

Ficha introductoria: Calibración

La calibración es un conjunto de operaciones que establecen en condiciones especificadas, la relación entre los valores de una magnitud indicados por un instrumento de medida o sistema de medida, o los valores representados por una medida materializada o por un material de referencia, y los valores correspondientes de esa magnitud realizados por patrones.



En el caso del material volumétrico, es el conjunto de operaciones que establecen la relación entre el volumen dispensado y el volumen nominal o seleccionado correspondiente del aparato. (Morer, 2006).

Instrucciones generales para el trabajo de calibración de material volumétrico:

Todo el material volumétrico debe estar limpio y seco antes de calibrarse. El agua utilizada para la calibración debe estar en equilibrio térmico con el medio que la rodea. Esta condición se establece mejor apartando el agua con bastante anterioridad, anotando su temperatura a intervalos frecuentes, y esperando hasta que ya no haya cambios.

Como recipientes para el líquido de calibración pueden servir matraces Erlenmeyer pequeños bien tapados.

Factores que afectan la medida de la masa tomada:

- ✓ Temperatura
- ✓ Densidad del agua
- ✓ Densidad del aire
- ✓ Evaporación del agua
- ✓ Dilatación térmica del vidrio.

Se realizan correcciones por la variación de la densidad del agua con la temperatura, por el empuje del aire (balanza electromagnética, se desplaza cierta cantidad de aire), y por la dilatación térmica del vidrio.

La temperatura de referencia que se utiliza es de 20,00 °C.

Unificando las tres correcciones se llega a la expresión general:

$$V(ag,20) = \frac{m(ag,a,t)}{d(ag,t)} \left[\frac{\left[1 - \frac{d(a,t)}{d(p,t)} \right]}{\left[1 - \frac{d(a,t)}{d(ag,t)} \right]} \right] [1 + \alpha(20 - t)]$$

Referencias:

$V(\text{ag},20)$ = volumen de agua a 20,00 °C

$m(\text{ag},a,t)$ = masa de agua, medida en el aire a la temperatura t (°C)

$d(\text{ag},t)$ = densidad del agua a la temperatura t (°C)

$d(a,t)$ = densidad del aire a la temperatura t (°C)

$d(p,t)$ = densidad de las pesas a la temperatura t (°C)

α = coeficiente de dilatación térmica del vidrio

Calibración de termómetro:

Existen dos maneras de calibrar los termómetros: por comparación y por puntos fijos o calibración absoluta.

Calibración por comparación: se utiliza un termómetro estándar frente al cual el termómetro de prueba se compara. Se colocan ambos termómetros en un baño de comparación que provee el volumen a temperatura constante en el cual se introducen los termómetros. Este baño debe tener uniformidad de temperatura y estabilidad.

Calibración por puntos fijos: se puede utilizar el punto triple del agua (temperatura a la cual coexisten los estados sólido y líquido bajo vapor de agua: 273,16 K y 0,01 °C).

El galio es un metal que funde a 29,7646 °C. La célula de galio, que es un recipiente sellado que contiene galio puro con una cavidad central donde puede introducirse un termómetro, se coloca en el baño de galio. Como la célula al inicio del proceso está a la temperatura ambiente, el galio se encuentra en estado sólido. Luego cuando el galio comienza a fundir la temperatura permanece constante a 29,7646 °C. Una vez que todo el galio se ha fundido, la temperatura vuelve a ser la del baño. El período de temperatura constante, llamado meseta de fusión, dura muchas horas y durante este tiempo, un termómetro puede ser introducido en la perforación de la célula para calibrarlo. La temperatura está determinada, no por la calidad del aparato de medida, sino por la pureza del metal. (Isotech, 2004)

Calibración de balanza:

Las pesas deberán estar convenientemente protegidas en sus cajas o estuches, y con su certificado de calibración en vigor.

Según la recomendación R 111 de la Organización Internacional de Metrología Legal (OIML), las **pesas patrón** de hasta 50 kg pueden **clasificarse en 7 clases** diferentes según las **tolerancias** asociadas a cada una de ellas:

- Clases E1 y E2: pesas de exactitud muy grande, con las mínimas tolerancias asociadas, utilizadas únicamente por los laboratorios de calibración.
- Clases F1 y F2: pesas de gran exactitud, utilizadas como patrones de referencia por los servicios de metrología.
- Clases M1, M2 y M3: pesas con las mayores tolerancias asociadas de las 7 clases, utilizadas como patrones de trabajo.

Las tolerancias máximas asociadas a una pesa patrón de la misma masa son crecientes desde la clase E1 hasta la clase M3. Por ejemplo, para una pesa patrón de 10 g, la clase E1 tiene una tolerancia de ± 0.02 mg y la clase M3 de ± 50 mg. (Riu, Boqué, Maroto y Rius, s.f.)

Calibración "in situ":

a) Las balanzas se calibrarán bajo las condiciones de uso del cliente, aunque en muchas ocasiones éstas no sean las más adecuadas. Por ejemplo, estar situadas cerca de fuentes de vibración, focos de calor, mesas o bancadas no adecuadas, etc.

b) Las masas patrón a utilizar estarán el tiempo adecuado en el lugar de la calibración para su estabilización en temperatura.

Proceso de calibración:

La calibración se realiza determinando la corrección de calibración, así como su incertidumbre suponiendo que la balanza se va a utilizar para la realización de medidas absolutas.

Se realizan los siguientes estudios:

- 1- Repetibilidad de las lecturas
- 2- Efecto del descentramiento de carga (excentricidad).
- 3- Corrección de calibración.

Repetibilidad de las lecturas

La repetibilidad de la balanza es una medida de lo bien que ésta será capaz de medir de forma repetitiva una masa. Junto con el resto de las pruebas a realizar, nos asegura que el valor de la masa obtenido es el correcto. La repetibilidad de las medidas se expresa normalmente en términos de la desviación típica obtenida de una serie de lecturas repetidas, como mínimo 5 veces y 3 veces como mínimo en el caso en que la pesa o pesas sean mayores de 100 kg.

Para una buena balanza el valor obtenido de esta diferencia nunca debería exceder tres veces su resolución. La repetibilidad deberá realizarse siempre de manera que simule lo más realmente posible la utilización habitual de la balanza.

La manera de realizar el estudio de repetibilidad será, una vez ajustado el cero, colocar y quitar la masa o masas patrón un número de veces acorde con lo descrito anteriormente, anotando, cada vez que se obtenga la estabilidad, el valor indicado. Después de cada retirada de la masa se deberá comprobar que la indicación es cero ajustándose si no fuese así antes de continuar.

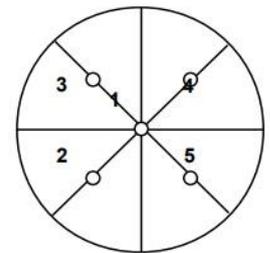
Efecto del descentramiento de carga

Este efecto se produce cuando el centro de masas de las pesas a medir no coincide con el centro del platillo, dando lugar a desviaciones o defectos de descentramiento.

Este ensayo, se realiza para estudiar las diferencias en las lecturas de la balanza, cuando las cargas se sitúan fuera del centro geométrico del plato.

El efecto es fácil de medir, se realizará mediante el siguiente proceso:

- ✓ Situar la masa o masas Patrón en el centro del platillo y efectuar la lectura.
- ✓ Después realizar la misma operación con las masas desplazadas del centro a las posiciones 1, 2, 3 y 4 indicadas en la figura, haciendo la lectura correspondiente en cada posición y anotando los resultados en una tabla adecuada.
- ✓ La medida de este efecto vendrá dada por la diferencia entre el valor obtenido en la posición central y cada uno de los valores obtenidos en el resto de las posiciones.



Plato circular

Corrección de calibración

Cuando una balanza se va a utilizar para medida directa deberán comprobarse a lo largo de toda la escala los valores indicados con respecto a un juego de pesas calibradas, esto servirá para comprobar cuánto se desvía la balanza respecto a los valores nominales y aplicar por tanto las correcciones necesarias. Esta prueba se realiza con $kL \geq 5$ cargas de prueba diferentes L_j , $1 \leq j \leq kL$, distribuidas de forma razonablemente uniforme en el alcance de pesada normal (alcance máximo), o en puntos de prueba individuales acordados. (Centro Español de Metrología, s.f.)

Calibración de pH-metro:

Pasos a seguir:

1. Sostener el potenciómetro (con el electrodo conectado) en un soporte universal con una pinza de tres dedos.
2. Quitar la cobertura protectora de hule del electrodo y enjuagar con una piseta de agua destilada. Retirar el exceso de agua con papel absorbente.
3. Colocar el electrodo dentro de una solución buffer de pH=7, sobre una parrilla con agitación magnética. Oprimir "ON". Agitar magnéticamente y esperar de 1 a 2 minutos.
4. Oprimir el botón de "CAL" y esperar otro minuto o hasta que la lectura no varíe significativamente. Oprimir "HOLD" hasta que aparezca el valor de 7 en la pantalla.
5. Enjuagar el electrodo con una piseta con agua destilada. Retirar el exceso de agua con papel absorbente.
6. Colocar el electrodo dentro de una solución buffer de pH=10 o pH=4 (es indistinto). Agitar magnéticamente, esperar de 1 a 2 minutos.

7. No volver a oprimir "CAL", oprimir el botón de "HOLD" hasta que aparezca el valor de pH del buffer empleado.
8. Enjuagar el electrodo con una piseta con agua destilada. Retirar el exceso de agua con papel absorbente.
9. Colocar el electrodo dentro de una solución buffer de pH=10 o pH=4 (el que falte). Agitar magnéticamente, esperar de 1 a 2 minutos.
10. Oprimir el botón de "HOLD" hasta que aparezca el valor de pH del buffer empleado. (Departamento de Química UNAM, s.f.)

Créditos:

- Centro Español de Metrología. (s.f.). PROCEDIMIENTO ME-005 PARA LA CALIBRACIÓN DE BALANZAS MONOPLATO. Recuperado de: https://www.cem.es/sites/default/files/procedimientome-005_calibracion_balanzas_monoplato.pdf
- Departamento de Química UNAM. (s.f.). *Calibración de pH-metros*. Recuperado de: http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/CALIBRACIONDELOSPOTENCIOMETROS_27928.pdf
- Isotech. (2004). *Calibración de temperatura. Desde la industria al ITS-90*. Recuperado de: http://www.isotechna.com/v/vspfiles/pdf_articles/Fundamentos-ISOTECH.pdf
- Morer, R. (2006). Recomendaciones para la calibración de material volumétrico en el laboratorio clínico. *Química Clínica*. 25 (2) 104-110. Recuperado de: http://www.seqc.es/download/revista/109/352/568730468/1024/cms/QC_2006_104-110.pdf/
- Riu, J., Boqué, R., Maroto, A. y Rius, X. (s.f.). *Trazabilidad en medidas físicas mediante calibración directa: calibración de una balanza*. Recuperado de: <http://www.quimica.urv.es/quimio/general/calbal.pdf>