

Transferencia del kilogramo No 108 de Colombia a patrones de masa de 1 kg de acero inoxidable

Transfer of the kilogram No 108 of Colombia to stainless steel standard weights of 1 kg

Jhon Escobar Soto¹, Jorge García Benavides¹

¹ Instituto Nacional de Metrología de Colombia

E-mail: jjescobar@inm.gov.co

Resumen: En 2015 el kilogramo prototipo de masa No. 108 fue transportado desde las instalaciones del Bureau International des Poids et Mesures (BIPM) a su ubicación actual en el Laboratorio de Masa del Instituto Nacional de Metrología de Colombia - INM. En el presente artículo se muestran los resultados del primer trabajo de transferencia de la unidad de masa a partir del kilogramo prototipo a un conjunto de seis patrones de masa de 1 kg en acero inoxidable usando el método de subdivisión de mínimos cuadrados ponderados y se comparan estos resultados con valores reportados en certificados de calibración previos.

Palabras-clave: kilogramo prototipo, transferencia, método de subdivisión.

Abstract: In 2015 the prototype of the kilogram No 108 was carried out from the Bureau International des Poids et Mesures (BIPM) to its current location in the mass laboratory of the Instituto Nacional de Metrología of Colombia – INM. In this paper, it is shown the results of the first transfer of mass unit from the prototype of the kilogram to a set of six stainless steel standard weights of 1 kg, using the subdivision method and it is compared with values reported in previous calibration certificates.

Keywords: prototype of the kilogram, transfer, subdivision method.

1. INTRODUCCIÓN

El Instituto Nacional de Metrología de Colombia (INM) fue creado en el año 2012, y entre sus principales tareas se cuenta el asegurar, mantener y diseminar la trazabilidad de las mediciones al Sistema Internacional de Unidades (SI). En el caso particular de la magnitud masa, el INM decidió

adquirir en el año 2015 una réplica del kilogramo prototipo internacional (IPK) que actualmente se encuentra bajo custodia en las instalaciones del Bureau International des Poids et Mesures (BIPM) y que corresponde con la definición actual de la unidad de masa, el kilogramo [1]. La masa del kilogramo prototipo de masa de Pt-Ir ubicado en el INM e identificado con el número 108 es [2]:

$$m = 1 \text{ kg} + 0.381 \text{ mg}$$

$$u_m = 0.004 \text{ mg} (k = 1)$$

A partir del kilogramo prototipo de masa se realizó un primer ejercicio de transferencia de la unidad de masa a un conjunto de seis patrones de 1 kg fabricados en acero inoxidable. Con este trabajo se establece el primer eslabón de trazabilidad en masa, ligando directamente los resultados de las mediciones realizadas en Colombia en dicha magnitud al SI, y se identifican los aspectos a mejorar para asegurar la calidad de las mediciones en la transferencia de masa de platino-iridio a patrones de acero inoxidable.

2. ASPECTOS EXPERIMENTALES

Para llevar a cabo el proceso de transferencia de la unidad de masa, se escogieron seis patrones de valor nominal 1 kg fabricados en acero inoxidable, dos de ellos con geometría cilíndrica identificados como 010100 y 010101 y cuatro con geometría de cuello y cabeza de botón de acuerdo a la OIML R 111-1:2004 [3], identificados como 010102, 010103, 010107 y 010108; las dos últimas pesas mencionadas corresponden a patrones de chequeo en calibraciones de pesas de alta exactitud.

Las condiciones ambientales durante la medición fueron tomadas usando la estación climática Meteolabor Klimet A30, la cual permite adquirir datos de temperatura, humedad relativa mediante temperatura de punto de rocío y presión barométrica de forma simultánea al proceso de medición mediante un sistema de interfaz con el programa de control del comparador de masa.

El comparador de masa usado en el proceso de pesaje es el Mettler Toledo AT 1006, el cual tiene una resolución de 1 μg . Este comparador cuenta con un carrusel automático de carga de cuatro posiciones, el cual puede ser programado de tal forma que permite hacer una comparación uno a uno de los patrones de masa, para un número de

series y ciclos determinado, en la interfaz del programa de control.

Para calcular el valor de masa en cada una de las pruebas se siguió el método de comparación directa ABBA descrito en [3], y se estableció la matriz de diseño mostrada en la tabla 1.

Tabla 1. Matrices de diseño

Comparación	No 108	Posición 2	Posición 3	Patrón de chequeo
1	-	+		
2	-		+	
3	-			+
4		-	+	
5		-		+
6			-	+

Para cada matriz de diseño, se realizaron mediciones con 5 series de comparación cada uno con 10 ciclos de pesaje ABBA manteniendo una pesa cilíndrica en la posición 2, una pesa tipo OIML en la posición 3 y una pesa de chequeo en la posición 4. Con este sistema de medición, y repitiendo la medición intercambiando únicamente en la posición 4 la pesa de chequeo, es posible contar con cinco valores de masa por pesa, por matriz de diseño y para una pesa de chequeo, para un total de diez valores de masa para cada pesa.

El modelo matemático usado para el cálculo de la diferencia de masa viene dado por [4]

$$m_T = m_R + \rho_a(V_T - V_R) + \overline{\Delta m} + \epsilon_{ag} \quad (1)$$

El término ϵ_{ag} , asociado a la corrección debida al gradiente de la aceleración de la gravedad por la diferencia de altura entre los centros de masa de las pesas, no aparece referenciado en [4], sin embargo se encuentra en diversas publicaciones de naturaleza similar [5,6].

2.1 Método de mínimos cuadrados ponderados, solución por multiplicadores de Lagrange

Para la aplicación del modelo matemático de mínimos cuadrados con multiplicadores de Lagrange, se parte de la ecuación matricial [7]

$$X\beta = Y - e \quad (2)$$

donde X representa la matriz de diseño, Y es el vector de la diferencia absoluta de masa observada, β es el vector columna de los valores en masa desconocidos y e es el vector de los errores desconocidos en las mediciones. Dado que la matriz $(X^T X)^{-1}$ es singular, se hace necesario sumar y restar los multiplicadores de Lagrange para eliminar la singularidad, luego la función a minimizar viene dada por la expresión

$$\chi^2 = (y - \hat{y})^T W^{-2} (y - \hat{y}) + 2\lambda^T f(\beta, \hat{y})$$

En donde se debe satisfacer la condición

$$f(\beta, \hat{y}) = 0$$

El valor estimado en masa de los patrones usados se obtiene a partir de la ecuación

$$\hat{\beta} = (X''^T X'')^{-1} X''^T Y'' \quad (3)$$

Donde

$$X'' = W^{1/2} X$$

$$Y'' = W^{1/2} Y$$

La ventaja de usar el multiplicador de Lagrange radica en que se logra conservar la condición esencial de los mínimos cuadrados que pide igual varianza para todas las observaciones, luego el estimado que se obtiene es un estimado insesgado de la varianza mínima [8].

Para la estimación de la incertidumbre de medición, se usa la matriz de varianza-covarianza en la cual los elementos en la diagonal corresponden a la varianza y los elementos fuera

de la diagonal son las covarianzas. La matriz de varianza-covarianza viene dada por

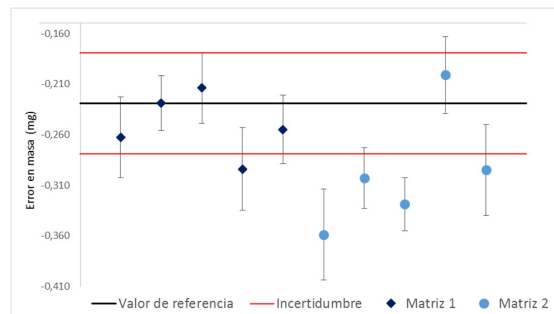
$$\text{cov}(\hat{\beta}) = (X''^T X'')^{-1} X''^T W^{-1} (X''^T X'')^{-1} X''^T$$

El método de mínimos cuadrados ponderados con multiplicadores de Lagrange permite calcular una matriz de varianza-covarianza incompleta dado que sólo contiene la componente de incertidumbre tipo A. La incertidumbre tipo B se calculó teniendo en cuenta las siguientes contribuciones: corrección debida al empuje del aire, incertidumbre del kilogramo prototipo de masa e incertidumbre debida al gradiente gravitacional; adicionalmente, es necesario incluir la incertidumbre debida a variabilidad a largo plazo del proceso de medición; finalmente, la incertidumbre combinada se calcula como la suma de las matrices de incertidumbre tipo A y tipo B.

3. RESULTADOS

En la figura 1 se observa un ejemplo del resultado obtenido para una de las pesas usadas en la transferencia de la unidad de masa.

Figura 1. Error en masa para la pesa 010100



Los resultados obtenidos para todos los patrones de masa mencionados en la sección 2 muestran un comportamiento comparable al observado en la figura 1.

Ahora bien, para validar los resultados reportados en la tabla 2, éstos son comparados con resultados reportados en anteriores certificados de

calibración. En la tabla 2 se muestra el valor de referencia de la pesa 010100 de acuerdo a lo reportado en el certificado de calibración PTB 11127 de 2013, el cual incluye la corrección por deriva de los patrones de trabajo del BIPM con respecto al IPK, reportados en el marco de las calibraciones extraordinarias llevadas a cabo por el BIPM en 2014 [9]; en la tabla 3 se reporta el error normalizado [10] de cada una de las mediciones para la pesa 010100.

Tabla 2. Valor de referencia pesa 010100

Masa	1 kg - 0.229 mg
Incertidumbre (k = 2)	0.050 mg

Tabla 3. Error normalizado calculado para la pesa 010100

Medición	Error en masa (mg)	Incertidumbre (k=2) (mg)	E_n
1	-0.263	0.040	-0.53
2	-0.229	0.027	0.00
3	-0.214	0.035	0.25
4	-0.294	0.041	-1.01
5	-0.255	0.034	-0.43
6	-0.359	0.045	-1.93
7	-0.303	0.030	-1.27
8	-0.329	0.026	-1.77
9	-0.201	0.038	0.45
10	-0.295	0.045	-0.98

Con los resultados reportados en la tabla 3, se concluye que el proceso de diseminación del kilogramo a patrones de acero inoxidable no es repetible ni reproducible por el momento, luego bajo las condiciones actuales del laboratorio de masa no es posible llevar a cabo una transferencia confiable del kilogramo prototipo No 108 a

patrones de 1 kg de acero inoxidable. Lo anterior implica que se deben realizar mejoras en el diseño experimental para poder lograr trazabilidad directa en masa al kilogramo prototipo No 108.

Una revisión exhaustiva del montaje experimental y de los resultados de las mediciones lleva a considerar que se debe controlar el efecto de empuje del aire, mejorando significativamente las condiciones ambientales bajo las cuales se realiza la medición, dado que es fundamental en el proceso de transferencia de platino-iridio a patrones de acero inoxidable. Adicionalmente, durante el proceso de medición no se realizaron correcciones asociadas a la linealidad del comparador de masa, que pueden influir tanto en el cálculo de la masa de los patrones bajo prueba como en la estimación de la incertidumbre de medición.

4. CONCLUSIONES

La transferencia del kilogramo prototipo de Pt-Ir a patrones de masa de acero inoxidable es un paso fundamental para el proceso de diseminación de la unidad de masa a los múltiplos y submúltiplos del kilogramo, y por ende, para tener una trazabilidad directa al SI. En el caso del INM de Colombia, aún no es posible llevar a cabo una transferencia *confiable* del kilogramo prototipo No 108 a patrones de masa de acero inoxidable, debido principalmente a que el proceso de medición no se realiza en un espacio con condiciones ambientales controladas, luego la corrección por empuje del aire puede afectar sensiblemente el resultado final. Procesos asociados a la linealidad del comparador de masa también pueden influir en el resultado de medición.

Es importante buscar mecanismos que permitan mejorar las condiciones ambientales del lugar en donde está ubicado el comparador de masa, o mejor aún, gestionar la adquisición de un equipo que permita llevar a cabo mediciones en un ambiente herméticamente sellado. Con esto, se

espera que prontamente las mediciones de masa en Colombia cuenten con trazabilidad directa al SI vía kilogramo prototipo No 108.

REFERENCIAS

- [1] Organisation Intergouvernementale de la Convention du Mètre, “The International System of Units (SI)”, Ch 2, pp 112. Bureau International des Poids et Mesures, 8th Edition, 2006.
- [2] Certificate for 1 kg mass prototype No. 108 belonging to The Republic of Colombia, certificate No. 127 issued by BIPM on December 22th, 2015.
- [3] OIML R111-1, “Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ and M₃ Part 1: Metrological and technical requirements” Edition 2004 (E).
- [4] Koshiek M. and Glaser M. “Comprehensive mass metrology”, Ed. Wiley-VCH, Ch. 3, pp 251, 2000.
- [5] Loayza V., Cacaís F., Corrêa V., *Mass values of 1 kilogram stainless steel mass standards traceable to the Brazilian National Prototype of the kilogram*. 2008, 1 CIMMEC.
- [6] Talavera M., Pezet F., Ramírez L.M., *Transferencia del kilogramo No. 21 a patrones de masa de acero inoxidable*.
- [7] Ramirez L., Becerra L.O., Peña L.M., *Comparison among methods employed in the calibration of high accuracy mass standards and uncertainty validation by numerical simulation*. 2009, XIX IMEKO World Congress.
- [8] Ramírez Varas L “Comparación del método de calibración ortogonal con otros métodos de subdivisión y validación de la incertidumbre por el método de simulación numérica mediante Monte Carlo”, Ciudad Universitaria Rodrigo Facio, San José de Costa Rica, Cap 2, secciones 2.5.1 a 2.5.4, 2008.
- [9] Stock M., Barat P., Davis R., Picard A. and Milton M., 2015 *Metrologia* **52** 310-316
- [10] Wöger W “Remarks on the E_n – criterion used in measurement comparisons”, PTB – Mitteilungen **109** 1/99, pp 24-27.