



Revista EIA
ISSN 1794-1237
e-ISSN 2463-0950
Año XIX/ Volumen 21/ Edición N.42
Julio - diciembre de 2024
Reia4203 pp. 1-28
Publicación científica semestral
Universidad EIA, Envigado, Colombia

**PARA CITAR ESTE ARTÍCULO /
TO REFERENCE THIS ARTICLE /**

Escobar Soto, J. J.
Implementación del método de
subdivisión para la calibración de
pesas clase e_1 en el instituto nacional
de metrología
Revista EIA, 21(42), Reia4203.
pp. 1-28.
<https://doi.org/10.24050/reia.v21i42.1774>

✉ *Autor de correspondencia:*

Jhon J. Escobar Soto
Instituto Nacional de Metrología de
Colombia
jjaescobar@inm.gov.co

Recibido: 02-10-2023

Aceptado: 27-05-2024

Disponible online: 01-07-2024

Implementación del método de subdivisión para la calibración de pesas clase e_1 en el instituto nacional de metrología

✉ JHON J. ESCOBAR SOTO¹

1. Instituto Nacional de Metrología de Colombia

Resumen:

La Norma Técnica Colombiana NTC 1848:2007 establece dos métodos para la determinación de la masa y la masa convencional de patrones de masa: comparación directa y subdivisión. Esta norma indica que el método de subdivisión es el más adecuado para la calibración de pesas clase E_1 , dado que permite obtener los más altos niveles de exactitud y las incertidumbres requeridas para esta clase de patrones, aunque su nivel de complejidad operacional y matemática es mayor comparada al proceso de calibración por comparación directa.

Este artículo presenta los resultados de la implementación del método de subdivisión para la calibración de pesas clase E_1 en el laboratorio de masa del Instituto Nacional de Metrología de Colombia (INM), y se comparan los resultados de medición en el intervalo de 10 g a 1 kg con los valores de masa reportados por institutos de metrología internacionalmente reconocidos, para demostrar el grado de equivalencia entre estos. Los resultados evidencian una mejora en las Capacidades de Medición y Calibración (CMC) del laboratorio de masa, respecto a los valores publicados en la base de datos de comparaciones clave (KCDB) de la Oficina Internacional de Pesas y Medidas (BIPM).

Palabras clave: patrones de masa; pesas clase e_1 ; método de subdivisión; CMC.

Implementation of subdivision method for calibration of e_1 standard weights in the instituto nacional de metrología

Abstract:

The Colombian National Standard NTC 1848:2004 establish two methods for the calculation of mass and conventional mass of standard weights: direct comparison and subdivision. The standard indicates that the subdivision method is the most appropriate for calibration of weights class E_1 because it allows the highest level of accuracy and the required uncertainties for this kind of weights, but it is mathematically and experimentally more complex compared with the direct comparison method.

This article presents the results of implementation of subdivision method for the calibration of weights class E_1 in the mass laboratory of Instituto Nacional de Metrología de Colombia (INM). The measurement results in the range from 10 g to 1 kg are compared with mass values reported by internationally recognized metrology institutes in order to demonstrate the degree of equivalence between them. The results shows an improvement of the Calibration and Measurement Capabilities (CMC) of mass laboratory compared with the values published in the Key Comparison Data Base (KCDB) of the International Bureau of Weights and Measures (BIPM)

Key Words: standard weights; weights class e_1 ; subdivision method; CMC.

1. Introducción

La medición de la magnitud masa es necesaria en múltiples campos como el comercio, (por ejemplo, el uso de las balanzas a nivel comercial, desde el pesaje de un producto en una tienda hasta el pesaje de productos exportados por el país), en la química y la química farmacéutica, la salud, el medio ambiente, en la investigación básica en ciencia y en el desarrollo industrial (Kochsiek & Gläser, 2000). Es por esto que, para el desarrollo científico y económico de una nación, es necesario asegurar que las mediciones en masa sean confiables, de alta exactitud, y equivalentes a nivel internacional.

En metrología de masa, los patrones de masa (o pesas) se definen como una medida material de la magnitud masa, regulada en cuanto a sus características físicas y metrológicas, tales como su forma, dimensiones, material de fabricación, calidad de su superficie, valor nominal, densidad, propiedades magnéticas y errores máximos permitidos (Organisation Internationale de Métrologie Légale, 2004).

A nivel internacional, el documento conocido como OIML R111-1, publicado en el año 2004 por la Organisation Internationale de Métrologie Légale (OIML), define aspectos relacionados con las características físicas y metrológicas de las pesas, y es implementado por laboratorios de masa de institutos de metrología y laboratorios acreditados para la calibración de pesas. En Colombia, se cuenta con una norma que es una adopción idéntica de la OIML R 111-1, publicada por el Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC), conocida como la Norma Técnica Colombiana NTC 1848, publicada en el año 2007.

La NTC 1848:2007 incluye una clasificación de las pesas dependiendo de su clase de exactitud, que se define como *“la designación de clase de una pesa o un conjunto de pesas, las cuales cumplen ciertos requisitos metrológicos, con el propósito de mantener los valores de masa dentro de unos límites especificados.”* (Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación, 2007). Las pesas se clasifican en nueve clases de exactitud: E_1 , E_2 , F_1 , F_2 , M_1 , M_{1-2} , M_2 , M_{2-3} y M_3 , siendo las pesas clase E_1 aquellas con las mejores características físicas y metrológicas.

En este mismo documento se describen dos métodos para la calibración de pesas: comparación directa, en el cual una pesa de prueba es calibrada por comparación contra una o más pesas de referencia; y subdivisión, el en cual un juego de pesas puede ser calibrado por comparación contra una o más pesas de referencia, y se usa principalmente para la calibración de pesas clase E_1 , dado que permite alcanzar el nivel de exactitud requerido para dicha clase de exactitud (Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación, 2007).

Para la aplicación de estos métodos de calibración, se deben tener en cuenta dos aspectos principales (Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación, 2007):

- a. Para la calibración de una pesa, es necesario contar con una pesa de referencia cuya clase de exactitud sea mejor comparado con la pesa a calibrar; por ejemplo, para la calibración de una pesa clase E_2 se requiere el uso de pesas clase E_1 como patrones de referencia.
- b. El laboratorio de calibración debe estar en la capacidad de obtener una incertidumbre expandida menor o igual a $1/3$ del error máximo permitido de la clase de exactitud de la pesa a calibrar¹.

Adicional a esto, para la calibración de pesas es importante asegurar la estabilidad de las condiciones ambientales durante el proceso de calibración, dado que puede afectar significativamente la determinación de masa y la incertidumbre de las pesas a calibrar. La NTC 1848:2007 establece unos límites dependiendo de la clase de exactitud de la pesa, que se presentan en la tabla 1.

Tabla 1. Condiciones ambientales durante la calibración de pesas. Tomado de (Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación, 2007), tabla C.1

Clase de pesa	Cambio en la temperatura durante la calibración
E_1	$\pm 0,3$ °C por 1 h, con un máximo de $\pm 0,5$ °C para 12 h
E_2	$\pm 0,7$ °C por 1 h, con un máximo de ± 1 °C para 12 h
F_1	$\pm 1,5$ °C por 1 h, con un máximo de ± 2 °C para 12 h
F_2	± 2 °C por 1 h, con un máximo de $\pm 3,5$ °C para 12 h
M_1	± 3 °C por 1 h, con un máximo de ± 5 °C para 12 h
Clase de pesa	Rango de la humedad relativa del aire
E_1	40 % a 60 % con un máximo de ± 5 % para 4 h
E_2	40 % a 60 % con un máximo de ± 10 % para 4 h
F	40 % a 60 % con un máximo de ± 15 % para 4 h

¹ Una vez se asegura esta condición, los resultados de la calibración se suelen reportar con una incertidumbre expandida de medición igual a $1/3$ del error máximo permitido de la clase de exactitud de la pesa calibrada.

El método de subdivisión tiene una serie de ventajas y desventajas comparado con el método de comparación directa, como son (Vâlcu & Dinu, 2009):

Ventajas:

- a. Minimiza el uso de pesas de referencia
- b. Provee un conjunto de datos que brindan información estadística sobre las mediciones, y permite realizar un seguimiento permanente de los instrumentos usados para la calibración de pesas
- c. Se tiene redundancia en los datos

Desventajas:

- a. Requiere algoritmos relativamente complejos para el análisis de datos
- b. Se requiere colocar grupos de pesas sobre el receptor del instrumento de pesaje, lo cual puede causar problemas para instrumentos con desempeño deficiente en excentricidad², o comparadores automáticos diseñados para comparar pesas individuales

Por lo anterior, la implementación del método de subdivisión para la calibración de pesas clase E_1 en un laboratorio de masa presenta retos asociados al mejoramiento de la infraestructura física del laboratorio para poder asegurar las condiciones ambientales, formación de personal, y adquisición de equipos que permitan alcanzar las incertidumbres requeridas para la calibración de pesas clase E_1 . Adicionalmente, es importante demostrar que las mediciones realizadas por el laboratorio son estadísticamente compatibles al ser comparadas con resultados reportados por institutos de metrología internacionalmente reconocidos, para asegurar su validez y generar confianza en los resultados reportados.

² El concepto de excentricidad hace referencia al posible efecto en la indicación de un instrumento de pesaje debido a la aplicación de cargas en posiciones diferentes al centro del receptor del equipo (Sistema Interamericano de Metrología, 2009).

Actualmente, el laboratorio de masa del Instituto Nacional de Metrología de Colombia (INM), cuenta con Capacidades de Medición y Calibración (CMC) para la calibración de pesas clase E_2 en el intervalo de 1 mg a 10 kg, las cuales se encuentran publicadas en la base de datos *Key Comparison Data Base* (KCDB), publicada por la Oficina Internacional de Pesas y Medidas (BIPM) (Bureau Internationale des Poids et Mesures, s.f.), esto asegura el reconocimiento internacional de las medición realizadas por el INM en el intervalo y clase de exactitud mencionados, sin embargo, en la actualidad, en Colombia existen seis laboratorios de calibración acreditados por el Organismo Nacional de Acreditación (ONAC) para la calibración de pesas clase E_2 , por lo tanto estos laboratorios cuentan con patrones de masa clase E_1 para la prestación de sus servicios de calibración (Organismo Nacional de Acreditación, s.f.). Dado que el INM aún no cuenta con reconocimiento internacional para la calibración de pesas clase E_1 , estos laboratorios deben enviar sus patrones de referencia a laboratorios internacionales para su calibración, y así asegurar la validez de los resultados reportados a sus clientes.

Por lo anterior, en el presente artículo se presentan los avances en la implementación del método de subdivisión para la calibración de pesas clase E_1 en el intervalo de 10 g a 1 kg en el laboratorio de masa del INM, además de las mejoras en infraestructura y equipos realizada para asegurar las condiciones ambientales y la incertidumbre de medición requerida para estas pesas. Con esto, los laboratorios acreditados por el ONAC podrían contar con el INM como laboratorio de referencia para la calibración de pesas clase E_1 , evitando el traslado de sus pesas al exterior, lo que impacta a nivel económico a estas organizaciones, y permitiendo además que estos laboratorios, y en general los sectores del país que requieren mediciones en masa, cuenten con trazabilidad metrológica al Sistema Internacional de Unidades a través de mediciones realizadas en el INM.

2. Materiales y Métodos

2.1. Mejoras en el laboratorio de masa

Desde el año 2018, el laboratorio de masa del INM ha realizado una serie de acciones para la implementación del método de subdivisión para la calibración de pesas clase E_1 . Estas son:

a. Formación del personal

En octubre de 2018, personal del INM participó en una estancia en el Centro Nacional de Metrología de México (CENAM), en el marco del proyecto del Sistema Interamericano de Metrología (SIM) “Fortalecimiento de los Institutos Nacionales de Metrología en el Hemisferio, en respaldo a las tecnologías emergentes”, financiado por el Banco Interamericano de Desarrollo (BID). Esta estancia, titulada “Intercambio en metrología de masa de alta exactitud y diseminación de la unidad de masa” incluyó dentro de los temas a tratar la “determinación de la masa usando el método de mínimos cuadrados de Gauss-Markov”, que consiste en uno de los algoritmos usados al implementar el método de subdivisión.

b. Aseguramiento de las condiciones ambientales

Para asegurar valores de la temperatura y la humedad relativa en el laboratorio de masa dentro de los límites especificados por la NTC 1848:2007, se realizó la adquisición e instalación de dos sistemas de ajuste fino de condiciones ambientales tipo *BlueBox*, modelo Datatech+EDA 7.1M, que consiste en un sistema de enfriamiento, calentamiento y deshumidificación, con control automático de la presión de impulsión del aire para asegurar un flujo laminar. La instalación de este sistema implicó una modificación a la infraestructura física del laboratorio de masa, incluyendo cambio de ductos de aire y conexiones eléctricas para la instalación de estos equipos al interior del laboratorio. Los equipos instalados se presentan en la figura 1.

Figura 1. Instalación de dos equipos de ajuste fino de condiciones ambientales tipo *BlueBox*, modelo Datatech+EDA 7.1M, en el laboratorio de masa



El proceso de instalación de estos equipos se llevó a cabo entre diciembre de 2019 y mayo de 2020. Una vez instalados, el monitoreo de las temperatura y humedad relativa se lleva a cabo usando una estación climática tipo Klimet A30 (figura 2), cuyas especificaciones técnicas son:

Temperatura: Resolución: 0,001 °C

→ → $U (k=2): 0,050 \text{ °C}$

Humedad relativa: Resolución: 0,01 %

→ → → → $U (k=2): 0,37 \%$

Figura 2. Estación climática Klimet A30 con aplicativo de visualización de datos



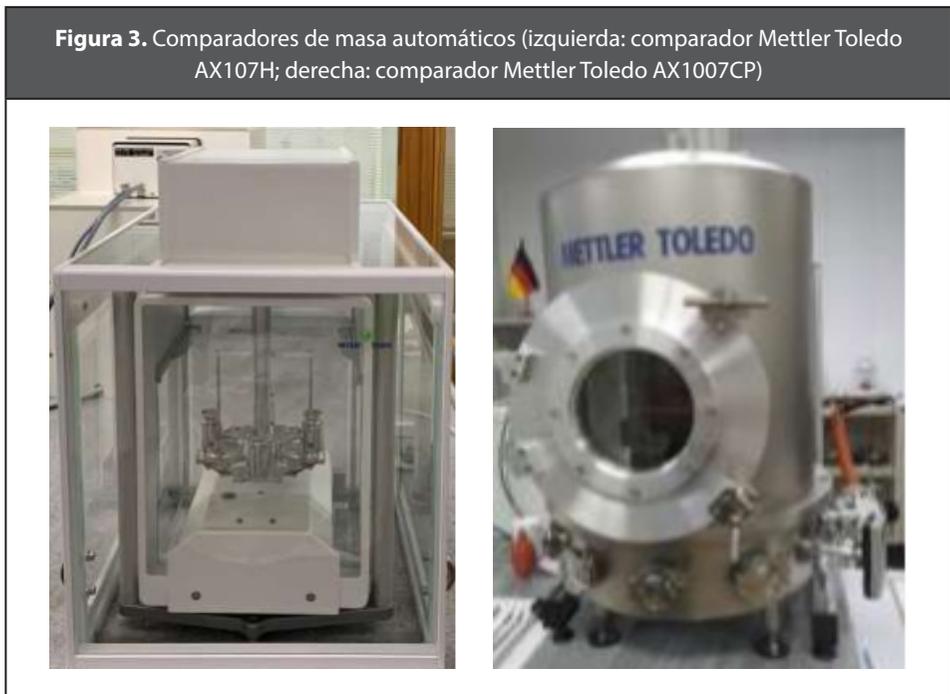
c. Mejoras en equipos de medición

La calibración de pesas se realiza usando sistemas de pesaje denominados comparadores de masa. Desde el año 1996, el laboratorio de masa cuenta con un comparador de masa automático con una capacidad máxima de 1 kg y resolución de 0,001 mg, sin embargo, actualmente no es posible contar con repuestos para este equipo en caso de fallas, luego se consideró necesaria la adquisición de nuevos equipos para robustecer la infraestructura del laboratorio y evitar la suspensión de servicios de calibración en caso de daños o fallas en el equipo mencionado. Además de esto, se consideró necesario que los nuevos equipos tuviesen unas mejores características metrológicas, para asegurar una incertidumbre expandida menor o igual a $1/3$ del error máximo permitido en la calibración de pesas clase E_1 .

Por lo anterior, el laboratorio de masa comenzó en 2020 un proceso de adquisición de dos comparadores de masa automáticos (figura 3), cuya instalación finalizó en agosto de 2021. Las características metrológicas de estos comparadores son:

- Comparador de masa Mettler Toledo, modelo AX107 H
 - Capacidad máxima: 111 g
 - Resolución: 0.1 μ g
 - Cuenta con cuatro posiciones para la calibración automática de hasta tres pesas en un mismo proceso de medición, en el intervalo de 10 g a 100 g.
- Comparador de masa Mettler Toledo, modelo AX1007CP
 - Capacidad máxima: 1001,5 g
 - Resolución: 0.1 μ g
 - Cuenta con cuatro posiciones para la calibración automática de hasta tres pesas en un mismo proceso de medición, en el intervalo de 100 g a 1 kg.
 - El comparador está ubicado al interior de una cámara isobárica, lo cual permite realizar mediciones a presión barométrica constante.

Figura 3. Comparadores de masa automáticos (izquierda: comparador Mettler Toledo AX107H; derecha: comparador Mettler Toledo AX1007CP)



d. Pesas de referencia

Para la calibración de pesas clase E_1 , se usó una pesa individual de valor nominal 1 kg calibrada en el BIPM, con certificado de calibración BIPM No 09 emitido en febrero de 2021, y un juego de pesas de 1 mg a 1 kg conocidas como “mejores que E_1 ”³ calibradas en el Physikalisch-Technische Bundesanstalt – PTB, instituto de metrología de Alemania (figura 4), con certificado de calibración PTB 11052 22 del año 2023. Lo anterior permite asegurar que las mediciones realizadas en el INM cuenten con trazabilidad metrológica al Sistema Internacional de Unidades.

Figura 4. Pesas de referencia usadas para la calibración de pesas clase E_1 . (Izquierda: pesa de valor nominal 1 kg; derecha: juego de pesas “mejores que E_1 ”, en la imagen se observan las pesas en el intervalo de 1 g a 500 g)



e. Pesas de prueba

Se escogen dos juegos de pesas clase E_1 de 1 mg a 1 kg como pesas de prueba, ambas ubicadas en el laboratorio de masa del INM e identificadas con los códigos internos NIM 010200 y NIM 010201 (figura 5). Estas pesas cuentan con certificados de calibración PTB 11043 21 del año 2022 y PTB 11053 22 del año 2023, respectivamente, luego los resultados de medición obtenidos en el INM pueden ser comparados con los emitidos con dicho laboratorio para establecer la compatibilidad estadística de los

³ Las pesas “mejores que E_1 ”, conocidas también como pesas clase “ E_0 ”, no están incluidas como una clase de exactitud según la NTC 1848:2007, no obstante, han sido creadas para el uso de los institutos de metrología (siguiendo las mismas reglas establecidas en dicho documento) para la calibración de pesas clase E_1 (Kochsiek & Gläser, 2000).

resultados y, de este modo, identificar si los resultados del INM son equivalentes con respecto a mediciones realizadas por el PTB.

Figura 5. Pesas de prueba clase E₁, en la imagen se presentan pesas de valor nominal 10 g a 1 kg



2.2. Método de subdivisión

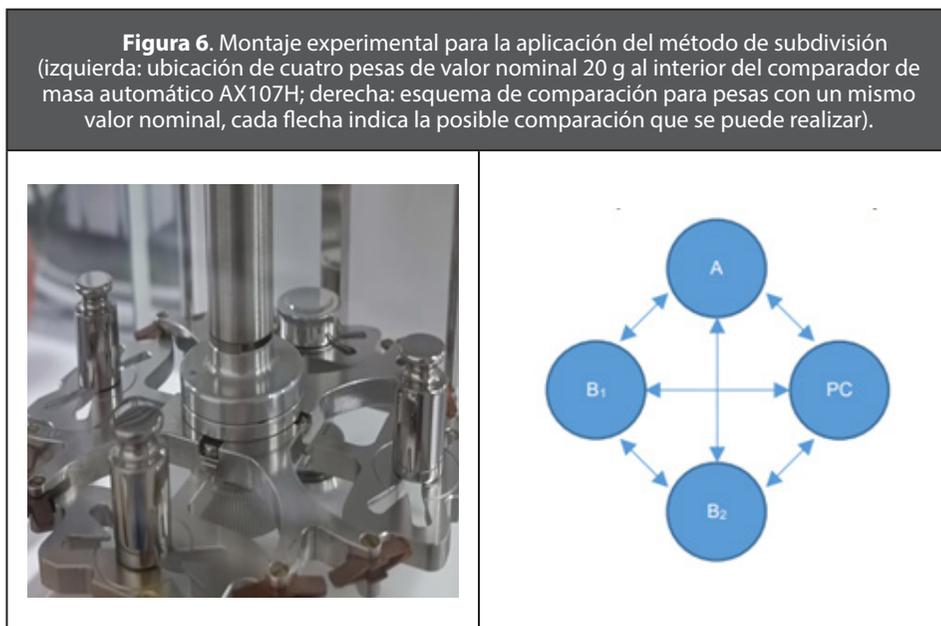
Como se mencionó previamente, en el método de subdivisión un juego de pesas puede ser calibrado por comparación contra una o más pesas de referencia. Para asegurar la adecuada implementación de este método, en todos los casos se deben realizar un número de comparaciones mayor al número de incógnitas incluidas en el montaje experimental (entiéndase incógnitas como el número de pesas de prueba), es decir, se requiere un sistema de ecuaciones sobre determinado (Ramírez Varas, 2008).

El método de subdivisión puede ser implementado de dos formas (Peña, 2015):

- Comparando pesas con un mismo valor nominal, por ejemplo, 1 pesa de referencia de valor nominal 1 kg es comparada contra una pesa de prueba del mismo valor nominal.
- Comparando una pesa de referencia contra pesas de prueba de diferentes valores nominales, de tal forma que la suma total

de las pesas de prueba sea igual al valor nominal de la pesa de referencia. Por ejemplo, una pesa de referencia de valor nominal 1 kg es comparada contra pesas de prueba de valor nominal 500 g, dos pesas de 200 g y 100 g.

Para este trabajo, se opta por implementar el método de subdivisión por comparación de pesas con un mismo valor nominal, en el intervalo de medición de 10 g a 1 kg. Para este caso, se usan las cuatro posiciones de los comparadores de masa automáticos para realizar el número máximo de posibles combinaciones entre estas, ubicándose en la primera posición la pesa de referencia (A), en las posiciones 2 y 3 se colocan las pesas de prueba (B_1 y B_2), y en la posición 4 se coloca una pesa especial denominada “pesa de chequeo⁴ (PC)”. En la figura 6 se muestra un ejemplo de este montaje para pesas de valor nominal 20 g, así como el esquema de comparaciones realizado.



⁴ Según la NTC 1848:2007, una pesa de chequeo (o patrón de verificación) se define como un “patrón que se usa en un proceso de control estadístico para proporcionar una *verificación* con el fin de asegurar que los patrones, los procesos de medición y los resultados están dentro de los límites estadísticos aceptables” (Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación, 2007).

De la figura 6 se deduce que, para este caso, se pueden tener un total de seis (6) posibles comparaciones entre estas pesas para tres (3) incógnitas, luego se cumple con la condición de contar con un sistema de ecuaciones sobre determinado. Este montaje se puede ver esquemáticamente por medio de una tabla, tal como se presenta en la tabla 2.

Tabla 2. Esquema de comparaciones realizado al implementar el método de subdivisión para comparación de pesas del mismo valor nominal

A	B1	B2	PC	Diferencia
-	+			ΔI_1
-		+		ΔI_2
-			+	ΔI_3
	-	+		ΔI_4
	-		+	ΔI_5
		-	+	ΔI_6

Nótese que, para cada comparación, se va a contar con una configuración de pesas de “referencia” y “prueba” diferente, luego para cada comparación, la pesa que actúa como “referencia” se identifica con el signo (-), la pesa que hace las veces de “prueba” se identifica con el signo (+), y las pesas que no intervienen en la comparación se identifican como espacios vacíos.

Ahora bien, al considerar las cuatro primeras columnas de la tabla 2, es posible construir un arreglo matricial en donde el signo (-) indica una entrada igual a -1, el signo (+) indica una entrada igual a +1, y los espacios vacíos representan una entrada igual a cero (0). Con esto, se construye la denominada *matriz de diseño*, que se presenta en la ecuación (1).

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

Este esquema de comparaciones en masa es similar a un sistema de ecuaciones linealmente independientes, cuya solución puede obtenerse usando métodos de mínimos cuadrados, en donde las columnas de la matriz de diseño son mutuamente ortogonales, y bajo esta condición, se produce una matriz de varianza-covarianza con elementos nulos fuera de la diagonal principal (Ramírez Varas, 2008). Con esto, el modelo matemático para la solución del sistema de ecuaciones viene dado por la ecuación 2:

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

En donde X corresponde a la matriz de diseño, β es el vector columna de los valores estimados en masa (es decir, es el vector de las variables a determinar), e es vector de errores, el cual tiene esperanza matemática cero, y Y es un vector de las mediciones construido para cada una de las comparaciones realizadas, y es función de las siguientes variables (Ramírez Varas, 2008):

- Diferencias en la lectura del comparador de masa para cada comparación, ΔI_i
- Densidad del aire $\rho_{a,i}$, para cada comparación
- Volumen de la pesa de “referencia” $V_{r,i}$, para cada comparación
- Volumen de la pesa de “prueba” $V_{t,i}$, para cada comparación

Con esto, una entrada del vector y , viene dado por la ecuación (3)

$$y_i = \Delta I_i - \rho_{a,i} (V_{vi} - V_{ci}) \quad (3)$$

Para el cálculo de la densidad del aire, se usa la formula CIPM-2007, la cual viene dada por la ecuación (4) (Picard, Davis, Gläser, & Fujii, 2008):

$$\rho_a = \frac{pM}{ZRT} \quad (4)$$

El término p corresponde a la presión barométrica, M es la masa molar de la humedad del aire, Z es el factor de compresibilidad, R corresponde a la constante de gas molar, y T es la temperatura termodinámica del aire de acuerdo con la escala internacional de temperatura ITS-90 (Picard, Davis, Gläser, & Fujii, 2008). De los términos anteriormente mencionados, la masa molar de la humedad del aire y el factor de compresibilidad se calculan a su vez a partir de una serie de ecuaciones y constantes, los cuales son descritos en detalle por Picard *et.al.* (2008).

Ahora bien, el ajuste es mínimo cuando se cumple la condición. Aplicando lo anterior en la ecuación (2) se tiene una solución para el vector β dada por la ecuación (5):

$$\beta = (X^T X)^{-1} X^T Y \quad (5)$$

En donde el término $(X^T X)^{-1}$ corresponde a la matriz de varianza-covarianza. Ahora bien, es posible demostrar que el determinante de la matriz $(X^T X)$ es cero, luego esta es una matriz singular, y por lo tanto no es posible obtener la inversa de esta matriz para solucionar la ecuación (5).

Existen varias formas para remover la singularidad de la matriz $(X^T X)$ y resolver el sistema de ecuaciones. Entre estos se tienen (Peña, 2015):

- Reorganizando los términos ΔI_i en donde la pesa de referencia aparece en el sistema de ecuaciones
- Incluyendo el valor de masa de la pesa de referencia como una fila adicional en la matriz de diseño
- Considerando el valor de la pesa de referencia como una restricción que debe ser aplicada a la matriz de diseño para obtener una solución única del sistema de ecuaciones. Esta restricción es denominada operador de Lagrange.

Las tres opciones permiten solucionar el sistema de ecuaciones matricial usando métodos de mínimos cuadrados ordinarios (MCO) o mínimos cuadrados ponderados (MCP). Ambos métodos permiten obtener soluciones similares para el vector β , pero tienen diferentes matrices de varianza-covarianza. Un estudio comparativo de los resultados obtenidos con MCO y MCP, usando diferentes opciones para remover la singularidad de la matriz $X^T X$, se puede encontrar en el trabajo realizado por Ramírez (Ramírez Varas, 2008).

Para este trabajo, se escoge el método de Gauss-Markov para la solución del sistema matricial de ecuaciones. Este método pertenece a los MCP, y cuenta con la ventaja de buscar una matriz de varianza-covarianza que incluya todas las fuentes de incertidumbre del modelo, tanto las incertidumbres tipo A como las incertidumbres tipo B, e incluye el valor en masa de la pesa de referencia para remover la singularidad de la matriz $(X^T X)$ (Ramírez Varas, 2008).

Con el método de Gauss-Markov, la solución del sistema de matrices presentado en la ecuación (2) viene dado por la ecuación (6):

$$\hat{\beta}_{GM} = (X^T \Phi^{-1} X)^{-1} X^T \Phi^{-1} Y \quad (6)$$

Donde Φ es denominada matriz de ponderación, que se calcula a partir de la ecuación (7):

$$\Phi = \sum_{i=1}^n J_{ui} \Psi J_{ui}^T \quad (7)$$

En la ecuación (7), la matriz J_u corresponde al Jacobiano de la matriz u , y es la generalización de la derivada para el caso matricial; en esta ecuación, el Jacobiano multiplicado por su mismo valor transpuesto hacen la función del coeficiente de sensibilidad. El término Ψ_i representa la matriz compuesta de matrices de varianza-covarianza, la cual se construye a partir de todas las fuentes de incertidumbre consideradas en el modelo matemático, incluyendo tanto las incertidumbres tipo A y tipo B. La multiplicación del Jacobiano por la matriz Ψ produce la generalización de la ley de propagación de la incertidumbre para el caso matricial (Ramírez Varas, 2008).

Para la construcción de la matriz Ψ se tienen en cuenta las siguientes fuentes de incertidumbre:

- Incertidumbre estándar del proceso de medición, para cada ciclo de comparación (tipo A)
- Incertidumbre debido al empuje del aire (tipo B), que depende a su vez de la incertidumbre de la densidad del aire, la incertidumbre del volumen de la pesa de “referencia” y la incertidumbre de la pesa de “prueba”, para cada ciclo de comparación.
- Incertidumbre de la pesa de referencia (tipo B)
- Incertidumbre debido al comparador de masa (tipo B)
- Incertidumbre debido al ajuste del método (tipo B)

Con esto, la matriz de varianza-covarianza del vector solución, para el método Gauss-Markov, viene dada por la ecuación (8):

$$\text{cov}(\hat{\beta}_{GM}) = (X^T \Phi^{-1} X)^{-1} \quad (8)$$

En esta matriz, los elementos de la diagonal corresponden a la varianza combinada para cada uno de los elementos del vector solución, luego la incertidumbre combinada para cada β_i viene dado por la ecuación (9):

$$u_c(\beta_i) = \sqrt{\text{cov}(\hat{\beta}_{GM})_{i,i}} \quad (9)$$

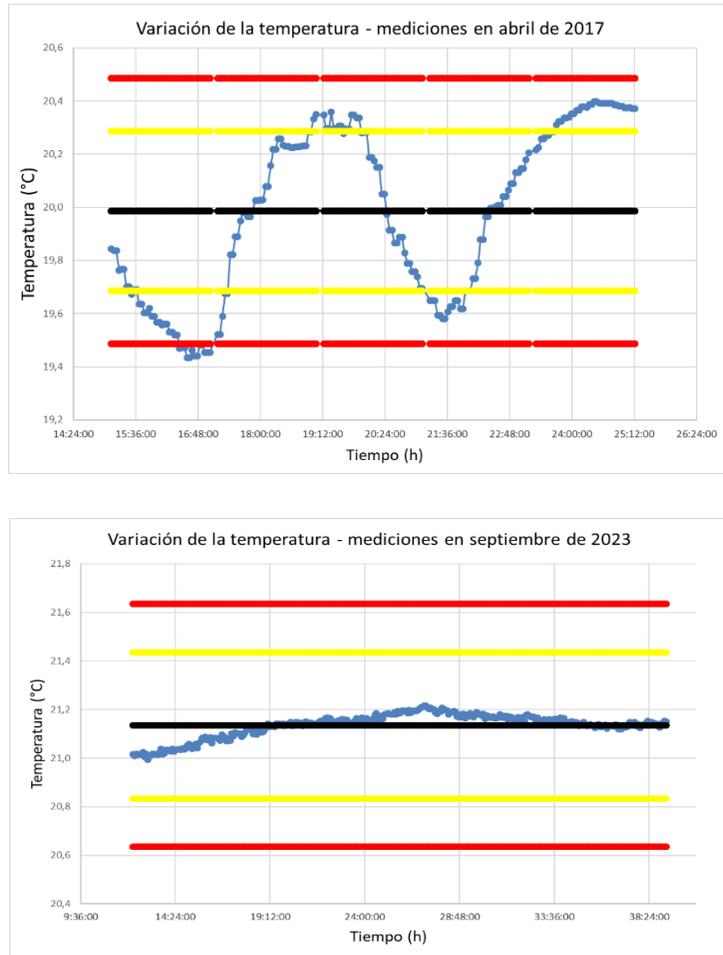
3. Resultados y discusión

3.1. Monitoreo de las condiciones ambientales

Antes de realizar la medición de las pesas clase E_1 , es necesario determinar si la instalación de los dos equipos de ajuste fino *BlueBox* en el laboratorio de masa permite asegurar los límites de temperatura y humedad relativa establecidos en la NTC 1848:2007 para la calibración de pesas clase E_1 . Para esto, se he llevado a cabo un monitoreo permanente de las condiciones ambientales en el laboratorio de masa desde mayo de 2020 hasta la fecha, usando para ello los datos registrados por la estación climática Klimet A30, y se comparan con datos registrados por este mismo equipo previo a la instalación de los equipos *Bluebox*. Para la adquisición y visualización de los datos de la estación climática Klimet A30, se usa un aplicativo en el software *LabVIEW* desarrollado por el grupo de automatización del INM.

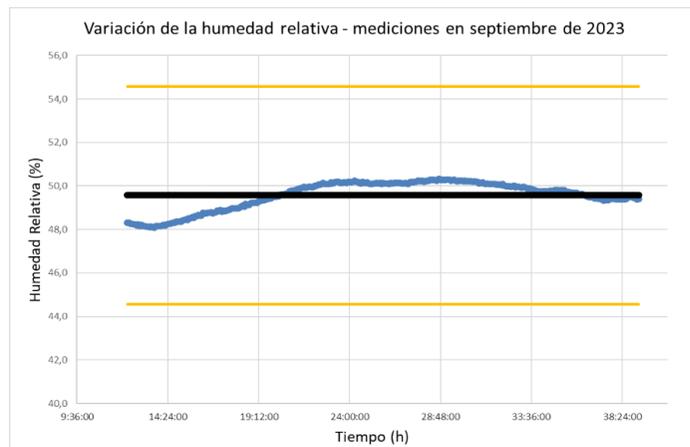
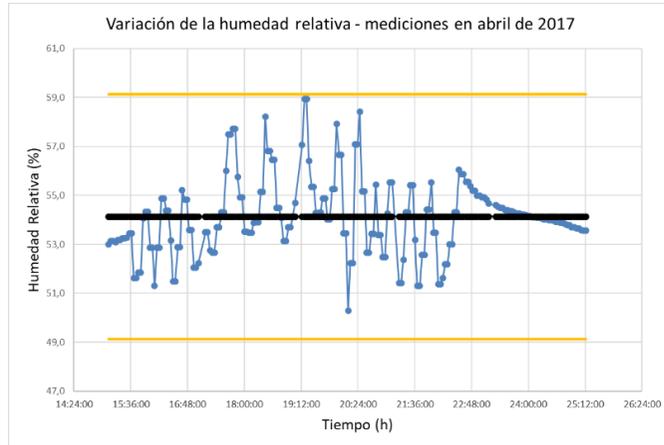
En la gráfica 1 se presenta un comparativo de los registros de temperatura en abril de 2017 (antes de la instalación de los equipos *BlueBox*) y en septiembre de 2023 (después de la instalación de los mismos).

Gráfica 1. Temperatura en el laboratorio de masa durante 15 h de medición continua; la línea amarilla representa una variación máxima de $\pm 0.3 \text{ }^\circ\text{C}$ por hora; la línea roja indica una variación máxima de $\pm 0.5 \text{ }^\circ\text{C}$ por 12 horas; la línea negra indica el promedio de temperatura durante las mediciones (arriba: datos registrados en abril de 2017; abajo: datos registrados en septiembre de 2023)



En la gráfica 2 se presenta un comparativo de los registros de humedad relativa en abril de 2017 (antes de la instalación de los equipos *BlueBox*) y en septiembre de 2023 (después de la instalación de los mismos).

Gráfica 2. Humedad relativa en el laboratorio de masa durante 15 h de medición continua; la línea naranja indica una variación máxima de $\pm 5\%$ por 4 horas; la línea negra indica el promedio de humedad relativa durante las mediciones (arriba: datos registrados en abril de 2017; abajo: datos registrados en septiembre de 2023).



Las gráficas 1 y 2 muestran que, una vez instalados los equipos *BlueBox*, la temperatura y la humedad relativa en el laboratorio de masa se mantienen dentro de los límites establecidos en la NTC 1848:2007 para la calibración de pesas clase E_1 . Es importante indicar que las gráficas presentadas son un ejemplo que representa de forma general el comportamiento típico de la temperatura y la humedad relativa antes y después de la instalación de los equipos *BlueBox*. Datos analizados en un periodo de tiempo de hasta 60 h presentan resultados similares en el comportamiento de la temperatura y humedad relativa, manteniéndose siempre dentro de los límites establecidos por la NTC 1848:2007.

3.2. Calibración de pesas clase E_1

Se llevó a cabo la calibración de los dos juegos de pesas clase E_1 identificados con los códigos internos NIM 010200 y NIM 010201 en el intervalo de 10 g a 1 kg (excepto las pesas de valor nominal 200 g del juego de pesas NIM 010201), entre los meses de julio a septiembre de 2023, usando para ello el comparador de masa automático AX107H para el intervalo de 10 g a 50 g, y el comparador de masa automático AX1007CP en el intervalo de 100 g a 1 kg. El control automático de estos comparadores se realiza usando el software *AT/AX Control* desarrollado por el fabricante de los comparadores, el cual está instalado en computadores conectados a los comparadores a través de puertos de comunicación RS-232.

Previo al inicio de las mediciones, se asegura que las pesas estén libres de polvo, suciedad o algún tipo de contaminación que afecten los resultados de medición, posteriormente son ubicadas al interior de la cabina del comparador de masa por un periodo de 24 h, para asegurar su estabilización térmica y así evitar posibles variaciones en la indicación del comparador debido a diferencias de temperatura entre estas, de acuerdo a lo establecido en la NTC 1848:2007 (Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación, 2007).

Los resultados de calibración (error en masa e incertidumbre expandida) obtenidos en el laboratorio de masa del INM para el juego de pesas NIM 010200, así como los valores de masa e incertidumbre expandida reportados en el certificado de calibración emitido por el PTB, se presentan en la tabla 3.

Tabla 3. Error en masa e incertidumbre expandida para el juego de pesas clase E₁ NIM 010200

Valor nominal	Resultados INM		Resultados PTB	
	Δm / mg	$U(k=2)$ / mg	Δm / mg	$U(k=2)$ / mg
1 kg	0,39	0,05	0,41	0,16
500 g	0,13	0,05	0,14	0,08
200 g	0,086	0,021	0,092	0,030
200 g*	0,032	0,021	0,038	0,030
100 g	-0,003	0,011	0,000	0,016
50 g	-0,022	0,006	-0,022	0,010
20 g	-0,039	0,005	-0,040	0,008
20 g*	-0,049	0,005	-0,050	0,008
10 g	0,001 9	0,004 2	0,001	0,006

De forma análoga, los resultados de calibración (error en masa e incertidumbre expandida) obtenidos en el laboratorio de masa del INM para el juego de pesas NIM 010201, así como los valores de masa e incertidumbre expandida reportados en el certificado de calibración emitido por el PTB, se presentan en la tabla 4.

Tabla 4. Error en masa e incertidumbre expandida para el juego de pesas clase E₁ NIM 010201

Valor nominal	Resultados INM		Resultados PTB	
	Δm / mg	$U(k=2)$ / mg	Δm / mg	$U(k=2)$ / mg
1 kg	-0,24	0,04	-0,22	0,16
500 g	-0,06	0,05	-0,05	0,08
100 g	-0,010	0,010	-0,008	0,016
50 g	-0,005	0,006	-0,005	0,010
20 g	-0,002	0,005	-0,002	0,008
20 g*	-0,002	0,005	-0,002	0,008
10 g	0,002 8	0,004 1	0,002	0,006

A partir de los resultados reportados en las tablas 3 y 4 se pueden destacar dos aspectos:

1. Los valores del error en masa calculados por el INM son consistentes con los resultados reportados por el PTB para los dos juegos de pesas usados y para todos los valores nominales medidos, lo cual muestra una adecuada implementación del método de subdivisión y el método Gauss-Markov para la calibración de pesas clase E_1 en el laboratorio de masa del INM.
2. Las incertidumbres expandidas calculadas por el INM son consistentemente menores a los valores reportados por el PTB. Esto no es de extrañar dado que el laboratorio de masa del PTB, al igual que la mayoría de laboratorios de masa en el mundo, no reporta la incertidumbre calculada en el proceso de medición, en cambio reporta un valor igual a $1/3$ del error máximo permitido para pesas clase E_1 . Con este resultado, se demuestra que el INM es capaz de obtener valores de incertidumbre menores a $1/3$ del error máximo permitido en la calibración de pesas clase E_1 , implementando el método de subdivisión.

Ahora bien, para analizar si los valores de masa calculados en el laboratorio de masa del INM son estadísticamente compatibles con los resultados reportados por el PTB, se escoge el método del error normalizado, el cual tiene en cuenta los resultados de medición de ambos laboratorios, así como la incertidumbre expandida. El error normalizado se calcula a partir de la ecuación (10) (San Andrés, y otros, 2007):

$$E_n = \frac{m_{INM} - m_{PTB}}{\sqrt{U_{INM}^2 + U_{PTB}^2}} \quad (10)$$

Donde m_{INM} representa el valor en masa calculado por el INM, m_{PTB} corresponde a los resultados reportados por el PTB en el certificado

de calibración, U_{INM} es la incertidumbre expandida calculada por el INM, y U_{PTB} es la incertidumbre expandida reportada por el PTB. Usando la ecuación (10), se considera que las mediciones son estadísticamente compatibles si el valor de E_n está entre -1 y +1, en caso contrario se considera que las mediciones no son estadísticamente compatibles. En la tabla 5 se presentan los valores del error normalizado para los juegos de pesas NIM 010200 y NIM 010201:

Tabla 5. Comparación de los resultados de medición de los juegos de pesas clase E, NIM 010200 y NIM 010201, obtenidos por el INM y resultados reportados en los certificados de calibración emitidos por el PTB.

Valor nominal	Error normalizado	
	NIM 010200	NIM 010201
1 kg	-0,09	-0,09
500 g	-0,09	-0,09
200 g	-0,14	----
200 g*	-0,14	----
100 g	-0,13	-0,09
50 g	0,00	0,00
20 g	0,09	0,00
20 g*	0,09	0,00
10 g	0,11	0,09

Los resultados reportados en la tabla 5 muestran valores del error normalizado E_n en el intervalo de -1 a +1, luego se concluye que los resultados obtenidos en el INM son estadísticamente compatibles con los valores reportados en los certificados de calibración del PTB, para los dos juegos de pesas calibrados y para todas las pesas medidas.

4. Conclusiones

Las mejoras implementadas en la infraestructura física del laboratorio de masa del INM, como la instalación de los equipos de ajuste fino de condiciones ambientales tipo *BlueBox*, permiten asegurar la estabilidad de la temperatura y humedad requeridas para la calibración de pesas clase E_1 . Mediciones realizadas de forma permanente para las variables mencionadas desde el año 2020, muestran que no solo se tiene estabilidad de las condiciones ambientales, además esta estabilidad se mantiene a través del tiempo, incluso para periodos de 60 h de medición ininterrumpida. Lo anterior no solo implica que se cumplen con los requisitos establecidos para la estabilidad de la temperatura y humedad relativa en la NTC 1848:2007, también asegura que las mediciones realizadas a pesas o juegos de pesas clase E_1 no se ven afectadas por variaciones en dichas variables.

Por otra parte, los resultados de calibraciones de dos juegos de pesas clase E_1 identificados con códigos internos NIM 010200 y NIM 010201, realizados a partir de la implementación del método de subdivisión para calibración de dichas pesas en el laboratorio de masa del INM, presentan resultados estadísticamente compatibles con respecto a valores reportados por laboratorios con reconocimiento internacional, como el PTB de Alemania. Adicionalmente, las incertidumbres expandidas calculadas en el INM, para todas las pesas calibradas, presentan valores consistentemente menores a $1/3$ del error máximo permitido para pesas clase E_1 . Estos resultados aseguran una adecuada implementación del método de subdivisión para calibración de pesas clase E_1 en el laboratorio de masa del INM.

No obstante, es necesario continuar con la calibración de estos juegos de pesas en el intervalo de 1 mg a 5 g, para así completar la calibración de un juego completo de pesas en el intervalo de 1 mg a 1 kg. En este aspecto, los resultados preliminares muestran un comportamiento similar a lo presentado en este trabajo, es decir, se obtienen resultados de medición en el INM estadísticamente compatibles al ser comparados con los resultados reportados por el

PTB, y valores de incertidumbre expandida menores a 1/3 del error máximo permitido. Todo lo anterior permite inferir que el laboratorio de masa del INM cuenta con las capacidades para la calibración de pesas clase E_1 , luego es posible mejorar las Capacidades de Medición y Calibración – CMC publicadas por el INM en el KCDB del BIPM.

El proceso de reconocimiento internacional de las CMC del laboratorio de masa puede tomar hasta 5 años hasta su publicación en el KCDB del BIPM, teniendo en cuenta la necesidad de participar en comparaciones clave con diferentes institutos de metrología con reconocimiento internacional en la calibración de pesas clase E_1 , sin embargo, estos resultados permiten asegurar la validez de los resultados de medición para este tipo de pesas a los laboratorios acreditados por el ONAC para la calibración de pesas clase E_2 que deseen calibrar sus patrones de referencia con el INM, evitando el traslado de estos equipos al exterior para su calibración, fortaleciendo así la cadena de trazabilidad metrológica en la magnitud masa en el país para todos los sectores del país que requieran mediciones en masa.

5. Agradecimientos

El autor desea expresar sus agradecimientos a todos los profesionales que han trabajado en los últimos años en el laboratorio de masa del INM, sin ellos, no hubiese sido posible obtener los resultados presentados en este trabajo. Ellos son: Jorge García, Jhon Barreto, Paola Ochoa, Diana Cifuentes, Camila Cusva, Elizabeth Azuero, Dumar Ospina y Luis Fernando Lagos.

Un especial agradecimiento a Luis Manuel Peña y Luis Omar Becerra del Centro Nacional de Metrología de México (CENAM), por su apoyo y hospitalidad durante la estancia realizada en octubre de 2018 en las instalaciones del CENAM.

Finalmente, es importante resaltar el apoyo de las directivas del INM desde el año 2019 hasta la fecha, así como al Sistema Interamericano de Metrología (SIM) y el Banco Interamericano

de Desarrollo (BID) por el soporte y la financiación durante la participación en la estadía realizada en el CENAM, en el marco del proyecto “*Fortalecimiento de los Institutos Nacionales de Metrología en el Hemisferio, en respaldo a las tecnologías emergentes*”.

6. Referencias

- Bureau Internationale des Poids et Mesures. (s.f.). Key Comparison Data Base - KCDB. Recuperado el 18 de octubre de 2023, de <https://www.bipm.org/kcdb/>.
- Bureau Internationale des Poids et Mesures. (2021). Certificate No 9 for a 1 kg mass standard, designated NIM 010103. Certificado de calibración, Bureau Internationale des Poids et Mesures.
- Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación. (2007). *NTC 1848: 2007. Pesas de clases E1, E2, F1, F2, M1, M1-2, M2, M2-3 y M3. Parte 1: Requisitos metrológicos y técnicos. Generalidades*. ICONTEC. Recuperado el 18 de octubre de 2023, de [enlace]
- Kochsiek, M. y Gläser, M. (2000). *Comprehensive mass metrology*. Wiley-VCH Verlag Berlin GmbH.
- Organisation Internationale de Métrologie Légale. (2004). *International Recommendation OIML R 111-1 Edition 2004 (E). Weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M1-2, M2, M2-3 y M3. Part 1: Metrological and technical requirements*.
- Organismo Nacional de Acreditación. (s.f.). Directorio Oficial de Acreditados. Recuperado el 18 de octubre de 2023, de <https://onac.org.co/directorio-de-acreditados/>.
- Peña, L. M. (2015). Subdivision Method. Presentación realizada en el evento *SIM Workshop on calibration of weights*, 11 de agosto, Quito, Ecuador.
- Physikalisch-Technische Bundesanstalt. (2022). Calibration certificate PTB - 11043 21. Certificado de calibración, Braunschweig, Alemania.
- Physikalisch-Technische Bundesanstalt. (2023a). Calibration certificate PTB - 11052 22. Certificado de calibración, Braunschweig, Alemania.
- Physikalisch-Technische Bundesanstalt. (2023b). Calibration certificate PTB - 11053 22. Certificado de calibración, Braunschweig, Alemania.
- Picard, A., Davis, R., Gläser, M. y Fujii, K. (2008). Revised formula for the density of moist air (CIPM-2007). *Metrologia*, 45, pp. 149-155.
- Ramírez Varas, L. (2008). *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*. Proyecto de Graduación sometido a consideración de la Escuela de Ingeniería Química para optar por el grado de Licenciado en Ingeniería Química, Universidad de Costa Rica, Facultad de Ingeniería, San José.
- San Andrés, M., Becerra, L. O., Vallejos, G., Quiroga, A., Chanchay, R., Bermúdez, Á. y Salazar, E. (2007). Final Report. Comparison of standard of mass (100 mg, 5 g, 20 g, 100 g and 1 kg). *SIM.M.M-S1. Final Report*, Sistema Interamericano de Metrología. Recuperado de *SIM.M.M-S1 Final Report*, 2007, 30 páginas.
- Sistema Interamericano de Metrología. (2009). *Guía para la calibración de los instrumentos para pesar de funcionamiento no automático SIM MWG7/cg-01/v.00*. Recuperado el 18 de octubre de 2023.
- Vâlcu, A. y Dinu, D. (2009). Subdivision method applied for OIML weights using an automatic comparator. *XIX IMEKO World Congress. Fundamental and Applied Metrology*, pp. 280-284, Lisbon, Portugal.