

**IMPLEMENTACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE UN SERVICIO DE
CALIBRACIÓN DE MEDIDORES DE PRESIÓN USANDO UN PATRÓN TIPO
VASOS COMUNICANTES.**

**ANGGIE CAROLINA ANDRADE MATURANA
JHEIN CAROLINA ROA PIRATEQUE**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2019

**IMPLEMENTACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE UN SERVICIO DE
CALIBRACIÓN DE MEDIDORES DE PRESIÓN USANDO UN PATRÓN TIPO
VASOS COMUNICANTES.**

**ANGGIE CAROLINA ANDRADE MATURANA
JHEIN CAROLINA ROA PIRATEQUE**

Trabajo de grado para optar al título de: Ingeniero Químico

Director

**CARLOS EDUARDO GARCÍA SÁNCHEZ
Ph.D. en Ingeniería Química**

Codirector

JHON ALEJANDRO ANGULO PINEDA

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERIA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2019

DEDICATORIA

*Dedico este logro primeramente a Dios por guiar mi camino, ser mi motor y luz.
A mi mamá Fabiola Maturana, por darme la mejor crianza, por ser la mujer más luchadora y fuerte que he conocido, gracias mami por estar siempre apoyando mis sueños, por nunca dejarme caer, por creer siempre en mí y por brindarme tu amor incondicional. Todo te lo debo a ti madre hermosa, te amo con todas las fuerzas de mi corazón.*

A mis hermanos, Moisés Camacho y Robinson Camacho, por siempre cuidarme, por brindarme todo su amor, por estar siempre cuando los necesito y por ser como mis padres.

A mis hermanas, Neyi Camacho y Diana Andrade, por ser un apoyo incondicional y a pesar de las peleas siempre están conmigo.

A mi hermana no de sangre, pero sí de corazón Edna Dacosta, gracias querida por ser siempre mi confidente y darme consejos tan valiosos para mi vida.

A mi familia en general porque se han preocupado por mi bienestar.

A mis amigos y colegas, por hacer de esta etapa más bonita y por estar siempre cuando los necesitaba, queridos ingenieros les deseo lo mejor en cada aspecto de sus vidas.

A Saki por hacerme creer que el amor existe sin esperar nada a cambio y por alegrarme la vida este último año, espero siempre tenerte en mi vida mi piovita.

A mi compañera de tesis, gracias por todo, que tu generosidad siempre te lleven a lograr tus objetivos.

A mi cuidador desde el cielo, al primer amor de la vida de una niña, gracias papito José de la Cruz Maturana por darme la mejor infancia y por ser ese padre que nunca tuve, que siempre se preocupó por mí y por mi bienestar, gracias por contarme todas tus historias de juventud, papito hermoso siempre te llevo en mi corazón, eres y siempre serás una de las personas más importantes que he tenido en mi vida.

Anggie Carolina Andrade Maturana.

Dedico este proyecto a Dios y a todos los seres que brillan en mi vida, sin ellos no tendría el coraje de perseguir mis sueños, en especial,

A mi mami, por ser incondicional en cada etapa de mi vida, porque con sus palabras a tiempo he superado batallas que me han hecho más fuerte para afrontar los retos del día a día. Mamita tú has sido y seguirás siendo mi motor en todas mis metas, te amo por lo valiente, te amo por todo.

A mi papá, que en vida siempre me apoyó en ser feliz, en perseguir lo que me apasiona y no darme por vencida. Sé que desde el cielo, hace 7 años, es mi ángel y mi guía en mis decisiones. Te extraño infinito y gracias por enseñarme que la nobleza del alma es lo que te lleva lejos. Te amaré siempre.

A mis hermanos, Cesar y Roberto que los amo sin condiciones. Sin duda alguna han sido mi polo a tierra, mi aliento para continuar la ingeniería. Son mi certeza de que la familia siempre es fiel y leal a los suyos. Dios los bendiga y proteja toda la vida.

A mis amigos por permitirme aprender más de la vida a su lado, en especial, a mi amiga Emilly Lasso por ser compañía y familia en momentos de felicidad y de dificultades, siempre me han tendido la mano.

A la familia Rodríguez Mendoza, por lo especial y bondadosos que han sido conmigo, por ser una segunda familia con la que puedo contar en la vida. Dios les bendiga su hogar.

A Anggie Andrade, mi compañera de tesis, por la dedicación para llevar a cabo este proyecto de grado. Dios le de muchos éxitos en su vida.

Jhein Carolina Roa Pirateque.

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Industrial de Santander, nuestra alma máter, por formarnos como profesionales, en especial la Escuela de Ingeniería Química y a todos los profesores por guiarnos durante este proceso de aprendizaje.

Agradecemos a nuestro director, Ph.D. Carlos Eduardo García Sánchez, por su importante apoyo, dedicación y compromiso en el desarrollo de este proyecto.

Al laboratorio de ensayo y calibración del CDT de Gas, por el brindarnos todo el apoyo durante la fase experimental de esta investigación, en especial a Jhon Alejandro Angulo, Camila Naranjo Ospina y Diana González.

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	17
1. MARCO TEÓRICO	21
1.1 FUNCIONAMIENTO DEL PATRÓN DE VASOS COMUNICANTES	24
1.2 CALIBRACIÓN.....	26
2. OBJETIVOS.....	27
2.1 OBJETIVO GENERAL	27
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	27
3. METODOLOGÍA	28
3.1 ESTUDIO PRELIMINAR.	29
3.2 ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE.....	29
3.3 DEFINICIÓN DEL PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN.....	31
3.3.1 Procedimiento de calibración utilizando vasos comunicantes como equipo bajo prueba.	31
3.3.2 Procedimiento de calibración utilizando vasos comunicantes como equipo patrón de calibración.....	31
3.4 VALIDACIÓN DEL PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN.....	32
3.4.1 Prueba de precisión.	32
3.4.2 Prueba de veracidad.....	32
4. RESULTADOS Y ANÁLISIS	33
4.1 ESTUDIO PRELIMINAR	33
4.2 ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE.....	35
4.3 DEFINICIÓN DEL PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN.....	38
4.4 VALIDACIÓN DEL PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN.....	39
4.4.1 Prueba de Precisión.....	39
4.4.2 Prueba de Veracidad.	42

5. CONCLUSIONES	44
6. RECOMENDACIÓN.....	45
BIBLIOGRAFÍA.....	46
ANEXOS	50

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Alcance manométrico para presión y vacío.	34
Tabla 2. Incertidumbre Estándar global.	37
Tabla 3. Alcance manométrico para presión y vacío con su respectiva Incertidumbre.	38
Tabla 4. Componentes del Análisis de Varianza (ANOVA) para el factor aleatorio.	39
Tabla 5. Componentes del Análisis de Varianza (ANOVA) para el factor fijo.	40
Tabla 6. Resultados prueba r&R del equipo patrón vasos comunicantes a presiones positivas.	40
Tabla 7. Resultados prueba r&R del equipo patrón vasos comunicantes cuando se compara con patrón de referencia aceptado.	40
Tabla 8. Resultados prueba r&R del equipo patrón vasos comunicantes a presiones al vacío.	41
Tabla 9. Prueba t de las medias del patrón vasos comunicantes cuando se compara con un patrón certificado a presiones de vacío.	42
Tabla 10. Prueba t de las medias del patrón vasos comunicantes cuando se compara con un patrón certificado a presiones positivas.	42

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Equipo patrón tipo vasos comunicantes Dwyer 1425	25
Figura 2. Esquema de Metodología.	28
Figura 3. Procedimiento de Estimación de la Incertidumbre	30
Figura 4. Aportes a la incertidumbre vs Magnitudes de entrada.	36
Figura 5. Incertidumbre estándar vs Longitud de varilla.	37

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
ANEXO A. Proceso de estimación de incertidumbre por el método GUM para el equipo patrón vasos comunicantes [9].....	50
ANEXO B. Esquema del montaje experimental del equipo patrón vasos comunicantes.....	62
ANEXO C. Descripción detallada del método normalizado utilizado en la calibración del equipo patrón Dwyer 1425 series Hook Gage, ME-021: Calibración de columnas de líquido mano y barométricas [22].	63
ANEXO D. Funcionamiento del programa para la Estimación de la Incertidumbre en Visual Basic.	67
ANEXO E. Datos experimentales y cálculo del análisis preliminar.	69
ANEXO F. Modelo de Efectos Mixtos: Incertidumbre vs Operario; Presión.	71
ANEXO G. Guía ASTM E691- 13. Determinación de la prueba r&R y Datos experimentales para realizar la prueba de precisión basada en la prueba r&R.	73
ANEXO H. Histograma de las incertidumbres a presión y vacío.....	79
ANEXO I. Estimación del sesgo en la prueba de veracidad.	81

NOMENCLATURA

CS	Coeficiente de sensibilidad por magnitud de entrada.
D_V	Diámetro del vaso de vacío [m].
D_P	Diámetro del vaso de presión [m].
d_P	Diámetro o del micrómetro [m].
g	Gravedad [m/s^2].
H_V	Nivel del vaso de vacío [m].
H_P	Nivel del vaso de presión [m].
H_C	Altura del cono en la punta del micrómetro [m].
K	Longitud real en la varilla de 25 mm [m].
L_V	Longitud de la varilla [m].
P	Presión generada [kPa].
$u(P)$	Incertidumbre estándar global del mensurando [kPa].

Letras griegas.

ρ	Densidad del líquido [kg/m^3].
--------	------------------------------------

RESUMEN

TÍTULO: IMPLEMENTACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE UN SERVICIO DE CALIBRACIÓN DE MEDIDORES DE PRESIÓN USANDO UN PATRÓN TIPO VASOS COMUNICANTES*

AUTORES: Anggie Carolina Andrade Maturana - Jhein Carolina Roa Pirateque**

PALABRAS CLAVE: Calibración, incertidumbre, trazabilidad, manómetro, equipo patrón, repetibilidad, reproducibilidad, precisión, veracidad.

DESCRIPCIÓN:

En Colombia, los laboratorios de metrología forman parte del sistema productivo del país, puesto que son los encargados de llevar un control en los recursos, tecnologías e instrumentos para producir bienes y servicios, por lo que los laboratorios prestadores del servicio de calibración solicitan la acreditación ante la Organización Nacional de Acreditación de Colombia (ONAC). Esta investigación tuvo como propósito implementar y caracterizar un servicio de calibración de medidores de presión con el equipo patrón vasos comunicantes Dwyer 1425 Series Hook Gage del laboratorio de calibración y ensayos del Centro de Desarrollo Tecnológico de Gas (CDT de Gas), cumpliendo la Norma Técnica Colombiana NTC-ISO/IEC 17025. Para cumplir este propósito primero se realizó una revisión y consulta bibliográfica de los métodos normalizados que se ajusten a los requerimientos de la calibración de medidores de presión con el patrón tipo vasos comunicantes. Como segundo paso se procede a la puesta en marcha del patrón, para así estimar la incertidumbre de las mediciones a las que se le realizan pruebas de validación: prueba de precisión y veracidad, para conocer cuáles son los factores que más influyen a la hora de realizar las pruebas experimentales. Mediante esta validación de precisión se estima la incertidumbre de repetibilidad (S_r) y la incertidumbre de reproducibilidad (S_R), las cuales indican si las mediciones pueden ser aceptadas para la prestación del servicio de calibración o si se necesita mejoras en el patrón. Después se realiza la prueba de veracidad que se fundamenta en comparar el valor medio experimental con el valor medio de una referencia certificada y por último se concluye que las mediciones experimentales no tienen diferencias significativas al compararla con datos de referencia aceptados y que la incertidumbre estándar global del proceso declarada es de $7,41 \times 10^{-3}$ [kPa], magnitud aceptada por el laboratorio del CDT de Gas.

* Trabajo de Grado

** Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: PhD. Carlos Eduardo García Sánchez. Co-director: Jhon Alejandro Angulo.

ABSTRACT

TITLE: *IMPLEMENTATION AND CHARACTERIZATION OF A PRESSURE METER CALIBRATION SERVICE USING A COMMUNICATING VESSELS STANDARD.**

AUTHORS: Anggie Carolina Andrade Maturana - Jhein Carolina Roa Pirateque**

KEYWORDS: *Calibration, uncertainty, traceability, manometer, standard equipment, repeatability, reproducibility, precision, veracity.*

DESCRIPTION:

In Colombia, metrology laboratories are part of the country's production system due to the fact that they are responsible for carrying out control on resources, technologies and instruments for goods and services. The laboratories providing calibration service request accreditation from the National Accreditation Organization of Colombia (ONAC). This investigation had the purpose to implement and calibrate a pressure gauge calibration service with a DWYER 1425 Series Hook Gage system from the calibration and testing laboratory of the Gas Technology Development Center (CDT de Gas), complying with the Colombian Technical Standard NTC-ISO / IEC 17025. To fulfill this purpose, first a review and bibliographical research on the standardized methods, adjustable to the calibration pressure gauges with standard of the communicating vessels requirements, was done. The second step involved the start of the standard, in order to estimate the measurements uncertainties to which the validation tests are performed: precision and veracity tests, so as to know what the factors with most influence when performing the experimental tests are. Through this precision validation, the uncertainty of repeatability (S_r) and the uncertainty of reproducibility (S_R) are estimated. Afterwards, the veracity test is completed; which is based on the comparison of the experimental medium value with the medium value of a certified reference, and finally it is concluded that the experimental measurements do not have significant differences when compared with accepted reference data and that the global standard uncertainty of the declared process is 7.41×10^{-3} [kPa], quantity accepted by the laboratory of the Gas CDT.

* Undergraduate project

** Faculty of Physicochemical Engineering. School of Chemical Engineering. Director: Ph.D. Carlos Eduardo García Sánchez. Co-director: Jhon Alejandro Angulo.

INTRODUCCIÓN

Las mediciones en el ámbito industrial son de vital importancia para vigilar la seguridad y calidad de los procesos, permitiendo conocer de forma cuantitativa las propiedades físicas y químicas de una sustancia, para así garantizar un producto o un servicio final. La metrología es la ciencia de las mediciones, la cual incluye todos los aspectos teóricos y prácticos que respaldan la uniformidad y exactitud requerida de una medida ¹. Los laboratorios de metrología forman parte del sistema productivo del país, son los encargados de regular recursos, tecnologías e instrumentos para producir bienes y servicios, en colaboración con los entes gubernamentales que vigilan si los bienes o servicios cumplen los estándares nacionales o internacionales de calidad para que puedan ingresar o permanecer en un mercado, garantizando la protección al consumidor, salud, medio ambiente, mejorar la innovación y productividad de la economía colombiana ^{2 3}. Asimismo, todos los equipos utilizados para ensayos y calibraciones que tengan un efecto significativo en la exactitud o en la validez de los resultados, deben ser calibrados periódicamente antes de ser puestos en servicio para poder lograr una equivalencia entre el proveedor y el comprador, sin depender de condiciones ambientales, tiempo y mediciones que se le realice al mensurando. A causa de esto nace el concepto de trazabilidad, donde se establecen patrones e instrumentos de medición al Sistema Internacional (SI) por medio de una cadena

¹ CENTRO ESPAÑOL DE METROLOGÍA. Vocabulario Internacional de Metrología Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados. 3ª edición. 2012. p.27, 56

² MENDOZA, Jairo. Aspectos de la norma NTC 17025 concernientes al diseño de software para calibración en un laboratorio de metrología. En: Scientia et Technica Año XI. Noviembre-Diciembre, 2005, vol.1 no.29., p.89

³ INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGÍA. Consejo Nacional De Política Económica Y Social República De Colombia. [En línea] Bogotá, D.C. 2019. (Recuperado el 14 de enero 2019) Disponible en http://www.inm.gov.co/images/Normatividad/Conpes/2019/Conpes_3957.pdf

ininterrumpida de comparaciones, teniendo todas las incertidumbres determinadas⁴.

En Colombia, los patrones de medición parten de patrones primarios, que son representaciones de las unidades del SI⁵. Por ejemplo, el Instituto Nacional de Metrología (INM), alberga patrones primarios en algunas magnitudes, y de éste se originan los laboratorios secundarios de calibración, estos patrones secundarios se establecen por medio de una calibración respecto a un patrón primario de una magnitud de la misma naturaleza⁶.

La confiabilidad de las mediciones depende de la trazabilidad, como de la incertidumbre que se tiene de las mismas, ya que la incertidumbre representa la duda que surge al momento de cuantificar un mensurando. Para la estimación de la incertidumbre se puede utilizar el método GUM “*Guía para la Expresión de la Incertidumbre de la Medición*” publicada por el Comité Conjunto de Guías en Metrología (JCGM)⁷, que proporciona reglas generales para evaluar y expresar la incertidumbre de una medición. Una vez evaluada, puede usarse para diferentes propósitos, por ejemplo, para extraer conclusiones sobre la compatibilidad de ese resultado con otros resultados similares, para establecer límites de tolerancia en un proceso de fabricación; o para decidir si se puede emprender con seguridad un determinado curso de acción⁸. En este método, a partir del mensurando se desarrolla un modelo matemático, que relacione magnitudes de entrada y fuentes

⁴ NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC-ISO/IEC 17025. Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración. Primera actualización, Bogotá D.C.: ICONTEC, 2005. p.21

⁵ *Ibíd.*

⁶ CENTRO ESPAÑOL DE METROLOGÍA. Op. Cit.

⁷ GUM (JCGM). *Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement*. [En línea] Francia 2008. (Recuperado el 14 de enero 2019) Disponible en https://www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM_100_2008_E.pdf

⁸ SAUDI ARABIAN STANDARDS ORGANIZATION. *Guide to the expression of uncertainty in measurement*. [En línea]. Reino Arabia Saudita. 2006. (Recuperado el 14 de enero 2019) Disponible en <http://chapon.arnaud.free.fr/documents/resources/stat/GUM.pdf>

de variabilidad, con su correspondiente aporte de incertidumbre y coeficientes de sensibilidad, con el fin de hallar la incertidumbre estándar ⁹.

En Colombia, los laboratorios prestadores del servicio de calibración que cumplan los requisitos de la Norma Técnica Colombiana NTC-ISO/IEC 17025 y decidan acreditarse deben realizar la solicitud de acreditación ante la Organización Nacional de Acreditación de Colombia (ONAC). En la actualidad, existen 38 laboratorios de calibración de presión acreditados por la ONAC ¹⁰, entre los cuales está el laboratorio de la Corporación Centro de Desarrollo Tecnológico de Gas (CDT de Gas). Estos laboratorios no son los suficientes para atender la demanda en el país en el campo de calibración a presiones bajas manométricas y vacío, generando en los clientes esperas de más de tres meses, tiempo que es reflejado en pérdidas económicas para ellos. La calibración a presiones bajas y al vacío se hace mediante comparaciones directas con un patrón generador de presión, balanzas de presión, manómetros digitales o analógicos, barómetros, vasos comunicantes, transductores o transmisores de presión.

El presente trabajo de grado es la continuación de una tesis de pregrado realizada por los ingenieros Jairo Alberto Prieto Rojas y Cristian Eduardo Rojas Gómez llamada “Disminución en la incertidumbre de un patrón tipo vasos comunicantes para calibración de presión, con un alcance manométrico de -5,2 kPa a 5,2 kPa”, el cual tuvo como objetivo el funcionamiento del equipo patrón vasos comunicantes donde se estudiaron cuatro propuestas mejorando las características de visualización en la toma de datos. La primera propuesta de estudio: “Polarizar la parte frontal del vaso de vacío e incorporar una fuente lumínica en la parte trasera de este”, donde se decidió suprimir el micrómetro de

⁹ GARCÍA SÁNCHEZ, Luis. Estimación de incertidumbre usando el método GUM. Bucaramanga: CDT de Gas, 2008. p.5

¹⁰ ORGANISMO NACIONAL DE ACREDITACIÓN DE COLOMBIA - ONAC. Directorio de acreditados [En línea]. Bogotá D.C. 2007. (Recuperado el 15 de enero 2019) Disponible en <https://onac.org.co/directorio-de-acreditados>

profundidad del vaso de presión y trabajar solamente con el micrómetro del vaso de vacío. Segunda propuesta de estudio: “Reemplazar el micrómetro de vacío por un sensor de tipo magnetostrictivo”, donde también se suprimió el micrómetro del vaso de presión. La tercera propuesta de estudio: “Sustitución de ambos micrómetros por un interferómetro láser”, y la última propuesta de estudio es: “Polarizar la parte frontal e incorporar una fuente lumínica en la parte trasera de ambos vasos y rectificar el micrómetro de presión”. Se compararon las propuestas evaluando el criterio de factibilidad técnica (Incertidumbre estándar) y se evaluó el criterio de factibilidad económica (presupuesto de cada una) ¹¹.

Este trabajo de grado se basa en la *Propuesta uno* de estudio del proyecto mencionado anteriormente, ésta propuesta se fundamenta en la utilización de un solo micrómetro de profundidad (micrómetro del vaso de vacío) para medir el desplazamiento del nivel del líquido del vaso de vacío en las experimentaciones realizadas y para la estimación del nivel del líquido del vaso de presión se utiliza el modelo matemático mencionado en el ANEXO A. El objetivo de este proyecto de grado es la implementación del servicio de calibración con el patrón Dwyer 1425, que requiere entre otras actividades la caracterización del equipo patrón, la implementación del procedimiento de calibración utilizando vasos comunicantes como equipo bajo prueba y el procedimiento de calibración utilizando vasos comunicantes como patrón de calibración. Adicionalmente, crear la documentación necesaria que cumpla con la norma técnica colombiana NTC-ISO/IEC 17025 que se centra en garantizar el sistema de gestión de calidad de laboratorios, para así poder solicitar la acreditación ante la ONAC.

¹¹ PRIETO ROJAS, Jairo y ROJAS GÓMEZ, Cristian. Disminución de la incertidumbre de un patrón tipo vasos comunicantes para calibración de presión, con un alcance manométrico de -5,2 kpa a 5,2 kpa. Trabajo de grado. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingeniería Físicoquímica. 2018. p.15

1. MARCO TEÓRICO

Dado que este trabajo se centra en el ámbito metrológico, resulta fundamental contextualizar la terminología en la que se basa el proyecto de grado. La metrología es el estudio de las mediciones, se espera que aplique, valide y verifique estándares predefinidos de trazabilidad, exactitud y precisión, siendo estos factores los afectarían la validez de la medición. Éste término abarca aspectos tanto experimentales como teóricos de la medición que son de utilidad en cualquier área de la ciencia y la tecnología, primordialmente en ingeniería, además, estudia el valor de los niveles de incertidumbre de estas mediciones ¹². La metrología se divide en tres campos, que son: metrología científica o fundamental, metrología aplicada o industrial, y metrología legal. El primer campo se encarga de los problemas técnicos y experimentales que se presentan en las mediciones. El segundo campo es el encargado de promover la competitividad en la industria y comercio de los productos, y el último campo es el que se encarga de verificar que la industria cumpla todos los requisitos técnicos que una nación ha reglamentado y también garantiza exactitud del bien ofertado al consumidor ^{13 14}.

La trazabilidad consiste en que un conjunto de medidas sean comparables entre sí pudiéndose relacionar con patrones nacionales o internacionales ¹⁵, y según el Vocabulario Internacional de Metrología (VIM), la trazabilidad es la “propiedad de

¹² BRIGHT HUB ENGINEERING. . *What is Metrology What Does Metrology Mean*. [En línea]. 2019. (Recuperado el 15 de enero 2019) Disponible en <https://www.brighthouseengineering.com/manufacturing-technology/63936-what-is-metrology/>.

¹³ INDOCAL. Concepto y clasificación. [En línea]. 2019. (Recuperado el 15 de enero 2019) Disponible en <https://www.indocal.gob.do/areas-tecnicas/metrologia/concepto-y-clasificacion/>

¹⁴ MARTÍNEZ LIRA, Carlos. Instalación y evaluación de un banco de manómetro para calibración de manómetros de fluidos líquidos en el rango de (0 a 60) MPa. Trabajo de grado. Guatemala: Universidad De San Carlos De Guatemala. Facultad de Ingeniería. 2010.p.18

¹⁵ BIPM, *International vocabulary of metrology - Basic and general concepts and associated terms*. Tercera edición. [En línea] 2012. JCGM 200:2012. (Recuperado 15 de enero 2019) Disponible en https://www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM_200_2012.pdf (p.29)

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” ¹⁶. La exactitud se define como la proximidad que hay entre el resultado de las mediciones respecto al valor real del mensurando, y la precisión se entiende como la cercanía entre el valor de las mediciones en un mismo objeto de manera repetida y realizadas en condiciones especificadas que según el VIM, “pueden ser condiciones de repetibilidad o condiciones de reproducibilidad” ¹⁷.

La repetibilidad es una característica inherente de las condiciones a la que se realice la medición, según el VIM “estas condiciones incluye el mismo procedimiento de medida, los mismos operadores, el mismo sistema de medida, las mismas condiciones de operación y el mismo lugar, así como mediciones repetidas del mismo objeto o de un objeto similar en un corto periodo de tiempo” ¹⁸. Un concepto relacionado es el de incertidumbre de repetibilidad, que consiste en la desviación estándar de los resultados obtenidos en los ensayos o calibraciones bajo condiciones de repetibilidad (por ejemplo, resultados de calibraciones realizadas con el mismo método, mismo operador y utilizando el mismo equipo) ¹⁹. Otra de las condiciones es la reproducibilidad, siendo la que representa la precisión de sus mediciones cuando se adquieren varias mediciones del mismo mensurando en condiciones de medición variables, como el operador, las características del lugar y/o periodos de tiempo, sistema de medida. Como en el anterior caso, también existe la incertidumbre de reproducibilidad y hace referencia a la incertidumbre del proceso considerando el aporte del operario, de las condiciones ambientales, y de otros factores externos que generen cambios en

¹⁶ CENTRO ESPAÑOL DE METROLOGÍA. Op. Cit.

¹⁷ Ibíd.

¹⁸ Ibíd.

¹⁹ PG-011. Selección y validación o verificación de métodos para ensayos o calibraciones. Bucaramanga. Documento Interno de la Corporación CDT de Gas. p.6-12

la incertidumbre ²⁰. Otra característica fundamental de las mediciones es la veracidad, es la proximidad entre el valor medio obtenido y un valor de referencia aceptado. Una diferencia sistemática importante en relación al valor de referencia aceptado se refleja en un mayor valor del sesgo; cuanto más pequeño sea el sesgo, mayor veracidad posee el método.

Por otro lado, se expresa la Incertidumbre de las mediciones como la duda que se enuncia al momento de cuantificar el mensurando, es decir, es un intervalo calculado en donde podría estar el valor obtenido en la medición. Según el VIM, “la incertidumbre de las mediciones es un parámetro asociado con el resultado de una medición que caracteriza la dispersión de los valores que podrían atribuirse razonablemente al mensurando” ²¹. Existen diversas formas de expresar la incertidumbre, pero las más fundamentales son: (i) Incertidumbre Estándar o Combinada, es la desviación estándar de la distribución de probabilidad que representa a una magnitud o mensurando específico $u_c(y)$, (ii) Incertidumbre Expandida, es una cantidad que define un intervalo alrededor del resultado de una medición, y que se espera abarque una fracción grande de la distribución de valores que se podrían atribuir razonablemente al mensurando, y se denota con U . Ésta se obtiene al multiplicar la incertidumbre estándar o combinada $u_c(y)$ por un factor de cobertura k ²²16].

$$U = u_c(y) * k \quad \text{Ec. 1}$$

²⁰ LLAMOSA R, Luis Enrique; MEZA CONTRERAS, Luis G.; BOTERO ARBELAEZ, Marcela. Estudio de repetibilidad y reproducibilidad utilizando el método de promedios y rangos para el aseguramiento de la calidad de los resultados de calibración de acuerdo con la norma técnica ntc iso/iec 17025. Pereira. Scientia et Technica Año XIII, No 35. Universidad Tecnológica de Pereira [En línea]. 2007. (Recuperado el 15 de enero de 2019) Disponible en <http://revistas.utp.edu.co/index.php/revistaciencia/article/viewFile/5479/2817> (p.456).

²¹ CENTRO ESPAÑOL DE METROLOGÍA. Op. Cit.

²² MIRANDA MARTÍN DE CAMPO, Javier. Evaluación de la incertidumbre en datos experimentales. [En línea] (Recuperado el 15 de enero 2019) Disponible en http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/CALCULOINCERTIDUMBRESDR.JAVIERMIRANDA_26197.pdf (p.2-11)

El valor del factor de cobertura k dependerá del nivel de confianza requerido y del tipo de distribución de probabilidad que caracteriza al mensurando, lo que a su vez depende del modelo de medición y de las distribuciones supuestas de las fuentes de incertidumbre. También, puede influir el método utilizado para estimar la incertidumbre, los métodos más usados son, GUM “Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement” o Método Montecarlo (es una técnica numérica para calcular probabilidades y otras cantidades relacionadas, utilizando secuencias de números aleatorios) ²³.

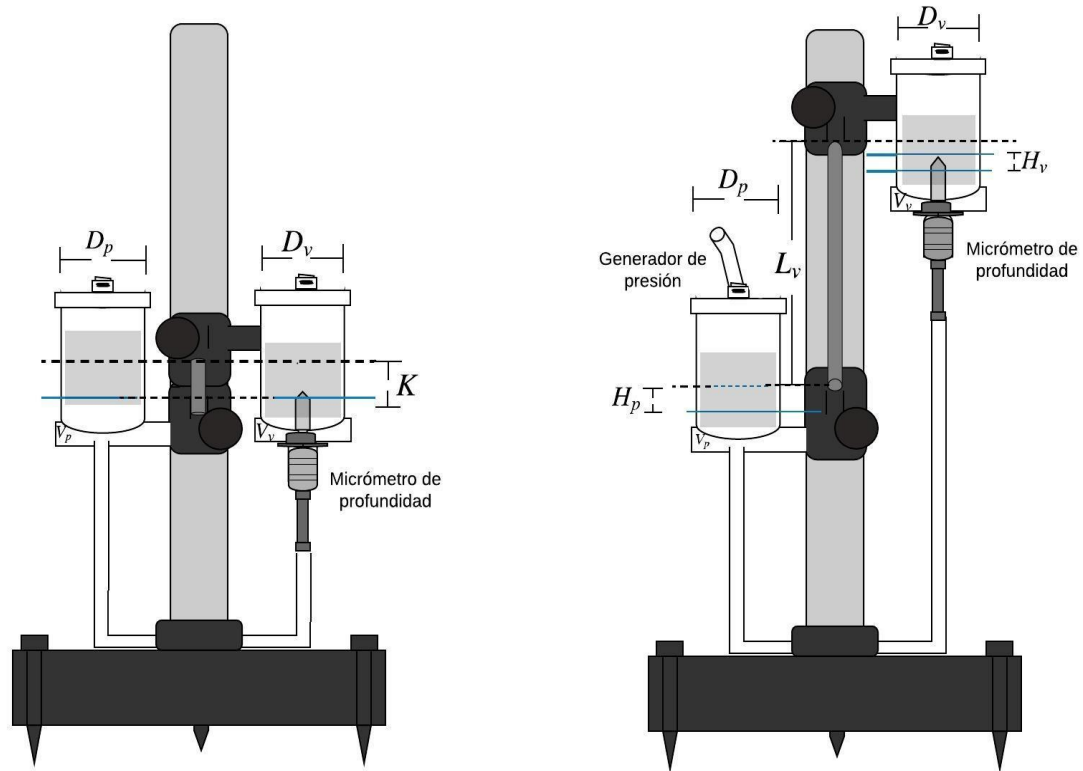
1.1 FUNCIONAMIENTO DEL PATRÓN DE VASOS COMUNICANTES

En dos recipientes con el mismo líquido y mismo volumen de líquido, conectados entre sí a presión atmosférica y gravedad, la fuerza hidrostática a una profundidad dada siempre será la misma en ambos recipientes, sin importar la geometría de los recipientes o tipo de líquido. Este sistema resulta útil para la medición de bajas presiones manométricas ²⁴. En la Figura 1, se presenta el esquema del equipo patrón tipo vasos comunicantes.

²³ SC Método Monte Carlo [En línea] (Recuperado el 11 de Marzo del 2019) Disponible en: http://www.sc.ehu.es/sbweb/fisica_/numerico/montecarlo/montecarlo.html

²⁴ PRIETO ROJAS, Jairo y ROJAS GÓMEZ, Cristian. Op. Cit.

Figura 1. Equipo patrón tipo vasos comunicantes Dwyer 1425 series Hook Gage.



Donde:

V_v , es el vaso de vacío. V_p , es el vaso de presión. D_p , es el diámetro correspondiente al vaso de presión. D_v , es el diámetro correspondiente al vaso de vacío. L_v , es la longitud de las varillas. H_v , es el nivel desplazado en el vaso de vacío. H_p , es el nivel desplazado en el vaso de presión. K , es la varilla para condicionar el nivel del agua en los vasos para iniciar las pruebas (varilla de 25 mm).

El funcionamiento del equipo patrón Dwyer 1425 es el mismo que el de un vaso comunicante común, pero en este caso lo que primero se hace es poner el vaso

de presión (V_p) y el vaso de vacío (V_v) a la misma altura, es decir, se coloca la barra patrón de 25 mm y esta se denota como K , el cual es el cero de este equipo. Para la generación de presión se utiliza una bomba pistón que será conectada al vaso de presión (V_p) o al vaso de vacío (V_v) del patrón vasos comunicantes, esto dependerá del tipo de prueba que se requiera, es decir, si es para medir presiones al vacío se conecta al V_v y si es para presiones positivas se conecta al V_p , estas conexiones deben garantizar la hermeticidad del sistema, adicionalmente, la bomba se conecta también a un sensor de presión que mantiene al operador al tanto de la presión del sistema y por lo tanto la seguridad del proceso. Entre los componentes del equipo patrón se destacan 12 varillas de diferentes longitudes, desde 25 mm hasta 575 mm, que permiten que el equipo alcance diferentes rangos de valores de presión. Para el procedimiento de medición, se ubican los micrómetros en cero, se espera un tiempo prudente hasta que se estabilice el sensor de presión y se tomaran 4 réplicas en cada punto de medición. El montaje experimental del equipo patrón se puede observar en el Anexo B.

1.2 CALIBRACIÓN

La Calibración, es la comparación en condiciones especificadas de los valores indicados en un instrumento de medición con los valores correspondientes de un patrón de referencia. Según el Vocabulario Internacional de Metrología (VIM), la calibración es “una 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” ²⁵. Normalmente, la calibración de un

²⁵ CENTRO ESPAÑOL DE METROLOGÍA. Op. Cit.

instrumento se verifica en varios puntos a lo largo del rango de calibración del instrumento.

2. OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GENERAL

Implementar y caracterizar un servicio de calibración de medidores de presión con el equipo patrón vasos comunicantes Dwyer 1425 Series Hook Gage del laboratorio de calibración y ensayos del CDT de Gas, cumpliendo la Norma Técnica Colombiana NTC-ISO/IEC 17025.

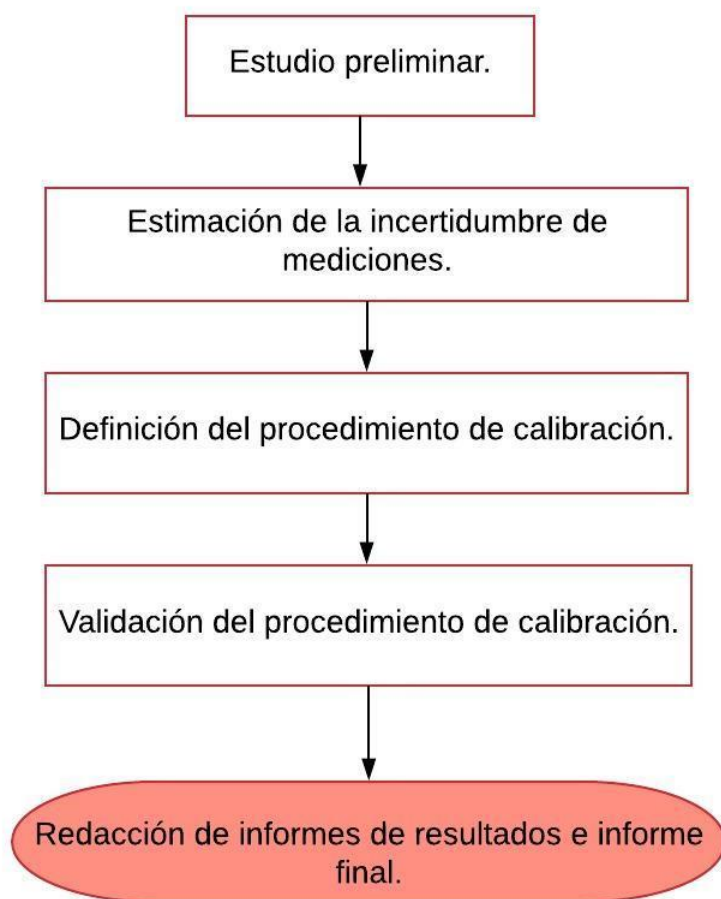
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Implementar un método de calibración que se adapte al patrón tipo vasos comunicantes y determinar el intervalo requerido de medición.
- Estimar la incertidumbre de medición al calibrar un instrumento de presión con el patrón tipo vasos comunicantes.
- Validar el procedimiento de calibración con las siguientes pruebas: prueba de precisión y prueba de veracidad.

3. METODOLOGÍA

Para la calibración de medidores de presión se utiliza la siguiente metodología para cumplir a cabalidad con los objetivos planteados, en la Figura 2 se muestran las etapas del desarrollo de la investigación:

Figura 2. Esquema de Metodología.



3.1 ESTUDIO PRELIMINAR.

La primera etapa de la investigación consiste en realizar una revisión y consulta bibliográfica de los métodos normalizados que se ajusten a los requerimientos de la calibración de medidores de presión con el patrón tipo vasos comunicantes. Esta revisión permitirá concluir acerca de si existe un método normalizado aplicable o si debido a requerimiento de la calibración es necesario introducirle modificaciones. En cuanto a la determinación del intervalo requerido de medición se realizan pruebas de ensayo y error para estimar el alcance manométrico del equipo patrón.

Con respecto a la determinación del intervalo de calibración inicial o re-calibración, se deben tener en cuenta algunos factores que influyen, como: efectos ambientales (temperatura, humedad), error máximo tolerado (ejemplo, metrología legal), sugerencia del fabricante, recomendación del INM y el más relevante el costo de calibración. Luego, se establecerán los siguientes períodos a partir del análisis de derivas de cada instrumento, y las siguientes fechas de reajuste de intervalo de calibración se establecerán teniendo en cuenta las experiencias ingenieriles y/o de conocimientos utilizados por otros laboratorios.

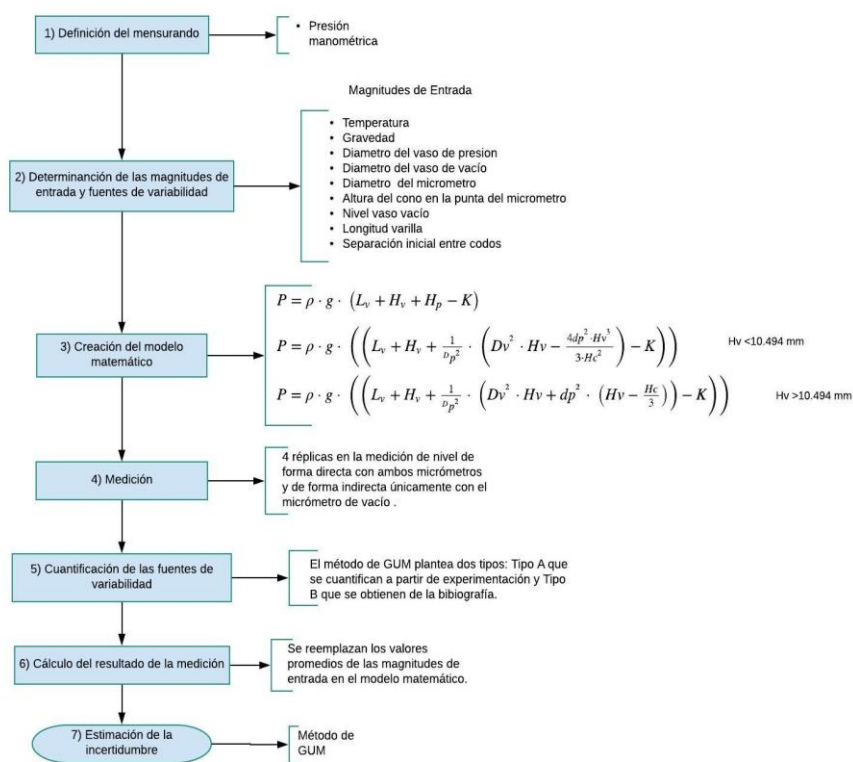
3.2 ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE.

Luego de definir el método normalizado para la calibración del equipo, se procede a la puesta en marcha del patrón para estimar la incertidumbre de las mediciones y compararlas con los estándares definidos por el laboratorio de ensayo y calibración del CDT de Gas, siendo este un laboratorio secundario que presta el servicio de calibración de medidores de bajas presiones, utilizando como equipo patrón un transmisor de presión con 0,04% de Lectura en un rango manométrico

de -62,05 kPa a < 0 kPa y un transmisor de presión 0,025% de Lectura en un rango manométrico de 0 kPa a 2,5 kPa y > 2,5 kPa a 6,9 kPa ²⁶.

Con las pruebas experimentales se obtienen los datos necesarios para determinar la incertidumbre de las mediciones por el método GUM: Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, siguiendo los pasos que contiene el Anexo A ²⁷.

Figura 3. Procedimiento de Estimación de la Incertidumbre.



Fuente: PRIETO ROJAS, Jairo y ROJAS GÓMEZ, Cristian. Disminución de la incertidumbre de un patrón tipo vasos comunicantes para calibración de presión, con un alcance manométrico de -5,2 kPa a 5,2 kPa. Trabajo de grado. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingeniería Fisicoquímica. 2018. p.15

²⁶ ONAC Certificado de Acreditación 10-LAC-013. Corporación Centro de Desarrollo Tecnológico de Gas- CDT de Gas. [En línea]. 2018.p.2,6. (Recuperado el 20 de Enero de 2019) Disponible en <http://onac.org.co/certificados/10-LAC-013.pdf>

²⁷ PRIETO ROJAS, Jairo y ROJAS GÓMEZ, Cristian. Op. Cit

En la Figura 3, se indica las magnitudes de entrada para analizar el aporte que tienen éstas sobre la incertidumbre estándar de la medición, el modelo matemático utilizado para el desarrollo del trabajo, entre otras.

3.3 DEFINICIÓN DEL PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN.

En esta etapa de la investigación se define un procedimiento de calibración utilizando vasos comunicantes como equipo bajo prueba y un procedimiento de calibración utilizando vasos comunicantes como patrón de calibración.

3.3.1 Procedimiento de calibración utilizando vasos comunicantes como equipo bajo prueba. (i) Identificación del tipo de elemento a calibrar (ii) Óptimas condiciones para calibración. (iii) Estabilidad térmica. (iv) Selección del medio adecuado para la generación de presión. (v) Selección del patrón adecuado para la calibración. (vi) Puntos de calibración. (vii) Montaje y conexiones eléctricas. (viii) Verificación de la instalación. (ix) Inicio de la calibración y toma de datos. (x) Análisis de resultados. (xi) Fin de la calibración en informe de resultados. (xii) Certificado de calibración.

3.3.2 Procedimiento de calibración utilizando vasos comunicantes como equipo patrón de calibración. (i) Identificación del tipo de elemento a calibrar. (ii) Condiciones del elemento y pruebas de funcionamiento. (iii) Selección del patrón. (iv) Selección del medio de generación de presión. (v) Estabilidad térmica. (vi) Montaje e instalación. (vii) Calentamiento de equipos. (viii) Puntos de calibración. (ix) Inicio de la calibración y toma de datos. (x) Análisis de datos. (xi) Fin de calibración. (xii) Certificado de calibración.

3.4 VALIDACIÓN DEL PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN.

Esta etapa de la investigación consiste en realizar la validación del método escogido, fundamentado en análisis estadístico con algunas pruebas de verificación, que se describen a continuación:

3.4.1 Prueba de precisión. La prueba de precisión busca demostrar que la dispersión de resultados no es mayor a la declarada para el proceso. La prueba de precisión refleja la incertidumbre del proceso, y consiste en un diseño de experimentos con un factor por modelo de efectos aleatorios, que se conoce como “prueba r&R” (de “repetibilidad” y “reproducibilidad”). El cálculo de estas dos incertidumbres se realiza utilizando la guía ASTM E691-13 ²⁸, con los siguientes pasos: (i) se realizan pruebas cambiando los factores de efectos aleatorios y así poder concluir sobre los cambios que se generan o no sobre la incertidumbre, es decir, el hecho de que haga la prueba un operario u otro hace que la incertidumbre cambie, y (ii) se evalúa cuál es valor de la incertidumbre de repetibilidad e incertidumbre de reproducibilidad ²⁹.

3.4.2 Prueba de veracidad. La veracidad se fundamenta en la comparación de la media de los resultados de un método con relación a valores conocidos. La prueba de veracidad trata de evaluar qué tan lejos está en promedio el resultado del proceso respecto del verdadero resultado de la medición ³⁰.

²⁸ ASTM E691-13 *Standard Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method*. Estados Unidos de América. 2013. p.8-10

²⁹ PG-011. Selección y validación o verificación de métodos para ensayos o calibraciones. Bucaramanga. Documento Interno de la Corporación CDT de Gas. p.6-12

³⁰ *Ibíd.*

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

4.1 ESTUDIO PRELIMINAR

Mediante la revisión y consulta bibliográfica de tres posibles métodos de calibración, EURAMET Guide No. 17: *Guidelines on the Calibration of Electromechanical and Mechanical Manometers*, éste procedimiento de calibración se utiliza para calibraciones de manómetros electromecánicos y mecánicos para medir la presión absoluta, positivos y negativas ³¹. DKD-R 6-1: Calibración de instrumentos medidores de presión, se basa establecer los requisitos mínimos para el procedimiento de calibración y la estimación de la incertidumbre de medida en la calibración de instrumentos medidores de presión. Se aplicará a manómetros de tubo Bourdon, manómetros eléctricos y transmisores de presión con salida eléctrica para la presión absoluta, presión diferencial y sobrepresión con valores negativos y positivos ³², y ME- 021: Calibración de columnas de líquido manométricas y barométricas, se concluye que este último es apropiado para calibraciones efectuadas con el equipo patrón Dwyer 1425 series Hook Gage, que se basa en un procedimiento de calibración de columnas de líquido destinadas a la medida de presión indicada mediante una escala, ya sea directa o mediante un sensor de presión. En el Anexo C se detalla el procedimiento de calibración que utiliza el método normalizado ME-021 ³³.

En relación con la determinación del intervalo de medición, se realizaron pruebas experimentales en el equipo patrón con las 12 varillas que este posee, en el

³¹ *Guidelines on the Calibration of Electromechanical and Mechanical Manometers EURAMET Calibration Guide No. 17 Version 3.0 (04/2017)*

³² DEUTSCHER Kalibrierdienst DKD-R 6-1 Calibración de instrumentos medidores de presión. 2014

³³ CENTRO DE ESPAÑA DE METROLOGÍA. Procedimiento me- 021 para la calibración de columnas de líquido mano y barométricas. España. Edición digital 1, p. 15-18

ejercicio de cada prueba se realizan 6 mediciones por varilla, donde se estima la mínima presión y la máxima presión que se genera con cada longitud de varilla. De esta manera se determina un alcance manométrico por varilla, en la Tabla 1, se muestra el alcance manométrico del equipo vasos comunicantes para presión y vacío a la longitud de varilla.

Tabla 1. Alcance manométrico para presión y vacío.

Longitud de Varilla (L_v) [mm]	Alcance manométrico para presión [kPa].	Alcance manométrico para vacío [kPa].
25	0 a 0,50	0 a -0,50
75	0,50 a 0,94	-0,50 a -0,94
125	0,94 a 1,4	-0,94 a -1,4
175	1,4 a 2,0	-1,4 a -2,0
225	2,0 a 2,4	-2,0 a -2,4
275	2,4 a 3,0	-2,4 a -3,0
325	3,0 a 3,5	-3,0 a -3,5
375	3,5 a 4,0	-3,5 a -4,0
425	4,0 a 4,4	-4,0 a -4,4
475	4,4 a 4,9	-4,4 a -4,9
525	4,9 a 5,3	-4,9 a -5,3
575	5,3 a 5,8	-5,3 a -5,8

Después de realizar las múltiples pruebas con el equipo patrón, se obtuvo un alcance manométrico de -5,8 kPa a 5,8 kPa, siendo el equipo patrón vasos comunicantes uno de los pocos que puede brindar el servicio de calibración en este rango de presión manométrica en el laboratorio de calibración y ensayo del CDT de Gas.

Se debe agregar que a partir de la implementación del servicio de calibración del equipo patrón Dwyer 1425 series Hook Gage, se decide realizar una re-calibración a los 3 años basada en recomendación directa del laboratorio de ensayo y calibración del CDT de Gas, debido a que si la calibración se realiza en menos

años esto implicaría que el equipo vasos comunicantes suspenda su servicio, generando en el laboratorio pérdidas económicas. Se sugiere que semanalmente se le controle la calidad del líquido utilizado (agua des-ionizada), ya que no debe haber ningún tipo de suciedad en el líquido para que no afecte la medición experimental.

4.2 ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE.

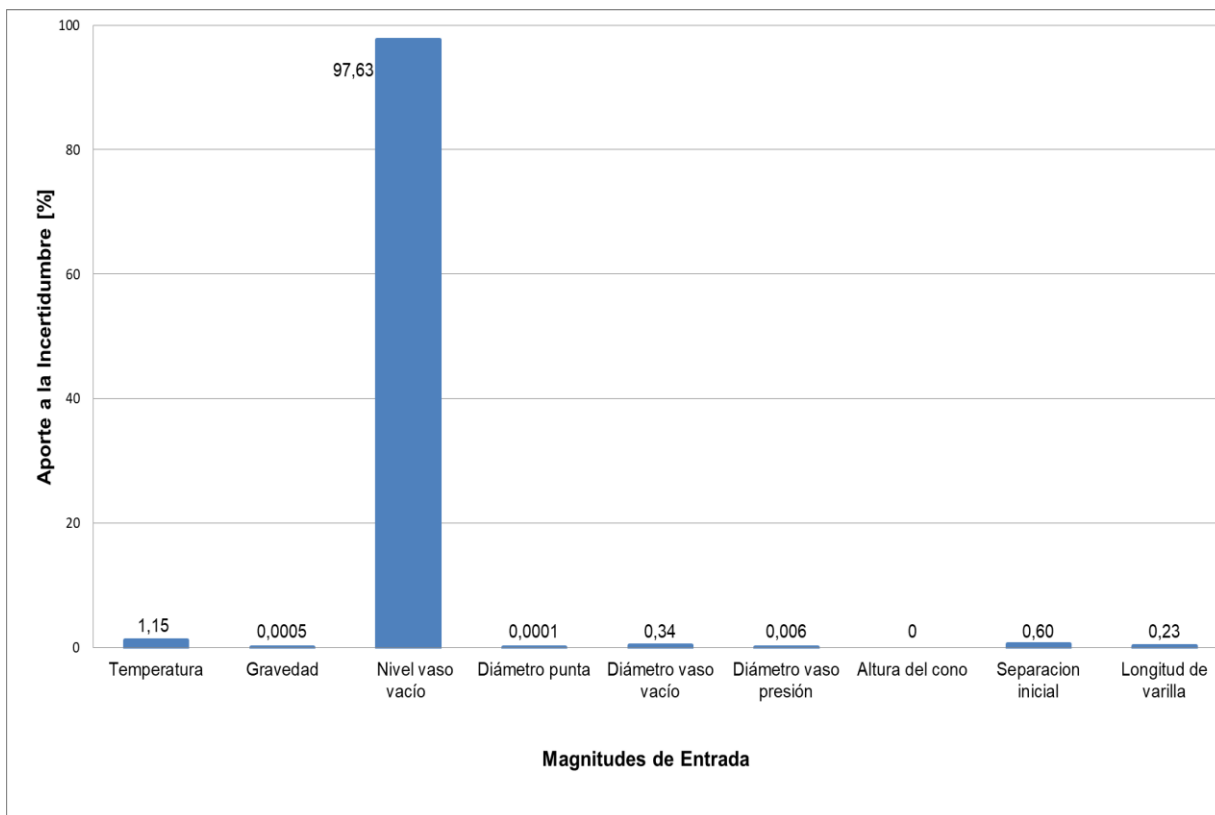
Considerando que se requiere estimar la incertidumbre del proceso de calibración cada vez que se utilice el equipo, y que el modelo de medición no cambiará frecuentemente, se desarrolló un programa en Visual Basic for Applications para Excel llamado “*Cálculo de las Incertidumbres de Medición*”, donde el operador ingresa los datos de medición y éste calculará la incertidumbre, presión o vacío generado y aportes en incertidumbre de las magnitudes de entrada. En el Anexo D se explica el funcionamiento del programa.

Además, la incertidumbre se halla por el método GUM descrito de manera general en el Anexo A. En el paso 7 y 8, se muestran las incertidumbres de las magnitudes de entrada y los coeficientes de sensibilidad respectivamente, conociendo estas variables se determina la incertidumbre global del mensurando de la siguiente manera:

$$u(P) = \sqrt{\sum_1^9 \left(\frac{\partial P}{\partial C_{S_i}} \right)^2 * u^2(x_i)} \quad Ec. 1$$

En el Anexo E se presentan los datos experimentales de presión y vacío generado. Los resultados del porcentaje de aportes globales en la incertidumbre de las magnitudes de entrada son mostrados en la Figura 4.

Figura 4. Aportes a la incertidumbre vs Magnitudes de entrada.



En la Figura 4 se observa que la incertidumbre estándar global es dominada por el nivel del vaso de vacío (H_v), debido a que la lectura de los datos experimentales se realiza visualmente y no automáticamente, esto se puede mejorar mediante capacitación de los operarios que tomen los datos experimentales del equipo vasos comunicantes y también mejorando la luminosidad del lugar donde esté ubicado el quipo. Asimismo, se alcanza a apreciar que la temperatura es el segundo factor con mayor aporte a la incertidumbre ya que el equipo patrón es muy sensible al cambio de las condiciones ambientales, considerando estas dos magnitudes las que le aportan mayor significancia a la incertidumbre y despreciables el aporte de las magnitudes restantes.

Figura 5. Incertidumbre estándar vs Longitud de varilla.

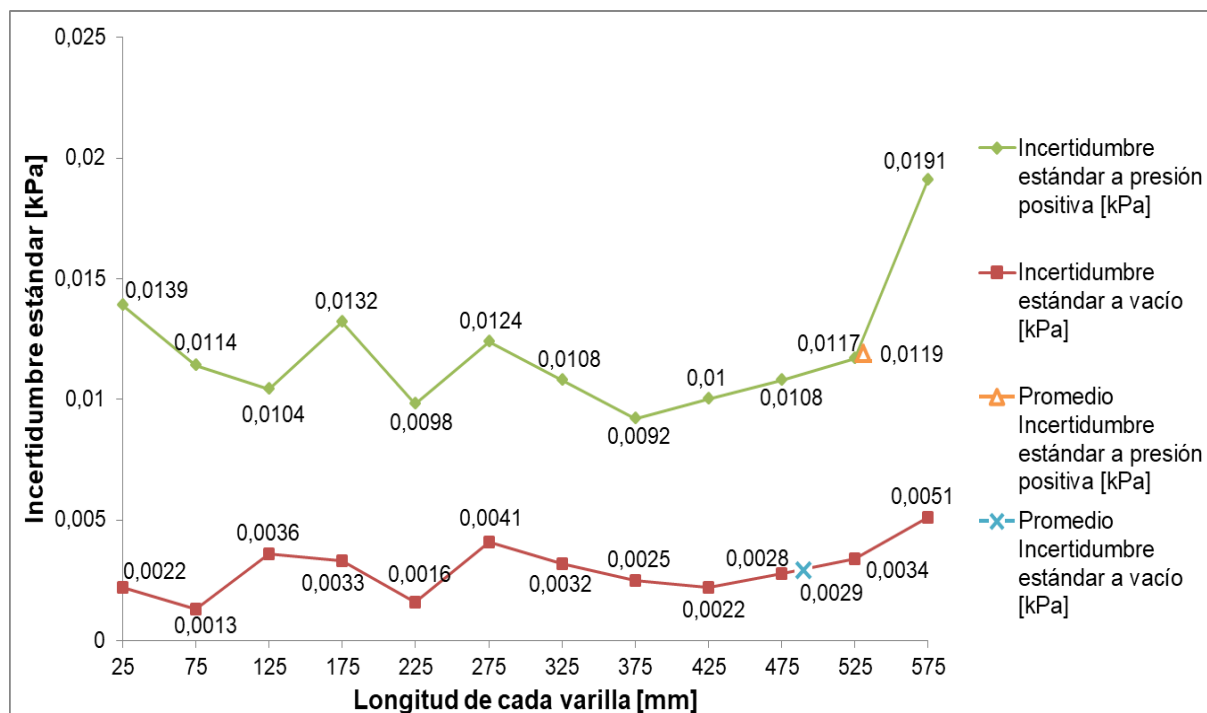


Tabla 2. Incertidumbre Estándar global.

	Incertidumbre estándar presión positiva [kPa]	Incertidumbre estándar Vacío [kPa]
Promedio Incertidumbre estándar [kPa]	0,0119	0,0029
Incertidumbre Estándar global [kPa]	0,00741	

En la Figura 5 se observan las incertidumbres estándar que se obtuvo en este proyecto para presión y vacío, y en la Tabla 2, se muestra el valor obtenido de incertidumbre estándar global es de $7,41 \times 10^{-3}$ [kPa] en las pruebas de medición realizadas, esta magnitud es aceptada, debido que al comparar este resultado con la incertidumbre de $3,032 \times 10^{-2}$ [kPa] que actualmente maneja el laboratorio del CDT de Gas con los equipos patrones mencionados en la metodología, se evidencia que el equipo patrón vasos comunicantes queda dentro de los

estándares requeridos del CDT de Gas para la prestación del servicio de calibración en el rango manométrico de -5,8 [kPa] a 5,8 [kPa].

En la Tabla 3 se presenta el alcance manométrico de las pruebas realizadas en este trabajo tanto para presión y vacío con sus respectivas incertidumbres.

Tabla 3. Alcance manométrico para presión y vacío con su respectiva Incertidumbre.

Incertidumbre Estándar [kPa]	Alcance manométrico para presión [kPa].	Alcance manométrico para vacío [kPa].
0,0081	0 a 0,50	0 a -0,50
0,0051	0,50 a 0,94	-0,50 a -0,94
0,007	0,94 a 1,4	-0,94 a -1,4
0,0091	1,4 a 2,0	-1,4 a -2,0
0,006	2,0 a 2,4	-2,0 a -2,4
0,008	2,4 a 3,0	-2,4 a -3,0
0,0072	3,0 a 3,5	-3,0 a -3,5
0,0058	3,5 a 4,0	-3,5 a -4,0
0,0065	4,0 a 4,4	-4,0 a -4,4
0,0064	4,4 a 4,9	-4,4 a -4,9
0,0074	4,9 a 5,3	-4,9 a -5,3
0,0139	5,3 a 5,8	-5,3 a -5,8

4.3 DEFINICIÓN DEL PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN.

La calibración se llevará a cabo por el método de “comparación directa”, se decide realizarlo por comparación directa debido a que el método para el procedimiento de calibración (ME-021, ver ANEXO C) sugiere que se realice así. Este procedimiento consiste en la comparación de las lecturas del instrumento bajo calibración (columna de líquido), contra las lecturas del patrón utilizado, conectado a una misma fuente de generación de presión, garantizando la hermeticidad del

sistema. El generador de presión utilizado es una bomba pistón calibradora de baja presión Dwyer serie LPCP, la cual va conectada a un sensor de presión para que el operario pueda tomar la lectura.

Cabe resaltar que todas las calibraciones que se le realice en el laboratorio al equipo patrón o a un instrumento con el equipo patrón, debe quedar debidamente documentada, de esta manera se hace evidencia al momento de solicitar la acreditación ante el Organismo Nacional de Acreditación en Colombia (ONAC).

4.4 VALIDACIÓN DEL PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN

4.4.1 Prueba de Precisión. La prueba de precisión se fundamenta en la estimación de la incertidumbre de repetibilidad y de reproducibilidad, analizando la variación que puede generar factores como la temperatura y operarios en la incertidumbre de las mediciones. Para conocer la incidencia del operario sobre la incertidumbre se realiza un diseño con modelo de efectos mixtos, donde se tienen dos variables categóricas independientes, siendo la presión la variable manipulada denominada factor fijo, la no manipulada son los operarios y se denomina factor aleatorio, y la variable de respuesta es la incertidumbre. A continuación se resume el modelo de efectos mixtos realizado en el software estadístico Minitab®18, versión con licencia de prueba para estudiantes, en el Anexo F se encuentra el modelo de efectos mixtos en su totalidad. Las unidades de los datos de las tablas ANOVA son en kPa.

Tabla 4. Componentes del Análisis de Varianza (ANOVA) para el factor aleatorio.

Fuente	Varianza	% del total	EE de la varianza	Valor Z	Valor P
Operador	0,000016	54,02%	0,000023	0,682204	0,248

Error	0,000014	45,98%	0,000003	4,123106
Total	0,00003			

Tabla 5. Componentes del Análisis de Varianza (ANOVA) para el factor fijo.

Término	GL Num	GL Den	Valor F	Valor p
Presión	12	34,01	3,58	0,002

En la Tabla 4, el valor P de Operario es 0,248 kPa, siendo este valor P mayor al nivel de significancia ($\alpha = 0,05$), es decir, se falla en rechazar la hipótesis nula. En otras palabras, no hay evidencia fuerte de que el operario influya en la incertidumbre del proceso. El valor P para el término del factor fijo (Tabla 5) es de 0,002 kPa, lo que indica que la presión tiene un efecto significativo sobre la variable de respuesta (incertidumbre).

Luego de conocer el efecto que tienen los operarios sobre la incertidumbre se realiza la prueba r&R la cual ayuda a conocer la incertidumbre de repetibilidad y de reproducibilidad. El paso a paso de la prueba r&R y los datos experimentales para la realización de los cálculos de la incertidumbre de repetibilidad (S_r) y la incertidumbre de reproducibilidad (S_R) se pueden ver en el ANEXO G. En las Tablas 6, 7 y 8 se muestra el valor de la incertidumbre de repetibilidad, la incertidumbre de reproducibilidad del equipo patrón vasos comunicantes a presiones positivas y al vacío, también las incertidumbres de repetibilidad y reproducibilidad del equipo patrón cuando se compara con un patrón de referencia aceptado.

Tabla 6. Resultados prueba r&R del equipo patrón vasos comunicantes a presiones positivas.

S_r [kPa]	0,0091
S_R [kPa]	0,1016

Tabla 7. Resultados prueba r&R del equipo patrón vasos comunicantes cuando se compara con patrón de referencia aceptado.

S_r [kPa]	0,0451
S_R [kPa]	0,1992

Tabla 8. Resultados prueba r&R del equipo patrón vasos comunicantes a presiones al vacío.

S_r [kPa]	0,0039
S_R [kPa]	0,0253

De acuerdo a los datos obtenidos en las Tablas 6, 7 y 8, se observa que la incertidumbre de reproducibilidad (S_R) es mayor que la incertidumbre de repetibilidad (S_r), la causa de esto puede ser: el efecto de operario, es decir, uno de los niveles ocasionó una incertidumbre diferente a la que causaban los demás. Puede ser, por ejemplo, que uno de los operarios lo hizo de manera menos correcta que el otro, otra causa puede ser que en algún momento de la experimentación el equipo patrón no se operó en condiciones de reproducibilidad (por ejemplo, ruidos, temperatura, estabilidad, etcétera), esto se pudo dar de forma involuntaria que con las precauciones debidas se puede mejorar.

También, se observa en las tablas 6, 7 y 8 que las incertidumbres de repetibilidad (S_r) coinciden como se esperaba con la incertidumbre estándar global ($7,41 \times 10^{-3}$ [kPa]) que se estimó en las mediciones experimentales de este proyecto. En cuanto a la incertidumbre de reproducibilidad (S_R) al compararla con la incertidumbre estándar global se evidencia una diferencia significativa y esto se puede presentar debido a que el proceso en general debe mejorar su estabilidad.

4.4.2 Prueba de Veracidad. Para la prueba de veracidad se grafica un histograma con ajuste de las incertidumbres a presión y vacío, para así poder evidenciar la media de los datos y su respectiva desviación estándar (ver ANEXO H). Luego de obtener la media experimental y de conocer la media del certificado, se realiza una comparación de estas dos por medio del sesgo y de la Prueba t para dos muestras suponiendo varianzas desiguales, en la Tabla 9 y 10 se indica la prueba t. En el ANEXO I se encuentra el paso a paso del cálculo del Sesgo y del t_{calc} .

Tabla 9. Prueba t de las medias del patrón vasos comunicantes cuando se compara con un patrón certificado a presiones de vacío.

Datos [kPa]		Prueba t para dos muestras suponiendo varianzas desiguales [kPa]	
X_C	0,00263		
X	0,00293	Varianza	1,11x10-6
S	0,00205	Varianza _C	2,48x10-5
n	96	Media	0,00293
Sesgo	0,0003	Media _C	0,0025
t_{calc}	0,0147	t_{crit}	2,2281

Donde:

t_{calc} , t observado o calculado. X_C , Valor medio del certificado de calibración del equipo de referencia. X , Valor medio de las incertidumbres experimentales. S , Desviación estándar experimental. n , Número de lecturas. Varianza_C, Varianza del certificado en la prueba t. Media_C, Media del certificado en la prueba t.

Tabla 10. Prueba t de las medias del patrón vasos comunicantes cuando se compara con un patrón certificado a presiones positivas.

Datos [kPa]		Prueba t para dos muestras suponiendo varianzas desiguales [kPa]	
X_C	0,0127		

$\bar{X}$	0,01531	Varianza	0,00026
S	0,02064	Varianza _c	1,15x10-9
N	120	Media	0,01531
Sesgo	0,00261	Media _c	0,0125
t_{calc}	0,0115	t_{crit}	2,2009

Para demostrar la veracidad del modelo se realiza una prueba t, que es una herramienta de análisis utilizado para determinar significancias estadísticas durante el proceso de validación de los métodos analíticos y para identificar errores sistemáticos. En las Tablas 9 y 10 se observa en los datos obtenidos que: $t_{calc} < t_{crit}$ es decir, se falla en rechazar la hipótesis nula, lo que significa que no existen diferencias significativas entre las medias experimentales (0,00293 [kPa] media cuando se trabaja a vacío y 0,01531 [kPa] media cuando se trabaja a presión positiva) y las medias reportadas en el certificado de calibración (0,002635 media cuando se trabaja a vacío [kPa] y 0,01531 [kPa] media cuando se trabaja a presión positiva) en ninguno de los casos analizados.

5. CONCLUSIONES

- Se decidió tomar el método normalizado ME-021 como base para el procedimiento de calibración que se implementó en el equipo vasos comunicantes y tuvo una aceptación a la hora de realizar las pruebas de validación.
- Se verificó que la incertidumbre estándar global de $7,41 \times 10^{-3}$ kPa lograda con las modificaciones implementadas previamente cumple con los requisitos de incertidumbre del laboratorio de calibración del CDT de Gas.
- La magnitud de entrada que más aporta a la incertidumbre estándar global del proceso es la medición del nivel del vaso de vacío (H_v).
- Se llevaron a cabo dos pruebas de validación del procedimiento de calibración, donde ambas pruebas estadísticas arrojaron que las mediciones realizadas en la experimentación concuerdan bien con los valores establecidos.
- La determinación de las incertidumbres de repetibilidad S_r e incertidumbre de reproducibilidad S_R , nos indican que al ser $S_R > S_r$ existe un efecto del operario en las mediciones y también indica la influencia del recinto donde se realizan las experimentaciones debido a que durante la ejecución de las pruebas no se pudo conservar la estabilidad térmica por la operación del laboratorio.

6. RECOMENDACIÓN

- Mejorar la estabilidad del proceso de calibración para que en las futuras mediciones se conserve la incertidumbre del proceso declarada.

BIBLIOGRAFÍA

ASTM E691-13 Standard Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method. Estados Unidos de América. 2013. p.8-10.

BIPM, International vocabulary of metrology - Basic and general concepts and associated terms. Tercera edición. [En línea] 2012. JCGM 200:2012. (Recuperado 15 de enero 2019) Disponible en https://www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM_200_2012.pdf (p.29)

BRIGHT HUB ENGINEERING. What is Metrology What Does Metrology Mean. [En línea]. 2019. (Recuperado el 15 de enero 2019) Disponible en <https://www.brighthubengineering.com/manufacturing-technology/63936-what-is-metrology/>.

CENTRO DE ESPAÑA DE METROLOGÍA. Procedimiento me- 021 para la calibración de columnas de líquido mano y barométricas. España. Edición digital 1, p. 15-18.

CENTRO ESPAÑOL DE METROLOGÍA. Vocabulario Internacional de Metrología Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados. 3ª edición. 2012. p.27, 56

DEUTSCHER KALIBRIERDIENST DKD-R 6-1 Calibración de instrumentos medidores de presión. 2014

GARCÍA SÁNCHEZ, Luis. Estimación de incertidumbre usando el método GUM. Bucaramanga: CDT de Gas, 2008.p.5

Guidelines on the Calibration of Electromechanical and Mechanical Manometers EURAMET Calibration Guide No. 17 Version 3.0 (04/2017)

GUM (JCGM). Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement. [En línea] Francia 2008. (Recuperado el 14 de enero 2019) Disponible en https://www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM_100_2008_E.pdf

INDOCAL. Concepto y clasificación. [En línea]. 2019. (Recuperado el 15 de enero 2019) Disponible en <https://www.indocal.gob.do/areas-tecnicas/metrologia/concepto-y-clasificacion/>

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGÍA. Consejo Nacional De Política Económica Y Social República De Colombia. [En línea] Bogotá, D.C. 2019. (Recuperado el 14 de enero 2019) Disponible en http://www.inm.gov.co/images/Normatividad/Conpes/2019/Conpes_3957.pdf

LLAMOSA R, Luis Enrique; MEZA CONTRERAS, Luis G.; BOTERO ARBELAEZ, Marcela. Estudio de repetibilidad y reproducibilidad utilizando el método de promedios y rangos para el aseguramiento de la calidad de los resultados de calibración de acuerdo con la norma técnica ntc iso/iec 17025. Pereira. Scientia et Technica Año XIII, No 35. Universidad Tecnológica de Pereira [En línea]. 2007.(Recuperado el 15 de enero de 2019) Disponible en <http://revistas.utp.edu.co/index.php/revistaciencia/article/viewFile/5479/2817> (p.456).

MARTÍNEZ LIRA, Carlos. Instalación y evaluación de un banco de manómetro para calibración de manómetros de fluidos líquidos en el rango de (0 a 60) MPa. Trabajo de grado. Guatemala: Universidad De San Carlos De Guatemala. Facultad de Ingeniería. 2010.p.18.

MENDOZA, Jairo. Aspectos de la norma NTC 17025 concernientes al diseño de software para calibración en un laboratorio de metrología. En: Scientia et Technica Año XI. Noviembre-Diciembre, 2005, vol.1 no.29., p.89

MIRANDA MARTÍN DE CAMPO, Javier. Evaluación de la incertidumbre en datos experimentales. [En línea] (Recuperado el 15 de enero 2019) Disponible en http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/CALCULODEINCERTIDUMBRESDR.JAVIERMIRANDA_26197.pdf (p.2-11)

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC-ISO/IEC 17025. Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración. Primera actualización, Bogotá D.C.: ICONTEC, 2005. p.21

ONAC Certificado de Acreditación 10-LAC-013. Corporación Centro de Desarrollo Tecnológico de Gas- CDT de Gas. [En línea]. 2018.p.2,6. (Recuperado el 20 de Enero de 2019) Disponible en <http://onac.org.co/certificados/10-LAC-013.pdf>

ORGANISMO NACIONAL DE ACREDITACIÓN DE COLOMBIA - ONAC. Directorio de acreditados [En línea]. Bogotá D.C. 2007. (Recuperado el 15 de enero 2019) Disponible en <https://onac.org.co/directorio-de-acreditados>

PG-011. Selección y validación o verificación de métodos para ensayos o calibraciones. Bucaramanga. Documento Interno de la Corporación CDT de Gas. p.6-12.

PRIETO ROJAS, Jairo y ROJAS GÓMEZ, Cristian. Disminución de la incertidumbre de un patrón tipo vasos comunicantes para calibración de presión, con un alcance manométrico de -5,2 kpa a 5,2 kpa. Trabajo de grado. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingeniería Fisicoquímica. 2018. p.15.

SAUDI ARABIAN STANDARDS ORGANIZATION. *Guide to the expression of uncertainty in measurement*. [En línea]. Reino Arabia Saudita. 2006. (Recuperado el 14 de enero 2019) Disponible en <http://chapon.arnaud.free.fr/documents/resources/stat/GUM.pdf>

SC Método Monte Carlo [En línea] (Recuperado el 11 de Marzo del 2019) Disponible en: http://www.sc.ehu.es/sbweb/fisica_/numerico/montecarlo/montecarlo.html

TANAKA, M., et al. Recommended table for the density of water between 0 and 40 Celsius degrees based on recent experimental reports. En: CCM. October-November, 2001, no.38., p.2-9.

ANEXOS

Anexo A. Proceso de estimación de incertidumbre por el método GUM para el equipo patrón vasos comunicantes³⁴.

El procedimiento de estimación de incertidumbre consta de 6 etapas, las cuales son:

1. Definición del mensurando.

Presión manométrica generada por el patrón vasos comunicantes a cierta diferencia de altura entre los niveles de agua de los vasos y a la temperatura ambiental del laboratorio CDT de Gas.

2. Determinación de las magnitudes de entrada y fuentes de variabilidad.

Tabla A. 1. Magnitudes de entrada y fuentes de variabilidad

Magnitud de Entrada	Fuentes de Variabilidad
Temperatura (T)	Dilatación térmica y tipo de liquido
Gravedad (g)	Ubicación geográfica
Nivel vaso vacío (Hv)	Lectura directa o indirecta del nivel, resolución de la lectura y nivelación del patrón.
Longitud de la varilla (Lv)	Dilatación térmica, longitud real y ángulo de desviación respecto al eje vertical.
Diámetro del vaso de presión (Dp)	Dilatación térmica.
Diámetro del vaso de vacío (Dv)	Dilatación térmica.

³⁴ PRIETO ROJAS, Jairo y ROJAS GÓMEZ, Cristian. Disminución de la incertidumbre de un patrón tipo vasos comunicantes para calibración de presión, con un alcance manométrico de -5,2 kpa a 5,2 kpa. Trabajo de grado. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingeniería Físicoquímica. 2018. p.15

Magnitud de Entrada	Fuentes de Variabilidad
Diámetro del micrómetro (dp)	Dilatación térmica.
Altura del cono en la punta del micrómetro (Hc)	Dilatación térmica.
Separación inicial entre codos (K)	Dilatación térmica, longitud real y ángulo de desviación respecto al eje vertical.

3. Creación del modelo matemático.

Se acude al principio básico de funcionamiento del patrón tipo vasos comunicantes, regido por el principio de presión hidrostática, allí se encontrará la relación entre el mensurando y las magnitudes de entrada:

$$P = \rho g (L_v + H_v + H_p - K) \quad \text{Ec. 1}$$

Como se trabaja con un solo micrómetro es necesario determinar la corrección debida al volumen ocupado por la punta del micrómetro, esta corrección depende del nivel de agua H_v y se basa en la geometría cónica y cilíndrica de esta punta.

$$V_{pun} = \frac{\pi d_p^2 H_v^3}{3 H_c^2} \quad \text{para } H_v \leq 10.494 \text{ mm}$$

$$V_{pun} = \pi d_p^2 \left(\frac{H_c}{12} + \frac{H_v}{4} \right) \quad \text{para } H_v > 10.494 \text{ mm}$$

Seguido a ello se halla el volumen de agua que es transportado del vaso de vacío al de presión.

$$V = \frac{\pi D_v^2 H_v}{4} - V_{pun}$$

Posteriormente se determina la altura del vaso de presión teniendo en cuenta la estructura cilíndrica del mismo.

$$H_p = \frac{4V}{\pi D_p^2} \quad \text{Ec. 2}$$

Finalmente, se halla la presión o el vacío generados ya con las alturas determinadas, reemplazando la ecuación 2 en 1.

$$P = \rho g \left(L_v + H_v + \frac{1}{D_p^2} \left(D_v^2 H_v - \frac{4d_p^2 H_v^3}{3H_c^2} \right) - K \right) \quad \text{para } H_v \leq 10.494 \text{ mm} \quad \text{Ec. 3}$$

$$P = \rho g \left(L_v + H_v + \frac{1}{D_p^2} \left(D_v^2 H_v + d_p^2 \left(H_v - \frac{H_c}{3} \right) \right) - K \right) \quad \text{para } H_v > 10.494 \text{ mm} \quad \text{Ec. 4}$$

El modelo matemático final para la estimación de la presión con los datos experimentales es la Ecuación 3 y Ecuación 4.

4. Medición

Se toman 4 réplicas en la medición de nivel ya sea en forma directa con ambos micrómetros o indirecta usando únicamente el micrómetro de vacío, esto a una altura específica entre codos.

5. Cuantificación de las fuentes de variabilidad.

Para cuantificar las fuentes de variabilidad el método GUM plantea dos tipos; tipo A se cuantifican a partir de experimentación, y tipo B son fuentes de variabilidad que no se hallan a partir de datos experimentales, es decir, se obtienen a partir de información proveniente de otros entes. La forma de cuantificar cada fuente de variabilidad en el patrón es la siguiente:

Temperatura (T):

Dilatación térmica u_T :

Tomando 4 réplicas de temperatura, se halla su incertidumbre experimental.

$$u_{T_{rep}} = \frac{S_{tem}}{\sqrt{n}}$$

Dónde:

S_{tem} es la desviación estándar de temperatura y n es el número de réplicas.

Luego de tener $u_{T_{rep}}$, se toma la ecuación de Tanaka para el cálculo de la densidad del agua destilada [23]:

$$\rho = a_5 * \left(1 - \frac{(T + a_1)^2 (T + a_2)}{a_3 * (T + a_4)} \right)$$

$$a_1 = -3.983035, a_2 = 301.797, a_3 = 522528.9, a_4 = 69.34881, a_5 = 999.97495$$

Posteriormente, se halla el coeficiente de sensibilidad correspondiente a la temperatura, mediante una aproximación por series de Taylor.

$$cs_T = \frac{\rho(T + u_T) - \rho(T - u_T)}{2(u_T)}$$

Dónde:

cs_T es el coeficiente de sensibilidad.

Para finalizar se calcula su incertidumbre:

$$u_T = \sqrt{(u_{Tres})^2 + (u_{Trep})^2}$$

Gravedad (g):

La variabilidad de la gravedad se ve afectada por la ubicación geográfica. El dato es obtenido a partir de una fuente tipo B, obtenida del Physikalisch Technische Bundesanstalt (PTB) de Alemania, por lo cual $u_g = 0.000012 \text{ m/s}^2$.

Nivel vaso presión (H_p):

Lectura directa o indirecta del nivel:

El cálculo de u_{H_p} varia con cada propuesta o sistema de medición, por esto se encuentra especificado en cada una de ellas.

Nivel vaso vacío (H_v):

Lectura directa del nivel:

$$u_{H_v \text{ rep}} = \frac{S_{Hv}}{\sqrt{n}}$$

Dónde:

S_{Hv} es la desviación estándar, n es el número de réplicas.

Resolución de la lectura:

$$u_{H_v \text{ res}} = \frac{+a + (-a)}{\sqrt{12}}$$

Dónde:

$-a$, es el menor valor del rango posible y $+a$ es el mayor valor del rango posible.

Posteriormente se halla la incertidumbre total atribuida al nivel del vaso de vacío.

$$u_{H_v} = \sqrt{(u_{H_{vrep}})^2 + (u_{H_{vres}})^2}$$

Nivelación del patrón (N):

Se basa en la máxima desviación que pueden tener las lecturas de nivel en los vasos por un desnivel en el patrón.

$$u_{Nrep} = \frac{S_N}{\sqrt{n}}$$

Dónde:

S_N es la desviación estándar y n es el número de réplicas.

Luego se tiene en cuenta la resolución del dispositivo para medir el nivel.

$$u_{Nres} = \frac{+a + (-a)}{\sqrt{12}}$$

Dónde:

$-a$ es el menor valor del rango posible y $+a$ es el mayor valor del rango posible.

Posteriormente se halla la incertidumbre total atribuida a la nivelación del patrón.

$$u_N = \sqrt{(u_{N_{rep}})^2 + (u_{N_{res}})^2}$$

Dónde:

u_N Incertidumbre debida al nivel.

Longitud de la varilla (L_v):

Dilatación térmica:

Se tiene en cuenta para cambios de temperatura en el sitio de medición, tomando n réplicas se halla la incertidumbre experimental.

$$u_{T_{rep}} = \frac{S_{tem}}{\sqrt{n}}$$

Dónde:

S_{tem} es la desviación estándar temperatura y n es el número de réplicas.

Luego de haber definido (T_{exp}) se halla el coeficiente partiendo del modelo de expansión térmica:

$$\Delta L = \alpha * L_v * \Delta T$$

$$\frac{\Delta L}{\Delta T} = c.Expan = \alpha * L_v$$

Dónde:

ΔT es la variación de la temperatura, ΔL es la dilatación térmica, $c.Expan$ es el coeficiente sensibilidad de expansión térmica, L_v es la longitud real de la varilla, α es el coeficiente de expansión para el acero.

Luego se halla la incertidumbre debida a la expansión térmica.

$$(u_{L_v tem})^2 = c.expan^2 * -(u_{Trep})^2$$

Longitud real:

Se cuantifica como tipo B y varía para cada varilla:

$$u_{L_v cert}$$

Dónde: $_{Lvcert}$ es la incertidumbre de certificado.

Ángulo de desviación respecto al eje vertical:

Se toman cuatro datos de la mayor desviación posible, partiendo de estos datos y teniendo la longitud real de las varillas se halla el valor real en el eje vertical aplicando teorema de Pitágoras.

$$h^2 = a^2 + b^2$$

Dónde:

a^2 es la desviación horizontal, b^2 es la longitud real de la varilla, h^2 es el valor real eje vertical.

Luego se hallan La diferencia entre h y b , lo que cuantifica la posible falla en la medición.

$$u_{L_{v rep}} = \frac{S_{h-b}}{\sqrt{n}}$$

Dónde:

S_{h-b} es la desviación estándar de diferencia entre h y b , n es el número de réplicas.

También se tiene en cuenta la resolución:

$$u_{L_{v res}} = \frac{+a + (-a)}{\sqrt{12}}$$

Dónde:

$-a$ es el menor valor del rango posible y $+a$ es el mayor valor del rango posible.

Para finalizar se calcula su incertidumbre, esta incertidumbre varía con cada varilla.

$$u_{L_v} = \sqrt{(u_{L_{v res}})^2 + (u_{L_{v rep}})^2}$$

Separación inicial entre codos:

Su cálculo de incertidumbre se realiza de la misma manera que la longitud de la varilla L_v hallado anteriormente, pero únicamente para la varilla de 25 mm de longitud.

6. Cálculos de resultado de medición

7.

Se reemplazan los valores promedio o medias muestrales de las magnitudes de entrada en el modelo matemático:

$$P = \bar{\rho} \bar{g} (\bar{L}_v + \bar{H}_v + \bar{H}_p - \bar{K})$$

8. Incertidumbre de las magnitudes de entrada.

Para la incertidumbre de cada magnitud de entrada, la forma en que se combinan sus fuentes de variabilidad es la siguiente:

Tabla A. 2. Incertidumbre en magnitudes de entrada

Magnitud de Entrada	Fuentes de Variabilidad
Temperatura (T)	$u_T = \sqrt{(u_{Tres})^2 + (u_{Trep})^2}$
Gravedad (g)	$u_g = 0.000012$
Nivel vaso vacío (H_v)	$u_{H_v} = \sqrt{(u_{H_{vrep}})^2 + (u_{H_{vres}})^2}$
Longitud de la varilla (L_v)	$u_{L_v} = \sqrt{(u_{L_{vres}})^2 + (u_{L_{vrep}})^2}$
Diámetro del vaso de presión (D_p)	$u_{D_p} = 0.00000300139$
Diámetro del vaso de vacío (D_v)	$u_{D_v} = 0.0000159463$
Diámetro del micrómetro (d_p)	$u_{d_p} = 0.00000397911$
Altura del cono en la punta del micrómetro (H_c)	$u_{H_c} = 0.0000312783$
Separación inicial entre codos (K)	$u_K = 0.0000105314$

9. Estimación de la incertidumbre combinada.

Para el cálculo de la incertidumbre global, es necesario determinar primero los coeficientes de sensibilidad aplicando la primera derivada ya sea numérica o analítica al modelo de medición respecto a cada magnitud de entrada. El valor de estos coeficientes dependerá del sistema de medición.

Tabla A. 3. Coeficientes de sensibilidad en magnitudes de entrada

Magnitud de Entrada	Coeficientes de sensibilidad
Temperatura (T)	$\frac{\partial P}{\partial T} = \frac{P(T + u(T)) - P(T - u(T))}{2 u(T)}$
Gravedad (g)	$\frac{\partial P}{\partial g} = \frac{P(g + u(g)) - P(g - u(g))}{2 u(g)}$
Nivel vaso vacío (Hv)	$\frac{\partial P}{\partial H_v} = \frac{P(H_v + u(H_v)) - P(H_v - u(H_v))}{2 u(H_v)}$
Longitud de la varilla (Lv)	$\frac{\partial P}{\partial L_v} = \frac{P(L_v + u(L_v)) - P(L_v - u(L_v))}{2 u(L_v)}$
Diámetro del vaso de presión (Dp)	$\frac{\partial P}{\partial D_p} = \frac{P(D_p + u(D_p)) - P(D_p - u(D_p))}{2 u(D_p)}$
Diámetro del vaso de vacío (Dv)	$\frac{\partial P}{\partial D_v} = \frac{P(D_v + u(D_v)) - P(D_v - u(D_v))}{2 u(D_v)}$
Diámetro del micrómetro (dp)	$\frac{\partial P}{\partial d_p} = \frac{P(d_p + u(d_p)) - P(d_p - u(d_p))}{2 u(d_p)}$
Altura del cono en la punta del micrómetro (Hc)	$\frac{\partial P}{\partial H_c} = \frac{P(H_c + u(H_c)) - P(H_c - u(H_c))}{2 u(H_c)}$
Separación inicial entre codos (K)	$\frac{\partial P}{\partial K} = \frac{P(K + u(K)) - P(K - u(K))}{2 u(K)}$

Finalmente, se halla la incertidumbre global:

$$u(P) = \sqrt{\sum_1^9 \left(\frac{\partial P}{\partial CS_i} \right)^2 * u^2(x_i)}$$

Dónde:

(P) es la Incertidumbre combinada, $\frac{\partial P}{\partial CS_i}$ es el Coeficiente de sensibilidad, $u^2(x_i)$ es la Incertidumbre para la magnitud de entrada i .

10. Presupuesto de incertidumbre.

El presupuesto de incertidumbre es un indicador de la influencia que tiene cada magnitud de entrada en las mediciones, se halla de la siguiente manera:

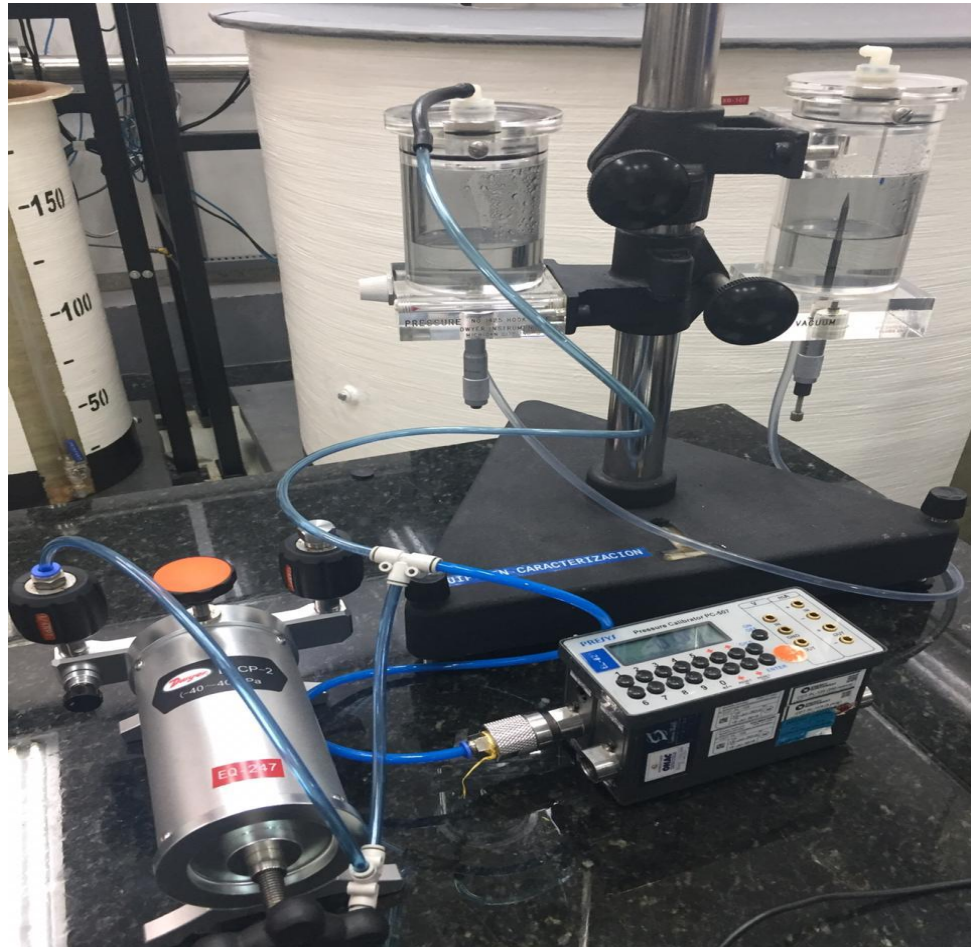
$$\%aporte(x_i) = \frac{u^2(x_i) \left(\frac{\partial P}{\partial CS_i} \right)^2}{u^2(P)} * (100)$$

Dónde:

$\%aporte(x_i)$ es el aporte a la incertidumbre por parte de la magnitud de entrada x_i , $\frac{\partial P}{\partial CS_i}$ es el Coeficiente de sensibilidad, $u^2(P)$ es la Incertidumbre combinada.

Anexo B. Esquema del montaje experimental del equipo patrón vasos comunicantes

Figura B. 1. Montaje experimental del equipo patrón.



**Anexo C. Descripción detallada del método normalizado utilizado en la
calibración del equipo patrón Dwyer 1425 series Hook Gage, ME-021:
Calibración de columnas de líquido mano y barométricas [22],**

1. Descripción

1.1. Equipo y materiales

1.1.1. Patrones

Se utilizará un patrón de presión o varios si fuera necesario dependiendo del rango. La incertidumbre del patrón será adecuada a la incertidumbre máxima esperada en la calibración. Deberá tener vigente su certificado de calibración trazable a un laboratorio nacional o acreditado.

1.1.2. Controlador de Presión

Se dispondrá de un sistema que genere las presiones necesarias de forma lenta y suave y las pueda mantener de forma estable.

1.1.3. Medidores de condiciones ambientales

Se utilizarán para controlar las condiciones del laboratorio. En especial se tendrá un termómetro calibrado con incertidumbre de uso de $0,1^{\circ}\text{C}$ ($k=2$).

1.1.4. Accesorios

Se dispondrá de los tubos y racores adecuados para el rango de presiones y un nivel u otro sistema para asegurar la verticalidad e la escala.

1.2. Operaciones previas

1.2.1. Identificación

Se comprobará que el instrumento está identificado con su marca, modelo y número de serie o código del propietario y se tomará nota de estos datos. Si está sin identificar se le asignará una identificación que se le fijará adecuadamente. Se tomará nota también de cualquier posible anomalía y se informará al cliente de ésta.

1.2.2. Emplazamiento

En la sala de calibración las condiciones ambientales estarán suficientemente controladas, en especial la temperatura y serán adecuadas para el buen funcionamiento de los instrumentos. El nivel de vibración será tal que no afecte a los instrumentos.

1.2.3. Comprobaciones iniciales

Se asegurará la verticalidad de la escala de la columna y la limpieza del líquido de la columna. Se colocará el nivel de referencia del instrumento patrón al mismo nivel de referencia que la columna (comienzo de la escala) o si no se medirá esta diferencia de alturas de forma adecuada (con los micrómetros de profundidad).

También se verificará la ausencia de fugas en el circuito comprobando la estabilidad de la indicación del patrón. En el caso de que haya fuga se buscará con la ayuda de una solución jabonosa.

1.2.4. Periodo de estabilización

Antes de la calibración la columna tendrá que conseguir la estabilidad térmica con el ambiente de la sala. Para ello será recomendable al menos doce horas.

1.3. Procedimiento de calibración

La calibración se llevará a cabo por el método de comparación directa entre las indicaciones de la columna y el instrumento patrón. Se conectarán la columna y el instrumento patrón entre sí con los tubos y racores adecuados y de igual forma a un controlador o generador de presión que sea capaz de generar las presiones requeridas.

1.3.1. Modo de Operación

Se irá introduciendo presión en el circuito con el generador hasta que la indicación del instrumento patrón corregida se aproxime a la presión nominal deseada y se ajustará la presión hasta que el instrumento patrón dé la lectura de forma estable. Después se tomará la lectura de columna tomando como referencia la parte superior del menisco de la columna de medida así como la temperatura. En columnas con ajuste del nivel de referencia se ajustará éste antes de tomar la lectura. Siempre se medirá con el menisco curvado hacia arriba y este hecho se hará constar en el certificado.

1.3.2. Puntos de calibración

La calibración se realizará en cuatro ciclos y cada ciclo estará constituido por cuatro puntos o más incluyendo el más alto y el más bajo del rango de medida y tomados primero en sentido creciente y luego en sentido decreciente. Estos puntos podrán ser elegidos por el cliente.

1.4. Toma y tratamiento de datos

1.4.1. Toma de datos

Todos los datos estarán recogidos en su correspondiente registro de calibración. Entre ellos estarán como mínimo los siguientes:

- a) Código de identificación de la calibración y procedimiento.
- b) Identificación del instrumento patrón y su resolución.
- c) Identificación de la columna y resolución de la escala.
- d) Indicaciones del instrumento patrón P , H_v y la temperatura ambiente t_a .
- e) Condiciones ambientales durante la calibración.
- f) Fluido utilizado.
- g) Fechas de realización.
- h) Técnico que la realizó.
- i) Correcciones a realizar.

1.4.2. Tratamiento de datos

1.4.3. Cálculo de incertidumbre

El cálculo de incertidumbres se realizará aplicando los criterios establecidos en el método GUM. En el Anexo A se muestra el procedimiento a tener en cuenta para el cálculo de la incertidumbre por el método dicho anteriormente.

Anexo D. Funcionamiento del programa para la Estimación de la Incertidumbre en Visual Basic.

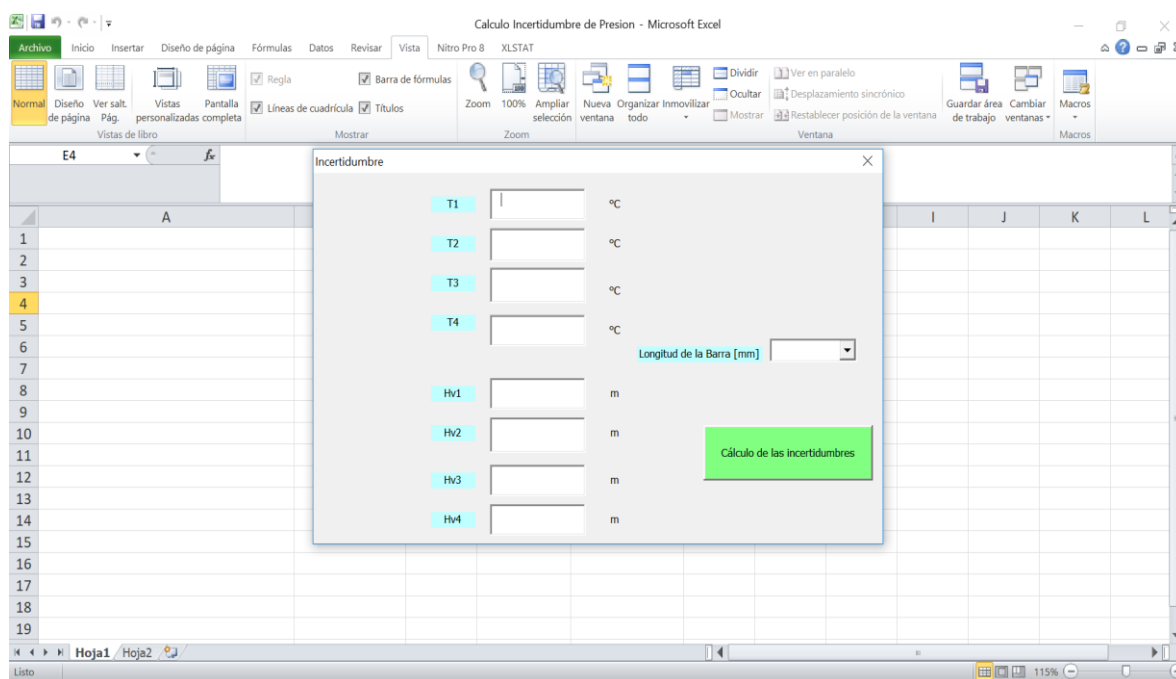
El esquema de la estructura de la plantilla asegura que los datos expresados en una celda son los requeridos para ella. Esta plantilla se realiza de tal forma que los datos se ingresan por orden, agrupados según la variable con sus respectivas réplicas. A demás se debe especificar que los datos de cada replica (cuatro réplicas) son tomados en días distintos manteniendo una misma presión.

- **Cifras Decimales y Redondeo.** Al momento de realizar la plantilla se utiliza el comando double, éste admite catorce decimales y números enteros.
- **Extensión de las Hojas de Cálculo.** La plantilla se estructura dentro de la hoja de cálculo de manera tal que crezca hacia el lado, un máximo de 12 registros. Si se desean ingresar más de 12 registros se debe repartir en varias hojas de cálculo. Por último, las hojas que no se usen deben ser eliminadas.
- **Formato de Celdas.** En la hoja de cálculo, al ejecutar el programa, en las celdas se especifica en qué unidades se está arrojando cada resultado.
- **Información de Identificación.** Cuando la plantilla sea desarrollada para calibraciones debe aparecer un rotulo que contenga la información del instrumento, por ejemplo: cliente, estación, instrumento, estado, fabricante, clase, intervalo de medida, fecha de calibración, etc. Este rotulo y la plantilla deben ubicarse en hojas de cálculo diferentes, el rotulo debe aparecer en la hoja anterior a la de la plantilla. Si el desarrollador lo prefiere, la plantilla puede ir acompañada del rotulo, siempre y cuando este se coloque en la parte superior izquierda de la hoja y antes de la plantilla. Cada una de las hojas del

libro de Excel debe ser identificada con un nombre significativo. La plantilla de cálculo será guardada con un número consecutivo seguido de una o dos palabras que representen su utilidad.

ESQUEMA DE LA PLANTILLA

Figura D.1. Esquema de la plantilla del programa para la estimación de la incertidumbre.



Anexo E. Datos experimentales y cálculo del análisis preliminar.

Tabla E. 1. Datos experimentales de nivel y temperatura generando presión.

Datos experimentales de nivel y temperatura generando presión				
Varilla [mm]	Hv₁ [m]	Hv₂ [m]	Hv₃ [m]	Hv₄ [m]
25	0,0149	0,0185	0,0201	0,0232
75	0,0042	0,0095	0,0136	0,0210
125	0,0046	0,0096	0,0154	0,0218
175	0,0048	0,0101	0,0161	0,0227
225	0,0065	0,0111	0,0154	0,0221
275	0,0053	0,0092	0,0141	0,0226
325	0,0058	0,0102	0,0158	0,0211
375	0,0045	0,0106	0,0156	0,0224
425	0,0051	0,0094	0,0143	0,0232
475	0,0052	0,0096	0,0152	0,0209
525	0,0048	0,0089	0,0140	0,0201
575	0,0040	0,0084	0,0136	0,0188
Temperatura [°C]	21,2	21	20	20,8

Tabla E. 2. Datos experimentales de nivel y temperatura generando vacío.

Datos experimentales de nivel y temperatura generando Vacío				
Varilla [mm]	Hv₁ [m]	Hv₂ [m]	Hv₃ [m]	Hv₄ [m]
25	0,0120	0,0184	0,0224	0,0231
75	0,0029	0,0075	0,0136	0,0213
125	0,0041	0,0092	0,0142	0,0231
175	0,0009	0,0079	0,0136	0,0203
225	0,0034	0,0090	0,0152	0,0212
275	0,0010	0,0063	0,0118	0,0197
325	0,0016	0,0084	0,0155	0,0220
375	0,0037	0,0097	0,0161	0,0223

Datos experimentales de nivel y temperatura generando Vacío				
Varilla [mm]	Hv ₁ [m]	Hv ₂ [m]	Hv ₃ [m]	Hv ₄ [m]
425	0,0020	0,0081	0,0143	0,0217
475	0,0022	0,0076	0,0135	0,0197
525	0,0054	0,0110	0,0140	0,0212
575	0,0048	0,0117	0,0182	0,0221
Temperatura [°C]	21,2	21	20	20,8

Anexo F. Modelo de Efectos Mixtos: Incertidumbre vs Operario; Presión.

Método

Estimación de la varianza Máxima verosimilitud restringida

GL para efectos fijos Kenward-Roger

Información del factor

Factor	Tipo	Niveles	Valores
Operador	Aleatorio	2	1; 2
Presión	Fijo	13	0,50437; 0,55041; 1,04806; 1,51442; 2,03206; 2,48674; 2,98400; 3,47934; 3,95772; 4,45098; 4,95734; 5,79963; 5,79963

Componentes de la varianza

Fuente	Var	% del total	EE de la var.	Valor Z	Valor p
Operador	0,000016	54,02%	0,000023	0,682204	0,248
Error	0,000014	45,98%	0,000003	4,123106	0,000
Total	0,000030				

$-2 \log \text{likelihood} = -267,975871$

Pruebas de efectos fijos

Término	GL Num	GL Den	Valor F	Valor p
Presión	12,00	34,01	3,58	0,002

Resumen del modelo

	S	R-cuad.	R-cuad. (ajustado)
	0,0036912	69,57%	59,14%

Coeficientes

Término	Coef	EE del coef.	GL	Valor T	Valor p
Constante	0,012309	0,002887	1,01	4,264250	0,145
Presión					
0,50437	0,001772	0,001792	34,00	0,988685	0,330
0,55041	-0,000862	0,001792	34,00	-0,480833	0,634
1,04806	-0,001930	0,001792	34,00	-1,076755	0,289
1,51442	0,002075	0,001792	34,00	1,157901	0,255
2,03206	-0,002207	0,001792	34,00	-1,231280	0,227
2,48674	-0,000171	0,001792	34,00	-0,095275	0,925
2,98400	-0,001326	0,001792	34,00	-0,739927	0,464
3,47934	-0,003506	0,001792	34,00	-1,956085	0,059
3,95772	-0,001905	0,001792	34,00	-1,063076	0,295
4,45098	-0,001791	0,001792	34,00	-0,999249	0,325
4,95734	-0,000795	0,001792	34,00	-0,443382	0,660
5,79963	-0,001394	0,003486	34,05	-0,399950	0,692

Ajustes y diagnósticos condicionales para observaciones poco comunes

Obs	Incer	Ajuste	Resid	Resid est.	
2	0,016373	0,008669	0,007704	2,443875	R
24	0,013702	0,021570	-0,007868	-2,685678	R
36	0,034110	0,027127	0,006983	2,333025	R
37	0,008473	0,016860	-0,008387	-2,660640	R
47	0,020605	0,014293	0,006312	2,002198	R

Residuo grande R

Anexo G. Guía ASTM E691- 13. Determinación de la prueba r&R y Datos experimentales para realizar la prueba de precisión basada en la prueba r&R.

Guía ASTM E691- 13. Determinación de la prueba r&R

Lo primero que se calcula es la media de las mediciones experimentales, utilizando la siguiente ecuación:

$$\bar{x} = \sum_{1}^n \frac{x}{n}$$

Dónde: x son los datos experimentales de la incertidumbre, $\bar{x}$ es la media de las incertidumbres y n es el número de resultados de presión (en este caso es 12).

Luego de conocer las medias de las incertidumbres, se calcula la desviación estándar de todas las mediciones con la siguiente ecuación:

$$S = \sqrt{\sum_{1}^n \frac{(x - \bar{x})^2}{(n - 1)}}$$

Dónde: S es la desviación estándar de las mediciones.

Se realiza el cálculo de la media del promedio de los datos experimentales, con la siguiente ecuación:

$$\bar{\bar{x}} = \sum_1^n \frac{\bar{x}}{p}$$

Dónde: $\bar{\bar{x}}$ Promedio de las mediciones promedio de la incertidumbre, p es el número de operarios (en este caso es 2).

Conociendo el promedio de las mediciones promedio de la incertidumbre y la media de las incertidumbres, se calcula la desviación que tienes estos datos con la siguiente ecuación:

$$d = \bar{x} - \bar{\bar{x}}$$

Dónde: d es la desviación.

Con la siguiente ecuación se calcula la desviación estándar de los promedios ($S_{\bar{x}}$).

$$S_{\bar{x}} = \sqrt{\sum_1^p \frac{d^2}{(p-1)}}$$

Para el cálculo de la incertidumbre de repetibilidad S_r , se utiliza la siguiente ecuación:

$$S_r = \sqrt{\sum_1^p \frac{S^2}{p}}$$

Para el cálculo de la incertidumbre de reproducibilidad S_R , se debe primero calcular un valor provisional de la desviación estándar de la reproducibilidad S_R^* .

$$S_R^* = \sqrt{S_{\bar{x}}^2 + \frac{(n-1) * S_r^2}{n}}$$

El valor que tome S_R , será el mayor valor entre la incertidumbre de repetibilidad S_r y el valor provisional de desviación estándar de la reproducibilidad S_R^* .

El valor de h y k se calcula mediante las siguientes ecuaciones:

$$h = \frac{d}{S_{\bar{x}}} \quad ; \quad k = \frac{S}{S_r}$$

Dónde: h estadística de consistencia inter-laboratorio y k estadística de consistencia intra-laboratorio.

Por último, se calcula el porcentaje de relación entre la repetibilidad y la reproducibilidad $\%r\&R$, utilizando la siguiente ecuación:

$$\%r\&R = \sqrt{(\% \text{ Repetibilidad})^2 + (\% \text{ Reproducibilidad})^2}$$

Datos experimentales para realizar la prueba de precisión basada en la prueba r&R.

Tabla G. 1. Pruebas experimentales del equipo patrón a presiones positivas.

OPERARIO	PRESIONES POSITIVAS [kPa]											
	0,5044	0,5504	1,0481	1,5144	2,0321	2,4867	2,9840	3,4793	3,9577	4,4510	4,9573	5,7996
1	0,0169	0,0164	0,0064	0,0120	0,0101	0,0109	0,0121	0,0046	0,0095	0,0078	0,0046	0,0081
	0,0133	0,0069	0,0056	0,0081	0,0076	0,0076	0,0051	0,0055	0,0066	0,0063	0,0100	0,0137
	0,0177	0,0115	0,0148	0,0200	0,0101	0,0141	0,0126	0,0129	0,0122	0,0152	0,0108	0,0341
	0,0085	0,0111	0,0147	0,0174	0,0126	0,0160	0,0141	0,0122	0,0133	0,0128	0,0206	0,0280
2	0,0159	0,0169	0,0056	0,0110	0,0093	0,0118	0,0113	0,0111	0,0085	0,0088	0,0051	0,0071
	0,0125	0,0061	0,0065	0,0046	0,0066	0,0086	0,0061	0,0045	0,0058	0,0055	0,0109	0,0090

PRESIONES POSITIVAS [kPa]												
OPERARIO	0,5044	0,5504	1,0481	1,5144	2,0321	2,4867	2,9840	3,4793	3,9577	4,4510	4,9573	5,7996
	0,0167	0,0107	0,0158	0,0190	0,0106	0,0133	0,0118	0,0116	0,0112	0,0161	0,0100	0,0331
	0,0095	0,0116	0,0139	0,0137	0,0116	0,0169	0,0133	0,0112	0,0125	0,0138	0,0211	0,0196

Tabla G. 2. Datos calculados en la prueba r&R a presiones positivas.

$\bar{X}$	S	d	h	K
0,0099	0,0040	-0,0376	-0,3713	0,4419
0,0080	0,0029	-0,0395	-0,3902	0,3163
0,0155	0,0065	-0,0320	-0,3165	0,7166
0,0151	0,0051	-0,0324	-0,3202	0,5619
0,0102	0,0036	-0,0373	-0,3688	0,3981
0,0072	0,0025	-0,0403	-0,3981	0,2754
0,0150	0,0064	-0,0325	-0,3215	0,7036
0,0141	0,0035	-0,0335	-0,3306	0,3822

Tabla G. 3. Resultados prueba r&R del equipo patrón vasos comunicantes a presiones positivas.

$\bar{\bar{X}}$	0,0475
$S_{\bar{X}}$	0,1012
Niveles (n)	12
p	2
S_R^*	0,1016

Tabla G. 4. Pruebas experimentales del equipo patrón vasos comunicantes cuando se compara con un patrón certificado a presiones positivas.

PRESIONES POSITIVAS EQUIPO PATRÓN A PATRÓN CERTIFICADO [kPa]												
OPERARIO	0,4431	0,6626	1,1829	1,6602	2,1623	2,6484	3,1507	3,6465	4,1126	4,6197	5,1157	5,7937
1	0,0101	0,0581	0,0553	0,0023	0,0036	0,0007	0,0005	0,0009	0,0010	0,0013	0,0016	0,0024
	0,0112	0,0345	0,0343	0,0071	0,0072	0,0052	0,0031	0,0033	0,0043	0,0043	0,0015	0,0012
	0,0121	0,0112	0,0263	0,0082	0,0084	0,0057	0,0056	0,0518	0,0041	0,0092	0,0054	0,0018
	0,0245	0,0312	0,0401	0,0228	0,0172	0,0104	0,0097	0,0063	0,0168	0,0082	0,0298	0,0036

PRESIONES POSITIVAS EQUIPO PATRÓN A PATRÓN CERTIFICADO [kPa]												
OPERARIO	0,4431	0,6626	1,1829	1,6602	2,1623	2,6484	3,1507	3,6465	4,1126	4,6197	5,1157	5,7937
	0,0160	0,0780	0,0917	0,0295	0,0159	0,0165	0,0152	0,0070	0,0058	0,0093	0,0023	0,0053
2	0,0079	0,0482	0,0464	0,0074	0,0055	0,0044	0,0028	0,0044	0,0038	0,0037	0,0007	0,0017
	0,0127	0,0218	0,0214	0,0079	0,0059	0,0046	0,0030	0,0036	0,0045	0,0037	0,0046	0,0010
	0,0254	0,0113	0,0193	0,0183	0,0146	0,0106	0,0060	0,0059	0,0085	0,0096	0,0079	0,0020
	0,0174	0,0546	0,0658	0,0254	0,0213	0,0133	0,0160	0,0062	0,0082	0,0120	0,0037	0,0054
	0,0065	0,1083	0,1159	0,0203	0,0153	0,0052	0,0069	0,0036	0,0039	0,0031	0,0034	0,0063

Tabla G.5. Datos calculados en la prueba r&R del patrón vasos comunicantes cuando se compara con un patrón certificado.

$\bar{X}$	S	d	h	k
0,0115	0,0208	-0,0651	-0,3345	0,4599
0,0098	0,0116	-0,0668	-0,3433	0,2560
0,0125	0,0135	-0,0640	-0,3293	0,2999
0,0184	0,0109	-0,0581	-0,2989	0,2406
0,0244	0,0291	-0,0522	-0,2682	0,6439
0,0114	0,0166	-0,0651	-0,3349	0,3668
0,0079	0,0068	-0,0686	-0,3528	0,1506
0,0116	0,0064	-0,0649	-0,3337	0,1421
0,0208	0,0195	-0,0558	-0,2867	0,4317
0,0249	0,0403	-0,0516	-0,2655	0,8927

Tabla G. 6. Resultados prueba r&R del equipo patrón vasos comunicantes a otro patrón.

$\bar{\bar{X}}$	0,0765
$S_{\bar{X}}$	0,1945
<i>Niveles (n)</i>	12
p	2
S_R^*	0,1992

Tabla G. 7. Pruebas experimentales del equipo patrón vasos comunicantes a presiones al vacío.

OPERARIO	PRESIONES AL VACÍO [kPa]											
	0,4785	0,5418	1,0476	1,4818	2,0137	2,4599	2,9586	3,4824	3,9412	4,4340	4,9667	5,7976
1	0,0027	0,0002	0,0030	0,0027	0,0010	0,0019	0,0042	0,0025	0,0033	0,0006	0,0060	0,0033
	0,0048	0,0004	0,0004	0,0024	0,0015	0,0025	0,0015	0,0018	0,0025	0,0008	0,0014	0,0084
	0,0007	0,0032	0,0068	0,0055	0,0008	0,0069	0,0043	0,0044	0,0022	0,0034	0,0049	0,0103
	0,0004	0,0010	0,0041	0,0048	0,0043	0,0039	0,0034	0,0024	0,0027	0,0046	0,0006	0,0050
2	0,0017	0,0007	0,0022	0,0017	0,0002	0,0028	0,0034	0,0032	0,0023	0,0016	0,0065	0,0023
	0,0040	0,0012	0,0013	0,0014	0,0005	0,0035	0,0025	0,0008	0,0017	0,0016	0,0023	0,0004
	0,0017	0,0024	0,0078	0,0045	0,0013	0,0061	0,0035	0,0033	0,0012	0,0043	0,0041	0,0093
	0,0014	0,0015	0,0033	0,0031	0,0033	0,0048	0,0026	0,0014	0,0019	0,0056	0,0011	0,0016

Tabla G. 8. Datos calculados en la prueba r&R a vacío.

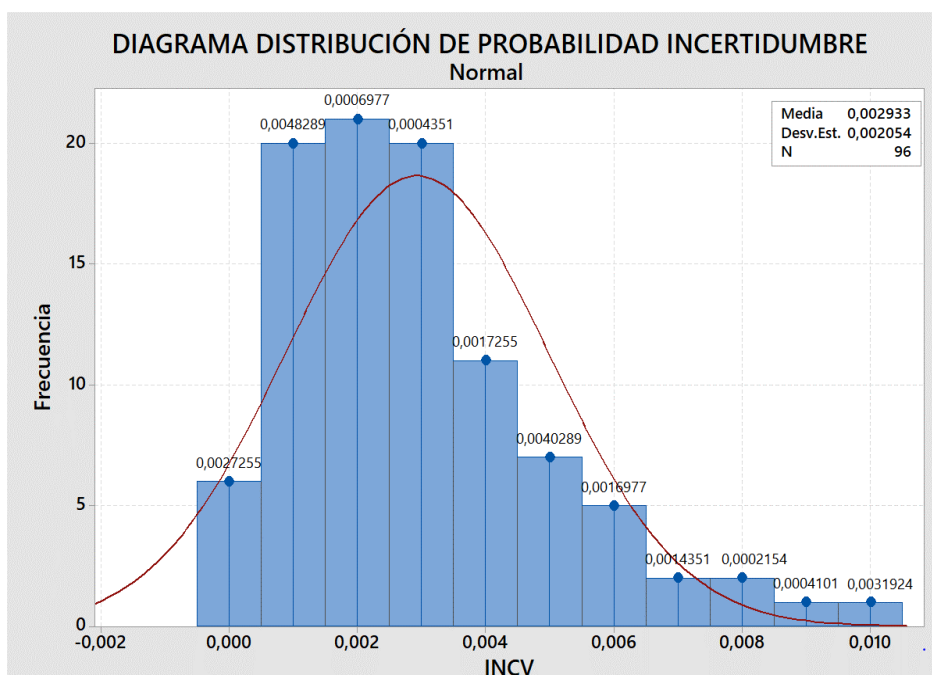
$\bar{X}$	S	d	h	K
0,0026	0,0016	-0,0091	-0,3641	0,4084
0,0024	0,0023	-0,0094	-0,3742	0,5817
0,0045	0,0027	-0,0073	-0,2910	0,7039
0,0031	0,0017	-0,0086	-0,3456	0,4279
0,0024	0,0016	-0,0093	-0,3735	0,4083
0,0018	0,0011	-0,0100	-0,3983	0,2922
0,0041	0,0025	-0,0076	-0,3040	0,6520
0,0026	0,0014	-0,0091	-0,3642	0,3731

Tabla G. 9. Resultados prueba r&R del equipo patrón vasos comunicantes a presiones al vacío.

$\bar{\bar{X}}$	0,0117
$S_{\bar{X}}$	0,0250
S_R^*	0,0253
Niveles (n)	12
p	2

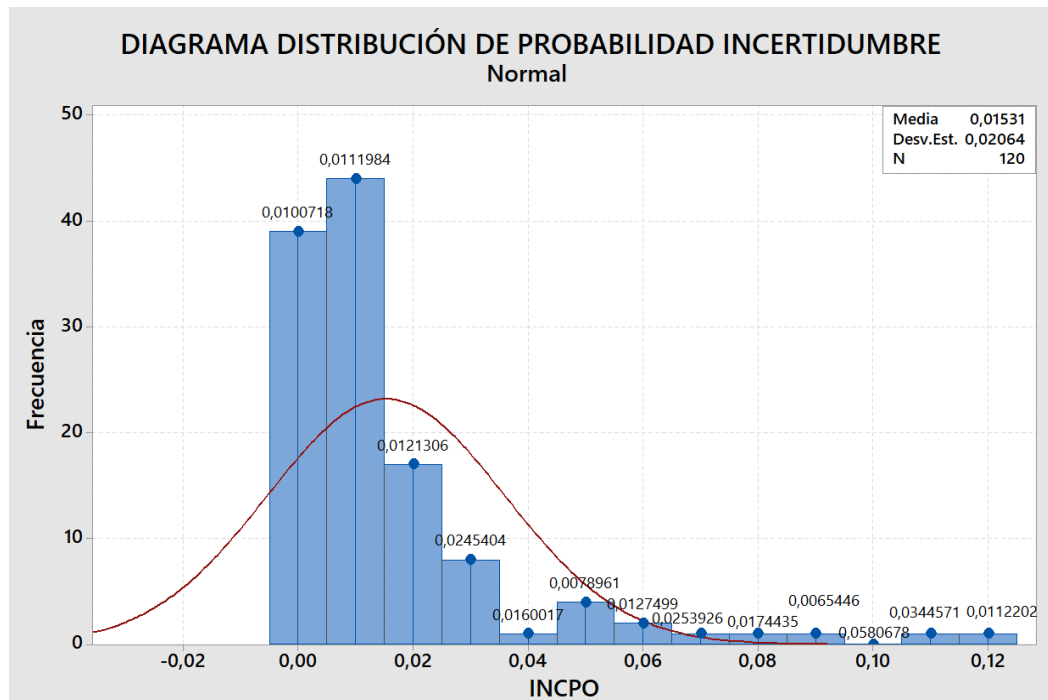
Anexo H. Histograma de las incertidumbres a presión y vacío.

Tabla H. 1. Diagrama de probabilidad de Incertidumbre del patrón vasos comunicantes a otro patrón certificado a vacío.



Fuente: Software estadístico Minitab®18 con licencia de prueba para estudiantes.

Tabla H. 2. Diagrama distribución de probabilidad de Incertidumbre del patrón vasos comunicantes a patrón certificado a presiones positivas.



Fuente: Software estadístico Minitab®18 con licencia de prueba para estudiantes.

Anexo I. Estimación del sesgo en la prueba de veracidad.

Es la diferencia entre la expectativa relativa a los resultados de un ensayo o edición y el valor verdadero. El sesgo se calcula con la siguiente ecuación:

$$SESGO = X_c - X$$

Para evaluar el sesgo, se debe realizar la prueba t, en el cual el $t_{calc} < t_{crit}$, este t_{calc} se obtiene utilizando la siguiente ecuación:

$$t_{calc} = \frac{X_c - X}{S * \sqrt{n}}$$

Dónde:

t_{calc}	t observado o calculado.
X_c	Valor medio del certificado de calibración del equipo de referencia.
X	Valor medio de las incertidumbres experimentales.
S	Desviación estándar.
n	Número de lecturas.