurrido, después de haber cesado su flujo principal.
- 9) Pasados los 30 s 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, y registrar la indicación del IPFNA, este peso será el correspondiente al peso vacío húmedo.
- 10) Se repite el proceso anterior desde el punto 1, tres veces como se especifica en el formato RT03-F52, intentado mantener el tiempo registrado inicialmente para el drenaje en todas las mediciones.

7.3.4 Calibrar la escala

- Ubicar el menisco del RVC justo frente al trazo que indique 5 gal -10 in³, -163,8 mL o - 1%, evitando error de paralaje.



- Anexar líquido con un Vsp graduado y calibrado al RVC, justo hasta el trazo que indique 5 gal +10 in³, 163,8 mL o +1%, evitando error de paralaje.



- Realizar lectura del menisco evitando error de paralaje.

Nota 6:

- Repetir los pasos para verificar escala 3 veces.
- Este proceso se realiza a todos los recipientes volumétricos bajo calibración (2 L, 20 L, 5 gal, 0,5 gal)
- Ejemplo para un RVC de 5 galones.
- Precintado el RVC.

Punto de control: Revisar que los datos registrados de la calibración estén totalmente registrados en el formato RT03-F52.

7.4 ETAPA 4: CALCULAR Y ANALIZAR LOS DATOS REGISTRADOS DE LA INCERTIDUMBRE DEL RVC

Registrar los datos obtenidos de las calibraciones en el formato RT03-F52, teniendo en cuenta las siguientes actividades:

7.4.1 Calcular y analizar los datos registrados

Con base en los resultados obtenidos en la calibración, calcular, analizar y registrar los datos, teniendo en cuenta lo siguiente:

- Para el cálculo de la capacidad del recipiente volumétrico metálico fue necesario emplear los datos de entradas registrados en el formato RT03-F52, usando el siguiente modelo matemático de la guía Euramet Calibration Guide No. 19, numeral 4, ecuación (1).

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

Donde

| | |
|----------|---|
| V_0 | Volumen a la temperatura de referencia en mL |
| I_L | Indicación de la masa del recipiente lleno de agua en gramos |
| I_E | Indicación de la masa del recipiente vacío en gramos |
| ρ_A | Es la densidad del aire a las condiciones ambientales del laboratorio en g/cm ³ |
| ρ_W | Es la densidad del agua usada en la calibración en g/cm ³ |
| ρ_B | Es la densidad de las pesas (8 g/cm ³) valor convencional según la OIML R111-1 |
| t | Temperatura del agua medida durante la calibración en °C |
| γ | Coefficiente cubico de expansión térmica del material de construcción del instrumento en °C ⁻¹ |
| t_0 | Temperatura de referencia del aparato volumétrico en °C. |

- **Cálculo de la densidad del agua ρ_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 guía Euramet Calibration Guide No. 19 numeral 4, ecuación (2), 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.

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

Dónde:

| CONSTANTES | | |
|--|---------------------------|-----------------------------------|
| a ₁ | -3,983035 °C | |
| a ₂ | 301,797 °C | |
| a ₃ | 522528,9 °C ² | |
| a ₄ | 69,34881 °C | |
| a ₅ (kg/m ³) | 999,97200 | |
| FACTOR DE CORRECCIÓN POR COMPRESIBILIDAD | | |
| k ₀ | 5,07 x 10 ⁻¹⁰ | Pa ⁻¹ |
| k ₁ | -3,26 x 10 ⁻¹² | Pa ⁻¹⁰ C ⁻¹ |
| k ₂ | 4,16 x 10 ⁻¹⁴ | Pa ⁻¹⁰ C ⁻² |
| P ₀ | 101325 | Pa |
| CORRECCIÓN POR EL AIRE DISUELTO EN EL AGUA | | |
| S ₀ | -4,61E-03 | |
| S ₁ | 1,06E-04 | |

a₅ hace referencia al tipo de agua empleada en la calibración. Cuando se usa agua corriente (tap wáter) en vez de agua oceánica, a₅ toma el valor de 999.972 kg/m³

- **Cálculo de la densidad del aire ρ_A .**

La densidad del aire se calcula usando la versión simplificada de la formula CIPM guía Euramet Calibration Guide No. 19, numeral 4, ecuación (5). La fórmula ofrece resultados con una incertidumbre relativa de aproximadamente $2,4 \times 10^{-4}$ bajo las siguientes condiciones ambientales (incertidumbres de medición de: presión atmosférica, humedad relativa, temperatura no incluida). $600 \text{ hPa} \leq P \leq 1\ 100 \text{ hPa}$, $20 \% \leq h_r \leq 80 \%$, $15 \text{ °C} \leq t \leq 27 \text{ °C}$

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

Otros parámetros fundamentales en la determinación de la capacidad del recipiente volumétrico metálico son:

- Medición de la masa del recipiente vacío (I_E).
- Medición de la masa del recipiente 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 (ρ_B).

Tomar como referencia el valor de la densidad de las pesas especificado en la OIML R 111-1, la cual tiene un valor de 800 kg/m^3 (8 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 calibro el IPFNA.

- Coeficiente cubico de expansión térmica (γ).

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

7.4.2 Realizar la estimación de incertidumbre

Para la estimación y cálculo de la incertidumbre se ha tomado 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 Calibration Guide No. 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 con el nivel de confianza requerido.
- Cálculo de la incertidumbre expandida.

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

- a) **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 instrumento de pesaje, por tal razón se tienen en cuenta factores como la **resolución del instrumento, la calibración del IPFNA: excentricidad, linealidad y repetibilidad**, que son tomados como el resultado en el certificado de calibración.
- b) **Densidad del agua:** De acuerdo con el principio físico del método, la densidad del agua es el medio por el cual es calculado el volumen empleando una relación inversamente proporcional, por lo tanto, la contribución de la densidad del agua y el cálculo adecuado de la misma reflejará una buena estimación de la capacidad del instrumento. 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 del barómetro, la resolución del barómetro, usado para medir la presión del ambiente, una contribución debida a la incertidumbre del modelo matemático, una contribución por la composición isotópica del agua, y una contribución debido al coeficiente de expansión del agua.
- c) **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: la 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.
- d) **Densidad del aire:** para esta contribución se tienen en cuenta principalmente las condiciones ambientales, por tanto, las contribuciones de los instrumentos con que son medidas, así pues, la resolución, la deriva, y la incertidumbre del termómetro, el higrómetro y el barómetro, al momento de la medición y una contribución debida al modelo matemático empleado para el cálculo de dicha densidad.
- e) **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 instrumento de pesaje y la relación de esta 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.
- f) **Coefficiente de expansión del material:** Esta estimación toma los estudios realizados a los materiales de fabricación de los instrumentos.

- g) **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 aquellas otras contribuciones a la incertidumbre debidas a la calidad de fabricación del material del acero se ven reflejadas en la repetibilidad o contribución tipo A de la medición.

7.4.3 Calcular la incertidumbre estándar compuesta, asociada con la capacidad y con la temperatura de referencia

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. Guía Euramet Calibration Guide No. 19, numeral 7.5, ecuación (26):

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

- Contribución por la lectura de masa:

La contribución a la incertidumbre debido a la medición de masa del recipiente lleno está dada por:

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

- Incertidumbre de la balanza:

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:

Asumido como medio intervalo con una distribución uniforme.

- Incertidumbre por excentricidad de carga:

Se asume una distribución de probabilidad rectangular.
La contribución a la incertidumbre debido 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 de la balanza:**

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:**

Asumido como medio intervalo con una distribución uniforme.

- **Incertidumbre por excentricidad de carga:**

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. guía Euramet Calibration Guide No. 19, numeral 7.3.2, ecuación (9):

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

- $U(ter)$ 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. Se debe tener en cuenta que la incertidumbre se debe tomar en su forma estándar para incluirla en la ecuación general de cálculo de incertidumbre. Guía Euramet Calibration Guide No. 19, numeral 7.3.3, ecuación (10)

$$u(\rho_W(t_W)) = \sqrt{u^2(\rho_{W.form}) + u^2(\rho_{W.t}) + u^2(\delta\rho_W)}$$

Dónde:

- $u(\rho_{W.form})$ 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 se 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, de acuerdo a la estimación a partir de la ecuación del CIPM-2007, Guía Euramet Calibration Guide No. 19, numeral 7.3.4, ecuación (12)

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

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

Normalmente se toma la recomendación internacional del OIML R-111-1, la cual tiene un valor de **800 kg/m³ (8 g/cm³)** aproximadamente para las pesas fabricadas en acero inoxidable, y una incertidumbre expandida de **140 kg/m³**, con $k = 2$, o la reportada en el certificado de calibración.

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

De acuerdo con lo evidenciado en la Guía Euramet Calibration Guide 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.

$$\mu(\gamma) = \frac{(0,5 * \gamma(^{\circ}C^{-1}))}{\sqrt{3}}$$

- **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 Calibration Guide No. 19, numeral 7.3.7.1, literal b)

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

Dónde:

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 de calibración Euramet No. 21 para recipientes con capacidad de 2 litros y 20 litros.

- **Contribución por repetibilidad en la medición del volumen Tipo A.**

Tomada como la desviación estándar del volumen descrito en la Guía Euramet Calibration Guide No. 19, numeral 7.3.9, ecuación 14:

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

7.4.4 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**

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

7.4.5 Asignar grados de libertad

Los grados de libertad v_i , han sido establecidos de acuerdo a la experiencia del laboratorio y en el 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

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

7.4.6 Asignar 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:

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

Para evitar hacer interpolaciones mediante la tabla de distribuciones t , en la hoja de cálculo RT03-F52, se formula mediante la función **fx=INV.T.2C(XX)** quien interpola en la tabla asignada para dos colas, completando los campos mediante el grado efectivo de libertad y una probabilidad del 95%.

De esta manera la ecuación arrojará el valor interpolado del factor de cobertura **k**.

7.4.7 Calcular la incertidumbre expandida

Finalmente se obtiene la incertidumbre expandida U con un nivel de confianza de aproximadamente el 95% de acuerdo con los cálculos anteriores, mediante la siguiente expresión descrita en la Guía Euramet Calibration Guide No. 19, numeral 7.8 ecuación (28):

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

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

7.4.8 Generar los resultados de la calibración del RVC

Generar los resultados de calibración del RVC indicados en el formato RT03-F52.

Punto de control: revisar detalladamente todos los datos obtenidos como resultado de la calibración, evidenciándose a través del formato RT03-F52.

7.5 ETAPA 5: CALCULAR Y ANALIZAR LOS DATOS DE LA INCERTIDUMBRE DE LA ESCALA

Los datos obtenidos de la incertidumbre de la escala, se realizan las siguientes actividades:

7.5.1 Calcular y analizar los datos de la incertidumbre de la escala

Los datos se calculan y analizan teniendo en cuenta los siguientes aspectos:

- Promedios.
- Desviación estándar.
- Coeficientes de sensibilidad.
- Presupuesto de incertidumbres
- Resultados

Para realizar este análisis se tiene en cuenta los siguientes cálculos:

- Promediar los valores del volumen suministrado por el V_{sp} mediante la siguiente fórmula:

$$\bar{V}_{sp} = \sum_{n=1}^n V_{sp_i} + (\pm \Delta V_{sp_i})$$

- Hallar la desviación estándar, teniendo en cuenta la siguiente fórmula:

$$s^2 (V_{sp}) = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (V_{sp_i} - \bar{V}_{sp})^2$$

- Calcular el coeficiente de sensibilidad teniendo en cuenta las siguientes fórmulas:

$$\frac{\partial D}{\partial V_{max}} = \frac{1}{n}$$

$$\frac{\partial D}{\partial V_{\min}} = -\frac{1}{n}$$

$$\frac{\partial D}{\partial V\Delta_{\max\text{lect}}} = \frac{1}{n}$$

$$\frac{\partial D}{\partial V\Delta_{\min\text{lect}}} = \frac{1}{n}$$

$$\frac{\partial D}{\partial VD_{\text{inhom}}} = 1$$

$$\frac{\partial D}{\partial VD_{\text{método}}} = 1$$

- Calcular el presupuesto de incertidumbre, teniendo en cuenta las siguientes fórmulas:

Por certificado

$$u_{\text{cal}}(V_{\max}) = \frac{U_{(V_{\text{sp}})}}{k}$$

Calibración de instrumento probeta (V_{sp})

$$u(V_{\min}) = \sqrt{\left[u_{\text{cal}}^2(V_{\text{sp}}) + \frac{u_{E_{\max}-E_{\min}}^2(\text{Inter})}{\sqrt{12}} \right]}$$

Fórmula para Interpolación adicional.

$$x = \frac{(V_{\max\text{cert}} - V_{\min\text{cert}})(V_{\text{ind}} - V_{\text{indmin}}) + V_{\min\text{cert}}}{V_{\text{indmax}} - V_{\text{indmin}}}$$

$$u = \left| \frac{E_{\max} - E_{\min}}{\sqrt{12}} \right|$$

Incertidumbre de delta por volumen máximo.

$$u = (\Delta V_{\max}) = \frac{1}{\sqrt{3}}(D)$$

Incertidumbre de delta por volumen mínimo.

$$u = (\Delta V_{\min}) = \frac{1}{\sqrt{3}} (D)$$

Incertidumbre de delta por volumen por Inhomogeneidad.

$$u = (\Delta V_{\text{incho}}) = \frac{(h_{\max} - h_{\min})}{\sqrt{12} \cdot h_{\max}} * D$$

Incertidumbre de delta por volumen por el método.

$$u = (\Delta V_{\text{metodo}}) = \frac{s(D_{\text{promedio}})}{\sqrt{n}}$$

Incertidumbre Combinada.

$$u_D(V_{sp}) = \sum_i \left[\frac{\partial V_{sp}}{\partial x_i} \times u(x_i) \right]^2$$

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 ≤ 0.3 , entonces se asume un factor k de cobertura $k= 1.65$

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

7.5.2 Generar los resultados de la verificación de la escala

Obtenidos los resultados de la verificación de la escala, se registran los datos en el formato RT03-F52.

7.5.3 Identificar el recipiente volumétrico calibrado y precintarlo

El responsable de la calibración identifica el RVC a través de una estampilla, donde se menciona fecha de calibración y número de certificado, los cuales deben coincidir con el certificado emitido, así misma precinta la reglilla del RVC.

7.5.4 Elaborar y enviar certificado de calibración

El responsable de la calibración, elabora el certificado de calibración, envía al responsable de la dirección técnica y al responsable del sistema de gestión, a través de correo electrónico institucional y/o SIC-calibra la siguiente información:

1. Documento en PDF, que contenga registro fotográfico del ítem (cuando aplique): serie, modelo, fabricante, código interno, precinto y la estampilla de calibración.
2. Hoja de cálculo (RT03-F52) en excel y certificado de calibración RT03-F53, junto a sus complementos debidamente diligenciados.

Nota 7:

La lista de chequeo para recepción y entrega de equipo RT03-F09, se debe entregar físicamente y/o por SIC-calibra.

Punto de control:

- Revisar detalladamente todos los datos obtenidos como resultado de la calibración, a través de los formatos: RT03-F52 y RT03-F53;
- Verificar que coincida el certificado de calibración RT03-F53 con:
 - la estampilla que contenga: la fecha y número de certificado de calibración;
 - precinto

7.6 ETAPA 6. REVISAR, AUTORIZAR Y ENTREGAR EL CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN Y EL RECIPIENTE VOLUMÉTRICO CALIBRADO

Para el desarrollo de la etapa, se realizan las siguientes actividades:

7.6.1 Revisar el certificado de calibración por el responsable de la dirección técnica (sustituto) y el responsable del SGL, antes de su liberación o emisión:

El responsable de la Dirección Técnica junto al responsable del SGL revisa la siguiente información:

- Solicitud de calibración
- Respuesta a la calibración
- Comunicaciones emitidas por el usuario (si las hay)
- Lista de chequeo para recepción y entrega de equipos RT03- F09
- Hoja de cálculo para calibración de recipientes volumétricos, RT03-F52.
- Certificado de calibración de recipientes volumétricos usando el método gravimétrico RT03-F53.
- Documento en PDF, que contenga registro fotográfico del ítem (cuando aplique): serie, modelo, fabricante, código interno, precinto y la estampilla de calibración.

- **Criterios del ONAC**

Reglamento de uso de los símbolos de acreditado y/o asociado RAC-3.0-03, versión vigente

Política ILAC P14 Política de ILAC para Incertidumbre de medición en Calibración, versión vigente.

Criterios específicos de acreditación – trazabilidad metrológica CEA-3.0-02, versión vigente.

- **Criterios del documento normativo Euramet No 21.**

- **Criterios del documento normativo Euramet No 19.**

- **Criterios definidos en la norma NTC ISO/IEC 17025, versión vigente:**

Título (ejemplo: “Certificado de calibración”)

Certificado No: Identificación única del certificado de calibración y en cada página una identificación para asegurar que la página es reconocida como parte del certificado de calibración, la identificación del certificado es LCV-XXX-XX, donde:

- LCV: L hace referencia al laboratorio, C hace referencia a Calibración y V hace referencia a la sigla del instrumento (volumen) bajo calibración;
- XXX: número del certificado, consecutivo que inicia desde 001 para cada año;
- XX: los dos últimos dígitos del año en que se calibra.

Información del cliente: solicitante, dirección, ciudad del usuario que realizó la solicitud.

Fecha de recepción y fecha de calibración

- 1. Información del equipo sometido a calibración:** objeto, fabricante, número de serie, modelo, material de construcción, capacidad nominal, división de escala nominal y tipo visor.
- 2. Lugar y dirección de calibración:** nombre y dirección del laboratorio
- 3. Código Interno:** LCV seguido del número de radicado según la solicitud de calibración (sin número de consecutivo)

4. **Método de calibración utilizado:** Identificación del método utilizado
5. **Condiciones ambientales:** condiciones ambientales máximas y mínimas promedio corregidas en el laboratorio durante la calibración: temperatura, humedad relativa y presión atmosférica. En caso de que se ajuste el RVC, las condiciones ambientales a reportar son las registradas después de ajuste.
6. **Incertidumbre de medición**
7. **Trazabilidad metrológica:** describir los patrones utilizados en la calibración: instrumento, fabricante, intervalo de medida, No. de serie, trazabilidad.
8. **Resultados de la calibración:** resultado de calibración (antes de ajuste y después de ajuste) con sus unidades de medida: temperatura de referencia, capacidad nominal, capacidad del RVC, incertidumbre $\pm U$, $|E|$ y cumple.

Cuenta con el siguiente mensaje:

“La declaración de conformidad se aplica teniendo en cuenta el error más la incertidumbre de medición, la cual no deberá superar los errores máximos permitidos (EMP), según lo definido en la OIML R 120:2010, numeral 2.2.2.2”

La regla de decisión se aplica cuando:

$$|E|+U \leq \text{EMP} = \text{CUMPLE}$$

Dónde:

$|E|$ = error

U = incertidumbre expandida

EMP = error máximo permitido

Para efectos de establecer si cumple o no, se toma en cuenta que el laboratorio definió un nivel de riesgo del 2,5% derivado de la regla de decisión, que corresponde a sólo una de las dos colas de la distribución de probabilidad de la incertidumbre expandida. (ver probabilidad de conformidad y no conformidad en el formato RT03-F52)

9. Se ajustó la escala.

La escala fue calibrada (si o no)

10. Observaciones.

Firmas autorizadas: cargo, nombre y firma de los servidores públicos y/o contratistas que autorizan el certificado de calibración: el responsable de la

Dirección técnica o su suplente son los encargados de revisar y autorizar a través de su firma la emisión del certificado.

Calibrado por: cargo, nombre y firma de los servidores públicos y/o contratistas que realizan las calibraciones

Fecha de elaboración

Fecha de emisión

Fin de este documento

Si el certificado de calibración está conforme continúa con la siguiente actividad.

Si se presentan trabajos no conformes-TNC, se registra un comentario sobre el trabajo no conforme identificado en el certificado de calibración y en el formato RT03-F30, en las celdas a las que haya lugar y se procede a:

- Sombrear la casilla en rojo en caso de que se presente trabajo no conforme (según lo definido en el procedimiento RT03-P01)
- Realizar un comentario en la celda identificando el trabajo no conforme
- Devolver al responsable de la calibración el certificado de calibración, para que realice los respectivos ajustes, a través de correo electrónico institucional.

Se repite esta actividad hasta que se encuentre a satisfacción (tener en cuenta el procedimiento RT03-P01).

Si se presentan errores de ortografía al momento de la revisión se corrigen.

Nota 8:

- Todos los responsables de revisión (responsable de la calibración, responsable de la dirección técnica (suplente) y responsable del sistema de gestión, deben revisar cada uno de los criterios).
- Si se identifica un trabajo no conforme, este se socializa semanalmente con todo el personal del laboratorio (ver procedimiento de trabajo no conforme).

Efectuados los ajustes, se procede a:

- Aprobar y emitir el certificado de calibración.
- Radicar la comunicación de entrega de certificado de calibración y equipo, junto con el certificado de calibración en PDF en el sistema de trámites de la entidad, en adición a la entrega física y presencial con el siguiente perfil: trámite: 23, evento: 0 y actuación 325 y/o por SIC-calibra.
- Finalizar el trámite a través de comunicado por sistema de trámites.

| | | |
|---|---|------------------|
|  | PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN DE RECIPIENTES VOLUMÉTRICOS USANDO EL MÉTODO GRAVIMÉTRICO | Código: RT03-P20 |
| | | Versión: 4 |
| | | Página 35 de 36 |

- Crear carpeta con número de radicado y número de certificado según corresponda (bloqueada), la cual debe contener:
 1. Solicitud de calibración
 2. Respuesta a solicitud de calibración
 3. Lista de chequeo: contiene el registro “lista de chequeo para recepción y entrega de equipos RT03- F09 firmado y escaneado”, incluido el registro fotográfico.
 4. Certificado de calibración:
Hoja de cálculo (RT03-F52) en excel bloqueada;
certificado de calibración RT03-F53 en excel bloqueada;
certificado de calibración RT03-F53 en pdf firmado;
 5. Cierre de la solicitud de calibración: comunicación radicada para entrega del certificado y el recipiente volumétrico.
 6. Encuesta de satisfacción
 7. Comunicaciones emitidas por usuario (si aplica)
 8. Comunicaciones emitidas por el laboratorio (si aplica)
 9. Modificación al certificado de calibración (si aplica)
 10. TNC (si aplica)

7.6.2 Entregar el RVC y el certificado de calibración

El responsable de la Dirección Técnica y/o suplente, entregan al usuario:

- Certificado de calibración de recipientes volumétricos RT03-F53;
- el recipiente volumétrico calibrado-RVC;
- estampilla de calibración;
- precinto de la escala

Se verifica y registra el estado del recipiente volumétrico, el certificado y la estampilla, dejando como soporte la información de lo entregado y el nombre del usuario a través del formato RT03-F09.

Nota 9: Una vez se haya realizado la entrega del equipo calibrado al usuario, se debe cargar el registro lista de chequeo para recepción y entrega de equipos RT03-F09 totalmente diligenciado, al sistema de trámites con el siguiente perfil: trámite: 23, evento: 0 y actuación 306 y/o por SIC-calibra.

7.6.3 Aplicar la encuesta de satisfacción RT03-F07

El responsable de la Dirección Técnica y/o suplente, entregan la encuesta de satisfacción de la prestación de los servicios de calibración RT03-F07 y se realiza mediante los siguientes medios: Correo electrónico y/o físicamente entre otros,

trimestralmente se recopilan los datos obtenidos por el responsable del SGL, el cual hace seguimiento, con el fin de medir y analizar el indicador satisfacción.

Punto de control: revisa que el certificado de calibración RT03-F14, esté acorde a:

- Solicitud de calibración RT03-F08, comunicaciones emitidas por y al usuario, a través del sistema de trámites.
- Lista de recepción y entrega de equipos RT03-F09 y el registro fotográfico.
- Hoja de cálculo de calibración

Como evidencia de dicha revisión se cuenta con el registro RT03-F30

8. DOCUMENTOS RELACIONADOS

| | |
|----------|--|
| RT03-F07 | Encuesta de satisfacción de la prestación de los servicios de calibración |
| RT03-F08 | Solicitud de calibración de equipos |
| RT03-F09 | Lista de chequeo para recepción y entrega de equipos |
| RT03-F21 | Programación de equipos a calibrar |
| RT03-F52 | Hoja de cálculo para calibración de recipientes volumétricos usando el método gravimétrico |
| RT03-F53 | Certificado de calibración de recipientes volumétricos usando el método gravimétrico. |
| RT03-F17 | Informe de recipientes volumétricos no aptos para calibrar |
| RT03-F30 | Listado de chequeo y modificación de certificados de calibración de recipientes volumétricos |

8.1 DOCUMENTOS EXTERNOS

No aplica

9. RESUMEN CAMBIOS RESPECTO A LA ANTERIOR VERSIÓN

- Formulario forms encuesta de satisfacción digital y aplicativo SIC-calibra link en documentos relacionados.
- Modificación quien elabora el documento.
- Inclusión de tabla en el numeral 7.2.1 como calibrar el IBC paso a paso.
- Se cambia el CEA 3.0-06 por la política ILAC P14 debido al acta 9 del 2023-08-02 emitida por ONAC.
- Se incluye información en 7.3.1 referente a la prevención en la manipulación de cargas cuando el recipiente pueda exceder los 25 kg.

Fin documento