



Tecnológico de Costa Rica

Proyecto Final de Graduación

Revisión de los métodos de calibración para instrumentos que miden magnitudes físicas de volumen y longitud en el laboratorio de metrología de la empresa Edwards Lifesciences

Autor

Brandon Núñez Acuña

Licenciatura en Ingeniería Física

brandon.nunez.acuna@gmail.com

Tutor

Lautaro Ramírez Varas

Empresa

Edwards Lifesciences

Fecha

26 de Agosto 2022

Índice

1. Resumen	3
2. Introducción	4
2.1. Justificación del problema	4
2.2. Identificación de la empresa	4
2.3. Objetivos	4
2.3.1. Objetivo General	4
2.3.2. Objetivos Específicos	4
2.4. Alcance y limitaciones	5
3. Marco teórico	6
3.1. Distribuciones de Probabilidad	6
3.2. Terminología	7
3.3. Pie de Rey	8
3.4. Micrómetro	11
3.5. Regla	14
3.6. Indicadores de carátula	16
3.7. Pines	17
3.8. Pipetas	18
4. Metodología	20
4.1. Procedimiento	20
4.2. Cronograma	21
5. Resultados	25
5.1. Hallazgos en la hoja de cálculo de dimensional	25
5.2. Pie de Rey	25
5.2.1. Hallazgos	25
5.2.2. Comparación	26
5.2.3. Análisis de Incertidumbres	27
5.2.4. Propuesta	27
5.3. Micrómetro	28
5.3.1. Hallazgos	28
5.3.2. Comparación	28
5.3.3. Análisis de Incertidumbres	29
5.3.4. Propuesta	30
5.4. Indicadores de Carátula	30
5.4.1. Hallazgos	30
5.4.2. Comparación	31
5.4.3. Análisis de Incertidumbre	31
5.4.4. Propuesta	33
5.5. Reglas	33
5.5.1. Hallazgos	33
5.5.2. Comparación	33

5.5.3.	Análisis de Incertidumbre	34
5.5.4.	Propuesta	35
5.6.	Pin	35
5.6.1.	Hallazgos	35
5.6.2.	Comparación	35
5.6.3.	Análisis de Incertidumbre	36
5.6.4.	Propuesta	36
5.7.	Pipetas	38
5.7.1.	Hallazgos	38
5.7.2.	Comparación y Análisis de Incertidumbre	39
5.7.3.	Propuesta	44
6.	Conclusiones	45
7.	Referencias	45

De acuerdo con las regulaciones del programa Licenciatura en Ingeniería Física del Instituto Tecnológico de Costa Rica, el presente documento fue revisado y aprobado por el comité formado por las siguientes personas:

Lautaro Javier Ramírez Varas
Profesor tutor

Sofía Coto Guzmán
Profesora lectora

Luis Alonso Araya Solano
Profesor lector

1. Resumen

En el proyecto se estudiaron los procesos de calibración para pies de rey, micrómetros, pines, indicadores de carátula, reglas y pipetas. Esto para contrastar los procesos que se realizan en el laboratorio contra protocolos internacionales, incluir nuevas características encontradas, ejecutar nuevas calibraciones y compararlas con una calibración ya realizada en el laboratorio para encontrar y plantear la implementación de las diferencias importantes. Se encontró que en gran cantidad de los equipos se usaban cálculos erróneos, como ejemplo solo el 33% de los pines calibrados de la empresa cumplían con los requerimientos necesarios de una calibración, esto debido en su mayoría a errores cometidos en las fórmulas utilizadas en la calibración. Al final se discutió con el laboratorio cuáles serían las incertidumbres más importantes de considerar en el proceso de calibración y se creó una hoja de cálculo que las incluye.

Palabras clave— comparación, industria, incertidumbres, hoja de cálculo

2. Introducción

2.1. Justificación del problema

El laboratorio de metrología de Edwards Lifesciences es un laboratorio nuevo, lleva un año operando aproximadamente. Debido a esto, los procesos de calibración no han sido revisados de cara a una validación del laboratorio.

Lo que es más importante, un proceso de calibración no adecuado y consistente puede llevar a la errónea clasificación de un equipo de medición. Esto puede llevar a dos situaciones. La primera que con ese equipo de medición se tenga producto afectado que no cumpla con las especificaciones necesarias, si este equipo llega al cliente, como es un equipo médico crucial puede causar la muerte del paciente. Por otro lado, existe la posibilidad de clasificar un equipo como no adecuado para su utilización en la industria, cuando realmente si lo esté, y estar desperdiciando recursos. Esta segunda situación, tiene un menor impacto que la primera, sin embargo, no hay que olvidar que una empresa es un negocio y su objetivo es producir dinero y estos desperdicios de equipos son pérdidas que no pueden dejarse de tomar en cuenta. Por lo tanto, es importante una revisión a fondo de las calibraciones, para conocer si son procesos coherentes y adecuados.

Este trabajo final de graduación es una práctica profesional pues es una actividad teórico-práctica que se desarrolla en la empresa en áreas afines a Ingeniería Física, según lo que establece el reglamento de trabajos finales de graduación de Licenciatura en Ingeniería Física (GacetaTEC, 2022).

2.2. Identificación de la empresa

El trabajo final de graduación se llevó a cabo en la empresa Edwards Lifesciences, en la planta Wet, ubicada en el Parque Industrial de la Lima en Cartago. Edwards Lifesciences es una empresa líder en la ciencia de válvulas cardíacas y monitoreo hemodinámico (Edwards, 2022). En Edwards Lifesciences existe el departamento llamado Plant Operation Engineering (POE), dentro del departamento de POE se encuentra el departamento de Facilities Engineering Services (FES) y parte del departamento de FES se encuentra el laboratorio de metrología, donde directamente se llevó a cabo el trabajo final de graduación. El encargado directo del proyecto es Jefry Silva Carrillo, quien está a cargo del laboratorio de metrología.

2.3. Objetivos

2.3.1. Objetivo General

Revisar los procesos de calibración de los instrumentos que se usan para medir magnitudes físicas de volumen y longitud.

2.3.2. Objetivos Específicos

- Encontrar elementos distintos de calibraciones externas que no estén presentes en calibraciones de Edwards Lifesciences.
- Adaptar los elementos distintos encontrados a una calibración prototipo para compararla con las calibraciones estándares de la empresa.

- Plantear una modificación en los procesos y las hojas de cálculo con los elementos distintos que se consideran importantes, para que los cambios puedan ser implementados.

2.4. Alcance y limitaciones

A pesar de querer hacer muchas calibraciones de prueba y poder probar con diferentes equipos funcionales solo se contaba con equipo que estuvieran por calibrar y se tuvieran presentes en el laboratorio de calibración. También se contaban con equipos sacados de servicio con los que se podía hacer pruebas. Como el proceso para solicitar otro tipo de equipo en la empresa es bastante tardado ese paso se evitó todo lo posible. A pesar de esta limitación se considera que el estudio fue adecuado, pues siempre se contó con instrumentos necesarios en cada calibración prototipo y sobretodo porque se infirió sobre fuentes de incertidumbre y procesos que no dependen experimentalmente de la cantidad de instrumentos revisados. Se contó con el equipo necesario para implementar los elementos distintivos a las calibraciones prototipo, pues ya estaba presente en el laboratorio.

Se recomienda con estos cambios implementados participar en una comparación interlaboratorio en estas magnitudes. En el Laboratorio Nacional de Metrología en febrero del 2023 se va a llevar un ensayo de aptitud en las variables de volumen y longitud el laboratorio podría aprovechar esta oportunidad para participar. Esto porque participar en este tipo de comparaciones es un requisito para acreditarse en la norma ISO 17025. Además, es una forma de medir la capacidad metrológica del laboratorio.

3. Marco teórico

Se cree que cuando una medición es tomada, existe un número exacto del mesurando se desea medir y se intenta aproximar ese valor con nuestro instrumento de medición, sin embargo, dicho valor verdadero no existe, sólo podemos asociar a un mesurando un rango de valores. Dicho rango de valores se puede indicar de varias formas, pero la forma en que se utiliza en el proyecto es con un valor medio y una incertidumbre que es un valor positivo asociado a la mayor desviación respecto al valor medio (JCGM y col., 2008). Es importante no confundir un error con una incertidumbre, un error es la máxima desviación que puede presentar un instrumento respecto a un fenómeno, mientras que una incertidumbre es la desviación estándar de la distribución de valores asociados a es fenómeno.

3.1. Distribuciones de Probabilidad

Para cuantificar una incertidumbre se hace con la varianza, el cuadrado de la desviación estándar, de la distribución de los valores asociados al mesurando. Algunas distribuciones de probabilidad son comunes a la hora de evaluar incertidumbres como lo son la distribución de probabilidad rectangular, la distribución de probabilidad triangular y la distribución de probabilidad normal. En la figura 1 se muestra las tres distribuciones de probabilidad que se mencionaron para un caso hipotético con valores adimensionales desde 12 hasta 16.

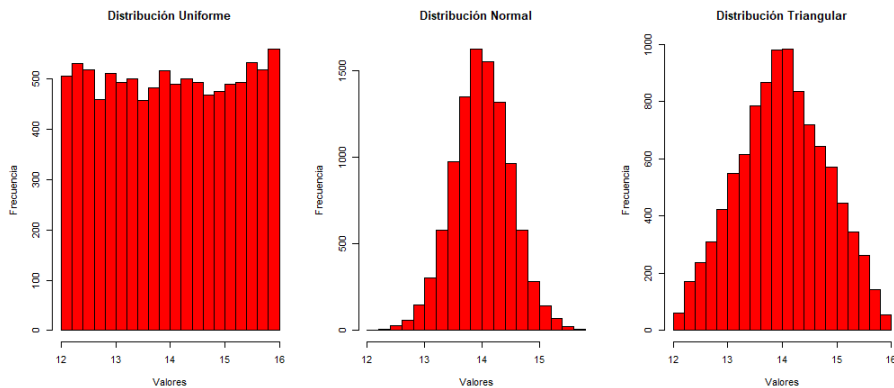


Figura 1: Distribuciones de Densidad de Probabilidad, imagen creada en R con fines ilustrativos.

De estas distribuciones, la rectangular o uniforme es la más común, la desviación estándar de dicha distribución sigue la ecuación (1), donde a es la amplitud de la distribución es decir la diferencia entre el valor máximo y mínimo y μ es la incertidumbre estándar o desviación estándar. Es común utilizar esta fórmula con la semi-amplitud, es decir la mitad de a .

$$\mu = \frac{a}{\sqrt{12}} \quad (1)$$

Una fuente de incertidumbre es un fenómeno que amplía la variabilidad de los datos asociados a un mesurando. Para cada instrumento y medición se tienen diferentes fuentes de incertidumbre. Para unir todas esas fuentes de incertidumbre se utiliza la ecuación (2), donde μ_c es la combinación de estas fuentes de incertidumbre o incertidumbre combinada, μ_i es la incertidumbre de la i -ésima fuente de incertidumbre y c_i es el coeficiente de sensibilidad de dicha fuente, en este estudio no se considerarán covarianzas pues todas las fuentes de incertidumbre son independientes. Algunas fuentes de incertidumbre pueden no tener la mismas unidades de medida que la incertidumbre combinada y el coeficiente de sensibilidad iguala las unidades de medida (JCGM y col., 2008).

$$\mu_c = \sqrt{\sum c_i^2 \mu_i^2} \quad (2)$$

3.2. Terminología

Una calibración, es en primera instancia, una forma de verificar que tan desviada está la medición en un instrumento. Se compara un instrumento a calibrar, calibrando, contra un patrón, un instrumento de medición de mayor exactitud para obtener un error de indicación, el cuál es la desviación del calibrando respecto al patrón. Junto con la incertidumbre de dicho error. En segunda instancia se utiliza el error de indicación para obtener una medición a partir de la indicación del instrumento (CEM, 2012). Cuando se realiza una calibración se necesita un modelo de medición que exprese matemáticamente lo que se quiere medir.

Un punto de calibración es un valor a lo largo del rango de medición del instrumento donde se hace todo el procedimiento de calibración para el instrumento.

El patrón contra el que se compara el instrumento tiene un valor nominal. Un valor nominal es un valor aproximado o redondeado de una magnitud característica de un instrumento (CEM, 2012).

En el laboratorio de metrología de Edwards Lifesciences, los resultados de estas calibraciones se utilizan para verificar si los instrumentos se encuentran dentro de un rango de tolerancia, la tolerancia se refiere a valores máximos de error que pueden estar presentes en un proceso de la industria. La regla o norma con que se decide si el instrumento cumple o no con esta tolerancia se llama regla de decisión.

Para comparar calibraciones se usa el error normalizado que considera los tanto los errores como la incertidumbre de la calibración. Para calcular el error normalizado se utiliza la ecuación (3). Donde x_1 y x_2 son los valores de los errores de indicación en las calibraciones y U_1 y U_2 las incertidumbres obtenidas para dichos errores, si el error normalizado E_n da entre -1 y 1, no hay diferencia entre ambas calibraciones (Richard, 2015).

$$E_n = \frac{x_1 - x_2}{\sqrt{U_1^2 + U_2^2}} \quad (3)$$

El Test Uncertainty Ratio (TUR) es la razón de la tolerancia para un equipo, T , entre la incertidumbre resultado de la calibración para ese mismo equipo U , tal como se muestra en la ecuación (4). Según normativa de Edwards el TUR debe ser mayor a

4 en todas las calibraciones (Richard, 2014).

$$TUR = \frac{T}{U} \quad (4)$$

Al reportar una incertidumbre en un certificado de calibración, se suele utilizar la incertidumbre expandida. La incertidumbre expandida es la incertidumbre combinada multiplicada por una constante, para incrementar la incertidumbre y abarcar mayor cantidad de datos posibles para el mesurando.

Para abarcar el 95 % de los datos se multiplica por una constante de 2. Esta constante se suele representar con el símbolo k .

3.3. Pie de Rey

Para la calibración de un pie de rey el procedimiento es medir con este bloques de acero patrón. Para calcular el error de indicación, se toma el modelo de medición de la ecuación (5), en este modelo se incluyen efectos que no aportan al error de indicación, sin embargo, aportan a la incertidumbre. Se irá explicando cada término y cómo se calcularon.

$$e_i = l_i - l_p - e_p + l_p \cdot \bar{\alpha} \cdot \Delta T - l_{cero} + \delta l_p + \delta l_{der} + \delta l_{rep} + \delta l_{res} + \delta l_{Abbe} + \delta l_{pla} + \delta l_{par} + \delta l_{uni} \quad (5)$$

Donde:

- e_i : es el error que tiene el pie de rey al medir en el punto de calibración i ;
- l_i : es el promedio de las mediciones realizadas con el instrumento;
- l_p : es el valor nominal del patrón;
- e_p : es el error de indicación obtenido del certificado de calibración del instrumento patrón;
- δl_{res} : La incertidumbre debido a la resolución del instrumento;
- δl_p : Incertidumbre aportada por el certificado de calibración del patrón;
- l_{cero} : Valor de cero del instrumento;
- δl_{rep} : Incertidumbre por repetibilidad;
- δl_{Abbe} : Incertidumbre aportada por el error de Abbe;
- δl_{pla} : Incertidumbre por error en la planitud;
- δl_{par} : Incertidumbre por error de paralelismo;
- $\bar{\alpha}$: es el coeficiente de expansión térmica promedio;
- ΔT : es la diferencia de temperatura entre el patrón y el instrumento;

Incertidumbre debido a la resolución del instrumento: δl_{res} , es la variación en la medida debido a la incapacidad del instrumento de ajustar un valor de manera infinita. Se toma en cuenta como una distribución rectangular de amplitud igual a la mínima

división del instrumento, es decir su resolución, R . Su cálculo se muestra en la ecuación (6).

$$\mu_{\delta l_{res}} = \frac{R}{\sqrt{12}} \quad (6)$$

Incertidumbre del certificado de calibración del patrón: δl_p , en esta incertidumbre se utiliza la incertidumbre reportada en el certificado de calibración del patrón: U_{cal} ; esta incertidumbre viene de una distribución normal con factor de seguridad del 95 %, es decir de $k = 2$. El cálculo de esta incertidumbre se encuentra en la ecuación (7).

$$\mu_{\delta l_p} = \frac{U_{cal}}{2} \quad (7)$$

Incertidumbre por la deriva del patrón: δl_{der} ; en este valor se toma la deriva posible para patrones calidad 0 según la norma española DI-008. Se puede calcular según la ecuación (8). Donde l_p está medido en mm (CEM, 2021a).

$$\mu_{\delta l_{der}} = \frac{0,02 \mu\text{m} + 0,25 \times 10^{-6} \cdot l_p}{\sqrt{3}} \quad (8)$$

Incertidumbre por ajuste de cero: El valor de l_{cero} es el valor que se obtiene en el instrumento cuando las mandíbulas de medición están cerradas, este valor siempre se ajusta a cero. De cualquier manera, aunque no tenga un valor diferente de cero, es necesario considerarlo como una fuente de incertidumbre, porque cuando se ajusta el instrumento a cero no se puede hacer con infinita exactitud, siempre hay un rango de valores que el instrumento va a tomar como cero. En este caso, la incertidumbre del ajuste del cero, se va a tomar como la resolución del instrumento. Según se muestra en la ecuación 9.

$$\mu_{cero} = \frac{R}{\sqrt{12}} \quad (9)$$

Incertidumbre por repetibilidad: δl_{rep} ; se toma como una distribución normal con los valores tomados en el punto de calibración i . para su cálculo, la desviación estándar de estos valores, s , se divide entre la raíz de la cantidad de datos tomados, n , se obtiene la incertidumbre aportada por esta magnitud, como se muestra en la ecuación 10.

$$\mu_{\delta l_{rep}} = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (10)$$

Incertidumbre aportada por el error de Abbe: δl_{Abbe} ; el error de Abbe es el error ocasionado cuando el eje de medición y el eje de las indicaciones del instrumento, no están alineados. En la figura 2 viene un diagrama donde las medidas de W y A se van a utilizar el error de Abbe. Se propone un huelgo, h , de $1 \mu\text{m}$. Con esto en mente se calcula la incertidumbre por error de Abbe como se muestra en la ecuación (11) (INM & ONAC, 2020).

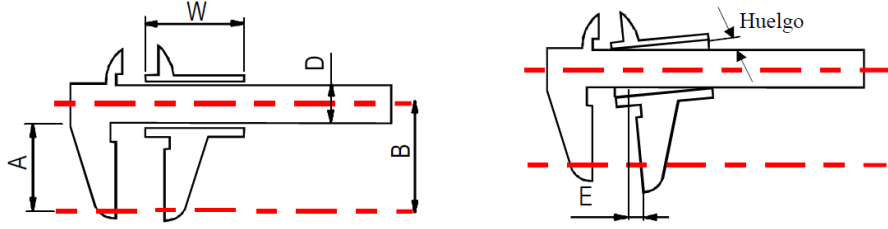


Figura 2: Error de Abbe tomado del CENAM (CENAM, 2001).

$$\mu_{\delta l_{Abbe}} = \frac{h \cdot A}{W \cdot \sqrt{12}} \quad (11)$$

Incertidumbre por error en la planitud: δl_{pla} , se usa la norma ISO 6906 (ISO, 1999) que establece que el mayor error por planitud permitido en un vernier es de $5 \mu\text{m}$. Esto se toma como la amplitud de una distribución rectangular para obtener la incertidumbre como se muestra en la ecuación (12).

$$\mu_{\delta l_{pla}} = \frac{5 \mu\text{m}}{\sqrt{12}} \quad (12)$$

Incertidumbre por error de paralelismo: δl_{par} ; es el error surgido del no paralelismo de las mandíbulas del vernier, para la realización de esta incertidumbre se hizo una prueba de excentricidad. La cual es una prueba donde se toma un bloque patrón de 100 mm y se mide en el interior de las mandíbulas, en el centro de las mandíbulas y en el exterior de las mandíbulas. Luego con el promedio en cada sitio se obtiene la mayor diferencia entre el centro y los extremos, Δl . Se calcula la incertidumbre por paralelismo con la ecuación (13).

$$\mu_{\delta l_{par}} = \frac{\Delta l}{\sqrt{12}} \quad (13)$$

Incertidumbre del coeficiente de expansión térmica: $\bar{\alpha}$; es el coeficiente de expansión térmica promedio de los bloques y del instrumento. Ambos instrumentos son de acero inoxidable. Se toma el valor de este coeficiente de la norma ISO 6906 (ISO, 1999), para acero inoxidable es de $(11,5 \pm 1) \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}$. La incertidumbre estándar del coeficiente de expansión se obtiene con la ecuación 14. Esta incertidumbre se debe considerar dos veces, una por los bloques y otra para el pie de rey.

$$\mu(\bar{\alpha}) = \frac{1 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} \quad (14)$$

Según la ley de propagación de incertidumbres (JCGM y col., 2008), se debe considerar un coeficiente de sensibilidad para esta incertidumbre el cuál se obtiene según la ecuación 15.

$$\frac{\partial e_i}{\partial \bar{\alpha}} = l_p \cdot \Delta T \quad (15)$$

Incertidumbre de la diferencia de temperatura: ΔT ; se supone que la calibración se hace a 20°C , valor al cuál se obtiene el valor nominal del patrón. Esto es válido suponer porque el laboratorio de calibración se mantiene a $20^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$. Esta variación en la temperatura se añade como fuente de incertidumbre.

Según (ASME, 2018), al manipular los instrumentos el ΔT la máxima diferencia de temperatura entre los instrumentos es $0,5^\circ\text{C}$. Tomando esto como la amplitud de una distribución rectangular, se puede calcular la incertidumbre como en la ecuación 16.

$$\mu_{\Delta T} = \frac{0,5^\circ\text{C}}{\sqrt{12}} \quad (16)$$

En el laboratorio para asegurarse que la temperatura esté en $20^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$, se toman las condiciones ambientales con un termohigrómetro. Así que a esta incertidumbre hay que sumarle las contribuciones del instrumento, por ejemplo, la resolución del instrumento y la incertidumbre de la desviación según el certificado de calibración. Al sumar todas las fuentes de incertidumbre, la incertidumbre combinada de la diferencia de temperatura queda como se muestra en la ecuación 17.

$$\mu_{\Delta T} = \sqrt{\frac{0,5^2}{\sqrt{12}} + \frac{R^2}{\sqrt{12}} + \frac{U_{cal}^2}{2} + \frac{\bar{T} - 20^\circ\text{C}^2}{\sqrt{3}}} \quad (17)$$

El coeficiente de sensibilidad para el ΔT es el mostrado en la ecuación (18).

$$\frac{\partial e_i}{\partial \Delta T} = l_p \cdot \bar{\alpha} \quad (18)$$

Incertidumbre por unión de bloques patrón: δl_{uni} ; esta fuente de incertidumbre no se toma en cuenta siempre. Solo existe cuando hay una unión de 2 o más bloques. Por la técnica utilizada para unir los bloques, el mayor grosor de la capa de grasa que une dos bloques es de $0,1\ \mu\text{m}$, esto se toma como la amplitud de una distribución rectangular. Al final podemos calcular la incertidumbre por unión de bloques como en la ecuación (19), donde n es la cantidad de bloques patrón utilizados en un punto.

$$\mu_{\delta l_{uni}} = \frac{(n-1) \cdot 0,1\ \mu\text{m}}{\sqrt{12}} \quad (19)$$

Para resumir todas las fuentes antes mencionadas se muestra el diagrama de ishikawa de la figura 3.

3.4. Micrómetro

Para el micrómetro el proceso de calibración es igual que para el pie de rey, se miden bloques patrón con el micrómetro. Se define en la ecuación (20) el modelo de

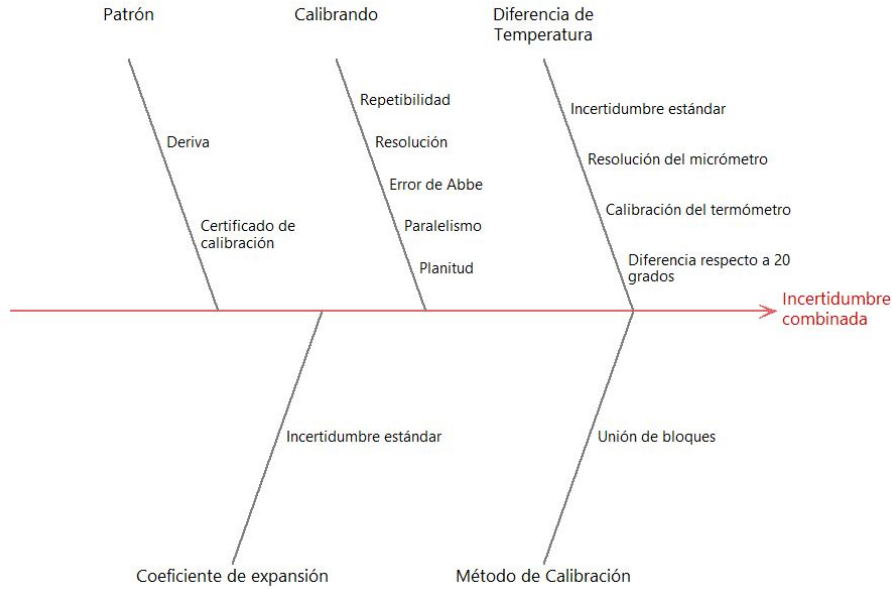


Figura 3: Diagrama de Ishikawa para las fuentes de incertidumbre de un pie de rey.

medición para la calibración, se hablará de las fuentes de incertidumbre que no se han tratado todavía. Algunas fuentes de incertidumbre ya se hablaron al respecto pero se tratan diferente en este instrumento así que se explicarán las nuevas incorporaciones.

$$e_i = l_i - l_p - e_p + l_p \cdot \bar{\alpha} \cdot \Delta T - l_{cero} + \delta l_p + \delta l_{der} + \delta l_{rep} + \delta l_{res} + \delta l_{pta} + \delta l_{par} + \delta l_{uni} \quad (20)$$

Donde los términos que se consideran diferente:

- δl_{pta} : Incertidumbre por error en la planitud de las caras de micrómetro;
- δl_{par} : Incertidumbre por error en el paralelismo de las caras del micrómetro;

Al colocar un plano óptico sobre una superficie metálica si existe una pequeña capa de aire entre el lente y el metal se genera interferencia por capa delgada mostrando una serie de bandas (Edmund, s.f.).

Incertidumbre por error de planitud: δl_{pta} ; Para medir la planitud de una superficie metálica se coloca la lente sobre una de las caras y se miden la cantidad de bandas que se curva una línea, z . En la figura 4 se muestra un error de planitud de una banda.

Para saber cuántos metros significan un error de planitud de una banda se usa la longitud de onda de la luz incidente, λ ; la separación entre dos bandas de interferencia

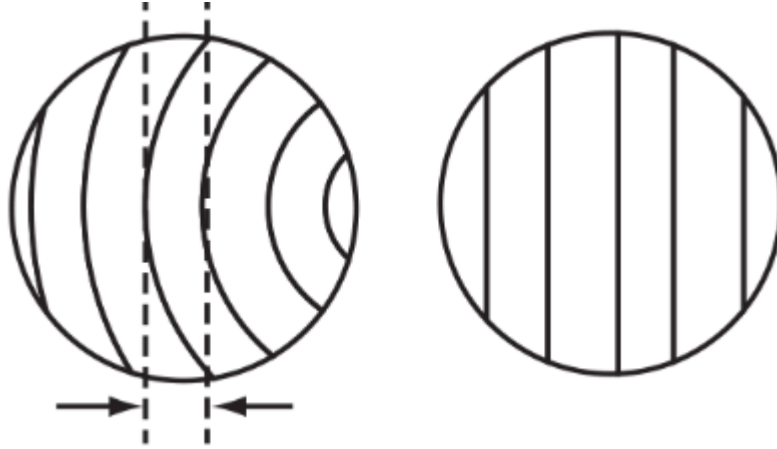


Figura 4: Izquierda: error de planitud de una banda, derecha: Sin error de planitud (Edmund, s.f.).

es una longitud de onda de la luz entrante. En este caso, como se usó luz natural para calcular la planitud se utilizó la luz morada que era el color más notorio en el espejo el cuál tiene una longitud de onda aproximada de 415 nm (Helmenstine, 2020). El error por planitud se toma como la amplitud de una distribución rectangular, tal como se muestra en la ecuación 21.

$$\mu_{pta} = \frac{z \cdot \lambda}{\sqrt{12}} \quad (21)$$

Incertidumbre por error de paralelismo: δl_{par} ; Para medir el error por paralelismo, se presiona la lente entre las dos caras del micrómetro y se cuentan las líneas en cada una de las caras y la diferencia entre la cantidad de líneas es el error de paralelismo. En las ecuaciones (21) y (22) se muestran los cálculos de dichas incertidumbres, donde λ es la longitud de onda de la luz utilizada, z es la cantidad de bandas que se curva una de las líneas de interferencia y Δz es la diferencia entre la cantidad de líneas entre una cara y otra (Edmund, s.f.).

$$\mu_{par} = \frac{\Delta z \cdot \lambda}{\sqrt{12}} \quad (22)$$

Para resumir todas la fuentes antes mencionadas se muestra el diagrama de ishikawa de la figura 5.

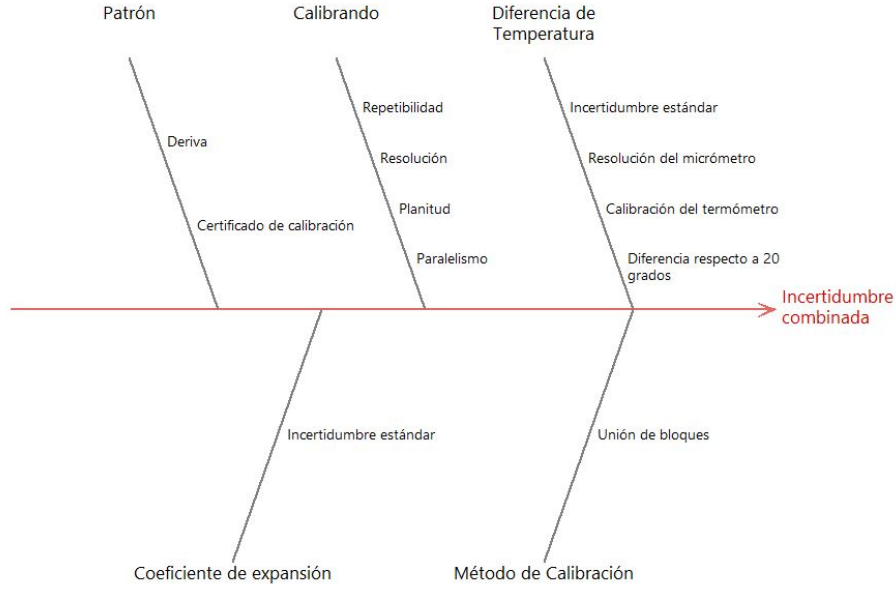


Figura 5: Diagrama de Ishikawa para las fuentes de incertidumbre de un micrómetro.

3.5. Regla

Para las reglas el proceso de calibración es diferente, se usa un comparador óptico para medir la distancia entre dos trazos de la regla y esto se hace con varios trazos. Así que el modelo matemático es diferente, dicho modelo se presenta en la ecuación (23).

$$e_i = I_i - l_p - e_p + I_i \cdot \bar{\alpha} \cdot \Delta T + \delta l_p + \delta l_{der} + \delta l_{rep} + \delta l_{enr} \quad (23)$$

Donde los términos que se consideran diferente:

- I_i : longitud especificada en la regla para la línea a medir;
- l_p : promedio de las mediciones realizadas con el instrumento patrón;
- δl_{der} : incertidumbre por deriva;
- δl_{enr} : incertidumbre por enrasar el patrón con el calibrando;

Incertidumbre por deriva: δl_{der} ; se considerada un tercio de la incertidumbre del patrón como la amplitud de una distribución rectangular, como se muestra en la ecuación (24).

$$\delta l_{der} = \frac{\delta l_p}{3 \cdot \sqrt{12}} \quad (24)$$

Incertidumbre por enrasar: Enrasar es coincidir una división del instrumento patrón con la línea de trazada en la regla (CEM, 2021c). Lo máximo que se puede coincidir el trazo de la regla es una resolución del comparador óptico. Como para medir una regla se hacen dos enrasos uno con el cero y otro en el trazo que se va a medir se cuenta dos veces y se obtiene la incertidumbre por enrase, δl_{enr} , como en la ecuación (25).

$$\mu\delta l_{enr} = \frac{R}{\sqrt{6}} \quad (25)$$

Para resumir todas la fuentes antes mencionadas se muestra el diagrama de ishikawa de la figura 7.

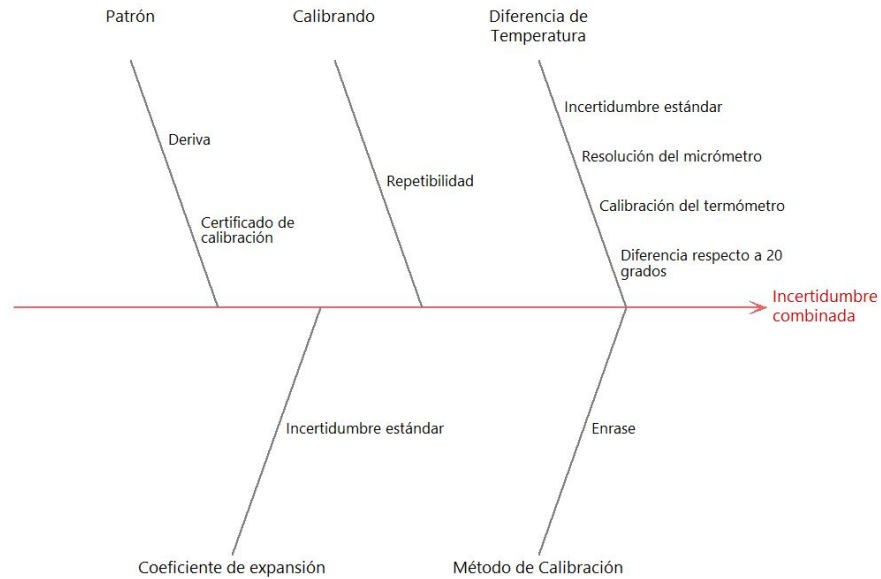


Figura 6: Diagrama de Ishikawa para las fuentes de incertidumbre de una regla.

3.6. Indicadores de carátula

Para los indicadores de carátula en el proceso de calibración se mide la altura de los bloques patrón con estos apoyados en una mesa de planitud y el indicador de carátula debe colocarse en una base para micrómetro. El modelo de medición es el que se muestra en la ecuación (26).

$$e_i = I_i - l_p - e_p + I_i \cdot \bar{\alpha} \cdot \Delta T + \delta l_p + \delta l_{der} + \delta l_{rep} + \delta l_{pla} + l_{cero} \quad (26)$$

Donde los términos que se consideran diferente:

- δl_{der} : incertidumbre por deriva;
- δl_{pla} : incertidumbre por error en la mesa de planitud;

Incertidumbre por la deriva del patrón: δl_{der} ; la deriva del patrón se considera tomando la máxima variación entre dos calibraciones, ΔI_p , como la amplitud de una distribución rectangular como se muestra en la ecuación (27).

$$\mu_{\delta l_{der}} = \frac{\Delta I_p}{\sqrt{12}} \quad (27)$$

Incertidumbre por planitud: δl_{pla} ; no es necesario considerarla si se tara el instrumento sobre un bloque patrón, de lo contrario se puede considerar como en la ecuación (28), donde e_{pla} es el error máximo error por planitud permitido para la mesa de planitud utilizada en la calibración. Este error es 0,001 mm para los indicadores de carátula utilizados acá (CEM, 2021b).

$$\mu_{pla} = \frac{e_{pla}}{\sqrt{12}} \quad (28)$$

Para resumir todas la fuentes antes mencionadas se muestra el diagrama de ishikawa de la figura 7.

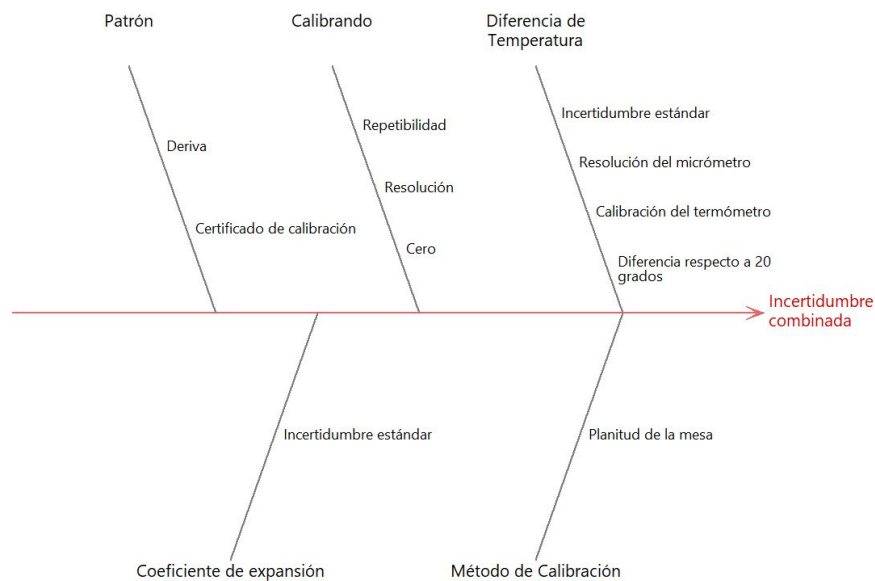


Figura 7: Diagrama de Ishikawa para las fuentes de incertidumbre de un indicador de carátula.

3.7. Pines

Los pines se calibran midiendo el diámetro de estos con un micrómetro varias veces. Este es un proceso más simple que los otros y el modelo es el siguiente.

$$e_i = I_i - l_p - e_p + I_i \cdot \bar{\alpha} \cdot \Delta T + \delta l_p + \delta l_{rep} + \delta l_{res} \quad (29)$$

Aquí la incertidumbre por resolución es con la resolución del micrómetro (CEM, 2010).

Para resumir todas la fuentes antes mencionadas se muestra el diagrama de ishikawa de la figura 8.

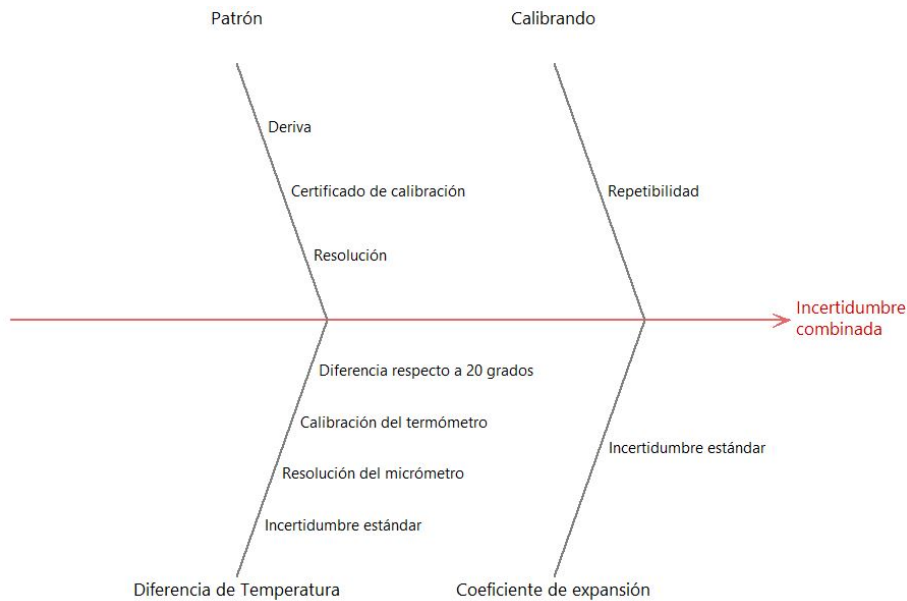


Figura 8: Diagrama de Ishikawa para las fuentes de incertidumbre de un Pin.

3.8. Pipetas

Para las pipetas el proceso tanto de calibración como de evaluación de incertidumbre es bastante diferente. El método de calibración utilizado es el método gravimétrico que se basa en medir la diferencia de masa entre un recipiente vacío y otro con el volumen del dispensado por la pipeta (CENAM, 2009).

Para la evaluación de incertidumbre del proceso de calibración de las pipetas lo primero es definir el modelo de medición del volumen presente en la ecuación (30) (Metas, 2007).

$$V_{20} = M \cdot \frac{1}{\rho_A - \rho_a} \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_B}\right) \cdot (1 - \alpha(t_r - 20^\circ\text{C})) + \delta V_{res} + \delta V_{rep} \quad (30)$$

Donde:

- V_{20} : es el volumen obtenido de la calibración;
- M : es la masa del agua dispensada por el calibrando;
- ρ_A : densidad del agua, esta fue obtenida a partir de la temperatura del agua;
- ρ_a : es la densidad del aire, esta fue obtenida a partir de las mediciones de temperatura ambiente, humedad relativa y presión ambiental;
- ρ_B : es la densidad de las pesas utilizadas para la calibración de la balanza aproximadamente 8 g/ml;
- α : coeficiente de expansión del calibrando;

- t_r : temperatura del calibrando, se supone que es la misma que la del agua;
- δV_{res} : es la incertidumbre por resolución de la pipeta;
- δV_{rep} : es la incertidumbre por repetibilidad de los volúmenes obtenidos;
- t_A : temperatura del agua que se utiliza para calibrar;

Cada una de estas magnitudes tiene fuentes de incertidumbre que deben ser consideradas. Como se menciona a continuación.

Incertidumbre por medición de la masa: se considera dos veces cada una de estas fuentes de incertidumbre resolución, excentricidad y certificado. Esto porque se mide la diferencia entre las dos masas.

Incertidumbre para la densidad del agua: se mide la temperatura del agua directamente y luego se usa esta temperatura en la ecuación (31). Los símbolos a_1 , a_2 , a_3 , a_4 y a_5 , son constantes con valores de $(-3,983\ 035 \pm 0,000\ 67)^\circ\text{C}$, $301,797^\circ\text{C}$, $522\ 528,9^\circ\text{C}^2$, $69,348\ 81^\circ\text{C}$, $(999,974\ 950 \pm 0,000\ 84)\ \text{kg/m}^3$, respectivamente. La incertidumbre aportada por este modelo es $\delta\rho_{Amodelo}$ el cuál tiene un valor de $8,3 \times 10^{-7}\ \text{g/cm}^3$. Aparte, para este modelo es necesario considerar la incertidumbre de la temperatura del agua la cuál incluye incertidumbre por resolución, por certificado de calibración y por gradiente(CENAM, 2009).

$$\rho_A = a_5 \cdot \left(1 - \frac{(t_A - a_1)^2 \cdot (t_A + a_2)}{a_3 \cdot (t_A + a_4)}\right) + \delta\rho_{Amodelo} \quad (31)$$

Incertidumbre por la densidad del aire: se utiliza la ecuación (32) (CENAM, 2009), en la que t_a es la temperatura ambiente en $^\circ\text{C}$, P_a es la presión ambiental en hPa , φ es la humedad relativa, $\delta\rho_{amodelo}$ es la incertidumbre aportada por utilizar el modelo y las constantes k_1 , k_2 y k_3 tienen valores de $0,348\ 44\ \text{kg} \cdot \text{K}/(\text{m}^3 \cdot \text{Pa})$, $-0,002\ 52\ \text{kg} \cdot \text{K}/(\text{m}^3 \cdot ^\circ\text{C})$ y $0,020\ 582\ \text{kg} \cdot \text{K}/\text{m}^3$, respectivamente. Para la temperatura ambiente, la presión ambiental y humedad relativa se deben considerar efectos por resolución, calibración y gradiente.

$$\rho_a = \frac{k_1 \cdot P_a + \varphi \cdot (k_2 \cdot t_a + k_3)}{t_a + 273,15} + \delta\rho_{amodelo} \quad (32)$$

La incertidumbre por coeficiente de expansión: se considera como una variación máxima de $\pm 10\%$.

Incertidumbre por temperatura del recipiente: se considera una incertidumbre por resolución por patrón y por gradiente.

Todo lo anterior se resume en el diagrama de Ishikawa para la incertidumbre del volumen tomado de la pipeta mostrado en la figura 9. En donde también se incluye la fórmula para el cálculo de cada una de las incertidumbres.

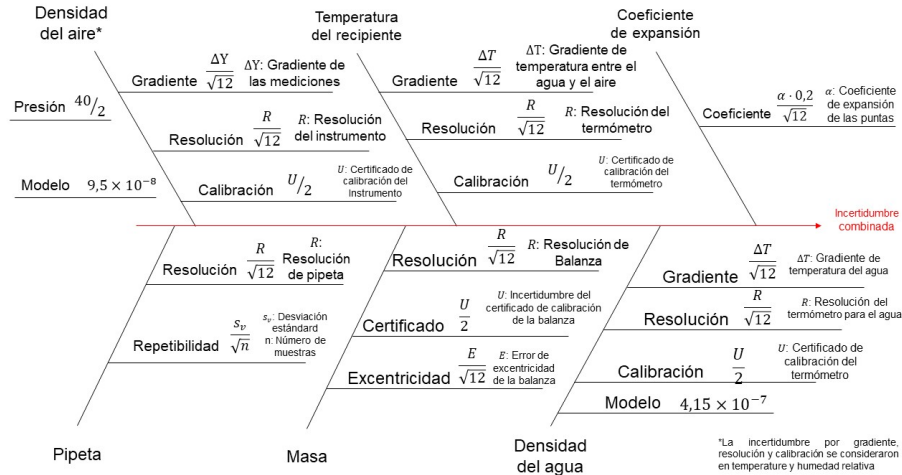


Figura 9: Diagrama de Ishikawa de fuentes de incertidumbre para el volumen de una pipeta.

4. Metodología

4.1. Procedimiento

En el laboratorio de metrología de Edwards Lifesciences se calibran instrumentos que miden 8 variables físicas distintas: longitud, volumen, variables eléctricas, temperatura, condiciones ambientales, masa, presión y tiempo.

En este trabajo se abarcaron los instrumentos que miden magnitudes físicas de longitud y volumen. En la variable de longitud existen 5 tipos de instrumentos distintos los cuales son pie de rey, micrómetros, indicadores de carátula, pines y reglas. En la magnitud de volumen solo se calibran pipetas. Estos 6 equipos a los cuales se les aplicará una revisión.

Por cada uno de los instrumentos que se calibran en el laboratorio se siguió un proceso similar. El cuál se relaciona con los objetivos a continuación.

Para cumplir el primer objetivo se hizo en dos etapas. Primero, se buscaron procedimientos de calibración para cada instrumento, creados por otros entes de metrología como el Centro Español de Metrología (CEM), el Instituto Nacional de Metrología en Colombia (INM), el Centro Nacional de Metrología en México (CENAM), esto entre otras instituciones metrológicas sin preferencia alguna por una u otra más que por la disponibilidad del material. Esto se hizo para tener una referencia contra la cuál comparar el proceso de calibración y la evaluación de incertidumbres.

En segunda instancia se investigaron los procesos de calibración y la evaluación de incertidumbre utilizados en la empresa y se contrastaron ambos procesos. Esto para encontrar elementos distintos en las calibraciones externas que puedan ser implemen-

tados en calibraciones internas. Esta etapa no se limitó a los procesos encontrados en el manual. Además se discutieron otras fuentes de incertidumbre que no necesariamente estuvieran presentes en los procedimientos de calibración encontrados, pero que fueran necesarios aplicarlos al proceso de calibración.

Procediendo para cumplir el segundo objetivo, se investigó una forma de implementar los elementos distintos encontrados a una calibración que pudiera ser realizada en el laboratorio de metrología de Edwards. Se ejecutó una calibración prototipo con estos cambios implementados.

Los resultados de la calibración prototipo se compararon con una calibración ya existente, realizada según los lineamientos del laboratorio. Después, se hizo un análisis de pesos de incertidumbres para averiguar cuales incertidumbres eran significativas y era necesario considerarlas de manera más precisa y cuales otras esto no es tan necesario.

Para el último objetivo, se reportaron los resultados con el especialista de metrología de Edwards Lifesciences para obtener realimentación de esta calibración y acordar que aspectos será útiles incluir en los procesos actuales. Por último, se creará un documento similar al actual proceso de calibración que incluya los cambios acordados, lo mismo se hará para las hojas de cálculo presentes en las calibraciones.

4.2. Cronograma

El cronograma de actividades que se realizaron en el trabajo de graduación se presentan en el cuadro 1. En la columna de cronograma con dos subcolumnas Actividades e Instrumentos se muestran las actividades mencionadas en la metodología junto con el instrumento al cuál se aplican estas actividades.

Cuadro 1: Cronograma de actividades para el trabajo final de graduación

Semana TEC	Semana		Cronograma	
	Inicio	Final	Actividades	Instrumento
-	7-11-22	7-15-22	Búsqueda de Procedimientos	Pie de rey
			Estudio de calibraciones Edwards	
			Comparación de Procedimientos	
			Evaluación de nuevos aspectos	
-	7-18-22	7-22-22	Calibración de Prueba	
			Análisis de incertidumbre	
			Reporte	
			Redacción de Cambios	
1	7-25-22	7-29-22	Búsqueda de Procedimientos	Micrómetro
			Estudio de calibraciones Edwards	
			Comparación de Procedimientos	
			Evaluación de nuevos aspectos	
2	8-1-22	8-5-22	Calibración de Prueba	
			Análisis de incertidumbre	
			Reporte	
			Redacción de Cambios	
3	8-8-22	8-12-22	Búsqueda de Procedimientos	Comparador de carátula
			Estudio de calibraciones Edwards	
			Comparación de Procedimientos	
			Evaluación de nuevos aspectos	
4	8-15-22	8-19-22	Calibración de Prueba	
			Análisis de incertidumbre	
			Reporte	
			Redacción de Cambios	
5	8-22-22	8-26-22	Búsqueda de Procedimientos	Pines
			Estudio de calibraciones Edwards	
			Comparación de Procedimientos	
			Evaluación de nuevos aspectos	
6	8-29-22	9-2-22	Calibración de Prueba	
			Análisis de incertidumbre	
			Reporte	
			Redacción de Cambios	

La segunda parte del cronograma se muestra en el cuadro 2.

Cuadro 2: Cronograma de actividades para el trabajo final de graduación(continuación)

Semana TEC	Semana		Cronograma	
	Inicio	Final	Actividades	Instrumento
7	9-5-22	9-9-22	Búsqueda de Procedimientos	Reglas
			Estudio de calibraciones Edwards	
			Comparación de Procedimientos	
			Evaluación de nuevos aspectos	
8	9-12-22	9-16-22	Calibración de Prueba	Reglas
			Análisis de incertidumbre	
			Reporte	
			Redacción de Cambios	
9	9-19-22	9-23-22	Búsqueda de Procedimientos	Pipetas
			Estudio de calibraciones Edwards	
			Comparación de Procedimientos	
			Evaluación de nuevos aspectos	
10	9-26-22	9-30-22	Calibración de Prueba	Pipetas
			Análisis de incertidumbre	
			Reporte	
			Redacción de Cambios	
11	10-3-22	10-7-22	Hoja de cálculo Dimensional	
			Hoja de cálculo Dimensional	
			Hoja de cálculo Dimensional	
			Redacción de Informe	

La ultima parte del cronograma se muestra en el cuadro 3.

Cuadro 3: Cronograma de actividades para el trabajo final de graduación(continuación...)

Semana TEC	Semana		Cronograma	
	Inicio	Final	Actividades	Instrumento
12	10-10-22	10-14-22	Probar Hoja de Cálculo dimensional	
			Probar Hoja de Cálculo dimensional	
			Probar Hoja de Cálculo dimensional	
			Redacción de Informe	
13	10-17-22	10-21-22	Hoja de cálculo: Volumen	
			Hoja de cálculo: Volumen	
			Hoja de cálculo: Volumen	
			Redacción de Informe	
14	10-24-22	10-28-22	Probar Hoja de Cálculo: Volumen	
			Probar Hoja de Cálculo: Volumen	
			Probar Hoja de Cálculo: Volumen	
			Redacción de Informe	
15	10-31-22	11-4-22	Escritura del informe	-
16	11-7-22	11-11-22	Escritura del informe	-
17	11-14-22	11-18-22	Entrega del informe final	-
18	11-21-22	11-25-22	Defensa de tesis	-

5. Resultados

5.1. Hallazgos en la hoja de cálculo de dimensional

La hoja de cálculo de incertidumbre para instrumentos de magnitud dimensional utilizada en Edwards tiene puntos de mejora, se citarán cada uno de los hallazgos encontrados.

Incertidumbre por unión de bloques: se calcula con la cantidad de bloques, en la hoja de cálculo nueva se usa en su lugar la cantidad de bloques menos uno como se muestra en la ecuación (19). Además en la nueva hoja dicho cálculo se adapta este cálculo a la unidades de medida del instrumento. En la hoja utilizada por Edwards se usa $0,01 \mu\text{m}$ en vez de $0,1 \mu\text{m}$ como separación máxima entre los bloques al unirlos, tal y como se muestra en la ecuación (19).

Incertidumbre por repetibilidad: se calcula como la desviación estándar entre el número de datos, en la nueva hoja de cálculo divide entre la raíz del número de datos como se muestra en la ecuación (10).

Incertidumbre por diferencia de temperatura: no se considera ni la diferencia respecto a 20°C , ni se consideran los efectos del termohigrómetro utilizado, todas estas fuentes que no se consideraban antes son tomadas en cuenta en la nueva hoja. Ahora se multiplica la incertidumbre típica por el coeficiente de sensibilidad mostrado en el marco teórico en la ecuación (15), actualmente solo se multiplica por $1 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$.

Incertidumbre por coeficiente de expansión térmica: se considera la diferencia de temperatura entre el instrumento y el patrón como la variación de temperatura en el ambiente. Ahora se utiliza en su lugar $0,25^\circ\text{C}$ según la norma ASME (ASME, 2018) que es la que rige al laboratorio.

Incertidumbre de calibración del patrón: se multiplica por 10^{-3} , eso se eliminó en la nueva hoja de cálculo, puesto que la incertidumbre del certificado del patrón tiene las mismas unidades que el instrumento.

Otros: En el certificado de calibración actual se incluyen los equipos que se utilizan para tomar condiciones ambientales.

5.2. Pie de Rey

5.2.1. Hallazgos

Se comparó la calibración en Edwards de un pie de rey con el modelo de calibración presente en el marco teórico en la sección sobre el pie de rey.

Se encontró que en el primer paso de la calibración, es decir, la inspección visual de un equipo, hay un paso de inspección que no viene presente. Consiste en unir las dos caras de las mandíbulas del instrumento y colocarlo contraluz, para detectar posible daños en las mandíbulas del instrumento, si pasa luz a través de la abertura. En la figura 10 se muestra un ejemplo de cómo aplicar este proceso de inspección.

En la evaluación de incertidumbres, no se consideran las siguientes incertidumbres:



Figura 10: Ejemplo de proceso de inspección faltante.

- La incertidumbre por resolución del cero, como es un instrumento donde se tara el cero debería considerarse.
- La incertidumbre por error de Abbe.
- La incertidumbre por planitud.
- La incertidumbre por paralelismo.

5.2.2. Comparación

Incluyendo estos nuevos cambios se hicieron dos calibraciones nuevas, con 5 puntos de calibración, ambas con resultados similares.

En la figura 11 se puede ver una comparación entre ambas calibraciones, en azul la calibración que se lleva a cabo actualmente en Edwards y en naranja la calibración prototipo. La incertidumbre que se obtuvo en la nueva calibración fue en promedio de 0,011 mm, mientras que en la calibración anterior era de 0,0060 mm, así que creció aproximadamente el doble. Esto se debe a dos razones principalmente a las nuevas fuentes de incertidumbre consideradas y la diferencia en el cálculo de la repetibilidad mencionado en la sección **Hallazgos en la hoja de cálculo de dimensional**.

Para tener una referencia se usa el ejemplo, mostrado en el ejemplo de calibración del documento (INDECOPI, 2012), en este se tiene una calibración de un pie de rey de 0,01 mm digital, es decir, con las mismas características que el que se calibró en el laboratorio. En el documento del INDECOPI se obtuvo una incertidumbre de aproximadamente 0,015 mm. Podemos concluir entonces que la incertidumbre obtenida en el nuevo certificado es más aproximado a un valor típico de incertidumbre para un vernier de estas características.

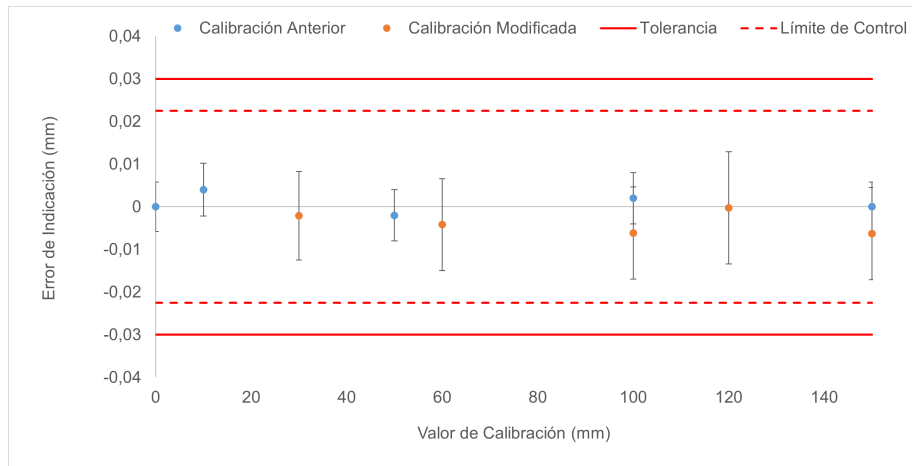


Figura 11: Comparación entre la calibración Edwards y la calibración prototipo para el pie de rey.

5.2.3. Análisis de Incertidumbres

En el figura 12 se muestra un gráfico con la magnitud de aporte de cada fuente de incertidumbre para el punto de calibración de 60 mm, no se presentan el resto de gráficos porque se obtuvieron resultados similares.

Las incertidumbre relevantes son el error de Abbe, la resolución, la resolución del cero, la incertidumbre por planitud y la repetibilidad. Como en el laboratorio ya se incluían varias de estas incertidumbres, las que se incluyeron en la nueva hoja de cálculo, fueron:

- la incertidumbre por resolución del cero del instrumento
- la incertidumbre por error de Abbe
- la incertidumbre por planitud

Para evitar añadir procesos innecesarios a la calibración se añadió la incertidumbre por error de Abbe con valores estándares. Para A y W se utilizaron los valores de $A = 40$ mm y $W = 67,75$ mm, respectivamente.

5.2.4. Propuesta

En la nueva hoja de cálculo para la sección de pies de rey se añadieron todas las fuentes de incertidumbre que se consideraron en este documento, a pesar de no ser significativas esto para que quede constancia del estudio realizado. Además, se añadieron más puntos de calibración y la posibilidad de tener una calibración después de ajustar el instrumento.

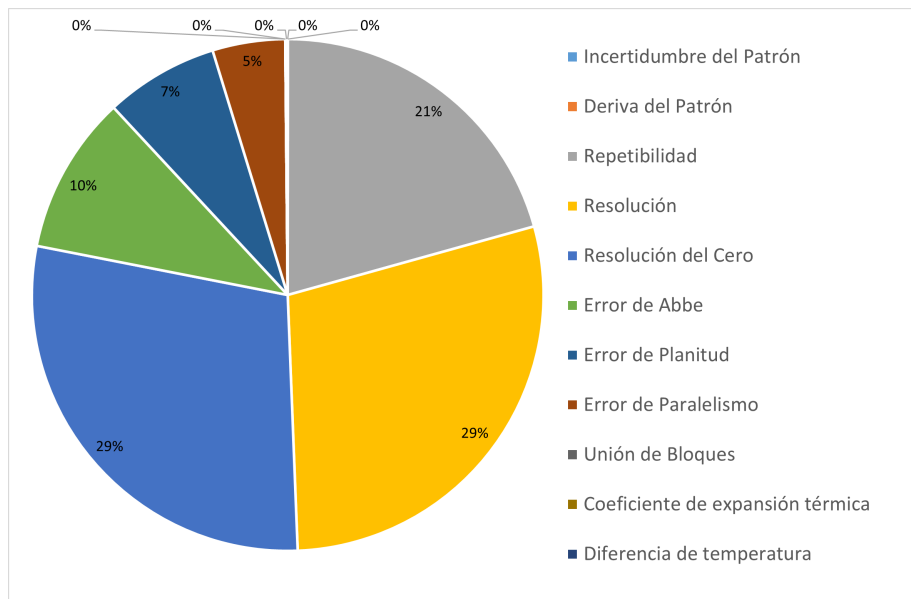


Figura 12: Gráfico de pesos de incertidumbre para la calibración de un pie de rey en el punto de 60 mm.

5.3. Micrómetro

5.3.1. Hallazgos

Se comparó el procedimiento de calibración de Edwards con el modelo de calibración para micrómetro mencionado en el marco teórico para micrómetros.

En el procedimiento solo se encontró la diferencia en la etapa de inspección. Mencionada en la sección de resultados para el pie de rey.

En la evaluación de incertidumbre no se consideraban las siguientes incertidumbres:

- Incertidumbre por error de planitud de las caras
- Incertidumbre por error de paralelismo de las caras
- Incertidumbre por ajuste de cero.

5.3.2. Comparación

Ya evaluadas estas nuevas fuentes de incertidumbre se hizo una calibración en 5 puntos a lo largo del rango de calibración del micrómetro. En la figura 13 se muestra una comparación entre una calibración previa de un micrómetro realizada en Edwards y la calibración donde se incluyeron los nuevos cambios. En la calibración antigua la incertidumbre promedio del micrómetro fue de 0,000 59 mm, en la calibración modificada la incertidumbre dio 0,0010 mm la cuál es de un poco menos del doble que la calibración pasada.

Como punto de comparación vamos a usar los errores que nos da el fabricante (Mitutoyo, s.f.) el cuál si sumamos las fuentes de error máximo permitido, paralelismo, planitud y resolución del instrumento es de 0,0039 mm, teniendo que cumplir con un TUR de 4 tenemos una incertidumbre típica de 0,00097 mm. Entonces con esto se concluye que la incertidumbre de la nueva calibración es más adecuada para este instrumento.

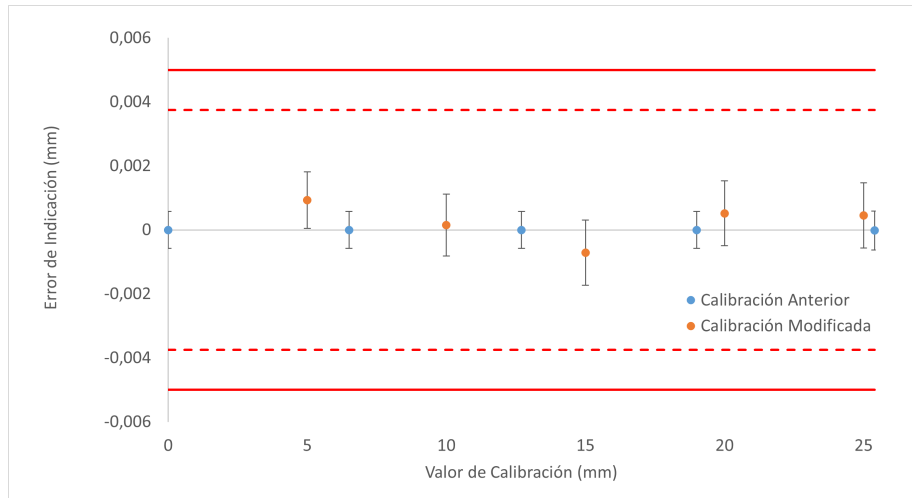


Figura 13: Comparación entre la calibración Edwards y la calibración prototipo para el micrómetro.

5.3.3. Análisis de Incertidumbres

En el punto de 25 mm se obtuvo el gráfico de pesos de incertidumbre de la figura 14. Bajo el criterio de que un aporte menor a 10 % modifica la incertidumbre final menos de un 5 %. Se puede notar como fuentes relevantes la resolución de cero, la resolución, la repetibilidad y la incertidumbre por planitud o paralelismo.

De estas incertidumbres las que no se consideraban ya en la empresa son:

- la incertidumbre por resolución de cero
- las incertidumbre por planitud
- la incertidumbre por paralelismo

De estas dos últimas, ambas tiene el mismo peso sobre la incertidumbre final, puede no considerarse alguna de las dos, pero no ambas. Como no se sabe cuál de las dos es significativa y cuál no, se recomienda considerar ambas fuentes de incertidumbre.

Para incluir la incertidumbre por planitud y paralelismo es necesario medirlas con un espejo de planitud, otra alternativa es tomar un error de planitud y paralelismo máximo de $0,4 \mu\text{m}$.

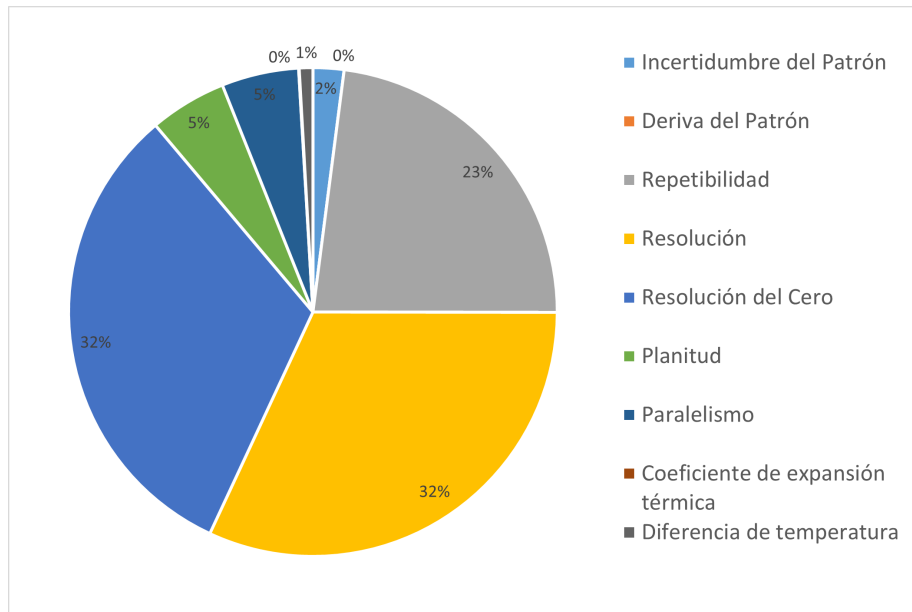


Figura 14: Gráfico de pesos de incertidumbres para el micrómetro en 25 mm.

5.3.4. Propuesta

En la sección de micrómetros se añadieron las fuentes de incertidumbre consideradas en el análisis. Las incertidumbres por planitud y paralelismo se consideraron de manera general con un error máximo de $0,4 \mu\text{m}$, esto para estandarizar el proceso de calibración y cálculo de incertidumbres.

5.4. Indicadores de Carátula

Se comparó el proceso de calibración para el indicador de carátula presente en Edwards Lifesciences contra el modelo mostrado en el marco teórico.

5.4.1. Hallazgos

Se encontró que en el proceso del CEM, la calibración se ejecutaba de una manera distinta. En cada punto de calibración se consideraban dos errores uno cuando se medía con el husillo del indicador subiendo y otro cuando bajaba. Otro cambio que se encontró en el proceso, es que para tarar el instrumento se usa la mesa de planitud que viene con la base para indicadores de carátula. Por otro lado en el manual del CEM para comparadores mecánicos, se tara el indicador de carátula sobre otro bloque patrón (CEM, 2021b).

En la evaluación de incertidumbre se consideraron las siguientes fuentes de incertidumbre:

- Incertidumbre por ajuste de cero.

- Incertidumbre patrón del bloque utilizado como cero, si aplica.
- Incertidumbre por planitud de la mesa, si aplica.

5.4.2. Comparación

Para verificar si se es necesario considerar un error de indicación para ascenso y otro para descenso se hizo una calibración en ascenso y descenso con un indicador de carátula y se compararon los errores obtenidos. En la figura 15 se muestran los resultados de dichas pruebas. Vemos que los errores en todos los puntos fueron iguales excepto en la calibración de 0,2 pulgadas. Se hizo una prueba de error normalizado para ver si esta diferencia era significativa pero dio 0,17 así que esta diferencia no es significativa y no es necesario incluir un proceso de calibración en ascenso y otro en descenso.

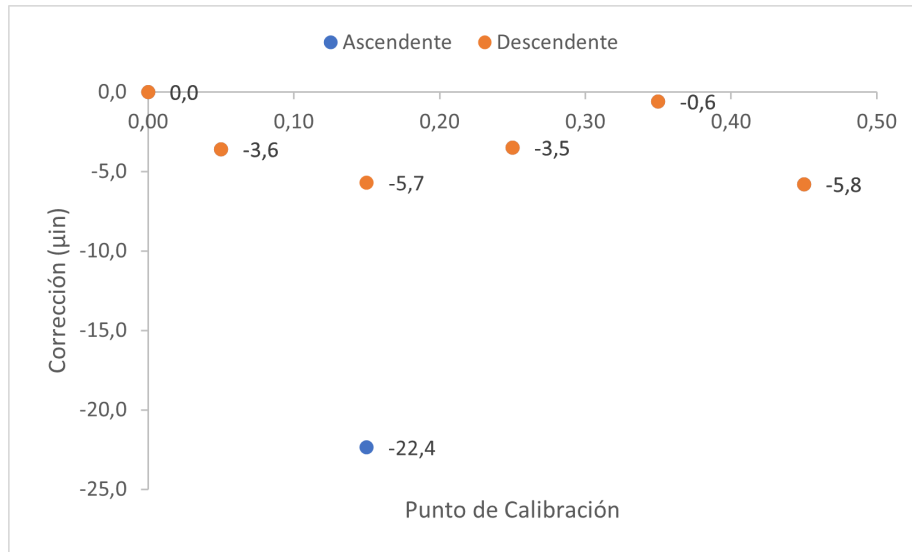


Figura 15: Calibración en ascenso comparado con la calibración en descenso para un indicador de carátula.

Luego, se hizo una calibración con el indicador de carátula para considerar si existe una diferencia entre calibrarlo tarando sobre un bloque o sobre la mesa de planitud. En la figura 16 se muestran los resultados, se obtuvo el error normalizado para cada uno de los puntos. Se obtuvieron resultados menores a 1 en todos los puntos, sin embargo, todos dieron mayor a 0,5 y en tres de ellos se obtuvo un valor cercano a la unidad. Por lo tanto, se debería considerar de cualquier manera tomar acciones para reducir este error.

5.4.3. Análisis de Incertidumbre

El gráfico de pesos de incertidumbre se muestra en la figura 17, las incertidumbres relevantes son la de la resolución, la de ajuste del cero y la repetibilidad. La fuente de incertidumbre del patrón, la deriva del patrón, el coeficiente de expansión térmica y la

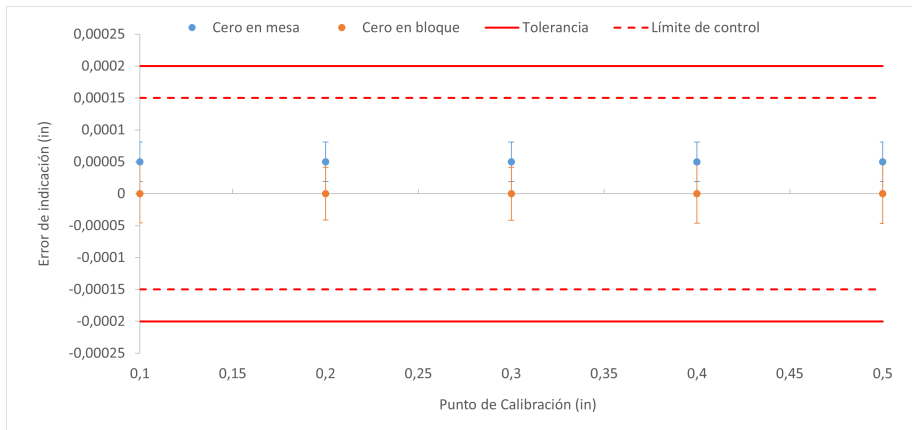


Figura 16: Comparación de dos calibraciones, en azul una calibración de un indicador de carátula utilizando la mesa de cuarzo como cero, en naranja una calibración del mismo indicador de carátula usando un bloque como cero.

de la diferencia de temperatura no son relevantes, sin embargo, pueden ser utilizadas para control de condiciones ambientales.

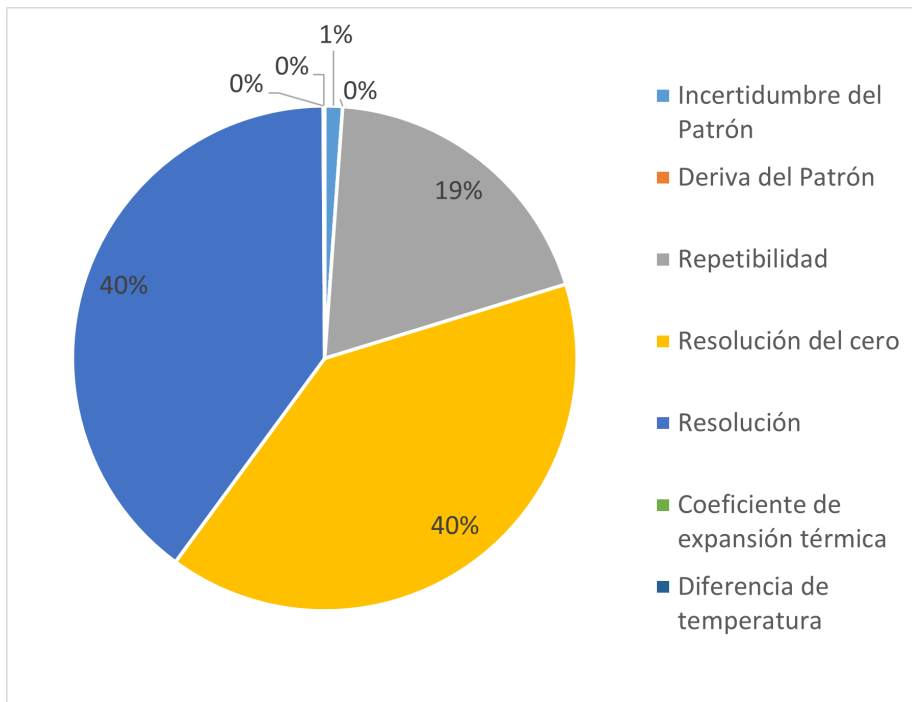


Figura 17: Gráfico de pesos de incertidumbre para el indicador de carátula.

5.4.4. Propuesta

Se propuso un cambio en el procedimiento donde se tomaba como cero un bloque de menor tamaño que el punto más bajo de calibración. En la sección de indicadores de carátula de la hoja de cálculo se incluyeron todas las fuentes de incertidumbre, además se habilitó un espacio para colocar el bloque patrón utilizado como cero.

5.5. Reglas

Se comparó el proceso de calibración en Edwards con el modelo presentado en el marco teórico para reglas.

5.5.1. Hallazgos

Se encontró principalmente problemas en el presupuesto de incertidumbre. Solo se consideraba la resolución de la regla a calibrar, además de la repetibilidad y la incertidumbre del patrón. Las incertidumbre nuevas a considerar son:

- Incertidumbre por enrase
- Incertidumbre por coeficiente de expansión térmica
- Incertidumbre por diferencia de temperatura

En el proceso de calibración de la regla lo que se hace es medir la distancia entre dos trazos de la regla con el comparador óptico, además de que la resolución del comparador es 5000 veces más grande que la de la regla, es decir se puede ajustar el trazo de la regla de manera casi perfecta, solo limitado por la resolución del comparador. Así que no debería considerarse la resolución de la regla como fuente de incertidumbre en el proceso, porque no se utiliza la regla para medir en la calibración.

El comparador óptico, patrón de una regla, se calibra en diferentes puntos a lo largo del área de medición. Cada uno de estos puntos tiene una incertidumbre tanto en eje x de medición como en el y. La incertidumbre que se tomaba para el certificado de calibración de la regla era solo la del eje x, esto se reemplazó por la suma cuadrática de estas dos incertidumbres en el punto del trazo que se va a medir. Esto porque es imposible colocar la regla completamente en x o en y.

La incertidumbre por enrase se consideró dos veces una por cada vez que se intenta ajustar el patrón con el calibrando en una medición.

5.5.2. Comparación

Con los cambios implementados se obtiene la figura 18, notamos una incertidumbre 100 veces menor para la nueva calibración. Esto porque en la antigua calibración se consideraba la incertidumbre por resolución de la regla. Como se mencionó en hallazgos, esta fuente de incertidumbre no es coherente con el proceso de calibración. Los errores de indicación son similares. Debido a la baja incertidumbre de la calibración prototipo se puede bajar la tolerancia de la calibración, se recomienda utilizar 0,5 mm que es la mínima tolerancia daba por el fabricante para el instrumento.

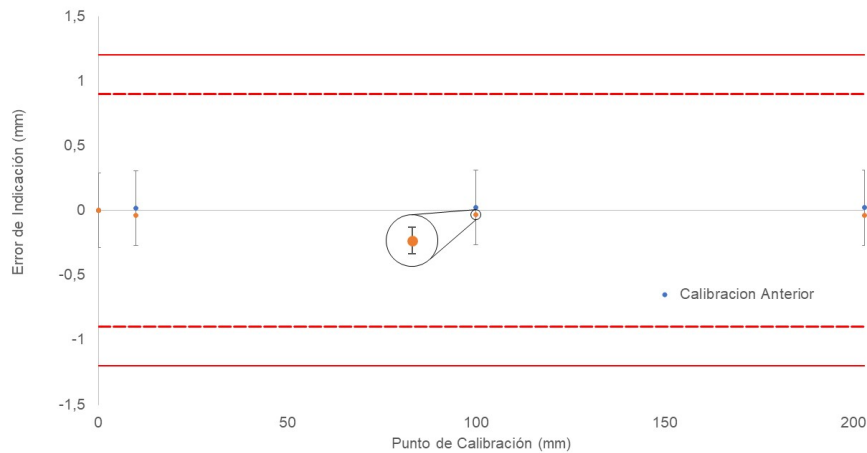


Figura 18: Comparación de la calibración de Edwards con la calibración prototipo para una regla.

5.5.3. Análisis de Incertidumbre

Los pesos de dichas incertidumbres se muestra en la figura 19, estos gráficos son de los 3 puntos de calibración de la regla.

Como incertidumbres significativas solo tenemos a la incertidumbre del patrón (celestes) y cuando la longitud del punto es mayor 100 mm la incertidumbre por diferencia de temperatura (verde). Las incertidumbres por engrase (amarillo), por coeficiente de expansión (azul oscuro), repetibilidad (gris) y la deriva del patrón (naranja), no se encontraron significativas. Sin embargo, la incertidumbre por repetibilidad es importante de considerar pues se pueden detectar error humanos si esta es muy alta.

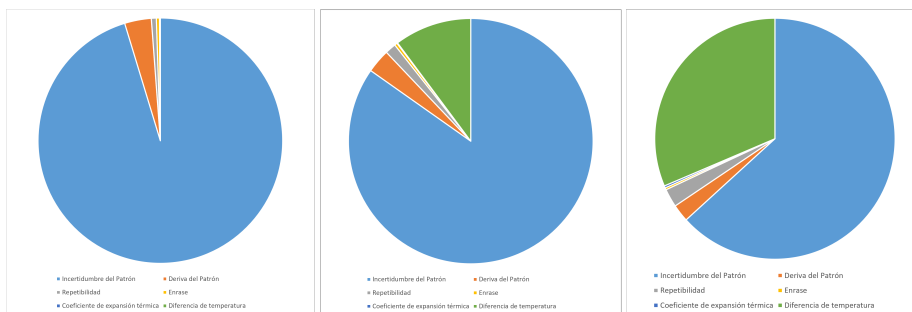


Figura 19: Pesos de incertidumbre para una regla en 3 puntos distintos, de derecha a izquierda 10 mm, 100 mm y 203 mm.

5.5.4. Propuesta

En la sección de la hoja de cálculo para reglas, se incluyeron todas estas nuevas fuentes de incertidumbre además de la posibilidad de colocar la incertidumbre del patrón tanto en x como en y . Y más puntos de calibración para la regla. Además se propone cambiar la tolerancia de las reglas a 0,5 cm

5.6. Pin

Se comparó el proceso de calibración Edwards con el presentado en el marco teórico para pines.

5.6.1. Hallazgos

Algunos de los certificados tomados como prueba se encontró que presentaban un TUR menor a 1, se descubrió que fue debido a un error de unidades de medida utilizados. Se procedió a investigar el resto de los pines y solo el 33 % tenía una incertidumbre que cumplía con un TUR de 4.

En la figura 20 se muestran la distribución de los TUR de los pines encontrados, las secciones que dicen INT son pines calibrados internamente y los que dicen EXT son pines calibrados externamente. Las secciones rojizas del pastel son las que tenían un TUR de 1 o menos.

Los pines calibrados internamente con un TUR menor a 1 ya están siendo corregidos por el error antes mencionado.

También se encontró que no se consideraba la cilindridad del pin, ni la redondez. Para considerar la redondez es necesario que en las mediciones repetidas, se mida sobre dos ejes perpendiculares uno a otro. Por otro lado, para la cilindridad es necesario medir a largo del pin. Las fuentes de incertidumbre no se consideraban las siguientes:

- Incertidumbre por resolución de patrón
- Incertidumbre por deriva del patrón
- Incertidumbre por coeficiente de expansión térmica
- Incertidumbre por diferencia de temperatura

5.6.2. Comparación

Se tomaron 4 pines que se encontraban fuera de servicio por tener un error fuera de tolerancia y se hizo una calibración en estos pines considerando todos los nuevos factores. Se encontró que ninguno de estos pines estaba fuera de tolerancia como se declaraba en el certificado de calibración anteriormente obtenido por un ente de calibración externo.

En la figura 21 se muestran los resultados obtenidos de una prueba de cilindridad para uno de los pines. Los errores normalizado de las calibraciones en los extremos del pin, respecto a la calibración en el centro, dieron valores de 0,23 en el extremo izquierdo y 0,56 en el extremo derecho, así que no se encontró ninguna diferencia. Estos mismos resultados se obtuvieron para los 4 pines calibrados.

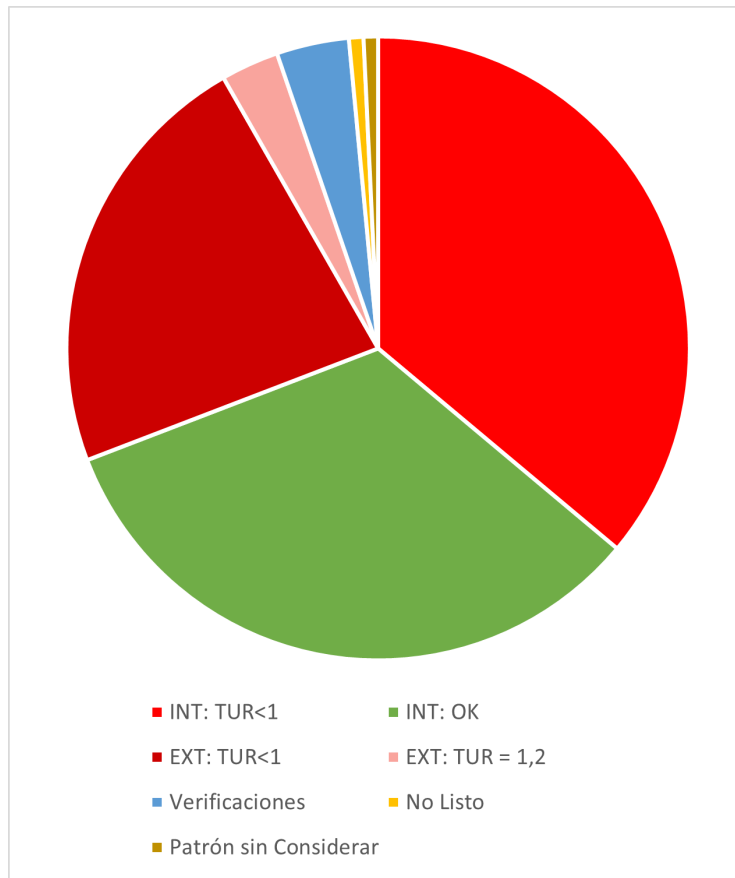


Figura 20: Gráficos de pastel de los pines que se encuentran en Edwards.

5.6.3. Análisis de Incertidumbre

En la figura 22 se muestra el gráfico de pesos de incertidumbre que demuestra cuales incertidumbres son relevantes para esta calibración y se puede ver que solo la incertidumbre del patrón, la resolución y la diferencia de temperatura son importantes de considerar. La repetibilidad a pesar de no ser relevante puede llegar a ser relevante por fallos en el instrumento.

5.6.4. Propuesta

A pesar de no haber sido relevante la cilíndricidad en los pines es una medida dependiente de los pines, por lo tanto, se plantea la siguiente modificación al proceso de calibración: "Medir el diámetro del pin dos veces en una dirección y luego girar 90° el pin para medir el diámetro las tres veces faltantes, variar a lo largo de las 5 mediciones en la longitud del pin".

Se entregó al laboratorio una lista con los pines que no cumplían con la regla del

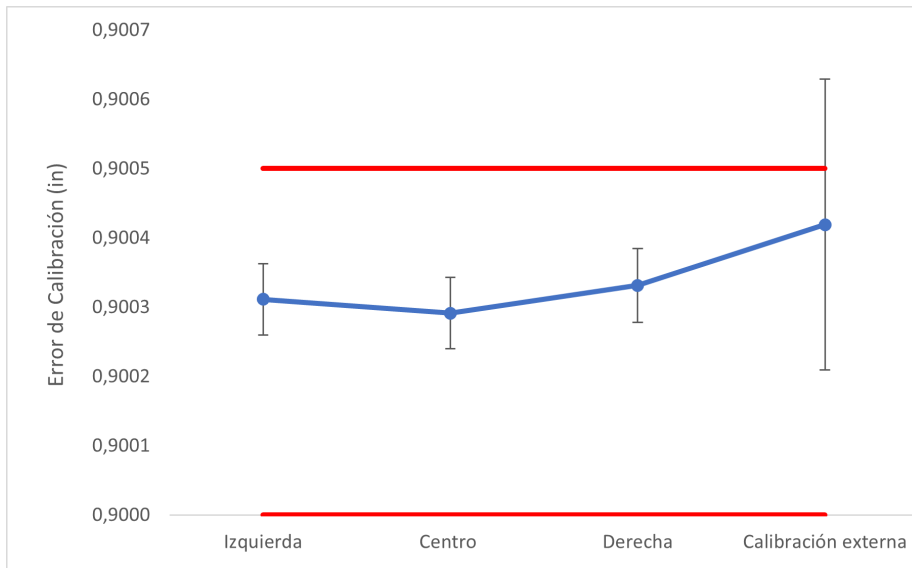


Figura 21: Comparación de calibración de un Pin en sus extremos y su centro con una calibración realizada por una compañía externa a Edwards.

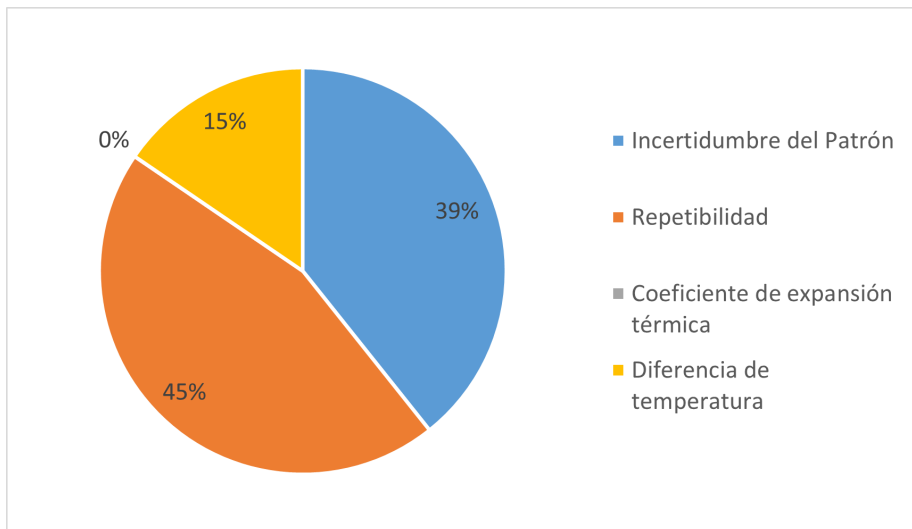


Figura 22: Gráfico de pesos de incertidumbre para los pines encontrados

laboratorio de un TUR de 4 a 1, para que fueran modificados. En la hoja de cálculo entregada al laboratorio se incluyeron todas las incertidumbres. Además se incluyeron espacios para juegos de pines de hasta 294 pines.

5.7. Pipetas

5.7.1. Hallazgos

Para las pipetas, no se encontró un documento con el presupuesto para la estimación de incertidumbre, como si sucede con los instrumentos que miden longitud. Solo se encontró una hoja de Excel para el cálculo de incertidumbre.

Se tomó el certificado de calibración de una micro-pipeta para estudiar más a profundidad el cálculo de incertidumbre. Para la incertidumbre proveniente de la masa según (CENAM, 2009) debería considerarse, incertidumbre por resolución de la balanza, la del certificado de calibración y la incertidumbre por excentricidad. En la hoja de cálculo se utilizan las incertidumbres del patrón y la incertidumbre por repetibilidad de la medición de las masas. Ambas se utilizan como aporte directo al presupuesto de incertidumbre de la pipeta, es decir no se utiliza un coeficiente de sensibilidad.

En la incertidumbre de la calibración de la balanza se detectó un error de personal en donde se colocó la incertidumbre en gramos cuando era necesario colocarse en miligramos. Por los aportes de la pipeta se considera la resolución. En el cálculo del volumen se divide la masa entre la densidad del agua.

En el procedimiento de calibración de las pipetas existen varias diferencias. Primero el ciclo de pesado, según la norma ISO 8655 parte 6 (ISO, 2002) el tiempo que se tarda en tomar una muestra de agua y pesarla no debe exceder los 60 segundos. Esto no se menciona en el procedimiento de calibración presente en la empresa. Es un cambio importante a implementar porque si se tarda más de eso el error por evaporación puede ser muy grande.

La medición de la presión ambiental no se considera, porque los proveedores de calibraciones de la empresa no prestaban el servicio hasta ahora. Existen varias alternativas que se pueden hacer en este caso. La primera es utilizar la ecuación para el cálculo de la presión atmosférica dada por el SIM (SIM, 2008) la cuál utiliza la altura en metros, la altura se obtuvo con un sistema de posicionamiento global como Google maps, la cuál para el parque industrial de la lima es de 1400 m.

Aunque es cierto que este sistema es poco preciso para obtener la altura esto se compensa con la gran variación que aporta el modelo respecto a la presión barométrica la cuál se supone que es de ± 40 hPa. Con esta variación se puede tener una variación en la altura de ± 140 m, sin alterar significativamente la medición de la presión.

Otra opción es utilizar un barómetro y como incertidumbre considerar el error máximo permitido del instrumento, sin embargo, esto es solo válido si el instrumento no está dañado y no tiene una desviación muy grande. Como no está calibrado esto es difícil de saber. Si ninguna de estas opciones funciona se tendría que calibrar un barómetro.

En la ISO 8655 (ISO, 2002) se menciona se debe ejercitar la pipeta con una punta, es decir, recolectar y vaciar el volumen de la punta al menos 5 veces. En el procedimiento de Edwards este proceso solo se hace 3 veces, además, no especifica que la punta debe cambiarse luego de este proceso.

5.7.2. Comparación y Análisis de Incertidumbre

Se procedió realizar tres calibraciones donde se implementaron estos nuevos cambios. Además en el presupuesto de incertidumbre se implementaron las incertidumbres por densidad del aire, la de la masa medida, la de la densidad del agua, la de la temperatura del recipiente y la del coeficiente de expansión del recipiente, tal y como se demostró en el marco teórico.

Micropipeta de 100 μL : La primera pipeta que se calibró fue una pipeta con un volumen fijo de 100 μL . Los resultados de la calibración se muestran en la figura 23. La nueva incertidumbre es 4,4 veces mayor que la incertidumbre reportada en la última calibración y el error es el doble en magnitud, el error normalizado entre estas dos calibraciones es de 1,92, así que podemos declarar que hay una diferencia significativa. En la calibración anterior el TUR entre la incertidumbre y la tolerancia era de 10,7 en la calibración modificada el TUR es de 2,42.

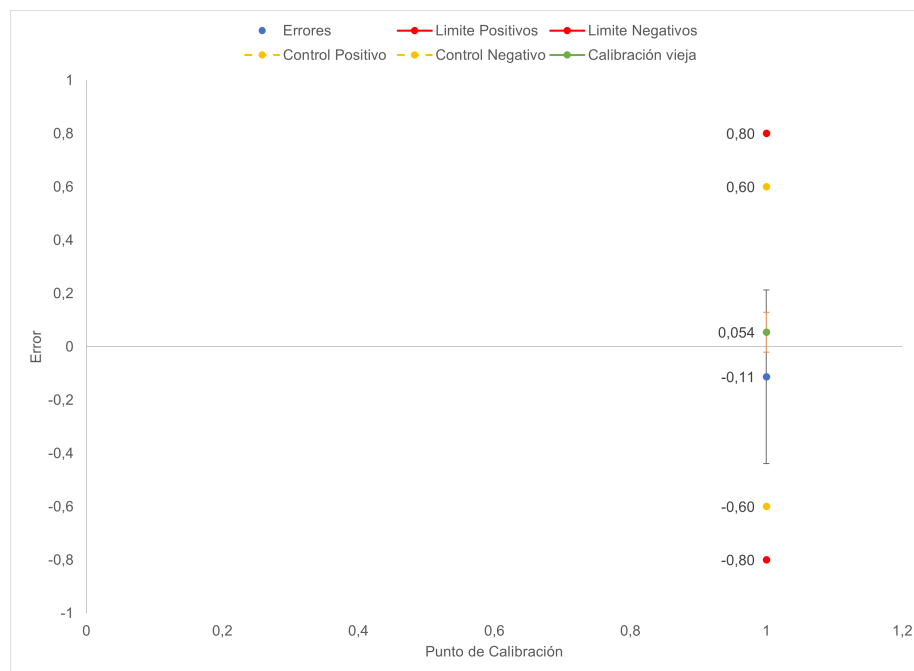


Figura 23: Resultados de calibración modificada, Azul: Calibración modificada, Verde: Calibración anterior, Rojo: tolerancia de la calibración, Amarillo: Límite de control 75% de la tolerancia.

Para analizar porqué la incertidumbre dio tan grande ahora vamos a ver el diagrama de pesos de incertidumbres para la nueva calibración. En la figura 24 podemos ver que hay dos incertidumbres dominantes por encima del resto, la incertidumbre de la masa y la incertidumbre de la repetibilidad, la componente por repetibilidad está presente en la incertidumbre anterior así que por ser un factor en común lo vamos a ignorar. La incertidumbre de la masa se consideraron 3 factores la calibración de la balanza, el

error por excentricidad y la resolución de la balanza y estos factores se consideraron dos veces una por cada vez que mide una masa en la balanza.

En la calibración anterior solo se considera la incertidumbre del patrón y una vez, además de que se considera con el error mencionado anteriormente de colocar la incertidumbre del patrón en gramos en vez de miligramos. En guía CENAM (CENAM, 2009) viene una referencia de la incertidumbre típica en una calibración de una pipeta de $100 \mu\text{L}$ la cuál es de 0,3% del volumen es decir $\pm 0,3 \mu\text{L}$, en la calibración con los cambios implementados la incertidumbre es de $\pm 0,33 \mu\text{L}$ mientras que en la incertidumbre reportada por la calibración anterior es de $\pm 0,075 \mu\text{L}$, podemos decir que el valor de incertidumbre anteriormente reportado es poco realista contando con los instrumentos presentes en el laboratorio.

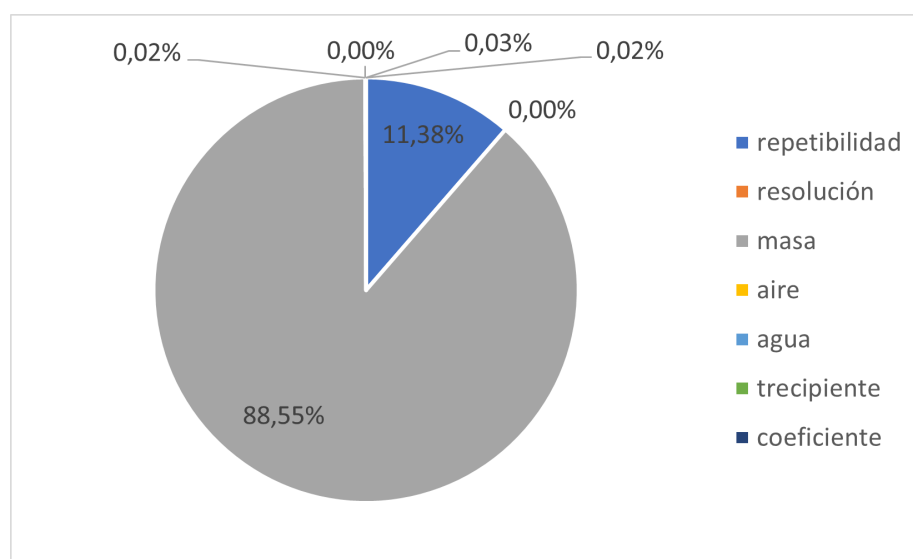


Figura 24: Diagrama de pastel para los pesos de incertidumbre para la pipeta de $100 \mu\text{L}$.

Micropipeta de $100 \mu\text{L}$ a $1000 \mu\text{L}$: La próxima pipeta que se calibró fue una con volumen ajustable desde $100 \mu\text{L}$ hasta $1000 \mu\text{L}$. Los resultados se ven en la figura 25. En la calibración nueva se añadió un punto de calibración en medio del rango de medición, ya que según (CENAM, 2009) se debe calibrar en al menos 3 puntos del rango de una pipeta a 10%, a 50% y a 100% de su capacidad máxima. Los errores normalizados en los puntos 1 y 3 son 0,81 y 0,28, respectivamente, así que podemos decir que no hay una diferencia significativa en las calibraciones. En la calibración anterior el TUR es de 3,9 y el de la nueva calibración es de 4,5.

Vamos a comparar más a fondo las incertidumbre de ambas calibraciones. En la figura 26, se muestra una comparación entre las evaluaciones de incertidumbre de ambas calibraciones para el punto de $100 \mu\text{L}$. El valor de ambas incertidumbre es bastante similar, en la última calibración realizada sobre el equipo en la empresa el valor es de 0,76 y en la nueva calibración con los cambios implementados da 0,66.

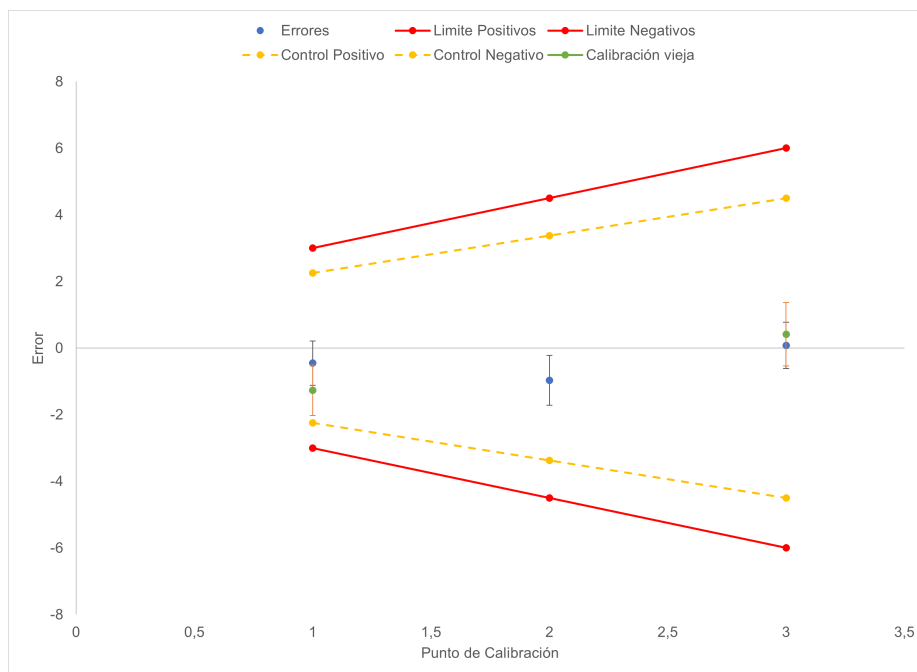


Figura 25: Resultados de calibración de la pipeta cuyo rango abarca desde $100 \mu\text{L}$ hasta $1000 \mu\text{L}$.

Lo que diferencia ambas incertidumbres son su distribución, en la calibración anterior se ve como la incertidumbre tenía un peso muy grande, en la nueva calibración la incertidumbre por la masa medida toma gran peso, esta anteriormente no se consideraba o se consideraba mal. Para el punto de $1000\ \mu\text{L}$, la distribución de pesos de incertidumbre es similar al $100\ \mu\text{L}$, hay un pequeño cambio y es que en ambas la incertidumbre por repetibilidad es más relevante, se decidió no añadir la gráfica porque no aporta nada relevante.

La incertidumbre típica para esta pipeta depende del volumen entregado un $0,3\%$ del volumen entregado. Para $100\ \mu\text{L}$ es de $0,3\ \mu\text{L}$ y para $1000\ \mu\text{L}$ es de $3\ \mu\text{L}$. En la calibración nueva las incertidumbres expandidas obtenidas fueron de $0,66$ y $0,70$ para los puntos de $100\ \mu\text{L}$ y $1000\ \mu\text{L}$, respectivamente. Entonces para el primer punto es el doble de lo esperado y para el segundo es menos de 3 veces menos, este no es buen punto de referencia para una comparación así que lo que haremos será utilizar el manual del fabricante de la pipeta.

Según (Eppendorf, 2019) el error máximo para la pipeta cuando se expulsa $100\ \mu\text{L}$ es de $3\ \mu\text{L}$, si suponemos que esta es nuestra tolerancia y que se debe cumplir un TUR de 4, nos da que la incertidumbre típica es de $\pm 0,75\ \mu\text{L}$ y es un valor similar al que se obtuvo como incertidumbre. Para el punto $1000\ \mu\text{L}$ es de $6\ \mu\text{L}$ así que la incertidumbre típica sería de $\pm 1,5\ \mu\text{L}$. Aún es inferior a lo esperado pero no demasiado y esto da espacio a que se presente una incertidumbre por repetibilidad más grande como era el caso de las anteriores calibraciones para esta pipeta.

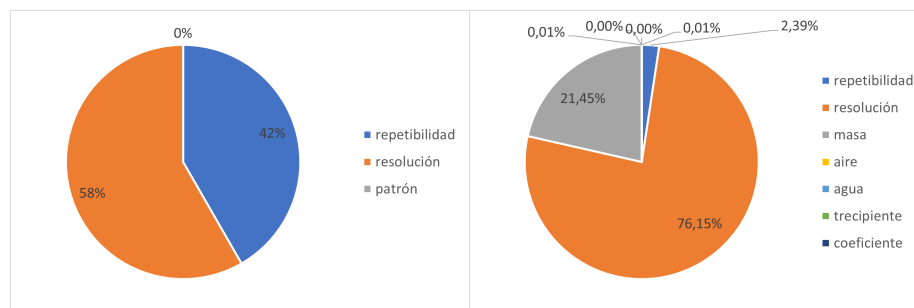


Figura 26: Comparación de pesos de incertidumbre para el punto de calibración de $100\ \mu\text{L}$, izquierda gráfico de pesos de incertidumbre para la calibración nueva, derecha gráfico de pesos de incertidumbre para la calibración vieja.

Micropipeta Repetidora: Por último se calibró una pipeta repetidora de volumen variable desde $25\ \mu\text{L}$ hasta $500\ \mu\text{L}$. Para esta pipeta se calibró en 4 puntos como se muestra en la figura 27 los errores dieron entre 9 y 3 veces más grandes que en la última calibración del equipo cuando se calculaba solo con la densidad del agua. El error normalizado es mayor a 1 solo para el primer punto. Podríamos decir que las correcciones por temperatura y por efecto boyante añadidos si causan una diferencia en los volúmenes obtenidos de la pipeta. El TUR en los 3 primeros puntos dio una unidad más pequeña en los dos primeros puntos no se cumple con un TUR de 4, esto es esperado debido a que se están añadiendo fuentes de incertidumbre antes no consideraban.

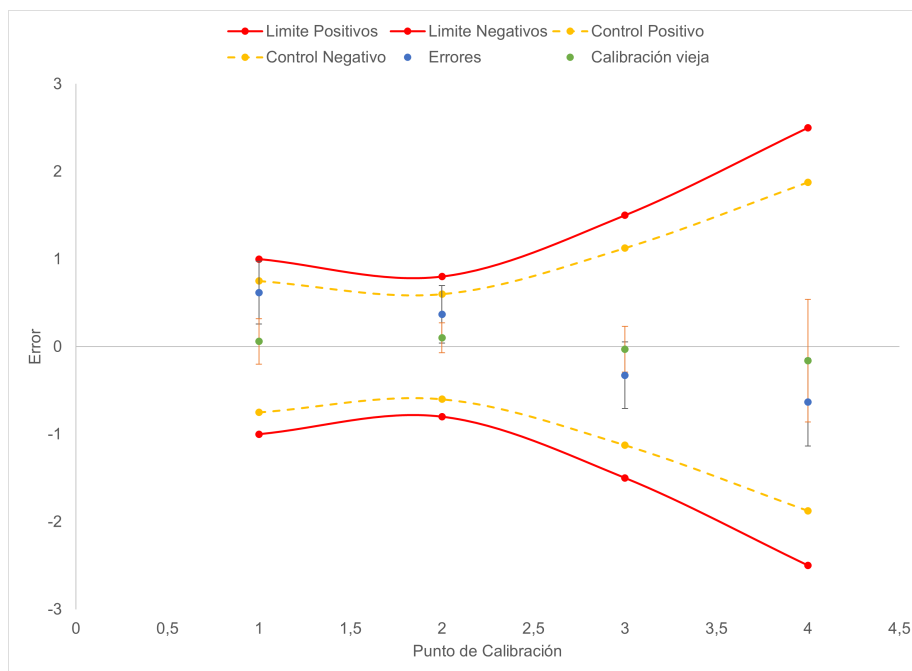


Figura 27: Calibración de pipeta repetidora de volumen variable

En la calibración anterior, la única fuente de incertidumbre relevante fue la incertidumbre por repetibilidad, en la nueva calibración aparte de la repetibilidad la incertidumbre debido a la masa también es relevante, en la figura 28 se muestra el gráfico de pesos de incertidumbre para la pipeta en el punto de $250 \mu\text{L}$, el resto de los puntos fue bastante similar y no aportan mucho más así que no se agregaron. Las incertidumbres en cada punto de calibración dieron en promedio una incertidumbre de $\pm 0,35 \mu\text{L}$. Para comparar esto vamos a hacerlo con los valores típicos aportados por la CENAM (Eppendorf, 2019), para $25 \mu\text{L}$ la incertidumbre típica es de $\pm 0,075 \mu\text{L}$, lo cuál es menor a la incertidumbre aportada por la balanza así que el laboratorio en teoría no tiene la capacidad de calibrar este balanza para este volumen, sin embargo, si se define para el equipo una tolerancia se podría calibrar, eso bajo la condición de que la tolerancia del equipo sea más grande.

Para $50 \mu\text{L}$ pasa lo mismo pues la incertidumbre típica es de $\pm 0,15 \mu\text{L}$. Con un volumen dispensado de $250 \mu\text{L}$ la incertidumbre típica es de $\pm 0,75 \mu\text{L}$, tenemos una incertidumbre de la mitad de este valor así que se puede calibrar este punto sin problemas en el laboratorio. Por último para $500 \mu\text{L}$ la incertidumbre típica es de $\pm 1,5 \mu\text{L}$, en este último punto el valor de incertidumbre es bastante alejado del promedio, dio un valor de $\pm 0,5 \mu\text{L}$, aún así es menor al valor típico, es 3 veces menor. Sin embargo, en la última calibración del instrumento realizada en el laboratorio la incertidumbre total en la que solo se contó repetibilidad tuvo un valor de 0,7. Así que es mejor tener esa diferencia por si se presenta una variabilidad muy grande como ha pasado en calibraciones anteriores.

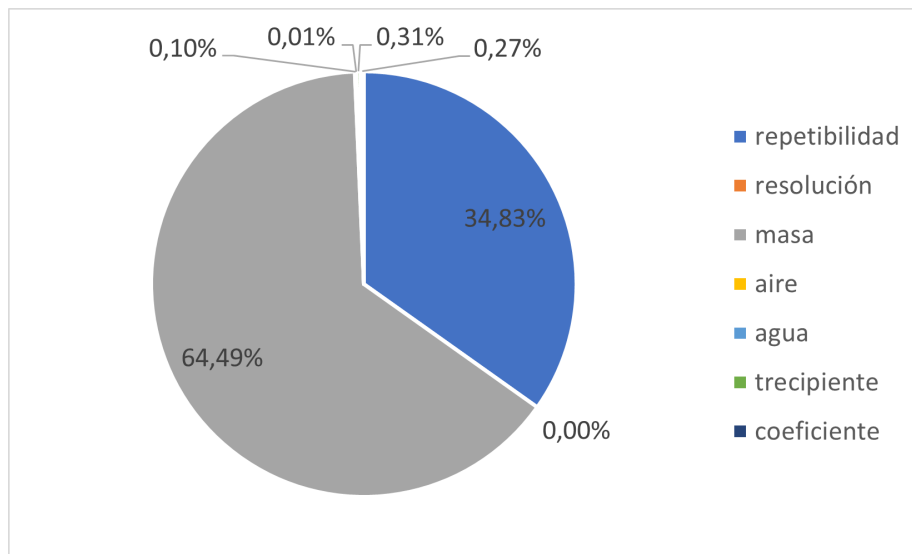


Figura 28: Gráfico de pastel de pesos de incertidumbre para la micropipeta repetidora en el punto de 250 μL .

5.7.3. Propuesta

Las incertidumbre relevantes para el proceso de cálculo de incertidumbres con micropipetas fueron la incertidumbre por repetibilidad, la incertidumbre por la medición de la masa medida y la resolución de la pipeta. Estas fuentes de incertidumbre y las otras fueron incluidas en la hoja de cálculo dejada para volumen en la empresa.

Se recomienda tener en cuenta el efecto de la evaporación en cuenta, ya sea comprando un recipiente de pesaje con tapa o tomando el tiempo que tarda en recolectar agua con la pipeta y medir su masa.

Se propone un documento con el presupuesto de incertidumbre para la pipeta para sea incluido posteriormente en los documentos de la empresa.

Según las recomendaciones de la ISO 8655 parte 6 (ISO, 2002), con una balanza con la que cuentan en el laboratorio se puede calibrar equipos de hasta 100 μL . Sin embargo fueron calibradas pipetas en un volumen menor como la repetidora, no es recomendable hacer esta práctica. Aunque aún se puede calibrar si se utiliza una tolerancia suficientemente grande, acorde con la incertidumbre obtenida.

6. Conclusiones

Muchos de los procesos de calibración revisados no contaban con los requisitos de estándares internacionales. En las hojas de cálculo con que se contaban se tenían resultados incompletos, por ejemplo no se reportaban los instrumentos que se usaban para reportar condiciones ambientales. En otras ocasiones se incluían fuentes de incertidumbre que no correspondían con el proceso de calibración. En general la incertidumbre en los procesos de calibración no es tratada con la importancia que se debe. Muestra de eso es que ninguna de las reglas de decisión en la empresa toman en cuenta la incertidumbre. Esto puede ocasionar interpretaciones erróneas de los certificados de calibración, como sucedió con los pines que fueron sacados de producción por tener un error mayor que la tolerancia del proceso, cuando en realidad los pines cumplían con las tolerancias del proceso, por haber utilizado un certificado de calibración con un TUR menor a 1.

La metrología es interpretativa, al igual que otras ramas de la ciencia y no es aconsejable acatar un manual y seguirlo al pie de la letra. Los procesos de calibración se adaptan a la forma en que se calibra y los equipos que se utilizan. Es importante que la implementación de un método de calibración sea un punto de discusión y no simplemente copiar lo que dice un procedimiento.

Esto va de la mano con que en cada proceso las fuentes de incertidumbre son muy específicas, así varíe en lo menor posible un proceso como realizarse en un ambiente distinto o con un equipo distinto las fuentes de incertidumbre pueden variar y ser completamente distintas para un proceso u otro. No se debe basar, únicamente, en procesos preestablecidos porque estos son solo una guía y pueden no aplicarse las mismas fuentes de incertidumbre.

Los cambios planteados deben de adaptarse al cliente que lo vaya a usar, en este caso los técnicos de calibraciones del laboratorio, ambas de las hojas de cálculo fueron evaluadas por ellos, para no solo incluir el cálculo de las nuevas incertidumbres, si no además que sea adaptable a las necesidades de los técnicos.

7. Referencias

- ASME. (2018). *ASME B89.1.14-2018: Calipers*.
- CEM. (2010). *PROCEDIMIENTO DI-016 PARA LA CALIBRACIÓN DE PATRONES CILÍNDRICOS DE DIÁMETRO*.
- CEM. (2012). Vocabulario Internacional de Metrología Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados. <https://www.cem.es/sites/default/files/vim-cem-2012web.pdf>
- CEM. (2021a). *PROCEDIMIENTO DI-008 PARA LA CALIBRACIÓN DE PIES DE REY*. shorturl.at/bry46
- CEM. (2021b). *PROCEDIMIENTO DI-010 PARA LA CALIBRACIÓN DE COMPARADORES MECÁNICOS*.
- CEM. (2021c). *PROCEDIMIENTO DI-013 CALIBRACIÓN DE REGLAS PATRÓN DE TRAZOS*. <https://www.cem.es/es/divulgacion/>

- documentos/di-013-procedimiento-calibracion-reglas-patron-trazos
- CENAM. (2001). INCERTIDUMBRE EN LA CALIBRACIÓN DE CALIBRADORES TIPO VERNIER.
- CENAM. (2009). GUÍA TÉCNICA SOBRE TRAZABILIDAD E INCERTIDUMBRE EN LOS SERVICIOS DE CALIBRACIÓN DE RECIPIENTES VOLUMÉTRICOS POR EL MÉTODO GRAVIMÉTRICO. https://www.ema.org.mx/descargas_portalV2/guias_tecnicas/Guias_Tecnicas_CALIBRACION/CALIBRACION_Recipientes_volumetricos.pdf
- Edmund. (s.f.). Optical Flats. <https://www.edmundoptics.com/knowledge-center/application-notes/optics/optical-flats/>
- Edwards. (2022). Who we are. <https://www.edwards.com/aboutus/home>
- Eppendorf. (2019). *Eppendorf Reference 2 operating manual*. file:///C:/Users/brandon_nunez/Downloads/Eppendorf_Liquid-Handling_Operating-manual_Reference-21578328324971.pdf
- GacetaTEC. (2022). Reglamento de Trabajos Finales de Graduación Licenciatura en Ingeniería Física. www.tec.ac.cr/reglamentos/reglamento-trabajo-finales-graduacion-licenciatura-ingenieria-fisica
- Helmenstine, A. M. (2020). The Visible Spectrum: Wavelengths and Colors. <https://www.thoughtco.com/understand-the-visible-spectrum-608329>
- INDECOPI. (2012). PROCEDIMIENTO DE CALIBRACION DE PIE DE REY. <https://vsip.info/pc-012-procedimiento-de-calibracion-de-pie-de-rey-pdf-free.html>
- INM & ONAC. (2020). Guía para calibración de pie de rey INM/GTM L-DI/01. shorturl.at/nvxy3
- ISO. (1999). ISO 6906 Vernier callipers reading to 0,02 mm. shorturl.at/dGPUV
- ISO. (2002). Piston-operated volumetric apparatus — Part 6: Gravimetric methods for the determination of measurement error. <https://bit.ly/3tdUKwT>
- JCGM, J. y col. (2008). Evaluation of measurement data—Guide to the expression of uncertainty in measurement. *Int. Organ. Stand. Geneva ISBN, 50, 134.*
- Metas, G. (2007). Correcciones de medición de volumen por método gravimétrico. https://www.metas.com.mx/guia_metas/archivos/La-Guia-Metas-07-01-Metodo-Gravimetrico.pdf
- Mitutoyo. (s.f.). Digital Micrometer IP65, Inch/Metric 0-1", w/o Output. <https://bit.ly/3G0dHdW>
- Richard, H. (2014). How to Calculate Test Uncertainty Ratio. <https://www.isobudgets.com/calculate-test-uncertainty-ratio/>
- Richard, H. (2015). How to Calculate Normalized Error. <https://www.isobudgets.com/how-to-calculate-normalized-error/>
- SIM. (2008). Guía SIM para la calibración de los instrumentos para pesar de funcionamiento no automático. <https://bit.ly/3hqXRif>