



RED NACIONAL DE METROLOGIA

**UNIDAD DE COORDINACIÓN Y SUPERVISIÓN
LABORATORIO CUSTODIO DE PATRONES NACIONALES
MAGNITUD FLUJO LÍQUIDO**

INFORME FINAL INTER-COMPARACION NACIONAL

FL-14

**ENSAYO DE APTITUD – DETERMINACIÓN CURVA ERROR DE FLUJÓMETRO
VOLUMÉTRICO**

Año 2014

CONTENIDO

1. Introducción
2. Objetivo
3. Descripción de ítem de ensayo correspondiente al mensurando o patrón viajero
4. Generalidades, participantes y cronograma
5. Equipamiento requerido
6. Desarrollo
7. Presentación de resultados
 - 7.1 Resultados y evaluación enviados por cada participante
 - 7.2 Cálculo de incertidumbre
 - 7.3 Resultados cálculo de incertidumbre y error de los participantes de la intercomparación
8. Evaluación estadística
 - 8.1 Resultados de la Intercomparación.
9. Conclusiones

INFORME DE LA COMPARACION NACIONAL DE FLUJO LÍQUIDO ENSAYO DE APTITUD DETERMINACIÓN CURVA ERROR DE FLUJÓMETRO VOLUMÉTRICO

El presente informe tiene como objetivo presentar los resultados obtenidos en la Comparación Nacional de Flujo Líquido año 2014, correspondiente al Ensayo de Aptitud Determinación Curva Error de Flujómetro Volumétrico, denominada con el código FL-14. Participaron en este ejercicio 01 laboratorio y Calibraciones Industriales S.A. (CISA), el cual fue el laboratorio piloto.

1. INTRODUCCION

La magnitud flujo líquido está asignada al Laboratorio Referencia Nacional de Flujo Líquido, a cargo de Calibraciones Industriales S.A., integrante de la Red Nacional de Metrología coordinada por el INN ubicado en Barros Arana #73, Iquique. El LCPN-FL está encargado de la diseminación correcta de esta magnitud y dar a la cadena de trazabilidad los niveles adecuados de incertidumbre de acuerdo a las necesidades del país.

El objetivo principal de un ensayo de aptitud es proveer una herramienta de aseguramiento de la calidad, consistente en que cada laboratorio pueda comparar su desempeño con el de otros laboratorios similares, lo que permite verificar deficiencias y aplicar en consecuencia las necesarias acciones correctivas y lograr mejoras.

Durante la evaluación para la acreditación, cada laboratorio debe demostrar su competencia de acuerdo con la norma NCh-ISO 17025. Of 2005 Requisitos Generales para la Competencia de Laboratorios de Calibración y Ensayo. Ante lo reducido de la cantidad de laboratorios, se decide ampliar este ensayo a las instituciones sanitarias, proveedores de flujómetros y laboratorios de ensayos y calibración que realizan la determinación del error de flujómetro volumétrico, ya que es una actividad que está relacionada con los consumidores de agua potable del país y es por tanto importante conocer el desempeño de esas instituciones en la materia.

En el marco de funcionamiento de la red, se realiza este ensayo de Aptitud Nacional con el fin de estimar los niveles de concordancia en las mediciones entre laboratorios para la realización de la “Determinación Curva de Error de Flujómetro Volumétrico”.

2. OBJETIVO

El objetivo de este ensayo de aptitud es evaluar el desempeño y competencia de los participantes para realizar mediciones y calibraciones de la magnitud flujo líquido/volumen, la que se conocerá mediante la comparación de los niveles de error e incertidumbres determinados en el ejercicio. El LD-FL, en adelante será llamado “Laboratorio Piloto”.

3. DESCRIPCIÓN DE ÍTEM DE ENSAYO CORRESPONDIENTE AL MENSURANDO O PATRÓN VIAJERO.

El instrumento a medir en la comparación, en adelante MUT, es el que a continuación se individualiza a continuación:

- Descripción : Flujómetro Patrón Volumétrico Clase C
- Marca : Sensus
- Modelo : SR II
- Qn : 2,5 m³/h
- DN : 15 mm
- Serie : 77848118
- Resolución : 0,1 L (Digital)

Notas:

- Las pruebas serán realizadas usando agua potable fría.
- El flujómetro (MUT) es propiedad del Laboratorio Piloto.

4. GENERALIDADES, PARTICIPANTES Y CRONOGRAMA

El objeto de comparación fue trasladado vía transporte convencional y embalado apropiadamente



Figura 1



Figura 2



Figura 3



Figura 4

- Figura 1, 2, 3 y 4: Detalle Patrón Sanitario Clase C y su embalaje
- Este programa fue coordinado por la División Metrología del Instituto Nacional de Normalización. Las instalaciones del INN están ubicadas en Matías Cousiño N°64, piso 6. Santiago.

Contacto:

Coordinador de ensayo de aptitud : Gerardo Gonzalez V.
 Teléfono : 56-2-24458831
 Email : gerardo.gonzalez@inn.cl

El proveedor del ensayo de aptitud, fue el Laboratorio Custodio de los Patrones Nacionales de Flujos Líquidos, LCPN-FL CISA. Las instalaciones del LCPN-FL están ubicadas en Barros Arana 73, Iquique, Chile.

Contacto:
 Jefe de LCPN-FL : Srta. Jeny Vargas Angel
 Teléfono : (57) 2422750
 Fax : (57) 2410024
 Email : j.vargas@ci-sa.com

- El MUT fue suministrado por el Laboratorio Piloto y fue calibrado por éste al inicio y término de la intercomparación y luego fue enviado a cada participante para que realice las mediciones correspondientes. Los resultados se enviaron al Coordinador INN. El transporte del instrumento, según el programa y ruta establecida, fue de cargo y responsabilidad de cada participante.
- La intercomparación se llevó a cabo según programa definido en Tabla 1: Cronograma
- El MUT fue calibrado en siete puntos; 37,5 L/h, 250 L/h 750 L/h, 1250 L/h, 1750 L/h, 3000 L/h y 5000 L/h. Por cada punto de calibración se realizaron 5 repeticiones; (Según Instructivo Anexo IV). Debido a que el punto de 5000 L/h no pudo ser realizado por el Laboratorio participante (sin capacidad en ese punto); por tanto se elimina el punto 5000 L/h de esta intercomparación.
- El Laboratorio Piloto analizó los resultados de la comparación, los que posteriormente fueron enviados al Coordinador (INN).
- Luego de realizada la calibración, cada participante envió al MUT al próximo participante.
- El MUT no sufrió daño alguno durante esta Intercomparación.

Tabla 1: Cronograma

N°	Laboratorio	Fecha Programada	Fecha Ensayo
1	Piloto	Hasta el 17 /10/14	14/10/14
2	FL-14-07	20 al 24/10/14	27-28/11/14
4	Piloto	27 al 31 /10/14	02 al 03/12/14

Tabla 1: Cronograma

Nota: Por problemas internos del laboratorio participante FL-14-07 (sin personal disponible para efectuar para la calibración desde el 20 Octubre al 26 de Noviembre), la ronda se extendió más allá del plazo establecido.

5. EQUIPAMIENTO REQUERIDO

El laboratorio participante debió contar con el siguiente equipamiento y condiciones ambientales:

- a) Patrón de calibración: Puede ser un banco de prueba portátil (Flujómetro Patrón Sanitario Clase C, según norma ISO 4064-2005) calibrado y con su calibración vigente), una medida volumétrica calibrada o cualquier sistema de calibración que sea demostrable su trazabilidad, exactitud y/o incertidumbre por medio de un Certificado de Calibración. (MP)
Patrones a utilizar:
Banco de Calibración volumétrico; Incertidumbre < 0,5%
Banco móvil o Portátil (Error < 2%, Incertidumbre < 1,3%)
Medida volumétrica
- b) Sensor de temperatura para tomar la temperatura de la línea de prueba o circuito de agua con una resolución de 0,1°C como mínimo.
- c) Cronómetro para registrar el tiempo de la prueba, con una resolución de centésima de segundo.
- b) Condiciones ambientales: Deben indicarse las condiciones del recinto o el Laboratorio existentes durante la realización de las pruebas (Máximas y mínimas en Temperatura ambiente y Humedad Relativa).

6. DESARROLLO

GENERALIDADES, PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN- DETERMINACIÓN CURVA ERROR DE FLUJÓMETRO VOLUMÉTRICO

El MUT de la comparación es un Patrón Sanitario Clase C.

La instalación del MUT en la línea de prueba debe satisfacer los requerimientos especificados en el Anexo IV.

Se debe asegurar que el todo el sistema de medición (MP + MUT + Accesorios) deben ser instalados en la posición recomendada por el fabricante, purgando durante su instalación el aire existente en tuberías, mangueras y banco de pruebas. Se debe adjuntar el data-sheet con los resultados y cálculos.

La temperatura de referencia para las mediciones serán las condiciones existentes al momento de la medición y éstas deben ser registradas; máximas y mínimas en temperatura (°C) y % humedad relativa.

La manipulación del MUT y MP debe ser realizada cuidando en todo momento la integridad de los equipos.

7. PRESENTACION DE RESULTADOS

7.1 Resultados y evaluación enviados por el participante

Participante FL-14-07

Caudal punto	Caudal L/h	Acumulado* L	Error Promedio %	Incertidumbre %
1	37,5	10	0,66	0,5
2	250	50	1,48	0,7
3	750	100	0,70	0,6
4	1250	100	0,16	0,3
5	1750	100	0,35	0,4
6	3000	100	0,17	0,3

Tabla N° 1: Resultados participante FL-14-07

Nota: De acuerdo a las planillas enviadas por el participante, se detectó que reportó el desvío estándar en vez del error en 4 de los 6 resultados (puntos 750, 1250, 1750 y 3000 L/h) y no se agregó el signo negativo a los puntos 37,5 y 250 L/h.

Laboratorio Piloto (Calibración al comienzo de la Ronda)

Caudal Punto	Flujo Patrón L/h	Acumulado* L	Error Promedio %	Incert +/-%
1	37,5	10	-0,40	0,15
2	250	50	1,23	0,15
3	750	100	0,96	0,15
4	1250	100	0,75	0,25
5	1750	100	0,84	0,15
6	3000	100	0,82	0,19

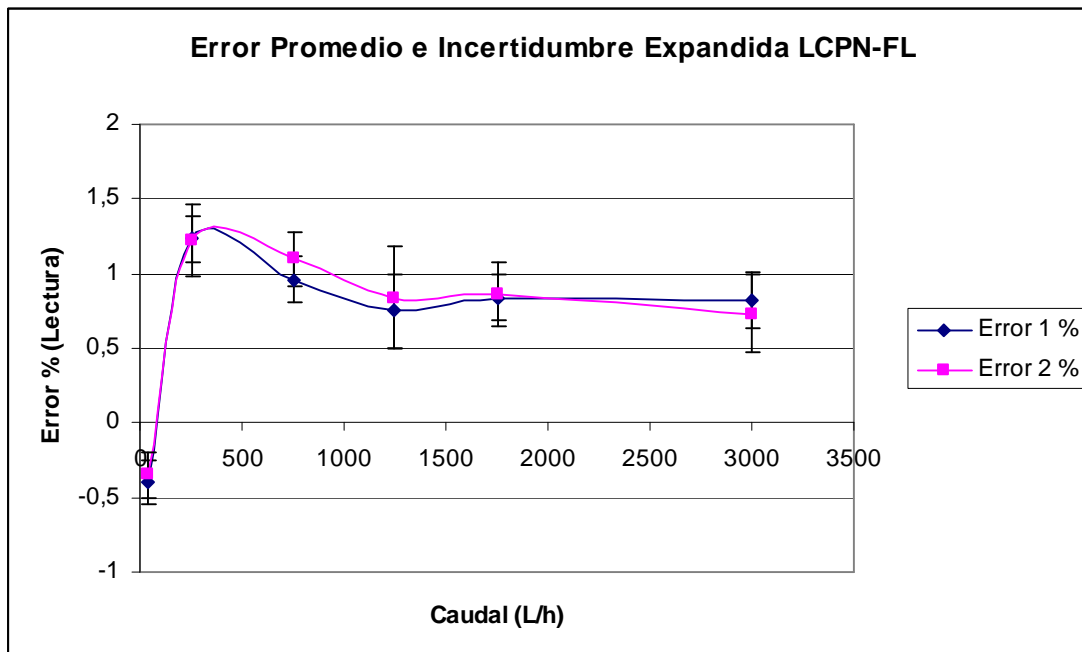
Laboratorio Piloto (Calibración al final de la Ronda)

Caudal Punto	Flujo Patrón L/h	Acumulado* L	Error Promedio %	Incert +/-%
1	37,5	10	-0,35	0,15
2	250	50	1,22	0,24
3	750	100	1,10	0,18
4	1250	100	0,84	0,34
5	1750	100	0,86	0,21
6	3000	100	0,73	0,26

Tabla N° 2: Resultados Laboratorio Piloto

Laboratorio Piloto (Error e Incertidumbre Promedio)

Caudal Punto	Flujo Patrón L/h	Acumulado* L	Error Promedio %	Incert Promedio +/- %
1	37,5	10	-0,38	0,15
2	250	50	1,23	0,20
3	750	100	1,03	0,17
4	1250	100	0,80	0,30
5	1750	100	0,85	0,18
6	3000	100	0,78	0,23



7.2 Cálculo de Incertidumbre

Incertidumbre: Resultado de la evaluación, que tiene por objeto la caracterización de un intervalo dentro del cual se estima que se encuentra el valor real del mensurando, generalmente con una probabilidad dada.

Para el cálculo de la incertidumbre, se sugirió como mínimo considerar las siguientes contribuciones:

- Incertidumbre por desvío estándar del Error del MUT (u_A)
- Incertidumbre del MP, (u_{MP})
- Incertidumbre de la resolución del MP (u_{Res_MP})
- Incertidumbre de la resolución del MUT (u_{Res_MUT})

$$U_T(\%) = 2 \cdot \sqrt{(u_A)^2 + (u_{Res_MUT})^2 + (u_{Res_MP})^2 + (u_{MP})^2}$$

Expresión Incertidumbre desvío estándar del Error de MUT (%)

$$\text{Media: } \bar{x}(\%) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

$$\text{Desvío Estándar: } s(x) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

La incertidumbre estándar debido a efectos aleatorios es entonces

$$u_A = \frac{s(x)}{n} = s(\bar{x})$$

Expresión Incertidumbre de la Resolución del MUT (%)

$$u_{Res_MUT}(\%) = \frac{Res_{MUT}}{2 \cdot \sqrt{3}} * \frac{100}{Vol_{acc_MUT}}$$

Donde:

$u_{Res_MUT}(\%)$: Incertidumbre debido de la resolución del MUT (%)

Vol_{acc_MUT} : Volumen acumulado por el MUT

Res_{MUT} : Resolución adoptada del MUT

Expresión Incertidumbre de la Resolución del MP (%)

$$u_{Res_MP}(\%) = \frac{Res_{MP}}{2 \cdot \sqrt{3}} * \frac{100}{Vol_{acc_MP}}$$

Donde:

$u_{Res_MP}(\%)$: Incertidumbre debido de la resolución del MP (%)

Vol_{acc_MP} : Volumen acumulado por el MP

Res_{MP} : Resolución adoptada del MP

Expresión Incertidumbre del MP (%)

$$u_{MP}(\%) = \frac{U_{MP}}{k}$$

Donde:

$u_{MP}(\%)$: Incertidumbre del Patrón utilizado; dato de certificado de calibración

$k = 2$ (Factor de cobertura al 95%)

Expresión Incertidumbre combinada y expandida U_T (%)

$$U_T(\%) = 2 \cdot \sqrt{(u_A)^2 + (u_{Res_ME})^2 + (u_{Res_MP})^2 + (u_{MP})^2}$$

Donde:

U_T : Incertidumbre combinada y expandida (k=2)

7.3 Resultados cálculo de incertidumbre y error del participante de la Intercomparación

De acuerdo a las planillas enviadas por el participante, se detectó que reportó el desvío estándar en vez del error en 4 de los 6 resultados (puntos 750, 1250, 1750 y 3000 L/h) y no se agregó el signo negativo a los puntos 37,5 y 250 L/h.

En los cálculos de incertidumbre se detectaron errores en la escritura de las formulas, en el punto 9 se da mayor detalles de los errores incurridos en este cálculo.

8. EVALUACIÓN ESTADÍSTICA

De acuerdo a las planillas enviadas por el participante, se detectó que reportó el desvío estándar en vez del error en 4 de los 6 resultados (puntos 750, 1250, 1750 y 3000 L/h) y no se agregó el signo negativo a los puntos 37,5 y 250 L/h. Por todo lo anterior no se va a evaluar el participante de acuerdo al Índice En (Error Normalizado).

El desempeño del laboratorio será evaluado de acuerdo al índice de error normalizado. **Para realizar la evaluación sólo serán considerados los laboratorios que calculen de forma correcta la incertidumbre de medición en caso contrario se les comunicará oficialmente al laboratorio que sus resultados no serán incorporados en el informe.**

A los laboratorios participantes se les evaluará mediante el uso del error normalizado, el cual es un criterio especificado en la NCh-ISO 17043 'Ensayos de aptitud mediante comparaciones interlaboratorio – Parte 1: Desarrollo y operación de los programas de ensayos de aptitud'. Dicho error normalizado es calculado de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$E_n = \frac{|LAB - REF|}{\sqrt{U_{LAB}^2 + U_{REF}^2}}$$

E_n : Error Normalizado
 LAB: Resultado del laboratorio participante.
 REF: Resultado del laboratorio de referencia.
 U^2_{LAB} : Incertidumbre expandida reportada por el laboratorio participante.
 U^2_{REF} : Incertidumbre expandida reportada por el laboratorio de referencia.

- $|E_n| < 1$, desempeño satisfactorio, no genera acción.
- $|E_n| = 1$, desempeño cuestionable, genera acción preventiva.
- $|E_n| > 1$, desempeño insatisfactorio, genera acción correctiva.

8.1 RESULTADOS DE LA INTERCOMPARACIÓN

De acuerdo a las planillas enviadas por el participante, se detectó que reportó el desvío estándar en vez del error en 4 de los 6 resultados (puntos 750, 1250, 1750 y 3000 L/h) y no se agregó el signo negativo a los puntos 37,5 y 250 L/h. Por todo lo anterior no se va a evaluar el participante de acuerdo al Índice **E_n** (Error Normalizado).

9. CONCLUSIONES

Dado que no se pudieron evaluar los resultados de acuerdo al índice **E_n** , se analizarán sólo los datos y cálculo de la calibración:

- El participante en esta comparación nacional determinó la curva de error del acumulador volumétrico MUT de acuerdo a lo que se indicaba en el Anexo IV "Instructivo de Calibración-Determinación Curva Error de Flujómetro Volumétrico", exceptuando el punto 5000 L/h debido a no tener la capacidad.
- El laboratorio participante cubrió el rango de calibración; flujo mínimo (37,5 L/h) hasta máximo (3000 L/h), seis puntos de calibración.
- El laboratorio participante envió las planillas de datos del Anexo V; con esta información se pudo chequear la forma de tratamiento de los datos de la calibración; tal como lecturas de los acumuladores (MP, MUT), cálculo del caudal, cálculo del error relativo (%), cálculo de los promedios y desvío estándar e incertidumbres.

Cálculo del Error:

- Se detectó que el participante FL-14-07 utilizó para corregir el valor de lectura del Patrón un valor único de 1,27%. Cabe señalar que el valor de la corrección es distinto en cada punto de calibración de acuerdo al certificado de calibración DAkkS 460.
- Los puntos 37,5 y 250 L/h están fuera del rango de calibración del flujómetro patrón (Cert DAkkS 460), por tanto los errores no están determinados y no tienen trazabilidad.
- De acuerdo a las planillas enviadas por el participante, se detectó que reportó el desvío estándar en vez del error en 4 de los 6 resultados (puntos 750, 1250, 1750 y 3000 L/h) y no se agregó el signo negativo a los puntos 37,5 y 250 L/h

Cálculos de Incertidumbres:

- Se detecta que el participante FL-14-07, reportó el doble la incertidumbre expandida y combinada.
- En los cálculos de la incertidumbre (%) del aporte de la resolución del MUT consideró una resolución de 0,0001 L para 10, 50 y 100 L, aún cuando la resolución del MUT es de sólo 0,1L.
- Se detectó un error en la fórmula en Excel que calcula la incertidumbre del aporte de la resolución del MUT (Al faltar un paréntesis, la $\sqrt{3}$ quedó multiplicando al numerador en vez de quedar dividiendo al numerador).
- El participante FL-14-07 no consideró el aporte de la resolución de su patrón (0,01L).
- Las incertidumbres debieron ser reportadas con dos dígitos significativos de manera de cubrir las cifras entregadas por el error de dos dígitos significativos.

Se recomienda:

- Determinar en forma correcta el valor real de la corrección del error sistemático de éste en las mediciones utilizando la curva de calibración del patrón.
- Chequear que cuando se calcula incertidumbre, las unidades de la resolución del acumulador (L) deben ser las mismas a la unidad del volumen acumulado (no mezclar L con m^3)
- Corregir la fórmula de cálculo de incertidumbre ya que la $\sqrt{3}$ quedó multiplicando y no dividiendo.