

UNIVERSIDAD DE LA HABANA

Cátedra de Calidad, Metrología y Normalización

Trazabilidad metrológica de los densímetros oscilatorios en Cuba

Tesis presentada en opción al Título de

Máster en Ciencias en Metrología

Autor (a): Ing. Nayara La Rosa Yero

Tutor: M. Sc. Rodes Yanet Valdivia Medina

2022

AGRADECIMIENTOS

A todos mis profesores, que de una manera u otra contribuyeron a mi formación.

A mi tutora, M. Sc. Rodes Yanet Valdivia Medina, la cual contribuyo a la realización de este sueño. Por su ayuda, apoyo incondicional y perseverancia para dar como concluido este trabajo.

A mi madre, que, sin ella, nada de esto fuera posible.

Al amor de mi vida, gracias por existir y siempre estar ahí.

A mi familia y amigos, por su preocupación constante para hacer posible la terminación de esta tesis.

A mis compañeros de trabajo, Sandra Claudina Pedro Valdés, Nelson Julián Villalobos Hevia, Mirtha Navarro González, Orestes Ramírez, Fran Javier Buzón González, por su colaboración.

A todos los que han contribuido en mayor o menor medida.

Síntesis

Los densímetros oscilatorios son densímetros digitales que sirven para determinar densidad de líquidos, basado en el principio del tubo en U oscilante. En la actualidad el país tiene la necesidad de utilizarlos en la industria, pero estos no cuentan con la trazabilidad metrológica necesaria, por lo que el objetivo de la investigación es establecer la trazabilidad metrológica de los densímetros oscilatorios en el país. Se analizó el estado del arte respecto a los densímetros oscilantes teniendo en cuenta su principio de funcionamiento y de medición, la forma de calibración internacional y la teoría sobre la trazabilidad metrológica de estos densímetros. También se caracterizó el instrumento al cual le vamos a dar trazabilidad y se realizó un diagnóstico de todos los densímetros existentes en el país con trazabilidad o sin esta. Como resultado de la investigación se realizaron mediciones a dos líquidos de referencia (isooctano y el alcohol absoluto), con la maqueta funcional, utilizando la esfera de ULE 1 por el método de pesaje hidrostático, y al densímetro oscilatorio con estos líquidos de referencia. Además, se estudiaron los procedimientos de calibración para los densímetros digitales, lo cual permitió establecer la adquisición de Líquidos de Referencia Certificados (MRC) en densidad, como variante más económica para realizar el proceso de calibración de este tipo de densímetro. La investigación se realizó en el Laboratorio de Densidad del INIMET, y el procedimiento de calibración se implementó con la materialización de la calibración del densímetro oscilatorio de TECNOMATICA utilizando MRC en densidad, lo cual permitió establecer una cadena de trazabilidad metrológica al Instituto Nacional de Metrología de México (CENAM).

Índice

Introducción.....	01
Capítulo 1. Trazabilidad metrológica de los densímetros oscilatorios.....	05
1.1 La densidad e instrumentos.....	05
1.2 Trazabilidad metrológica. Conceptos.....	11
1.3 Líquidos de Referencia y Líquidos de Referencia Certificados en Densidad	17
1.4 Calibración de los densímetros oscilatorios.....	21
1.5 Conclusiones parciales del capítulo.....	27
Capítulo 2. Diagnóstico para la fundamentación de la trazabilidad metrológica de los densímetros oscilatorios en el país.....	28
2.1 Etapas de investigación.....	28
2.2 Métodos utilizados para el diagnóstico de la trazabilidad metrológica de los densímetros oscilatorios en el INIMET.....	30
2.3 Diagnóstico sobre trazabilidad metrológica para asegurar la calibración de los densímetros oscilatorios en el país.....	32
2.4 Conclusiones parciales del capítulo.....	41
Capítulo 3. Aplicación del procedimiento para la calibración de los densímetros oscilatorios en el INIMET y trazabilidad metrológica en el país.....	42
3.1 Aplicación del procedimiento de calibración de los densímetros oscilatorios en el Laboratorio de Densidad del INIMET.....	42
3.2 Procedimiento para la calibración de los densímetros oscilatorios en el Laboratorio de Densidad del INIMET.....	49
3.2.1 Implementación del procedimiento para la calibración de los densímetros oscilatorios en el Laboratorio de Densidad del INIMET, empleando MR y MRC.....	50
3.2.1.1 Líquidos de Referencia (MR) en Densidad.....	50

3.2.1.1.1 Resultados de las mediciones e incertidumbre realizadas para la determinación de la densidad del isooctano.....	55
3.2.1.1.2 Resultados de las mediciones e incertidumbre realizadas para la determinación de la densidad del alcohol absoluto.....	58
3.2.1.1.3 Determinación de los parámetros metrológicos del densímetro oscilatorio con MR en densidad.....	61
3.2.1.2 Determinación de los parámetros metrológicos del densímetro oscilatorio con MRC en densidad.....	62
3.3 Evaluación de los resultados de la determinación de los parámetros metrológicos con MR y MRC.....	63
3.4 Resultados de la validación del Procedimiento para la calibración de los densímetros oscilatorios en el Laboratorio de Densidad.....	66
CONCLUSIONES.....	68
RECOMENDACIONES.....	70
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.....	71
ANEXOS	

Introducción

La densidad es una magnitud física que juega un papel importante en la industria, la ciencia, la ingeniería y la tecnología. La determinación de la densidad de líquidos interviene en procesos tecnológicos, comerciales, fiscales y científicos. En nuestro país el centro dedicado a la calibración y verificación de instrumentos es el Instituto Nacional de Investigaciones en Metrología (INIMET), el cual tiene como misión desarrollar y crear los patrones en la magnitud de densidad de líquidos, este es miembro del Servicio Nacional de Metrología (SENAMET), y encabeza la pirámide de trazabilidad del SENAMET, asegurando trazabilidad metrológica a los patrones de referencia de los centros territoriales y laboratorios provinciales de metrología en el país. Desde el año 2008 cuenta con el reconocimiento de la Organización Regional de Cooperación Euroasiática de los Institutos Nacionales de Metrología (COOMET) por la norma ISO/IEC 17025. Hasta la fecha el Instituto ha recibido tres evaluaciones por pares, con la participación en cada evaluación de grupos expertos del Comité Técnico TC 3.1 del Fórum de Calidad de COOMET, confirmando que la trazabilidad metrológica se logra con la competencia técnica requerida, asegurando el personal, los equipos de medición, instrumentos patrones, las condiciones y la documentación técnica que ampara las calibraciones que efectúa la Institución. Dentro de este instituto se encuentra el Laboratorio de Densidad el cual su misión es la calibración de los densímetros de inmersión, ópticos y digitales del país.

En los últimos años con el desarrollo tecnológico y la aplicación de la automatización en los procesos de los sectores de la industria biotecnológica, petroquímica y alimentaria, se han introducido en el país densímetros digitales del tipo oscilatorios vinculados a procesos industriales que se encuentran conectados en línea, a los

que no se le asegura la trazabilidad metrológica con el patrón existente. Esto requiere de una propuesta de proyección vinculada en la actualidad al proyecto de donación aprobado entre los INM de Cuba y China "Fortalecimiento del Servicio Nacional de Metrología de Cuba", que permitirá respaldar el desarrollo de nuevas capacidades de medición, vinculado a la creación de la infraestructura necesaria para el trabajo con las esferas de ULE (patrón sólido), por el método de pesada hidrostática, u otro patrón (densímetros digitales patrones), por el método de comparación directa, cuya incertidumbre estaría en el orden de 10^{-5} g/cm³, para el aseguramiento de las mediciones de densidad de líquidos en correspondencia con las necesidades que demanda el país en la producción de bienes y servicios, y su comercio internacional. Otra necesidad del laboratorio es contar con la infraestructura necesaria para la certificación de los líquidos de referencias en densidad en el país, que a pesar de tener dos esferas de ULE (patrones sólidos), trazables metrológicamente al *Physikalisch-Technische Bundesanstalt* (PTB) de Alemania. El valor de estos patrones sólidos de densidad es una fuente de trazabilidad para el valor de densidad de los Líquidos de Referencia, los cuales intervienen directamente en la calibración de los densímetros oscilatorios, que se utilizan en laboratorios de la industria, donde se requiere realizar mediciones de densidad de manera confiable. Esta trazabilidad metrológica tiene la capacidad de relacionar los resultados de las mediciones a patrones nacionales o internacionales a través de una cadena ininterrumpida de comparaciones, la cual se conoce como cadena de trazabilidad metrológica.

Partiendo de las consideraciones anteriores, se plantea como problema científico la necesidad de garantizar la trazabilidad metrológica de los densímetros oscilatorios en el país.

Para darle solución al problema planteado se han trazado diferentes objetivos.

Objetivo General:

Establecer la trazabilidad metrológica de los densímetros oscilatorios en el país.

Objetivos específicos

1. Analizar el estado del arte de la trazabilidad metrológica de los densímetros oscilatorios.
2. Diagnosticar la situación sobre la trazabilidad metrológica de los densímetros oscilatorios en el país.
3. Implementar el procedimiento de calibración de los densímetros oscilatorios en el Laboratorio de Densidad del INIMET.

Hipótesis de trabajo: La implementación de un procedimiento para la calibración de los densímetros oscilatorios utilizando Materiales de Referencia Certificados o Materiales de Referencia en densidad permitiría garantizar la trazabilidad metrológica de estos instrumentos de medición.

Al implementarse el procedimiento se obtienen los siguientes aportes

- Impacto científico y tecnológico: Asimilado un nuevo tipo de densímetro oscilatorio para la medición de flujo en línea, garantizando las mediciones con MRC en densidad, los cuales hasta la fecha no tenían trazabilidad metrológica en el país, quedando asegurada la calibración del densímetro y de todos los metros contadores de combustibles del país por el método volumétrico a través de este sistema de medición.

- Impacto social: Reconocido internacionalmente por la Organización Regional COOMET, la competencia técnica del Laboratorio de Densidad del INIMET, en la realización de la nomenclatura de servicio de densímetros digitales, con incidencia significativa en la credibilidad y confianza de las mediciones de flujo por el método volumétrico en el Laboratorio de Calibración de Líquidos Claros (LCPC) de Tecnomática, por el aseguramiento en Cuba de la calibración de los densímetros oscilatorios para la medición de flujo en línea.
- En el impacto económico se sustituirá la importación de este servicio de calibración en el extranjero. Respaldadas las transacciones comerciales en el despacho de combustible en el país.

La investigación es de tipo experimental ya que se hicieron cambios en el procedimiento que estaba para garantizar el aseguramiento metrológico de los densímetros oscilatorios. Los métodos de la investigación teóricos utilizados son el analítico sintético y el inductivo. Entre los métodos empíricos se emplearon la experimentación y la observación científica. También el método de modelación matemática para la elaboración de presupuestos de incertidumbre en la calibración de los densímetros oscilatorios.

La tesis está conformada por Introducción, 3 Capítulos, Conclusiones, Recomendaciones, Referencias bibliográficas y Anexos.

Capítulo 1. Trazabilidad metrológica de los densímetros oscilatorios

En este capítulo se abordan aspectos conceptuales vinculados con la magnitud física de densidad de líquidos, los densímetros digitales y oscilatorios, calibración e incertidumbre de las mediciones de estos densímetros, así como otros aspectos que se vinculan con el aseguramiento de la trazabilidad metrológica.

1.1 La densidad e instrumentos

La densidad es una magnitud física considerada como indicativo de la pureza de una sustancia, que proporciona información sobre la masa dividida por su volumen, o sea, la densidad mide la cantidad de masa que hay en determinado volumen. El símbolo empleado para la densidad se suele representar con la letra griega ρ o también se usa de manera común la letra latina "d". La unidad de medida del Sistema Internacional de Unidades (SI) es el (kg/m^3) .

La medición de la densidad se basa en el principio de Arquímedes, siendo la fuerza de empuje hacia arriba (ascendente), que recibe todo cuerpo que se encuentra sumergido en agua o en cualquier otro fluido o sustancia.

Basado en el Principio de Arquímedes en el año 400 antes de Cristo aparecen las primeras menciones sobre el hidrómetro, también se le conoce como densímetro de inmersión, cuando el antiguo matemático griego Hypatia recibió una carta de su alumno, Synesios de Cirene la cual contenía una descripción del hidrómetro. Varias figuras claves en la historia de la ciencia mencionan el densímetro en su trabajo, como Galileo en 1612, descrito por el Instituto y Museo de historia de la ciencia. En los siglos 18 y 19, el desarrollo industrial propició la necesidad del uso del hidrómetro en Europa. Modelos populares de la época fueron inventados por los

científicos William Nicholson y Antoine Baumé. En Europa durante los siglos 18 y 19, el hidrómetro saltó a la fama debido a la controversia pública sobre impuestos de alcohol, según Promash.com. Este indicaba que el hidrómetro se utiliza en la industria de destilación para medir el contenido de alcohol y determinar impuestos en Londres.

La forma del hidrómetro ha cambiado con el tiempo. Según el Instituto y Museo de historia de la ciencia, algunos eran un dispositivo flotante de vidrio en un tubo de escalado. Densímetros (Hidrómetros) era a veces esférico en forma. Otros Hidrómetros usan anillos extraíbles para equilibrar los tipos de líquidos. Algunos Densímetros fueron estructurados utilizando tacos poco colgando hacia abajo de la longitud de cadena, como se indica por el Instituto y Museo de historia de la ciencia.

Durante miles de años la necesidad de mediciones precisas de densidad ha ido en aumento. La ciencia ha evolucionado desde el hidrómetro pasando por el picnómetro hasta llegar a la tecnología digital del tubo en U. Todos estos métodos tienen en común que hacen uso del vidrio para la tecnología de sus sensores. Cuanto más preciso necesite ser el resultado, más largos serán los tiempos de medición y mayores efectos secundarios deben tenerse en cuenta (por ejemplo, regulación y medición precisa de la temperatura). En la Tabla 1 aparece reflejada la historia de los densímetros hasta los densímetros digitales (Avibert, 2017).

Tabla 1. Historia del surgimiento de los diferentes tipos de densímetros (Avibert, 2017).

Año	Surgimiento de los diferentes tipos de densímetros
400/500	Una descripción temprana de un hidrómetro se puede encontrar en una carta del filósofo griego Sinesio de Cirene al erudito griego Hipatia de Alejandría
1000	Abu'r-Raihan Muhammad al-Biruni, un importante Corasmian (oeste de Asia Central) erudito universal, construyó el primer picnómetro de vidrio
1922	El maestro cerrajero Anton Paar comenzó un taller de reparación de máquinas de un solo hombre en Heinrichstrabe en Graz. Así nació la compañía Anton Paar, hoy líder en el mercado de medición digital de densidad.
1965	Nace la idea de medir la densidad utilizando el principio de oscilación. Un tubo en U de vidrio se hace oscilar en su frecuencia de oscilación básica.
1967	El densímetro digital DMA 02 C de Anton Paar KG, basado en el principio de oscilación de tubo en U como indicador de la densidad de un líquido, se presentó enACHEMA. El aparato para la medición de la densidad DMA 02 C con una precisión de 10^{-6} g/cm ³ revolucionó la medición de la densidad.
1970	Se lanza al mercado el medidor de densidad más ligero y más barato DMA 10.
1976	El densímetro DMA 46 fue el primer densímetro equipado con termostatación Peltier. De esta manera, la densidad altamente dependiente de la temperatura de la muestra se podría medir a una temperatura constante entre 15 °C y 40 °C.
1977	El DMA 55, tenía incorporadas las constantes de oscilación en el equipo, de esta manera mostraba el valor de densidad sin la necesidad de que la misma fuera calculada a partir de las características de oscilación.
1981	Fue desarrollada la primera versión del densímetro portátil DMA 35. Este equipo de medición de densidad operado a batería y compacto, brindaba resultados de campo exactos en unos pocos segundos.
1988	El DMA 48 y el DMA 58 estaban equipados con un microcontrolador que suministraba, además del resultado de densidad, también la concentración de la solución. También el rango de temperatura se incrementó hasta 70 °C.
1997	El oscilador de referencia (termobalanza TM) corrige el comportamiento elástico del vidrio de tubo en U, proporcionando mayor estabilidad a largo plazo.
2004	Marca el comienzo de la modularidad y los sistemas multiparamétricos.

2008	Los nuevos densímetros de mesada “DMA Generación M” en su diseño contemporáneo utiliza una PC incorporada, una pantalla táctil, una cámara integrada (U-View™), detección automática de burbujas (FillingChek™), y mejoró considerablemente la facilidad de uso gracias al diseño de interfaz gráfica del usuario. El modelo de alta gama de esta familia - DMA 5000 M – es el densímetro digital más preciso del mundo.
2015	Los densímetros DMA generación M están equipados con una pantalla táctil incluso más grande de 10,4” y junto a su nueva pantalla.
2016	Lanzamiento del EasyDens, el densímetro digital más pequeño del mundo.

La medición de la densidad es un parámetro de calidad importante tanto de las materias primas como de los productos acabados. Existen varias técnicas que permiten una determinación exacta de la densidad de materiales sólidos, líquidos y viscosos, por ejemplo, metales, plásticos, productos químicos, lubricantes y alimentos.

Una variación en la materia prima, indicada por un cambio en la densidad, podría tener un resultado perjudicial para el funcionamiento o la calidad del producto final.

La medición de la densidad de materias primas puede usarse para confirmar la pureza del material. Si se ha adulterado una sustancia con una alternativa más barata, la densidad medida del material compuesto será diferente de la de la sustancia pura.

La densidad también puede servir para garantizar la homogeneidad. Si una pieza fabricada no es homogénea, podría verse afectados atributos de rendimiento clave como la fuerza y la resistencia al agrietamiento. Por ejemplo, incluso una burbuja de aire interna puede provocar, en última instancia, que una pieza falle al someterla a presión. El muestreo aleatorio de las piezas es una forma sencilla y rentable de supervisar la calidad continua (Toledo, Medición de la densidad, s.f.).

O sea, las mediciones de densidad juegan un papel importante en el aseguramiento de la calidad de las materias primas, sirven para realizar comprobaciones de pureza, y para determinar concentración de muestras ofreciendo información de su composición. Como ejemplo tenemos para mencionar, la densidad del agua ultra pura a 20,00 °C es igual a 0,998203 g/cm³, lo que significa que cualquier desviación referida al valor de \pm tolerancia, indicará impurezas en la muestra de agua.

Los densímetros digitales en línea DMIF Bopp&Reuther son densímetros oscilatorios que sirven para determinar las densidades de líquidos, basado en el principio del tubo en U oscilante, cuya frecuencia de resonancia está determinada por la masa de los materiales contenidos en un volumen conocido, de manera análoga a cómo la masa de un diapasón es determinante para el tono de su sonido de resonancia (Toledo, ¿Qué es la densidad? Todo lo que es preciso saber sobre la medición de la densidad?, s.f.).

En la actualidad, las mediciones digitales de la densidad de los líquidos se realizan de forma rápida y confiable, siendo una referencia para el control de los procesos en la industria, así como también el control de calidad de los productos y servicios terminados. Como ejemplo del uso en las mediciones de densidad de flujo en línea se puede mencionar entre los densímetros digitales el modelo DMIF 2.0 del fabricante Bopp&Reuther. Estos densímetros digitales tienen como característica su alta precisión y construcción robusta, y son ampliamente utilizados para realizar mediciones de densidad a una temperatura en los procesos directamente, (ver Figura 1).



Figura 1. Densímetro digital en línea DMIF Bopp&Reuther (Toledo, ¿Qué es la densidad? Todo lo que es preciso saber sobre la medición de la densidad?, s.f.).

Las principales características y principio de funcionamiento del densímetro digital en línea DMIF Bopp&Reuther son:

- Medición directa de la densidad, densidad de referencia o concentración.
- Construcción muy robusta.
- Técnica de 2 hilos.
- Bajo coste de instalación.
- Soporte FDT. 1.2 (existe Hart DTM).
- Conexión DN25 o DN50.

El transmisor de densidad trabaja según el principio de oscilación. El líquido a medir pasa por un elemento oscilante, tubo oscilante que es accionado de forma electromagnética y oscila en su frecuencia propia. Cambios de la densidad significan un cambio de la frecuencia. Estos cambios son recogidos en el convertidor

y teniendo en cuenta la temperatura del líquido a medir es convertida en una señal proporcional a la densidad.

Como señal, existe una salida de 4-20 mA. Además, se indica in situ diferentes valores de medición en el display.

La utilización principal es en mandos de procesos y en el control de calidad de productos líquidos en toda clase de industria. También se utiliza para la medición de masa en unión con contadores volumétricos con su convertidor correspondiente (Mabeconta, s.f.).

Considerando lo planteado se puede decir que los densímetros digitales basan su principio de funcionamiento en un tubo en U oscilante, el cual es de vidrio hueco y vibra a una cierta frecuencia que cambia cuando el tubo se llena con la muestra. Por lo tanto, si la masa de la muestra es mayor será menor la medición de la frecuencia que se convierte en densidad. Este tipo de instrumento tiene incorporado un termómetro de precisión que controla la temperatura de la muestra.

1.2 Trazabilidad metrológica. Conceptos

El Vocabulario internacional de metrología - Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados (VIM), define trazabilidad como la propiedad de un resultado de medida por el cual el resultado se puede relacionar con una referencia mediante una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones, cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medida (NC, 2012). Según esta definición la trazabilidad es una condición que se da cuando es posible comparar la indicación de un equipo de medición, el resultado de un método de medición o el valor de un

patrón o medida materializada, en una o más etapas, con un patrón o elemento de referencia para el mensurando en cuestión.

La importancia de la trazabilidad se ha acrecentado en el último tiempo con el crecimiento de la globalización de los mercados y los avances de la ciencia y la tecnología. Se ha convertido en un requisito cuyo cumplimiento garantiza que los resultados sean comparables, válidos y reproducibles, independientemente del lugar en que se hayan realizado las mediciones.

Calibración: operación que bajo condiciones especificada establece, en una primera etapa, la relación entre los valores y sus incertidumbres de medida asociadas 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 (NC, 2012).

Cadena de Trazabilidad Metrológica: secuencia de patrones y calibraciones que relacionan un resultado de medida con una referencia (NC, 2012).

Material de referencia (MR): material suficientemente homogéneo y estable con respecto a propiedades especificadas, establecido como apto para su uso previsto en una medición o en un examen de propiedades cualitativas (NC, 2012).

Material de referencia certificado (MRC): material de referencia acompañado por la documentación emitida por un organismo autorizado, que proporciona uno o varios valores de propiedades especificadas, con incertidumbres y trazabilidades asociadas, empleando procedimientos válidos (NC, 2012).

Patrón: realización de la definición de una magnitud dada, con un valor determinado y una incertidumbre de medida asociada, tomada como referencia.

Patrón internacional: patrón de medida reconocido por los firmantes de un acuerdo internacional con la intención de ser utilizado mundialmente (NC, 2012).

Patrón nacional: patrón reconocido por una autoridad nacional para servir, en un estado o economía, como base para la asignación de valores a otros patrones de magnitudes de la misma naturaleza (NC, 2012).

Patrón primario: patrón establecido mediante un procedimiento de medida primario o creado como un objeto elegido por convenio (NC, 2012).

Patrón de referencia: patrón designado para la calibración de patrones de magnitudes de la misma naturaleza, en una organización o lugar dado.

Patrón de trabajo: patrón utilizado habitualmente para calibrar o verificar instrumentos o sistemas de medida (NC, 2012).

Trazabilidad: propiedad de un resultado de medida por el cual el resultado se puede relacionar con una referencia mediante una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones, cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medida (NC, 2012).

Trazabilidad Metrológica: propiedad de un resultado de medida por el cual el resultado se puede relacionar con una referencia mediante una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones, cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medida (NC, 2012).

Trazabilidad Metrológica a una Unidad de Medida: trazabilidad metrológica en la que la referencia es la definición de una unidad de medida mediante su realización práctica (NC, 2012).

El desarrollo de la ciencia y la tecnología exige de mayor exactitud de los resultados de las mediciones, lo que significa que se hace cada vez más necesario reportar resultados técnicamente válidos.

La competencia técnica es la combinación de experiencia, equipamiento y procedimientos que hace que un resultado sea válido técnicamente. Para evaluar si un laboratorio es competente y hasta dónde alcanzan las mediciones que puede producir de forma válida se usan expertos técnicos. Estos evalúan el laboratorio durante días y definen si todo está en orden. Un laboratorio competente disemina trazabilidad.

Al calibrarse los equipos y al asegurarse la trazabilidad de los equipos que se usan en el laboratorio de control de calidad se da validez a los resultados de este laboratorio y se asegura que los resultados de este laboratorio puedan reproducirse. Medir de forma correcta no solo nos asegura que podamos compararnos con otros laboratorios, sino que nos ayuda a comprender mejor los procesos y a mejorarlos (Taubaso, 2019).

Después de analizar cuidadosamente la norma ISO/IEC 17025, se concluye que un “resultado técnicamente válido” es uno que es “bueno”, que es “confiable”, ¡y que podemos DEMOSTRAR que es así! (Oramas).

Entre toda la evidencia objetiva que involucra esta “demostración”, surge como más importante el término “trazabilidad metrológica del resultado”, sobretodo porque esta demostración no sólo incluye la presentación de los datos originales de la medición, de los cálculos realizados a partir de ellos (incluyendo el cálculo de la incertidumbre de medición), de la presentación del informe o certificado de la medición o calibración efectuada, sino que exige la presentación de la evidencia de

la trazabilidad metrológica de la calibración del instrumento y/o de los valores certificados a los patrones empleados.

¿Y por qué es tan importante la trazabilidad metrológica”? Porque no importa lo bien que controle todas las variables que influyen sobre su medición o calibración, ni lo bien entrenado/calificado que sea su personal, ni lo excelente que sean sus equipos, materiales, métodos de medición, etc., etc., etc., si al introducirle a su equipo, por ejemplo, una muestra contentiva de 5 ppm del mensurando, este le reporta un resultado de 7 ppm, ya que fue mal calibrado, con patrones que no tenían trazabilidad, terminando con ¡un fracaso total! ¡Y lo peor es que cree que lo está haciendo todo perfecto y que su resultado es perfecto, pues desconoce que su instrumento y/o patrón no tiene trazabilidad metrológica! (Oramas).

La trazabilidad metrológica en la magnitud física de densidad es asegurada por los Institutos Nacionales de Metrología (INM) a través de patrones sólidos, con la exactitud requerida y respaldado con la participación en las intercomparaciones entre patrones sólidos de esta misma magnitud, y también de los patrones de masa y longitud. En la Figura 2 se muestra la cadena de trazabilidad metrológica.

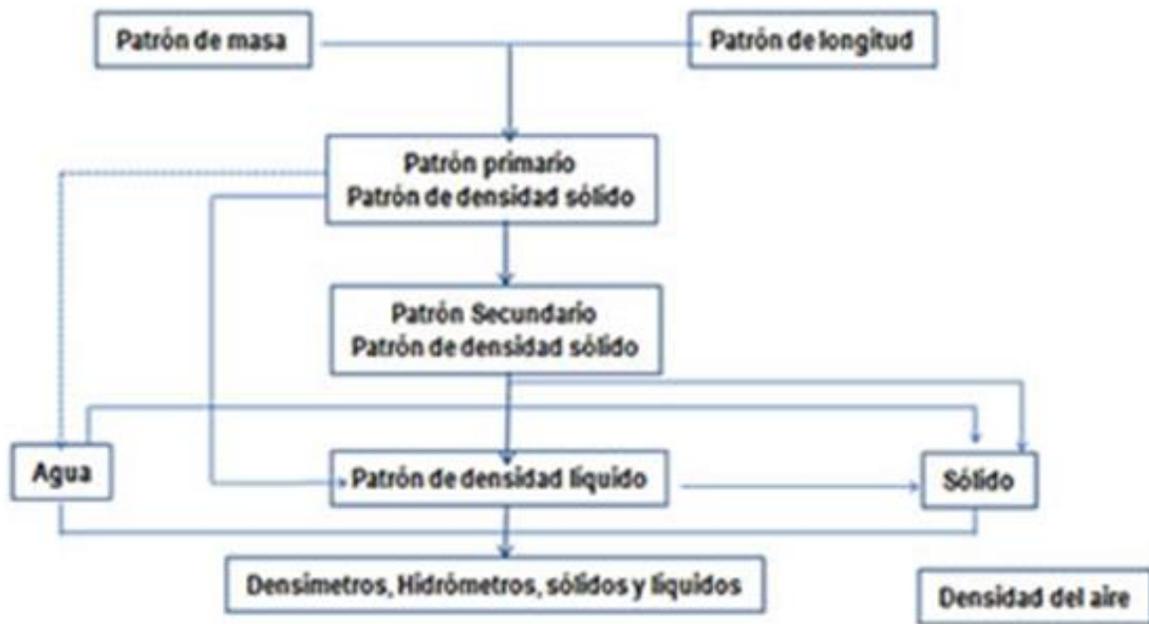


Figura 2. Cadena de trazabilidad metrológica en Densidad (Beccerra Luis O.).

La trazabilidad metrológica se garantiza a través del proceso de calibración. En los densímetros vinculados en proceso para líquidos homogéneos instalados en línea, la calibración debe realizarse en los valores de densidad de los líquidos en donde usualmente se desempeña y a las condiciones normales de trabajo (temperatura, presión, viscosidad, etc.).

La calibración consiste de manera general en la comparación de la indicación del instrumento con el valor de densidad certificado de un material, o contra un valor de densidad trazable al SI, con un valor de incertidumbre apropiado en relación a la incertidumbre de calibración requerida, dependiendo de la clase de exactitud del instrumento bajo calibración (Centro de Ingeniería y Tecnología (Cenit)) (Furtado A, 2009).

1.3 Líquidos de Referencia y Líquidos de Referencia Certificados en Densidad

Un material de referencia es un “material o sustancia que tiene una o varias de sus propiedades suficientemente bien establecidas para calibrar un aparato o instrumento, validar un método analítico, o asignar valores a un material o sistema” (ISO, 1992).

Un material de referencia certificado, es un material de referencia que tiene certificados uno o varios de sus valores de una o más de sus propiedades por procedimientos técnicamente válidos llevados a cabo por un organismo competente (ISO, 1992).

La principal diferencia entre un MR y un MRC es el certificado asociado al MRC emitido por un organismo competente. Veremos que no se trata ‘únicamente’ de un certificado, sino que este certificado garantiza que un MRC sea, desde un punto de vista práctico, la mejor referencia posible en la verificación de la trazabilidad de un método analítico.

Un MRC es un líquido de referencia, parecido a las muestras reales que estamos analizando en nuestro laboratorio, del cual un organismo competente nos certifica y garantiza la cantidad del mensurando (por ejemplo, concentración de un determinado analito) que queremos analizar con nuestro método analítico. Para verificar la trazabilidad, analizaremos el MRC y compararemos los resultados obtenidos con nuestro método con el valor asignado por el organismo competente al MRC (ISO, 1992).

El aseguramiento de la calidad de las mediciones debe tener entre otros elementos el uso de materiales de referencia certificados, la aplicación de métodos validados y equipos adecuados, el trabajo debe ser realizado por personal calificado y competente, asegurarse de la comparación de resultados con los obtenidos por

otros laboratorios (trazabilidad e incertidumbre de medición), disponer de evidencias independientemente de la capacidad técnica (ensayos de aptitud), y además emplear procedimientos bien definidos de control de calidad.

Los MRC se utilizan con el propósito de calibrar equipo de medición, para la validación de métodos de medición, y para la asignación de valores a otros materiales, además los MRC son usados de acuerdo a la necesidad específica y estos pueden ser utilizados para determinar propiedades físicas y químicas, y se pueden encontrar en estado sólido, líquido o gaseoso.

Las mediciones de densidad deben ser trazables al patrón nacional, por lo que la medición de la densidad de los líquidos seleccionados, para ser usados como MRC en densidad, se debe medir con algún sólido de densidad caracterizada con trazabilidad al patrón nacional de densidad que son esferas sólidas.

El método que se usa para la calibración de densidad de los MR es el de pesada hidrostática que básicamente, consiste en determinar el empuje que tiene el líquido sobre el sólido de densidad conocida y comparar este valor contra patrones de masa (Díaz J, 2010).

La NC ISO/IEC 17025: 2017 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración, establece en el apartado 7.7 "Aseguramiento de la validez de los resultados" que el laboratorio debe contar con un procedimiento para hacer el seguimiento de la validez de los resultados. Los datos resultantes se deben registrar de manera que las tendencias sean detectables y cuando sea posible, se deben aplicar técnicas estadísticas para la revisión de los resultados (NC, 2017).

Para que un cierto material pueda ser considerado como un MRC, tiene que cumplir una serie de propiedades. Las más importantes son:

Trazabilidad: El MRC debe ser trazable a patrones de referencia nacionales o internacionales. Esto debe quedar perfectamente reflejado en el certificado que aporte el organismo productor. Desde un punto de vista práctico, no existe un procedimiento normalizado para asegurar la trazabilidad de los parámetros de interés en un MRC, y cada organismo de certificación tiene sus propios métodos de trabajo. Sin embargo, la trazabilidad de un MRC exige la utilización de varios métodos independientes, es decir, que se encuentre el valor de la propiedad que se desea certificar (por ejemplo, la concentración de ácido oleico en manteca de cacahuete) utilizando diversos métodos analíticos cuyos principios de medida sean completamente distintos. Algunos organismos productores realizan los análisis en sus propios laboratorios mientras que otros recurren a laboratorios externos de reconocido prestigio. En ambos casos, el valor certificado de la propiedad deseada del MRC se determina en un ejercicio interlaboratorio, como el valor consenso de los resultados obtenidos mediante los diferentes laboratorios participantes.

Homogeneidad: Éste es un requisito indispensable, y significa que un MRC ha de presentar el mismo valor de la propiedad certificada dentro de una misma unidad y entre todas las unidades del MRC. Desde un punto de vista práctico, un MRC puede ser suficientemente homogéneo respecto a la propiedad de interés, aunque no lo sea respecto a otras propiedades (siempre y cuando esta falta de homogeneidad no suponga una influencia significativa en la incertidumbre asociada a la propiedad de interés).

Estabilidad: El material debe ser estable durante las condiciones de envío, y el usuario debe conocer durante cuánto tiempo permanece estable el MRC desde su recepción y desde que se abre el recipiente (ISO, 2000).

La estabilidad tiene que referirse tanto a las propiedades certificadas como a la matriz. Algunos MRC pueden verse afectados por numerosos factores como la luz, la temperatura o la exposición a la atmósfera, por lo que el fabricante deberá indicar las condiciones de transporte, manejo y almacenamiento recomendadas para el material (ISO, 2000).

Incertidumbre: Los valores certificados de la propiedad deseada en el MRC deben ir acompañados por sus valores de incertidumbre. El nivel de incertidumbre asociado también informa de la calidad de un MRC en concreto. Es importante que el usuario verifique que la incertidumbre del MRC sea adecuada a sus necesidades. La incertidumbre asociada a un MRC se propaga al valor final de la incertidumbre del resultado analítico en el laboratorio que está utilizando dicho MRC. Por lo tanto, no se pueden obtener incertidumbres menores que las incertidumbres de los MRC utilizados.

No todo son ventajas en los MRC. A pesar de ser desde un punto de vista práctico la mejor referencia posible para asegurar la trazabilidad de los resultados analíticos, se calcula que sólo hay disponibles entre un 5 y un 10% de MRC para los análisis actuales que se realizan en todo el mundo (teniendo en cuenta el enorme rango de matrices, analitos y concentraciones existentes). Otro inconveniente es el precio de dichos materiales (Riu).

Actualmente existen en el mundo unos 20000 MRC producidos por unos 130 suministradores. Sin embargo, organizaciones como la Eurachem o la ISO alertan sobre el auge de organismos que comercializan MRC de dudosa calidad. Dentro de los organismos prestigiosos y de reconocida tradición, merece destacar el NIST (*National Institute of Standards and Technology*, <http://www.nist.gov>) de los Estados Unidos, que prepara y comercializa MRC desde el 1906. Dentro de Europa, merece destacar el IRMM (*Institute for 6 Reference Materials and Measurements*, <http://www.irmm.jrc.be>) de la Unión Europea, que comercializa los MRC del BCR (*Bureau Communautaire de Référence*). Otros productores de reconocido prestigio son la IAEA (*Internacional Atomic Energy Agency*, <http://www.iaea.org>), el NRC (*National Research Council* de Canadá, <http://www.nrc-cnrc.gc.ca>) o el LGC (*Laboratory of the Government Chemist* del Reino Unido, <http://www.lgc.co.uk>). (Riu)

Por lo tanto, para el INIMET se hace necesario contar con una infraestructura que permita el desarrollo y caracterización de MRC en densidad en estado líquido, con el fin de ser utilizados en la calibración de los densímetros digitales existentes en el país, los cuales tienen una amplia aplicación en los diferentes sectores de la industria, y a su vez requieren que la trazabilidad metrológica sea asegurada a través de patrones nacionales, los cuales se resguardan en los INM.

1.4 Calibración de los densímetros oscilatorios

Los densímetros de tipo oscilatorio de laboratorio pueden ser calibrados tanto en las instalaciones del usuario como en las instalaciones del proveedor del servicio de calibración, por su parte los densímetros de tipo oscilatorio de proceso, pueden ser calibrados en campo, instalados en la línea, o en laboratorio en instalaciones

especiales que simulen condiciones de operación en cuanto a flujo, temperatura, presión, y si es el caso viscosidad, etc.

Para la calibración en campo de los densímetros de tipo oscilatorio de proceso, en general estos se calibran instalados en sus condiciones normales de trabajo, midiendo el líquido de trabajo, a la temperatura y presión correspondiente.

El procedimiento de calibración de los densímetros de laboratorio incluye la comparación de las indicaciones del densímetro contra los valores de densidad de referencia (valores de los MRCs, o medidos por un densímetro de características superiores). La calibración en general se realiza a 20 °C y a presión atmosférica, a excepción de que el usuario acuerde una o varias temperaturas diferentes.

En el procedimiento de medición se debe indicar el tipo de instrumentos de medición y equipos que sean adecuados para utilizarse en el servicio de calibración, como son los MRCs, termómetro, barómetro e higo-termómetro (si es necesario), así como el material y accesorios a utilizar para el manejo de los líquidos.

Como parte del procedimiento de calibración de los densímetros de tipo oscilatorio, los laboratorios de calibración deberán definir los pasos a seguir para determinar el tiempo y número de mediciones necesarias para obtener resultados estables; en densímetros de tipo oscilatorio de laboratorio, previo a las mediciones finales, deben realizarse repeticiones para evaluar el comportamiento de la estabilidad del instrumento.

El procedimiento de calibración debe incluir el proceso de limpieza de la celda de medición, considerando las indicaciones del fabricante y de las características del líquido introducido en la celda.

El procedimiento de calibración, debe incluir el número mínimo de repeticiones (mediciones) que se realizarán en la calibración, lo cual dependerá de las condiciones del instrumento bajo calibración e incluso del fluido bajo medición. Se recomienda realizar al menos cinco repeticiones para densímetros de tipo oscilatorio de laboratorio y, al menos tres repeticiones para densímetros de tipo oscilatorio de proceso.

El procedimiento de calibración del laboratorio debe incluir los siguientes elementos:

- Elección de los MRCs a utilizar en función del intervalo de interés del usuario.
- Elección apropiada del tipo y material de las jeringas y así como de los accesorios necesarios (como vasos de precipitado) para que no reaccionen químicamente con el(los) MRC(s).
- Registrar los datos del equipo a calibrar, marca, modelo número de serie, temperatura de calibración, el flujo, la presión de trabajo y la presión atmosférica de calibración.
- Si la exactitud del densímetro lo requiere, la evaluación de las indicaciones de temperatura y presión del instrumento, contra instrumentos calibrados y certificados propios del laboratorio de calibración.
- Registrar las constantes del instrumento (cuando aplique).
- Para los equipos que cuenten con control de temperatura interno, se procede a fijar la temperatura a la que se realizará la calibración, lo que será indicado por el usuario. En caso que el densímetro a calibrar no cuente con el controlador de temperatura, la calibración se realizará registrando la temperatura que indique el instrumento.
- Evitar la formación de burbujas en la celda de medición.

- Inspección de las condiciones del instrumento.
- Limpieza del instrumento de acuerdo a las instrucciones del fabricante.
- Utilizar adecuadamente el método de comparación para determinar la desviación entre el instrumento y los MRCs.
- Evaluación de las correcciones y sus incertidumbres asociadas (Guía técnica de trazabilidad e incertidumbre para la calibración de densímetros de tipo oscilatorio, 2016) (Becerra Luis O P. L., 2016).

El método de medición utilizado en la calibración de los densímetros de tipo oscilatorio de laboratorio es por comparación directa contra materiales de referencia certificados. Con este método se determina el error de indicación del instrumento de medición bajo prueba.

El método por comparación, consiste en, para cada valor de densidad a calibrar, introducir repetidamente un MRC en la celda del densímetro de tipo oscilatorio con el fin de registrar los valores en densidad indicados por el instrumento posteriormente, se calcula el promedio de las lecturas en densidad y obtiene la desviación entre la indicación del densímetro y el valor de referencia de densidad aplicando las correcciones correspondientes.

Para la calibración en campo de los densímetros de tipo oscilatorio de proceso, se toman muestras del fluido de trabajo (circulando por el densímetro) y simultáneamente se registran las indicaciones correspondientes de densidad, temperatura y presión de la línea de trabajo. Posteriormente se comparan las indicaciones de la densidad del líquido en un instrumento calibrado y caracterizado

en densidad, para calcular el error de indicación del instrumento (Becerra Luis O P. L., 2016).

Existen dos tipos de densímetros oscilatorios: (Guía técnica de trazabilidad e incertidumbre para la calibración de densímetros de tipo oscilatorio, 2016) (SIM, 2016) (ISO, 1998) (ISO, 2002).

1. Instrumentos de laboratorios.
2. Instrumentos de proceso para líquidos homogéneos:
 - Densímetros de proceso en laboratorios.
 - Densímetros de proceso en campo.

La evaluación de la conformidad en instrumentos de medición consiste en la confirmación mediante la calibración de

$$|E \pm U(E)| \leq emp \tag{1}$$

En las Tablas 2 y 3 se expresa el error máximo permisible de los densímetros oscilatorios de laboratorio y para los de tipo proceso para líquidos homogéneos.

Tabla 2. Errores máximos permitidos para los densímetros de tipo oscilatorio de laboratorio (Guía técnica de trazabilidad e incertidumbre para la calibración de densímetros de tipo oscilatorio, 2016) (SIM, 2016)(Becerra Luis O P. L., 2012).

emp (kgm^{-3})	Resolución (kgm^{-3})	Factor
1.00	0.10	1/10
0.50	0.10	1/5

0.20	0.01	1/20
0.10	0.01	1/10
0.05	0.01	1/5

Tabla 3. Errores máximos permitidos para los densímetros de tipo oscilatorio de proceso para líquidos homogéneos (Guía técnica de trazabilidad e incertidumbre para la calibración de densímetros de tipo oscilatorio, 2016) (SIM, 2016)(Becerra Luis O P. L., 2012).

emp (kgm^{-3})	Resolución (kgm^{-3})	Factor
1.00	0.10	1/10
0.50	0.10	1/5
0.20	0.01	1/20
0.10	0.01	1/10

El laboratorio que realizara la calibración debe contar con los líquidos de referencia certificados. Las magnitudes influyentes en la calibración serán la temperatura y la presión.

La variación del valor de densidad del fluido ($\Delta\rho$), debido a un incremento o decremento de temperatura (Δt), es función del coeficiente de expansión térmico

específico del fluido (α). Por otro lado, la variación en densidad debida a un cambio de presión (Δp), depende del coeficiente de compresibilidad específico del fluido (β).

La calibración de los densímetros debe realizarse después de haber aplicado el ajuste, que debe realizarse de acuerdo a las instrucciones del fabricante. El ajuste se realiza para determinar y fijar las constantes de funcionamiento. Usualmente, los fabricantes, recomiendan que sean ajustados con aire y agua pura (como mínimo agua destilada) o con otros líquidos cuya densidad sea conocida con la exactitud necesaria. El ajuste debe ser realizado a la temperatura de medición deseada (Guía OIML G-14,2011).

1.5 Conclusiones parciales del capítulo

La investigación realizada, así como la revisión de la bibliografía consultada ha permitido obtener una actualización del estado del arte a nivel internacional sobre la temática. Además, se muestra el papel que juegan los INM en la certificación de los líquidos de referencia en densidad para el aseguramiento de la trazabilidad metrológica de los densímetros oscilatorios a través del proceso de calibración, que incluye el método de medición e incertidumbre.

Capítulo 2. Diagnóstico para la fundamentación de la trazabilidad metrológica de los densímetros oscilatorios en el país

En este capítulo se toma como base para definir los métodos empleados y las etapas fundamentales de la investigación, para recopilar información sobre el estado de la trazabilidad metrológica de los densímetros oscilatorios en el país.

2.1 Etapas de investigación

Teniendo en cuenta las experiencias en el desarrollo del proceso de calibración de los densímetros oscilatorios y sobre la base de éstas, se estructuraron los aspectos a desarrollar en este trabajo. Esta investigación está vinculada al desarrollo de un proyecto I+D+i no asociado a Programa "Diseño y materialización de la pirámide de trazabilidad de los densímetros oscilatorios" (Código E211LH902-006), firmado entre ambos centros TECNOMATICA e INIMET.

Etapas fundamentales de la investigación:

1. Diseño del protocolo de investigación (planteamiento del problema, determinación del tipo de investigación y diseño de investigación, de las variables, del método a emplear, entre otras).
2. Búsqueda bibliográfica. Procesamiento de la bibliografía y de la información contenida en la misma.
3. Levantamiento metrológico de los densímetros oscilatorios existentes en el país, a través de una entrevista a directivos, especialistas y técnicos.
4. Evaluación de la resolución y exactitud de los densímetros oscilatorios.

5. Evaluación y comparación del funcionamiento del densímetro oscilatorio con respecto a los conectados en línea.
6. Evaluación del diagnóstico de la maqueta funcional existente en el Laboratorio de Densidad del INIMET para realizar mediciones de líquidos de referencia en densidad que pueden ser empleados para la calibración de los densímetros oscilatorios.
7. Ejecución del diagnóstico con la infraestructura existente actualmente en el Laboratorio de Densidad del INIMET para realizar las mediciones con líquidos de referencia certificados en densidad con trazabilidad a un INM.
8. Elaboración del esquema de trazabilidad metrológica de los densímetros oscilatorios a través del Laboratorio de Densidad del INIMET.
9. Evaluación del esquema de trazabilidad metrológica del densímetro oscilatorio de TECNOMATICA y análisis por el grupo de expertos.
10. Revisión del procedimiento de calibración de los densímetros oscilatorios existente.
11. Validación del proceso de calibración de los densímetros oscilatorios en el Laboratorio de Densidad del INIMET.

Con la validación se confirma a través del examen y aporte de evidencias objetivas, que se cumplen los requisitos particulares para un uso específico previsto. Esta validación de los resultados del proyecto I+D+i no asociado a Programa "Diseño y materialización de la pirámide de trazabilidad de los densímetros oscilatorios" se realizará de la siguiente forma:

- Presentación del Informe al CCT del INIMET, con participación de TECNOMATICA con el objetivo de validar los resultados de la investigación realizada a través del proyecto, lo cual incluye la conformidad del cliente (en este caso TECNOMATICA).
- Emisión por parte del CCT del Instituto de los Avales correspondientes.
- Emisión por parte de TECNOMATICA del Aval de Conformidad del Cliente.

2.2 Métodos utilizados para el diagnóstico de la trazabilidad metrológica de los densímetros oscilatorios en el INIMET

El diagnóstico consistió en un levantamiento metrológico en diferentes empresas del país, para determinar la cantidad de densímetros oscilatorios existentes.

Se utilizó la técnica de entrevista, se obtuvieron datos importantes para el desarrollo de la investigación, fueron visitados algunas de las empresas del país, la entrevista fue aplicada a directivos, especialistas y técnicos vinculados al proceso de servicio, brindando información de primera mano acerca de la problemática concreta que podía o no presentar el Laboratorio de Densidad del INIMET con respecto a la trazabilidad metrológica de los densímetros oscilatorios.

Guion de la entrevista:

1. ¿cuántos densímetros digitales u oscilatorios existen en su organización?
2. ¿qué modelos existen?
3. ¿cuál es su resolución y exactitud?
4. ¿cuáles son sus características metrológicas?

5. ¿tienen estos densímetros oscilatorios trazabilidad metrológica, o sea, certificados de calibración, certificado de conformidad, o documentación técnica del fabricante?
6. ¿estos densímetros oscilatorios cuentan con aseguramiento metrológico en el país?

Para la elaboración del diagnóstico se realizó el análisis de la siguiente documentación:

- OIML G 14, Mediciones de densidad, 2011.
- ISO 15212-2 Densímetros de tipo oscilatorio. Parte 2: Instrumentos de proceso para líquidos homogéneos, 2010.
- Decreto Ley No. 8 (GOC-2020-613-066) De Normalización, Metrología, Calidad y Acreditación, Gaceta Oficial No. 66 Ordinaria, Cuba, 2020.
- Decreto 16 Reglamento de Normalización, Metrología, Calidad y Acreditación, Cuba, 2020.
- Manual de Calidad del INIMET, Manual de Calidad para los Laboratorios.
- LA 09 Sellado y confección de los certificados de calibración y enmiendas a los certificados.
- IC 208-02 Calibración de densímetros digitales.
- PG 21 Investigación por proyecto.
- Proyecto del INIMET I+D+i no asociado a programa, Diseño y materialización de la pirámide de trazabilidad de los densímetros oscilatorios, Código E211LH902-006, 2020.

- Proyecto del INIMET I+D+i no asociado a programa, Patrón Nacional de Densidad de Líquidos, Código P211LH900-002, 2019.

2.3 Diagnóstico sobre trazabilidad metrológica para asegurar la calibración de los densímetros oscilatorios en el país

Para la ejecución de las diferentes etapas de investigación se tuvo en cuenta el esquema que aparece en la Figura 3.

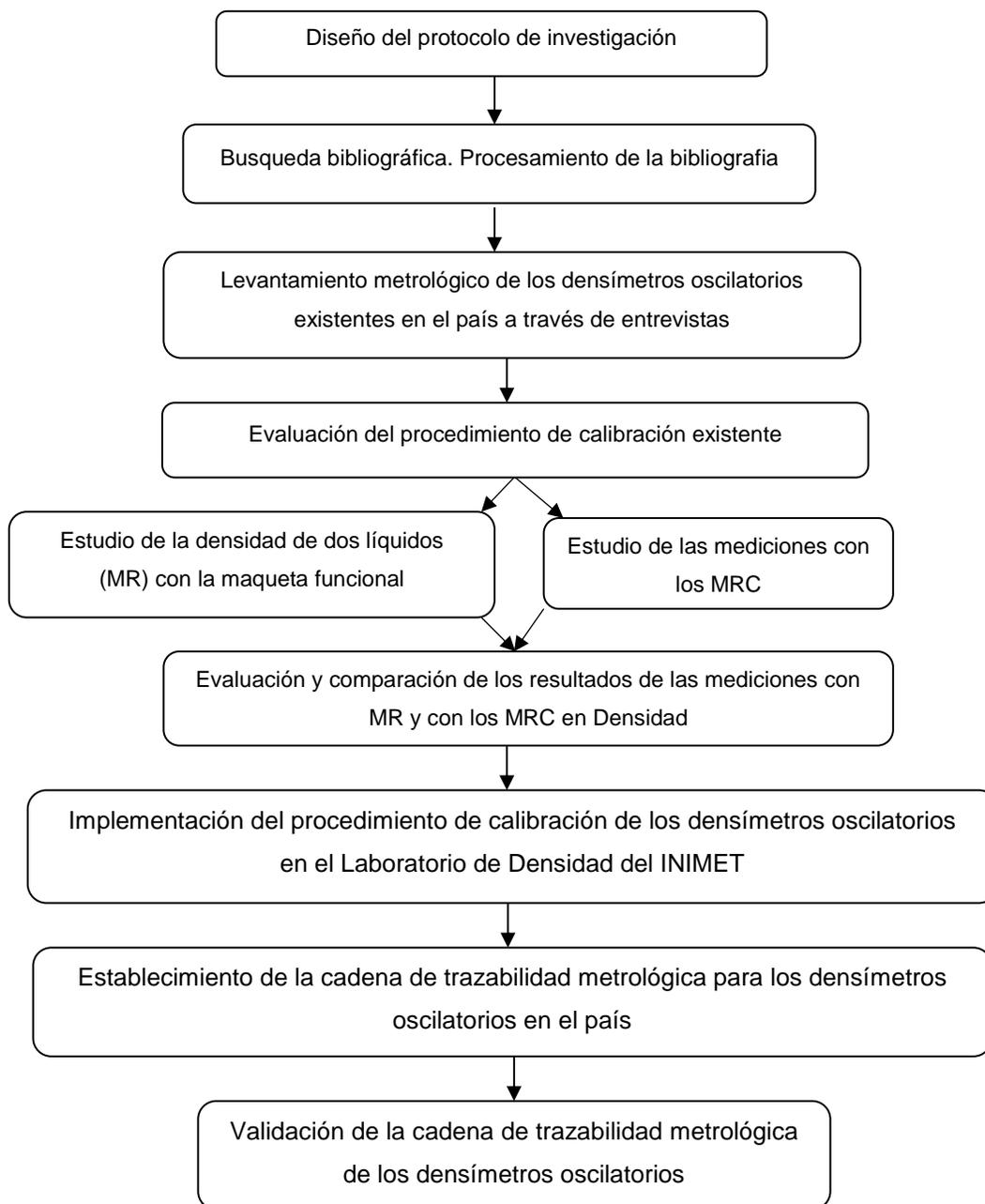


Figura 3. Esquema de trabajo para la ejecución de las diferentes etapas de investigación.

Aplicación de la entrevista al personal seleccionado.

Se realizó la entrevista a un total de 18 personas, vinculadas a algunas de las organizaciones de la economía nacional que cuentan con densímetros oscilatorios que requieren garantizar la trazabilidad metrológica en el país, de ellos el 42,5 % fueron directivos y el 57,5 % son especialistas. Además, en lo referente a su formación, el 25,3 % del total son técnicos y, el resto, son de nivel universitario (74,7 %).

Una vez evaluadas las respuestas, los resultados demostraron que:

- existen varios modelos de densímetros oscilatorios instalados en diferentes laboratorios del país.
- existen varios modelos de diferentes fabricantes o países.
- existen alrededor de 35 densímetros oscilatorios de resolución en el orden de (1E-04 a 1E-06) g/cm³, lo cual corresponde aproximadamente a un 92 % sin tener asegurada la trazabilidad metrológica dentro del país.
- el rango de medición es de (0 a 2) g/cm³ o de (0 a 3) g/cm³.
- se emplean en múltiples mediciones de densidad de líquidos, vinculadas a la industria alimenticia, petroquímica, azucarera, entre otros
- se debe garantizar niveles de incertidumbre expandida en el orden de (1E-04 a 1E-05) g/cm³ para k=2 y un 95 % de nivel de confianza.
- en el país no tienen aseguramiento metrológico los densímetros oscilatorios de resolución en el orden de (1E-04 a 1E-06) g/cm³.

La situación identificada está referida con la necesidad de contar con líquidos de referencia certificados en densidad (MRC) o líquidos de referencia en densidad (MR) con trazabilidad metrológica a un laboratorio que cumpla con los requisitos de

la NC ISO/IEC 17025: 2017 "Requisitos generales para la competencia del laboratorio de ensayo y calibración", donde se expresa que los resultados de las mediciones se encuentran asegurados a las unidades del Sistema Internacional de Unidades (SI). Otra variante se encuentra vinculada a crear una infraestructura en el Laboratorio de Densidad del INIMET que permita determinar la densidad de líquidos por el método de pesadas hidrostáticas basado en el principio de Arquímedes, que pudiera ser utilizado en la calibración de los densímetros oscilatorios existentes, o adquirir un densímetro digital con características metrológicas superiores. En la Tabla 4 aparecen reflejadas las características metrológicas de un densímetro con características metrológicas superiores, el cual puede ser empleado como un patrón de referencia.

Tabla 4. Características metrológicas de un densímetro con características metrológicas superiores.

Características metrológicas	Densímetro con características metrológicas superiores
Modelo	DMA 5000M
Fabricante	Anton Paar
Rango de medición en densidad	(0 a 3) g/cm ³
Resolución	0.000001 g/cm ³
Repetibilidad	0.000001 g/cm ³
Rango de medición en temperatura	(0 a 100) °C
Repetibilidad en temperatura	0.01

Se realizó un levantamiento de todos los densímetros oscilatorios que el laboratorio tiene identificados con necesidad de asegurar la trazabilidad metrológica, teniendo en cuenta el modelo, la resolución, el fabricante o país, la entidad o dueño, cantidad de equipos, y la posibilidad de garantizar la trazabilidad por parte del INIMET. (Ver Tabla 5)

Partiendo del análisis de la cantidad de densímetros oscilatorios vinculados a la industria alimenticia, petroquímica, AZCUBA, MINAL, salud pública, MINDUS y otras entidades del MINFAR, el 92 % de estos instrumentos de medición no cuentan con el aseguramiento metrológico dentro del país. Solamente se garantiza la trazabilidad metrológica actualmente al 8 %.

Tabla 5. Levantamiento metrológico de los densímetros oscilatorios en el país.

Modelo	Fabricante o País	Resolución	Entidad o dueño	Cantidad de densímetros	Trazabilidad en el país
DMA Tm 4100M	Anton Paar	0.0001 g/cm ³	Empresa Mixta Las Lomas S.A	1	no
DMA 35	Austria	0.0001 g/cm ³	Bebidas y refrescos La Habana	2	no
DA 130N	Kem Kyoto Electronics	0.0001 g/cm ³			no
DA 130N	Kem Kyoto Electronics	0.1 %v/v	Bebidas y refrescos Mayabeque	1	si
DA 130N	Kem Kyoto Electronics	0.001 g/cm ³	Bebidas y refrescos Pinar Río	1	si
DMA 35	Anton Paar	0.0001 g/cm ³	CORACAM S.A	1	no
Snap 51	Anton Paar	0.0001 g/cm ³	GEOCUBA Pinar del Río	1	no
30Px (2)	Mettler Toledo	0.0001 g/cm ³	Refinería Cienfuegos S.A	4	no
DMA 4500	Anton Paar	0.00001 g/cm ³			no
DMA TM 5000M	Anton Paar	0.000001 g/cm ³			no
30 Px	Mettler Toledo	0.0001 g/cm ³	Instituto de Medicina Deportiva	1	no
DMA 5000M (2)	Anton Paar	0.000001 g/cm ³	Habana Club Internacional S.A	13	no
DMA 4500 (2)	Anton Paar	0.0001 g/cm ³			no
DMA TM 35 (9)	Anton Paar	0.0001 g/cm ³			no

DMA 4500	Anton Paar	0.0001 g/cm ³	Centro de Investigaciones del Petróleo	1	no
DMA 35 (2)	Anton Paar	0.0001 g/cm ³	Corporación Cuba Ron S.A (Ronera Santa Cruz)	3	no
DMA 5000	Anton Paar	0.00001 g/cm ³			no
DMA 5000M	Anton Paar	0.00001 g/cm ³	Corporación Cuba Ron S.A (Ronera Cárdenas)	1	no
DMA 500M	Anton Paar	0.000001 g/cm ³	Corporación Cuba Ron S.A (Ronera Central)	1	no
DMA 38	Anton Paar	0.0001 g/cm ³	Suchel Fragancia	3	no
DA 130N (2)	Kem Kyoto Electronics	0.0001 g/cm ³			no
DS 7800	Kruss	0.0001 g/cm ³	UEB Productora Lubricante Habana	1	no
DDM 2911	Rudolph	0.00001 g/cm ³	ICIDCA	1	no
30 Px	Mettler Toledo	0.001 g/cm ³	Oficina Nacional de Inspección Estatal	1	si
DMIF 2.0	Bopp&Reuther	0.0001 g/cm ³	TECNOMATICA	1	no

Laboratorio de Densidad

Para garantizar la trazabilidad metrológica de la unidad del SI de las mediciones de densidad de líquidos del país, el Laboratorio de Densidad del INIMET actualmente cuenta con los siguientes patrones:

- Dos esferas de ULE (*Ultra Low Expansion*), ULE es un vidrio de expansión ultra bajo de silicato-titanio, con coeficiente de dilatación térmica muy bajo. La incertidumbre relativa de estos patrones (esferas de ULE) es aproximadamente de 2×10^{-5} . (Ver Tabla 6)

Tabla 6. Especificaciones de las esferas de ULE del Laboratorio de Densidad del INIMET.

Esferas de ULE	Características metrológicas	Fabricante	Trazabilidad metrológica
ULE 1	diámetro 50 mm $m = (144,26184 \pm 0,0002) \text{ g}$ $v = (65,61778 \pm 0,0008) \text{ cm}^3$ a 20 °C	Jenoptik Carl Zeiss Jena GmbH	PTB (no. de Certificado 3.33-2005A048/1)
ULE 2	diámetro 50 mm $m = (144,34658 \pm 0,0002) \text{ g}$ $v = (65,66381 \pm 0,0008) \text{ cm}^3$ a 20 °C		PTB (no. de Certificado 3.33-2005A048/2)

Para medir con estos patrones sólidos se requiere crear una infraestructura por el método de pesaje hidrostático basado en el principio de Arquímedes. Se trabaja en el desarrollo de un proyecto I+D+i no asociado a Programa "Patrón Nacional de Densidad de Líquidos", el cual cuenta con la tarea técnica para la fabricación del sistema de medición y sistema de suspensión. Este sistema de medición está conformado por otros equipos de medición y patrones de referencia

complementarios tales como: Balanza, 2 Pt 25 con sensor e indicador, baño termostático, termo higrómetro, barómetro, densímetro digital, destilador de agua.

- Y una balanza densimétrica no. B-43209, con un rango de medición de (0,600 a 1,840) g/cm³, con incertidumbre en el orden de 10⁻⁴ g/cm³, patrón de referencia actual del laboratorio. (Ver Figura 4 y Figura 5)

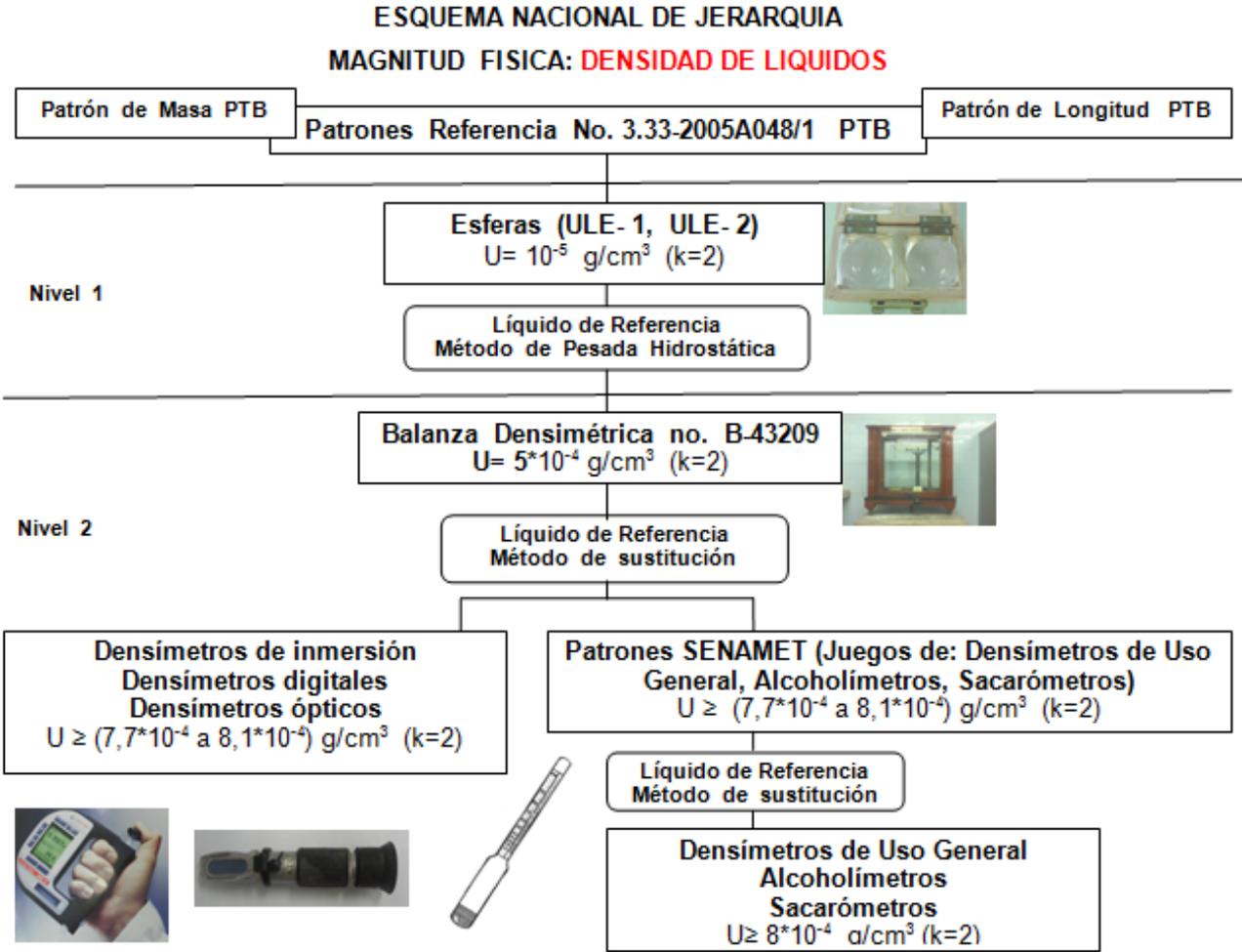


Figura 4. Cadena de trazabilidad metrológica actual en la magnitud física de Densidad de Líquidos del SENAMET (Valdivia, 2019).

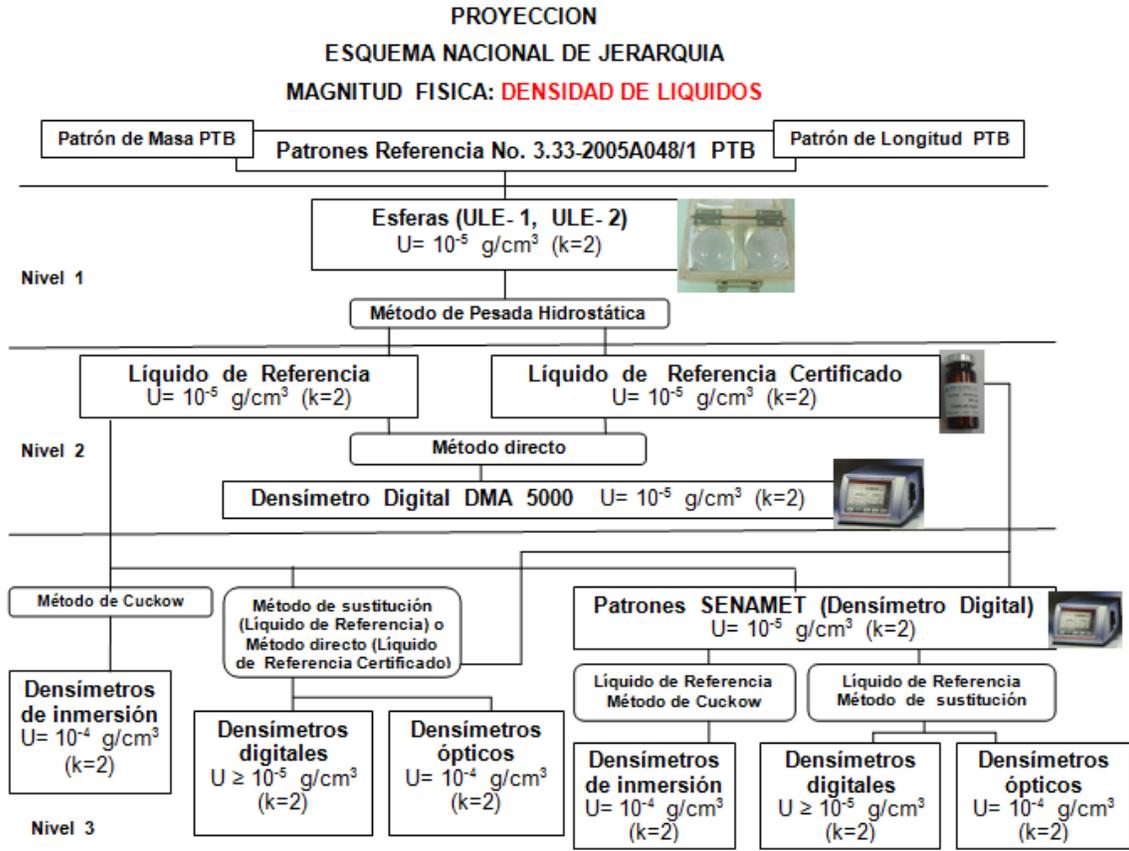


Figura 5. Proyección de la cadena de trazabilidad metrológica en la magnitud física de Densidad de Líquidos del SENAMET (Valdivia, 2019).

2.4 Conclusiones parciales del Capítulo

- Se tiene como misión la realización del proceso de calibración, además de contar con una infraestructura documental y técnica para asegurar el proceso.
- Se lograron identificar los diferentes densímetros oscilatorios existentes en el país, sin trazabilidad metrológica.
- Se cuenta con siete fortalezas, una debilidad y una oportunidad de mejora en la institución para apoyar el aseguramiento metrológico de los densímetros oscilatorios en el país.

Capítulo 3. Aplicación del procedimiento para la calibración de los densímetros oscilatorios en el INIMET y trazabilidad metrológica en el país

Este capítulo refiere las bases para la ejecución del proceso de calibración del densímetro oscilatorio de Tecnomática utilizando MRC en densidad, así como la materialización de la trazabilidad metrológica en el Laboratorio de Densidad del INIMET.

3.1 Aplicación del procedimiento de calibración de los densímetros oscilatorios en el Laboratorio de Densidad del INIMET

Para la aplicación del procedimiento de calibración de los densímetros oscilatorios se utilizó la instrucción de calibración IC 208-02 "Calibración de los densímetros digitales". Se tuvo en cuenta las características metrológicas, el método de calibración, y los patrones de referencia necesarios para este proceso. Los resultados del diagnóstico metrológico permitieron elaborar el esquema de trazabilidad metrológica del densímetro oscilatorio de Tecnomática, siendo considerado resultado de la investigación realizada.

- Identificación de las características metrológicas del densímetro oscilatorio de Tecnomática.

Esta investigación nos permitió realizar el estudio del densímetro oscilatorio del Laboratorio de Calibración de Líquidos Claros (LCPC) de Tecnomática, ubicado en Boca de Jaruco, que cuenta con una instalación que asegura la trazabilidad metrológica de las mediciones de flujo de combustible en el país. Esta instalación consiste en un sistema de medición conformada por un grupo de instrumentos de

medición referencia y auxiliares para este tipo de magnitud física (Flujo de combustible). En la Tabla 9 aparece el listado de instrumentos de la instalación.

Tabla 9. Listado de instrumentos de medición referencia y auxiliares de la Instalación de Flujo de Combustible del LCPC.

Instrumentos de medición	Cantidad
Tanque gravimétrico con celdas de carga	1
Transductores de temperatura	7
Transductores de presión	6
Densímetro oscilatorio	1
Kit que mide la temperatura ambiente, la humedad relativa y la presión atmosférica	1
Contadores másicos del tipo Coriolis	3
Válvula desviadora	1
Instrumento de medir tiempo	1

El densímetro oscilatorio se encuentra conectado en línea a este sistema de medición de flujo de combustible (ver Figura 5).



Figura 5. Vista del densímetro oscilatorio conectado en línea en la instalación de flujo de combustible del LCPC de Tecnomática.

En la Tabla 10 se reflejan las características metrológicas del densímetro oscilatorio de Tecnomática.

Tabla 10. Características metrológicas del densímetro oscilatorio de Tecnomática.

Características metrológicas	Densímetro oscilatorio de Tecnomática
Modelo	DIMF 2.0
Fabricante	Bopp & Reuther
Rango de medición en densidad	(0.4 a 2) g/cm ³
Resolución	0.00001 g/cm ³
Repetibilidad	0.00005 g/cm ³
Rango de medición en temperatura	(- 40 a + 150) °C
Repetibilidad en temperatura	0.01 °C

▪ **Método de calibración**

Método directo: comparación de las indicaciones del densímetro oscilatorio contra los valores de densidad de referencia (MRC).

▪ **Patrones de referencia**

Líquidos de Referencia (MR) en Densidad.

Se utilizó una maqueta funcional para medir la densidad de dos líquidos de referencia (Isooctano y alcohol absoluto, ver Tabla 11), por el método de pesaje hidrostático basado en el principio de Arquímedes, pesando un patrón sólido (esfera de ULE 1), de densidad conocida dentro del líquido que se deseaba determinar su densidad, y por medio de la pérdida del peso de este patrón se calculó la densidad de estos líquidos, y la incertidumbre de ambos.

Los Instrumentos de medición auxiliares de la maqueta (ver Figura 6) son:

- Balanza Sartorius de 220 g con resolución de 0,01 mg.
- Termómetro de líquido en vidrio de valor de división de 0,1 °C.
- Termohigrómetro ambiental Testo 175 H1 con rango de exactitud en temperatura de $\pm 0,4$ °C y en humedad relativa $\pm 2,0$ %.

- Baño termostático TV 7000LT con exactitud de 0,1 °C y estabilidad de 0,02 °C.

Tabla 11. Características de los Líquidos de Referencia utilizados en el estudio realizado y resultados en el Laboratorio de Densidad del INIMET.

MR en densidad	Valor teórico y especificaciones técnicas	Media del valor obtenido en las mediciones realizadas para la determinación de la densidad a 20 °C (Esfera de ULE 1)	Incertidumbre expandida para k=2 y un 95 % de nivel de confianza	Media del valor obtenido en las mediciones realizadas con el densímetro oscilatorio a 20 °C e incertidumbre expandida para k=2 y 95 % de nivel de confianza
Isooctano	Químicamente puro Contenido de isooctano, % mínimo 99,5 Densidad a 20 °C (0,692 a 0,693) g/cm ³	0,69000 g/cm ³	2,5E-05 g/cm ³	0,69311 g/cm ³ ± 2,5E-04 g/cm ³
Alcohol absoluto	Contenido alcohol etílico Mínimo 99,97 %. Densidad a 20 °C (0,789 hasta 0,791) g/cm ³	0,79360 g/cm ³	3,1E-05 g/cm ³	0,79151 g/cm ³ ± 1,6E-03 g/cm ³



Figura 6. Maqueta funcional del Laboratorio de Densidad del INIMET para medir con las esferas de ULE.

Líquidos de Referencia Certificados (MRC) en Densidad.

Las características de los MRC en densidad adquiridos por Tecnomática aparecen reflejados en la Tabla 12. Ambos MRC cumplen con las características metrológicas para ser utilizados como patrones de referencia en la calibración de los densímetros oscilatorios, asegurándose de esta manera la trazabilidad metrológica al SI.

Tabla 12. Características de los Líquidos de Referencia Certificados (MRC) en Densidad adquiridos por Tecnomática.

MRC en densidad	Certificado del MRC			
	Código de MRC y fecha de vencimiento	Valor referido	Incertidumbre expandida para $k=2$ y un 95 % de nivel de confianza	Trazabilidad metrológica
Polialfaolefina	CMR-730C090f Fecha de vencimiento: 2021-02-05	0,794 70 g/cm ³	0,000 02 g/cm ³	Patrón Nacional de Densidad del CENAM (Z01 y Z02)
Agua pura	CMR-730C093f Fecha de vencimiento: 2021-03-02	0,998 20 g/cm ³	0,000 02 g/cm ³	

3.2 Procedimiento para la calibración de los densímetros oscilatorios en el Laboratorio de Densidad del INIMET

El procedimiento de calibración tiene la estructura organizativa establecida en el SGC para la documentación del Instituto, descrita en el procedimiento general PG 01 "Gestión de la documentación", que incluye objetivo y alcance, términos y definiciones, responsabilidades, instrumentos de medición patrones y auxiliares empleados durante la calibración, preparación para la calibración, ejecución de la calibración, examen exterior (que contiene: comprobación preliminar, determinación de los parámetros metrológicos, criterios a tener en cuenta para determinar si cumple o no las especificaciones, evaluación de la incertidumbre de las mediciones), registro y presentación de los resultados, y referencias.

3.2.1 Implementación del procedimiento para la calibración de los densímetros oscilatorios en el Laboratorio de Densidad del INIMET, empleando MR y MRC

3.2.1.1 Líquidos de Referencia (MR) en Densidad

Con la maqueta funcional se obtuvo como resultado un Líquido de Referencia en Densidad en el laboratorio, con un valor e incertidumbre de la medición, que fue empleado en el estudio de la calibración de los densímetros oscilatorios.

El cálculo de la densidad de los MR se realiza utilizando la siguiente expresión matemática:

$$\rho_l = \frac{(m_e - m'_e (1 - \rho_a / \rho_g))}{(V_{20} (1 + \alpha_l (t_f - 20^\circ\text{C})))} \quad (3.1)$$

$$m'_e = m_{ec}' - m_c' \quad (3.2)$$

Donde:

m_e : Masa de la esfera a la temperatura de referencia (20°C) la cual se toma del certificado de calibración de cada esfera.

m'_e : Masa aparente de la esfera la cual se obtiene de la diferencia entre la masa aparente de la esfera (m_{ec}') junto con la cesta y la masa aparente de la cesta (m_c').

ρ_a : Densidad del aire a una temperatura ambiente en el local de 20°C.

ρ_g : Densidad de las pesas patrones con la cual se calibra la balanza.

V_{20} : Volumen de la esfera a la temperatura de referencia (20°C) el cual se toma del certificado de calibración de cada esfera.

α_l : Coeficiente de dilatación volumétrica debido al incremento de temperatura.

t_f : Temperatura real en el momento que se está tomando las lecturas en la balanza.

- Evaluación de la incertidumbre de las mediciones

Partiendo de la ecuación (3.1) como modelo matemático se realiza la propagación de la incertidumbre para la determinación de la densidad:

$$d\rho_l = \sqrt{\left(\frac{\partial\rho_l}{\partial m_k}\right)^2 dm_k^2 + \left(\frac{\partial\rho_l}{\partial m'_e}\right)^2 dm'^2_e + \left(\frac{\partial\rho_l}{\partial\rho_a}\right)^2 d\rho_a^2 + \left(\frac{\partial\rho_l}{\partial\rho'_g}\right)^2 d\rho_g'^2 + \left(\frac{\partial\rho_l}{\partial V_{20}}\right)^2 dV_{20}^2 + \left(\frac{\partial\rho_l}{\partial\alpha_l}\right)^2 d\alpha_l^2 + \left(\frac{\partial\rho_l}{\partial t_f}\right)^2 dt_f^2}$$

(3.3)

Los coeficientes de sensibilidad son:

$$\frac{\partial\rho_l}{\partial m_k} = \frac{1}{(V_{20}(1 + \alpha_l(t_f - 20^\circ C)))}$$

$$\frac{\partial\rho_l}{\partial\rho_g} = -\frac{(m'_e * \rho_a / \rho_g)}{(V_{20}(1 + \alpha_l(t_f - 20^\circ C)))}$$

$$\frac{\partial\rho_l}{\partial m'_e} = -\frac{(1 - \rho_a / \rho_g)}{(V_{20}(1 + \alpha_l(t_f - 20^\circ C)))}$$

$$\frac{\partial\rho_l}{\partial V_{20}} = -\frac{(m_k - m'_e(1 - \rho_a / \rho_g))}{((1 + \alpha_l(t_f - 20^\circ C))V_{20}^2)}$$

$$\frac{\partial\rho_l}{\partial\rho_a} = \frac{(m'_e / \rho_g)}{(V_{20}(1 + \alpha_l(t_f - 20^\circ C)))}$$

$$\frac{\partial\rho_l}{\partial\alpha_l} = -\frac{(m_k - m'_e(1 - \rho_a / \rho_g)) * (t_f - 20^\circ C)}{(V_{20}(1 + \alpha_l(t_f - 20^\circ C))^2)}$$

$$\frac{\partial\rho_l}{\partial t_f} = -\frac{(m_k - m'_e(1 - \rho_a / \rho_g)) * (\alpha_l)}{(V_{20}(1 + \alpha_l(t_f - 20^\circ C))^2)}$$

(3.4)

- Incertidumbre en la determinación de la masa de cada esfera (m_e):

Esta fuente de incertidumbre se toma del certificado de calibración de las esferas con respecto a la medición de masa que se hizo cuando se calibró cada esfera.

- Incertidumbre en la determinación de las masas aparentes (m_{ec}' , $m_{c'}^{\wedge}$):

Para la estimación de la incertidumbre de las mediciones de masa se consideran las fuentes siguientes:

- Repetibilidad de las mediciones: u_{rep}
- Resolución de la balanza: u_{res}
- Calibración de la balanza: u_{cal}

El cálculo de incertidumbre para las mediciones de la masa aparente (cesta y esfera) y (cesta sola) es idéntico es por esto que solo reflejaremos las ecuaciones para m_{ec}' .

$$u_m = \sqrt{u_{rep}^2 + u_{res}^2 + u_{cal}^2} \quad (3.5)$$

- Incertidumbre de masa por repetibilidad

Para la incertidumbre por repetibilidad será utilizada la desviación estándar que será calculada según:

$$u_{rep} = \frac{\Delta m}{h} \quad (3.6)$$

Donde:

Factor h : es un factor tabulado en la tabla, dependiente de la cantidad de repeticiones de la medición, para $n=10$ $h=3.078$.

n	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
h	1.128	1.693	2.059	2.326	2.534	2.704	2.847	2.970	3.078	3.173	3.258	3.336	3.407	3.472

Δm : es el rango o diferencia entre valor máximo y el valor mínimo de las mediciones.

- Incertidumbre de masa por resolución

La incertidumbre por resolución se estima asumiendo una distribución rectangular sobre la resolución de la balanza:

$$u_{res} = \frac{r}{2\sqrt{3}} \quad (3.7)$$

Donde:

r : es la resolución de la balanza.

- Incertidumbre de masa por la calibración de la balanza

La incertidumbre por la calibración de la balanza será tomada del certificado de calibración de la balanza vigente tomándose el valor de incertidumbre correspondiente al punto máximo de la calibración U_{cal}^{max} . Los valores reportados en el certificado de calibración son de incertidumbres expandidas; se buscará la incertidumbre combinada al dividir esta entre el factor de cobertura k , que usualmente es igual a dos para una confianza teórica del 95%.

$$u_{cal} = \frac{U_{cal}^{max}}{k} \quad (3.8)$$

- Incertidumbre de la determinación de la densidad del aire ρ_a

Para la determinación del valor de la densidad del aire se utiliza la siguiente ecuación de estado:

$$\rho_a = \frac{PMa}{ZRT} \left(1 - X_v \left(1 - \frac{M_v}{Ma} \right) \right) \quad (3.9)$$

Donde:

P : Presión del aire (Pa).

Ma : Masa molar de aire seco (gmol^{-1}).

Z : Factor de compresibilidad.

R : Constante molar de los gases ($\text{J mol}^{-1} \text{K}^{-1}$).

T : Temperatura termodinámica (K).

X_v : Fracción molar de vapor de agua.

M_v : Masa molar de agua (gmol^{-1}).

- Incertidumbre de la determinación de la densidad ρ_g

El valor para esta fuente de incertidumbre es $2,89\text{E}-02 \text{ g/cm}^3$

- Incertidumbre de la determinación del volumen de la esfera (a $20 \text{ }^\circ\text{C}$) V_{20} :

Esta fuente de incertidumbre se toma del certificado de calibración de la esfera a $20 \text{ }^\circ\text{C}$. El valor de incertidumbre expandida reportado en el certificado de calibración será dividido por el factor de cobertura k (con valor = 2 para un 95 % de confianza) para obtener la incertidumbre combinada:

$$u_{cal} = \frac{U_{cal}^{max}}{k} \quad (3.10)$$

- Incertidumbre de la determinación del coeficiente de dilatación volumétrica de la esfera de ULE debido al incremento de temperatura α_l :

Este valor se toma de la literatura en dependencia del material del sólido que se dilata. Para este caso el material de la esfera es ULE y el valor es $5,00\text{E}-08 \text{ K}^{-1}$

- Incertidumbre de la determinación de la temperatura real en el momento que se está tomando las lecturas en la balanza:

Esta fuente de incertidumbre se toma del certificado de calibración del termómetro de vidrio con el que se midió la temperatura durante la medición.

3.2.1.1.1 Resultados de las mediciones e incertidumbre realizadas para la determinación de la densidad del isooctano

Los resultados de las mediciones realizadas al líquido de referencia en densidad del isooctano aparecen reflejadas a continuación y en Tabla 13 se refleja el presupuesto de incertidumbre.

masa aparente de la esfera y cesta (m'ec)	
1	100,36309
2	100,36305
3	100,36312
4	100,36365
5	100,36376
6	100,36388
7	100,36329
8	100,36356
9	100,36396
10	100,36332
media	100,36347

masa aparente de la cesta (m'c)	
1	1,37777
2	1,37774
3	1,37775
4	1,37778
5	1,37780
6	1,37781
7	1,37782
8	1,37783
9	1,37789
10	1,37792
media	1,37781

masa aparente de la esfera (m'e)	
	98,98566
masa de la esfera (m _e)(g)	
	144,26184
volumen de desplazamiento (V _{to})(cm ³)	
	65,61778
coefic. expansión de volumen (α _l)(K ⁻¹)	
	0,000015

Temp referencia (°C)	
	20
Temp real (°C)	
	20,9
Temp cesta sola: 20,9 °C	
Temp cesta y bola: 20,9 °C	
Temp ambiente: 20,9 °C	
Humedad relativa: 49,5 %	

Densidad del líquido(g/cm³)	
	0,69000

Tabla 13. Presupuesto de incertidumbre de las mediciones para el isoctano.

Componente de incertidumbre típica	Fuente de incertidumbre	Ecuación	Valor de la incertidumbre típica	Coefficientes de sensibilidad
u_{m_k}	Incertidumbre en la determinación de la masa de cada esfera	$\frac{U}{k}$	2,00E-04	0,0152
$u_{rep_{m'_{ec}}}$	Incertidumbre debida a la repetibilidad de la masa de la esfera y la cesta	$\frac{\Delta m}{h}$	5,375E-04	
$u_{res_{m'_{ec}}}$	Incertidumbre debida a la resolución de la balanza	$\frac{r}{2\sqrt{3}}$	2,887E-06	
$u_{cal_{m'_{ec}}}$	Incertidumbre reportada en el certificado de calibración	$\frac{U_{cal}^{max}}{k}$	1,000E-04	
$u_{rep_{m'_c}}$	Incertidumbre debida a la repetibilidad de la masa de la cesta	$\frac{\Delta m}{h}$	1,063E-04	
$u_{cal_{m'_c}}$	Incertidumbre reportada en el certificado de calibración	$\frac{U_{cal}^{max}}{k}$	1,000E-04	
$u_{c_{ec}}$	Incertidumbre combinada de la masa de la esfera y la cesta	$u_{c_{ec}} = \sqrt{(u_{m'_c})^2 + (u_{m'_{ec}})^2}$	5,376E-04	-0,0152
u_{ρ_a}	Incertidumbre debido a la densidad del aire		2,150E-05	0,188

$u_{\rho g}$	Incertidumbre debido a la densidad de las pesas patrones		2,890E-02	-4,368E-05
$u_{V_{20}}$	Incertidumbre de la determinación del volumen de la esfera	$\frac{U_{cal}^{max}}{k}$	8,000E-04	-0,011
u_{α_l}	Incertidumbre de la determinación del coeficiente de dilatación volumétrica de la esfera de ULE debido al incremento de temperatura		5,000E-08	-0,621
u_{t_f}	Incertidumbre de la determinación de la temperatura real	$\frac{U_{cal}^{max}}{k}$	2,890E-02	-1,035E-06

u_c	Incertidumbre combinada	$\sqrt{\left(\frac{\partial \rho_l}{\partial m_k}\right)^2 dm_k^2 + \left(\frac{\partial \rho_l}{\partial m'_e}\right)^2 dm'^e_2 + \left(\frac{\partial \rho_l}{\partial \rho_a}\right)^2 d\rho_a^2 + \left(\frac{\partial \rho_l}{\partial \rho'_s}\right)^2 d\rho'_s + \left(\frac{\partial \rho_l}{\partial V_{20}}\right)^2 dV_{20}^2 + \left(\frac{\partial \rho_l}{\partial \alpha_t}\right)^2 d\alpha_t^2 + \left(\frac{\partial \rho_l}{\partial t_f}\right)^2 dt_f^2}$ $u_c = 1,30E - 05$
U	Incertidumbre expandida	$U = k * u_c = 2,60E - 05 \text{ g/cm}^3$

Valor del MR en densidad del isooctano es $(0,69000 \pm 0,00003) \text{ g/cm}^3$.

3.2.1.1.2 Resultados de las mediciones e incertidumbre realizadas para la determinación de la densidad del alcohol absoluto

Los resultados de las mediciones realizadas al líquido de referencia en densidad del alcohol absoluto aparecen reflejados a continuación y en la Tabla 14 se refleja el presupuesto de incertidumbre.

masa aparente de la esfera y cesta (m'ec)	
1	100,36309
2	100,36305
3	100,36312
4	100,36365
5	100,36376
6	100,36388
7	100,36329
8	100,36356
9	100,36396
10	100,36332
media	100,36347

	esfera y la cesta			
$u_{resm'ec}$	Incertidumbre debida a la resolución de la balanza	$\frac{r}{2\sqrt{3}}$	2,887E-06	
$u_{calm'ec}$	Incertidumbre reportada en el certificado de calibración	$\frac{U_{cal}^{max}}{k}$	1,000E-05	
$u_{rep m'c}$	Incertidumbre debida a la repetibilidad de la masa de la cesta	$\frac{\Delta m}{h}$	7,206E-04	
$u_{cal m'c}$	Incertidumbre reportada en el certificado de calibración	$\frac{U_{cal}^{max}}{k}$	1,000E-05	
u_{cec}	Incertidumbre combinada de la masa de la esfera y la cesta	$u_{cec} = \sqrt{(u_{m'c})^2 + (u_{m'ec})^2}$	6,580E-05	-0,015
u_{ρ_a}	Incertidumbre debido a la densidad del aire		2,155E-05	0,175
u_{ρ_g}	Incertidumbre debido a la densidad de las pesas patrones		2,89E-02	-4,067E-05
$u_{V_{20}}$	Incertidumbre de la determinación del volumen de la esfera	$\frac{U_{cal}^{max}}{k}$	8,00E-4	-0,012
u_{α_l}	Incertidumbre de la determinación del coeficiente de dilatación volumétrica de la esfera de ULE debido al		5,00E-08	0,397

	incremento de temperatura			
u_{t_f}	Incertidumbre de la determinación de la temperatura real	$\frac{U_{cal}^{max}}{k}$	2,89E-02	-1,178E-09
u_c	Incertidumbre combinada	$\sqrt{\left(\frac{\partial \rho_l}{\partial m_k}\right)^2 dm_k^2 + \left(\frac{\partial \rho_l}{\partial m'_e}\right)^2 dm_e'^2 + \left(\frac{\partial \rho_l}{\partial \rho_a}\right)^2 d\rho_a^2 + \left(\frac{\partial \rho_l}{\partial \rho'_g}\right)^2 d\rho_g'^2 + \left(\frac{\partial \rho_l}{\partial V_{20}}\right)^2 dV_{20}^2 + \left(\frac{\partial \rho_l}{\partial \alpha_l}\right)^2 d\alpha_l^2 + \left(\frac{\partial \rho_l}{\partial t_f}\right)^2 dt_f^2}$ $u_c = 1,55E - 05 \text{ g/cm}^3$		
U	Incertidumbre expandida	$U = k * u_c = 3,10E - 05 \text{ g/cm}^3$		

Valor del MR en densidad del alcohol absoluto es $(0,79360 \pm 0,00003) \text{ g/cm}^3$.

3.2.1.1.3 Determinación de los parámetros metrológicos del densímetro oscilatorio con MR en densidad

Se determinaron los parámetros metrológicos del densímetro oscilatorio de Tecnomática con los MR en densidad (isooctano y alcohol absoluto), ver Tabla 15.

Tabla 15. Parámetros metrológicos del densímetro oscilatorio para los MR.

Denominación	Densímetro digital
Modelo	DIMF 2.0
No. serie	10033320
Rango de medición (kg/m ³)	(400 a 2000)
Resolución (kg/m ³)	0,01
Temperatura del termómetro interno del densímetro digital (°C)	20,72
Incertidumbre expandida de los MR (kg/m ³)	0,03

Tipo MR	Valor MR (kg/m ³)	Lecturas en el calibrando (kg/m ³)			Promedio (kg/m ³)	Corrección (kg/m ³)
ISOOCTANO	690,00	693,11	693,04	693,25	693,13	3,1
ALCOHOL ABSOLUTO	793,60	790,19	791,27	791,51	790,99	2,6
INCERTIDUMBRE						
Repetibilidad	Resolución	MR	Uc	U(k=2)		
kg/m ³	kg/m ³	kg/m ³	kg/m ³	kg/m ³		
0,1240	2,887E-03	1,5E-02	0,1241	0,25		
0,7797	2,887E-03	1,5E-02	0,7797	1,56		

3.2.1.2 Determinación de los parámetros metroológicos del densímetro oscilatorio con MRC en densidad.

Se determinaron los parámetros metroológicos del densímetro oscilatorio de Tecnomática con los MRC en densidad (Polialfaolefina y Agua pura), ver Tabla 16.

Tabla 16. Parámetros metroológicos del densímetro oscilatorio para los MRC.

Denominación		Densímetro digital				
Modelo		DIMF 2.0				
No. serie		10033320				
Rango de medición (kg/m ³)		(400 a 2000)				
Resolución (kg/m ³)		0,01				
Temperatura del termómetro interno del densímetro digital (°C)		20,00				
Incertidumbre expandida de los MRC (kg/m ³)		0,02				
Tipo MRC	Valor MRC (kg/m ³)	Lecturas en el calibrando (kg/m ³)			Promedio (kg/m ³)	Corrección (kg/m ³)
Polialfaolefina	998,20	998,20	998,21	998,22	998,21	0,01
Agua pura	794,70	794,71	794,72	794,73	794,72	0,02
INCERTIDUMBRE						
Repetibilidad	Resolución	MRC	Uc	U(k=2)		
kg/m ³	kg/m ³	kg/m ³	kg/m ³	kg/m ³		
0,0118	2,887E-03	1,0E-02	0,01216	2,432E-02		
0,0118	2,887E-03	1,0E-02	0,01216	2,432E-02		

3.3 Evaluación de los resultados de la determinación de los parámetros metroológicos con MR y MRC

En el proceso de calibración del densímetro oscilatorio se utilizó MR y MRC, (Ver Figura 7 y Figura 8). Entre los resultados obtenidos se encuentran:

Utilizando MR: Los resultados de la serie de mediciones realizadas con el densímetro oscilatorio fueron no satisfactorios. La desviación y la incertidumbre expandida estuvieron en el orden de (E-03 a E-04) g/cm³, siendo la exactitud de este instrumento de medición en el orden de E-05 g/cm³. En la Figura 8 las desviaciones de los resultados de los valores de referencia para cada punto de calibración de los líquidos medidos, en este caso isooctano y alcohol absoluto, están fuera del error máximo permitido del densímetro oscilatorio de Tecnomática, además de los niveles de incertidumbre se encuentran fuera de rango. Este último se observa en los gráficos de ambas Figura 7 y 8. Para el caso del alcohol absoluto, a pesar de medirse bajo las mismas condiciones de trabajo, los niveles de incertidumbre son mayores. Considerando lo antes expuesto, no es recomendable la utilización de los resultados de estos dos MR en densidad para la calibración de este densímetro oscilatorio.

Utilizando MRC: Los resultados fueron satisfactorios. La desviación y la incertidumbre expandida estuvieron en el orden de E-05 g/cm³, siendo la exactitud de este instrumento de medición en el orden de E-05 g/cm³. Partiendo de estos resultados, es recomendable la utilización MRC en densidad trazable al SI para la calibración de este densímetro oscilatorio.

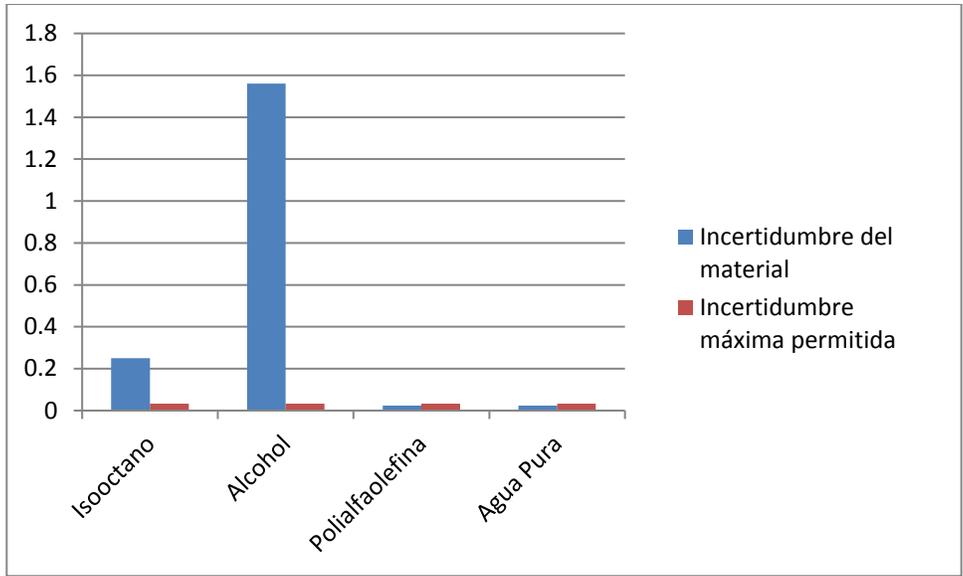


Figura 7. Comparación de los resultados de la determinación de los parámetros metroológicos con MR y MRC.

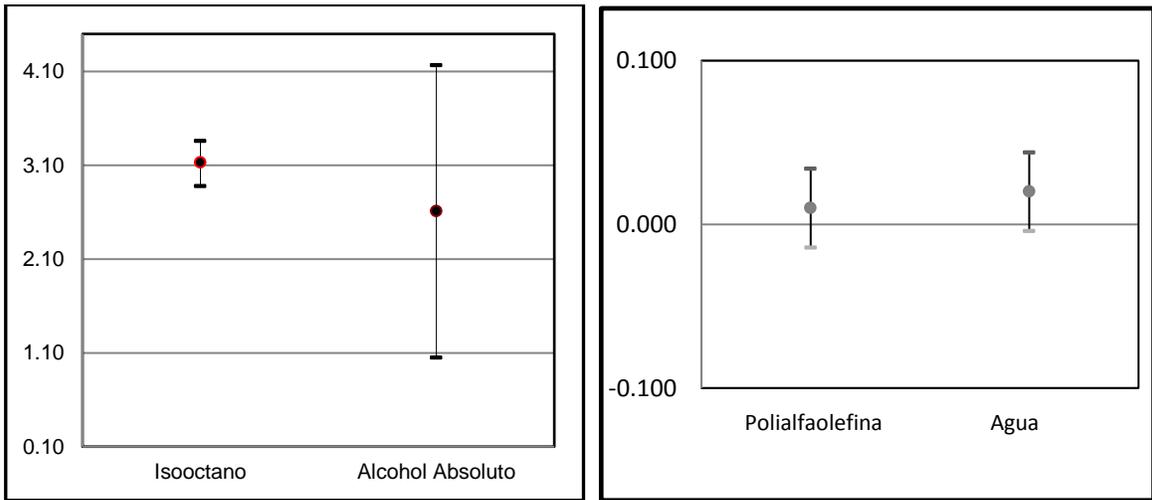


Figura 8. Desviaciones de los valores de referencia para cada punto de calibración con MR y MRC con respecto al error máximo permitido del densímetro oscilatorio de Tecnomática.

Incertidumbre requerida en la calibración.

La incertidumbre expandida con $k=2$ asociada a los errores de indicación que resulten de la calibración de densímetro oscilatorio no deberá exceder a un tercio del error máximo permitido de la clase de exactitud correspondiente al instrumento de medición. (Ver Tabla 17 y 18)

Tabla 17. Relación entre el error máximo permitido y la incertidumbre máxima permitida de la calibración (Becerra Luis O P. L., 2016) (Guía técnica de trazabilidad e incertidumbre para la calibración de densímetros de tipo oscilatorio, 2016).

Error máximo permitido (kg/m ³)	Resolución (kg/m ³)	Factor	Incertidumbre máxima permitida en la calibración con $k=2$ y un 95 % de confianza (kg/m ³)
1.00	0.1	1/10	0.33
0.5	0.1	1/5	0.17
0.20	0.01	1/20	0.067
0.10	0.01	1/10	0.033
0.05	0.01	1/5	0.025

Tabla 18. Resultados de las incertidumbres de los MR y los MRC.

Incertidumbre máxima permitida en la calibración para k=2	Incertidumbre Isooctano	Incertidumbre Alcohol absoluto	Incertidumbre Agua pura	Incertidumbre Polialfaolefina
(kg/m ³)				
0.033	0.25	1.56	0.024	0.024

3.4 Resultados de la validación del Procedimiento para la calibración de los densímetros oscilatorios en el Laboratorio de Densidad

Como resultado de la validación del procedimiento de calibración del densímetro oscilatorio de Tecnomática, se logró asegurar la trazabilidad metrológica al SI con MRC en densidad, a través del procedimiento de calibración del Laboratorio de Densidad del INIMET. (Ver Figura 9)

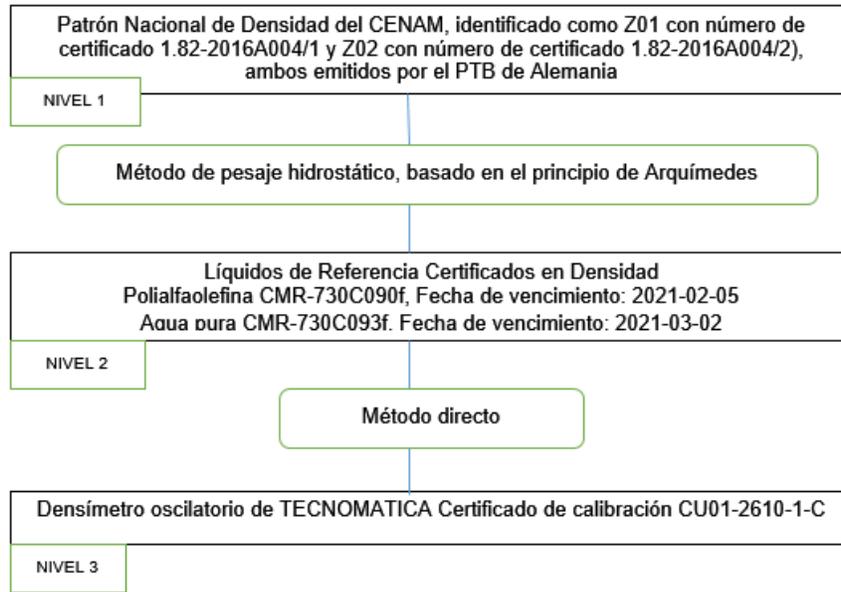


Figura 9. Cadena de trazabilidad metrológica del densímetro oscilatorio de Tecnomática.

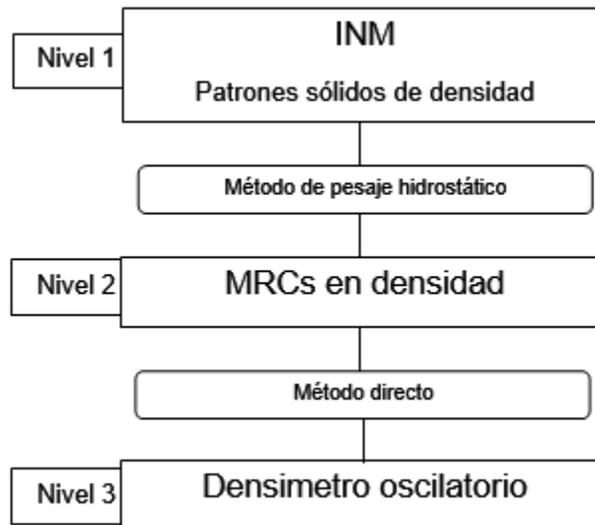


Figura 10. Cadena de trazabilidad metrológica del densímetro oscilatorio en el país.

CONCLUSIONES

1. El estudio del estado del arte permitió identificar los métodos de medición para la calibración de los densímetros oscilatorios y seleccionar el método de medición directo como el ideal científico en las condiciones tecnológicas y económicas de la Cuba actual.
2. El diagnóstico realizado evidenció que el 92 % de los densímetros digitales con principio de funcionamiento de tubo en U no cuentan con trazabilidad metrológica en el país.
3. La investigación realizada utilizando MR y MRC en densidad permitió seleccionar como patrones de referencia para el proceso de calibración, a los MRCs trazables metrológicamente al SI a través del INM de México (CENAM).
4. Quedó establecida la cadena de trazabilidad metrológica para la calibración de los densímetros oscilatorios en el país, basada en los requisitos del documento regulatorio internacional (OIML D5).

RECOMENDACIONES

1. Mantener el suministro sistemático de los MRCs en densidad para cumplir con el período de calibración de al menos una vez al año.
2. Crear y desarrollar la infraestructura necesaria para medir con patrones sólidos que permitan asegurar la certificación de líquidos de referencia en densidad dentro del país y la trazabilidad metrológica al SI.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Avibert. (2017). *La evolución de la medición de la densidad Antoon Paar*. Recuperado el 3 de Septiembre de 2021, de <http://avibert.blogspot.com/2017/08/la-evolucion-de-la-medicion-de-la.html>
- Beccerra Luis O., P. F. (s.f.). *Trazabilidad en la calibración de densidad*. Recuperado el 4 de Noviembre de 2021, de <http://www.cenam.mx/myd/Trazabilidad%20en%20la%20Calibraci%C3%B3n%20de%20Densidad.pdf>
- Becerra Luis O, P. L. (2012). Incertidumbre requerida en la evaluación de la conformidad de instrumentos para la medición de densidad. *Simposio de Metrología*.
- Becerra Luis O, P. L. (2016). Guía SIM para la calibración de densímetros de tipo oscilatorio. *Simposio de Metrología*.
- Centro de Ingeniería y Tecnología (Cenit). (s.f.). *Calibración de densímetros digitales tipo oscilatorio dinámicos*. Recuperado el 4 de Noviembre de 2021, de <https://www.cenitsc.com/#!/-laboratorio-de-densidad/>
- Díaz J, B. L. (2010). Desarrollo de los materiales de referencia en densidad . *Presentado en el Simposio de Metrología* . México.
- Furtado A, B. E. (2009). Measurement of density using oscillation-type density meters. *Calibration traceability and Uncertainties*. Paris, France.
- Guía OIML G-14. (2011). Medición de Densidad.
- Guía técnica de trazabilidad e incertidumbre para la calibración de densímetros de tipo oscilatorio. (2016). México.
- INIMET. (2021). Manual de Calidad del INIMET.
- ISO. (1992). ISO Guide 30. *Terms and definitions used in connection with reference materials*. Ginebra.
- ISO. (1998). ISO 15212-1. *Oscillation-type density meters. Part 1: Laboratory instruments*.
- ISO. (2000). ISO Guide 31. *Reference materials. Contents of certificates and labels*. Ginebra.
- ISO. (2000). ISO Guide 33. *Uses of certified reference materials*. Ginebra.
- ISO. (2002). ISO 15212-2. *Oscillation-type density meters. Part 2: Process instruments for homogeneous liquids*.

- Jordi, R. (s.f.). *Materiales de referencia certificados*. (U. R. Virgili, Editor) Recuperado el 4 de Noviembre de 2021, de Cualimetría, Grupo de Quimiometría y Cualimetría: <http://www.quimica.urv.es/quimio/general/CRMs.pdf>
- Mabeconta. (s.f.). *Densímetros Bopp & Reuther Dimf*. Recuperado el 3 de Septiembre de 2021, de <https://www.interempresas.net/Medicion/FeriaVirtual/Producto-Densímetros-Bopp-Reuther-Dimf-101013.html>
- NC. (2012). NC-ISO/IEC VIM V3:2012. *Vocabulario Internacional de Metrología-Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados (VIM)*. La Habana: Oficina Nacional de Normalización.
- NC. (2017). NC ISO/IEC 17025:2017. *Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración*. La Habana.
- Oramas, A. (s.f.). *Importancia de la trazabilidad metrológica*. Recuperado el 4 de Noviembre de 2021, de <https://www.equiposylaboratorio.com/portal/articulo-ampliado/importancia-de-la-trazabilidad-metrologica>
- Riu, J. (s.f.). *Materiales de referencia certificados*. Recuperado el 4 de Noviembre de 2021, de Grupo de Quimiometría y Cualimetría: <http://www.quimica.urv.es/quimio/general/CRMs.pdf>
- SIM. (2016). Guidelines on the calibration of oscillation type density meters. *Sistema Interamericano de Metrología*.
- Taubaso, C. (8 de Septiembre de 2019). *Importancia de la metrología en el control de la calidad*. Recuperado el 4 de Noviembre de 2021, de <https://metrologiaycalidad.com/2019/09/08/importancia-de-la-metrologia-en-el-control-de-calidad/>
- Toledo, M. (s.f.). *¿Qué es la densidad? Todo lo que es preciso saber sobre la medición de la densidad?* Recuperado el 16 de Julio de 2021, de https://www.mt.com/mx/es/home/applications/Application_Browse_Laboratory_Analyticts/Density/density-measurement.html
- Toledo, M. (s.f.). *Medición de la densidad*. Recuperado el 3 de Septiembre de 2021, de https://www.mt.com/es/es/home/applications/Laboratory_weighing/density-measurement.html
- Valdivia, R. (2019). Trazabilidad Metroológica del Laboratorio de Densidad del Instituto Nacional de Investigaciones en Metrología. *Boletín Científico*, 41-49.

ANEXO 1

Certificado del líquido de referencia en densidad de la Polialfaolefina



Certificado Material de Referencia

Certificado número: CNM-MR-730-0367/2020 Número de unidad: 160

CMR-730C090f

Líquido de referencia en densidad,
Polialfaolefina, presentación de 100 ml.

Valor de densidad certificada e incertidumbre con $k=2$.

Densidad ρ/cm^3	Incertidumbre g/cm^3
0.794 70	0.000 02

El valor de la densidad corresponde a una temperatura de 20 °C y a la presión de 81 000 Pa.

Fecha de certificación: / Certification date 2020-08-05
Número de servicio: 204969

Emitido por: / Issued by César Augusto Mata Jiménez
Aprobado por: / Approved by Luis Omar Bocorn Santiago

Firma Electrónica
N0752-545-21-663946
N0148-150-21-663947

Notas: / Notes

- No es recomendable la reproducción parcial de este certificado, ya que puede dar lugar a interpretaciones equivocadas de sus resultados. [Partial reproduction may lead to misleading interpretations]
- Este certificado se emite de manera electrónica. La versión oficial puede ser consultada en el domicilio electrónico <http://www.cenam.mx/transparencia/certificados.aspx> con la contraseña entregada al cliente. Aun sin contar con esta contraseña los datos del material pueden obtenerse en el mismo portal con el número de certificado. [This is an electronic certificate. The official version may be obtained at the website <http://www.cenam.mx/transparencia/certificados.aspx> using the password provided to the customer. Identification information for the material may be obtained at the same site without the need of password]

ANEXO 2

Certificado del líquido de referencia en densidad del Agua



Certificado Material de Referencia

Certificado número: CNM-MR-730-0372/2020 Número de unidad: 175

CMR-730C093F

Líquido de referencia en densidad,
Agua, presentación de 100 ml.

Valor de densidad certificada e incertidumbre con $k=2$.

Densidad g/cm ³	Incertidumbre g/cm ³
0.998 20	0.000 02

El valor de la densidad corresponde a una temperatura de 20 °C y a la presión de 81 000 Pa.

Fecha de certificación: / Certification date 2020-09-02
Número de servicio: 204970

Emitido por: / Issued by César Augusto Mata Jiménez Firma Electrónica
Aprobado por: / Approved by Luis Omar Becerra Santiago N0752-543-21-677843
N0148-150-21-677873

Notas: / Notes

- No es recomendable la reproducción parcial de este certificado, ya que puede dar lugar a interpretaciones equivocadas de sus resultados. [Partial reproduction may lead to misleading interpretations]
- Este certificado se emite de manera electrónica. La versión oficial puede ser consultada en el domicilio electrónico <http://www.cenam.mx/transparencia/certificados.aspx> con la contraseña entregada al cliente. Aún sin contar con esta contraseña los datos del material pueden obtenerse en el mismo portal con el número de certificado. [This is an electronic certificate. The official version may be obtained at the website <http://www.cenam.mx/transparencia/certificados.aspx> using the password provided to the customer. Identification information for the material may be obtained at the same site without the need of password]

ANEXO 3

Registro de calibración del densímetro oscilatorio de Tecnomática

 <small>Instituto Nacional de Metrología</small>	Registro de <u>Calibración</u> / Verificación	Registro Número 2610-1
	RIC 208-01-01 Densímetros de inmersión, digitales y ópticos	Pág. <u>1</u> de <u>3</u>

10038836

Denominación del instrumento: Densímetro Digital Modelo: DMF 2.0 No. serie: 10038836

Fabricante, Marca ó País: BOPP & REOTHER Rango de medición: (0 a 5) kg/m³

Exactitud: 0,01 kg/m³ No. orden de servicio: G-02610 Fecha: 2021-01-25

Pertenece a: TECNOMÁTICA Dirección del cliente: Salvador Mendez #6664 Dependencia y Seguridad

Código del técnico: 25 Lugar de la Calibración: Cerro

Magnitudes influyentes: Temperatura inicial 20,5 °C; Temperatura final 20,4 °C; Incertidumbre 0,4 °C
 Humedad relativa inicial 60,7 %; Humedad relativa final 61,2 %; Presión Atmosférica 1 hPa

Líquido(s) empleado(s): Agua Patrones utilizados:

Patrón(es) utilizado(s): Balanza Densimétrica no. B-43209 Líquido de referencia en densidad,
 Documentos Técnicos: IC 208-01 IC 208-02 Poliacetileno (CMR-730C090F -
 no. 161)

1. Examen exterior: OK

2. Comprobación del funcionamiento: - Líquido de referencia en densidad,
 3. Observaciones: - Agua (CMR-730C093F -
 no. 174)

Firma del técnico: [Firma]

Activar W

RIC 208-01-01 Densímetros de inmersión, digitales y ópticos	Pág. <u>2</u> de <u>3</u>
---	---------------------------

4. Determinación de los parámetros metroológicos.

Temperatura de referencia (°C)	Patrón		Mediciones (kg/m ³)			Media (kg/m ³)
	Valor original (g/cm ³)	Valor de la conversión en unidades (kg/m ³)				
20,00	0,99820	998,20	998,20	998,21	998,22	998,21
20,00	0,99470	994,70	994,71	994,72	994,73	994,72
—	—	—	—	—	—	—
Resultados: <u>Calibrado</u>						

Firma del técnico: [Firma]

5. Evaluación de la incertidumbre.

Denominación	Densímetro Digital
Modelo	DIMF 2.0
No. serie	10038836
Rango de medición kg/m ³	(0 a 5)
Resolución kg/m ³	0.01
Temp. de termómetro interno del densímetro digital (°C)	20.00
Incertidumbre expandida de los MRC kg/m ³	0.02

Tipo	Valor MRC g/cm ³	Conversión (kg/m ³)	Lecturas en el calibrando (kg/m ³)			Promedio	Corrección kg/m ³
CMR-730C093f no. 174	0.99820	998.20	998.20	998.21	998.22	998.21	0.01
CMR-730C090f no. 161	0.79470	794.70	794.71	794.72	794.73	794.72	0.02

repetibilidad kg/m ³	resolución finita kg/m ³	MRC kg/m ³	Uc kg/m ³	U(k=2) kg/m ³
0.01181335	0.0028868	0.00001	0.0121609	2.432E-02
0.01181335	0.0028868	0.00001	0.0121609	2.432E-02

Firma del técnico: _____



ANEXO 4

Foto del sello de calibración



ANEXO 5

Foto del certificado de calibración

  INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES EN METROLOGÍA

Certificado de Calibración No. CU01-2610-I-C

Denominación: Densímetro digital

No. de serie: 10038836 Modelo: DIMF20

Fabricante, marca ó país: ROPP & REUTHER

Perteneciente a: TECNOMATICA

Dirección: Salvador Allende no. 666 st. Orquendo y Soledad

Notas:
Los patrones utilizados son trazables al SI a través de los del Servicio Nacional de Metrología, los cuales son intercomparados o calibrados periódicamente con patrones nacionales de otros países o con las definiciones de las unidades.
El presente certificado ampara solamente las mediciones realizadas en el momento y con las condiciones ambientales y de uso en que se ejecutó la calibración. El INIMET no certifica ninguna característica del instrumento diferente a las descritas en este certificado.
Queda prohibida la reproducción parcial de este documento, el cual solo tiene validez en su forma íntegra y original.
El usuario del instrumento es responsable de recalibrarlo en intervalos apropiados, así como de su conservación.
Las incertidumbres expandidas son obtenidas multiplicando las incertidumbres estándar combinadas por los factores de cobertura (k) especificados en cada caso, para formar intervalos de confianza del 95%. La evaluación de la incertidumbre se realizó de acuerdo a NC 1066:2015 "Guía para la expresión de incertidumbre de medición."

Lugar de calibración: Cerro

Patrones utilizados:
Líquido de referencia en Densidad, Polialfaolefina — No. CMR-730C090f Calibrado en CENAM Trazable a Patrón Nacional de Densidad CENAM (Z01 y Z02)
Líquido de referencia en Densidad, Agua — No. CMR-730C093f Calibrado en CENAM Trazable a Patrón Nacional de Densidad CENAM (Z01 y Z02)

Método de calibración:
Medición directa. IC 208-02 Calibración de densímetros digitales

Fecha de calibración: 2021-01-25 Fecha de emisión: 2021-01-26

Calibró:  Aprobó: 

Firma	Firma
Arzai Valdés Calderón	Ing. Nayara La Rosa Yero
Nombre	Nombre
Téc. en Metrología	Jefe de Laboratorio
Cargo	Cargo

Página 1 de 1 siendo todas ellas parte íntegra de este certificado.

 LABORATORIO DE DENSIDAD

Consulado No. 206, CP 10200 Centro Habana, Cuba Tel. 78623041-44 E-mail: laboratorio@inimet.cu

Leonor No. 10, CP 12000 Cerro, Cuba Tel. 76416539 www.inimet.cubaindustria.cu

Calle 20 No. 507, CP 11300 Playa, Cuba Tel. 72027566

Continuación del Certificado No. CU01-2010-1-3

Magnitudes influyentes:

Magnitud	Valor Inicial	Valor Final	Incertidumbre combinada
Temperatura (°C)	20,5	20,4	0,4
Humedad relativa (%)	80,7	81,2	0,7

Resultados:

MRC	Temperatura (°C)	Medio Mediciones (kg/m ³)	Correcciones (kg/m ³)	Incertidumbre (k=2) (kg/m ³)
CMR-730C001 (FB1)	20,05	668,21	0,01	0,02
CMR-730C001 (FB2)	20,05	704,75	0,02	0,02


Araceli Vázquez Cordero
Téc. en Metrología

Página 2 de 2

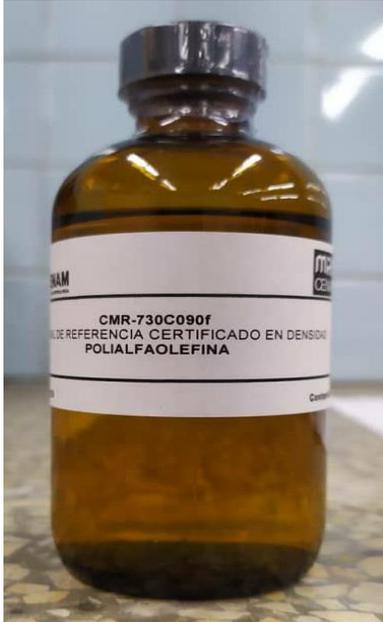
Anexo 6

Vista de la instalación de flujo de combustible del LCPC de Tecnomática



Anexo 7

MRC en densidad (Polialfaolefina)



MRC en densidad (Agua pura)

