



RED NACIONAL DE METROLOGIA

**UNIDAD DE COORDINACIÓN Y SUPERVISIÓN -
LABORATORIO CUSTODIO DE PATRONES NACIONALES
MAGNITUD MASA**

INTERCOMPARACIÓN NACIONAL

**INFORME A
- FINAL -**

CALIBRACIÓN DE PESAS

2014

M-14

1. INTRODUCCION

Internacionalmente es reconocido que la participación en intercomparaciones constituye una actividad fundamental para aportar evidencia sobre la competencia de un laboratorio en actividades de calibración o ensayo.

A nivel nacional, la Red Nacional de Metrología, a través de su Unidad de Coordinación y Supervisión, en conjunto con los Laboratorios Custodios de Patrones Nacionales (LCPNs), ha organizado varias actividades de intercomparación de indudable utilidad para los laboratorios de calibración y ensayo de la industria.

Para el presente año, en el marco del Proyecto Recurrente de Metrología Física, se realizó una intercomparación nacional en la calibración de patrones de pesas.

2. OBJETIVOS

La Red Nacional de Metrología, a través de la Unidad de Coordinación y Supervisión de la RNM en INN, en conjunto con el LCPN-Masa organizó el presente ejercicio de intercomparación con los siguientes objetivos:

- Evaluar grados de equivalencia y nivel de acuerdo de las mediciones [1] de los participantes con el Laboratorio Custodio de los Patrones Nacionales de Masa, LCPN-M.
- Facilitar a los laboratorios participantes la ejecución de medidas de “Aseguramiento de la calidad de los resultados” de acuerdo a la sección 5.9 de NCh-ISO 17025.Of2005 [2].
- Facilitar el cumplimiento de uno de los requisitos del Sistema Nacional de Acreditación del INN establecido en el Doc. DA-D01 (ver en página Web INN)

3. ORGANIZACIÓN

La coordinación de la presente intercomparación fue asumida por el Sr. Gerardo Gonzalez de la Unidad de Coordinación y Supervisión de la RNM en INN. Los datos de contacto son los siguientes:

Teléfono: (2) 2445 8831
e-mail: gerardo.gonzalez@inn.cl

El Coordinador realizó las siguientes funciones:

- Difundió la actividad.
- Coordinó la participación todos los laboratorios acreditados o en etapa de acreditación que se inscribieron
- Organizó y coordinó con LCPN-Masa un Taller de Cierre de la intercomparación
- Asignó a cada participante un Código (M-13-XX) con el cual se identificaron e informaron sus resultados.
- El envío de los objetos calibrados a cada participante de acuerdo al programa fijado y comunicado convenientemente
- Recopiló los resultados de cada laboratorio, para su consolidación codificada en Excel y luego envió a CESMEC-LCPN-M para su análisis.
- Informó a los laboratorios participantes sus respectivos resultados y los del CESMEC-LCPN-M
- Distribuirá entre los participantes el informe de la intercomparación entregado por el CESMEC-LCPN-M (Informe B, borrador e Informe A, final)
- Proveyó las pesas que serán utilizadas en el marco de la comparación.

Fue mandatorio para los participantes:

- Respetar lo indicado en el presente protocolo.
- Asumir económicamente los daños debidos a problemas de manipulación o golpes, durante la permanencia del equipo en sus instalaciones y traslados. La Unidad de Coordinación se reservó el derecho de exigir la restitución del instrumento en calibración, en el caso en que éste haya sufrido daños graves de acuerdo al punto anterior y que hayan sido debidamente confirmados por el laboratorio piloto.
- Informar diligentemente, dentro del programa que definió el Coordinador, los resultados de sus mediciones.
- Designar un representante, directamente involucrado con las actividades técnicas del laboratorio, para el intercambio de información con el Coordinador.
- Enviar las pesas al siguiente participante de la comparación según se indica en Anexo 1.

LCPN-Masa se encargó de:

- Definir un programa para la ronda de comparación, con fechas, nombre de los laboratorios participantes y un representante directamente involucrado con las actividades técnicas del laboratorio.
- Realizar mediciones de las pesas y enviar al Coordinador los certificados correspondientes
- Preparar un Informe A (borrador) y B (Final) con los resultados de la comparación consolidados por el Coordinador.
- Participación del Jefe LCPN-Masa como Relator en el Taller de Cierre de la intercomparación.

En CESMEC-LCPN-Masa los contactos fueron:

Fernando García

Francisco García

Teléfono: (2) 3502185

Fax: (2) 3502183

e-mail: fernando.garcia@cesmec.cl y fgarcia@cesmec.cl

El programa de la comparación se entrega en Anexo 1

4. TIPO DE COMPARACIÓN

La intercomparación se realizó en “pétalos”, es decir, el LCPN-M-CESMEC realizó mediciones tres veces: al inicio, al medio de la ejecución de la intercomparación y al final. En la figura 1 se presenta un ejemplo con 6 laboratorios.

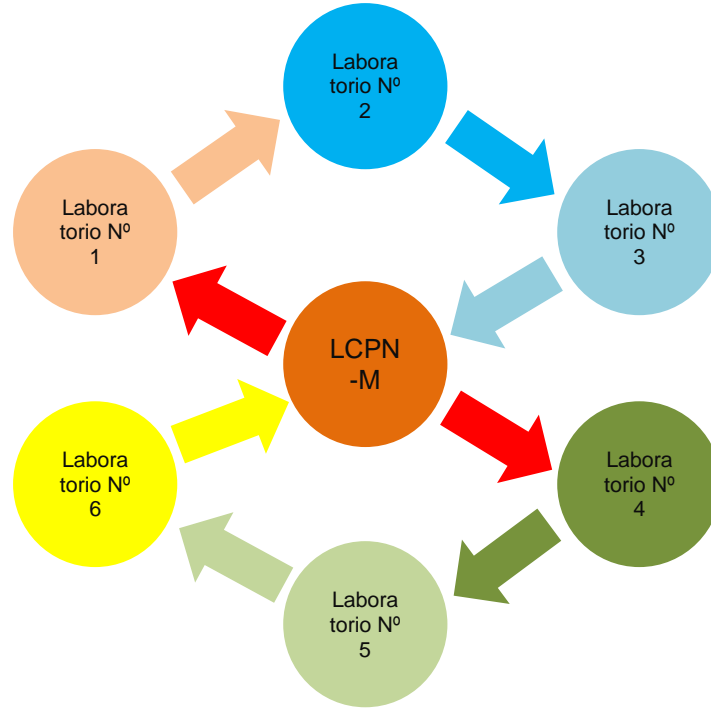


Figura 1 Representación de una intercomparación en “pétalos”.

La organización de la intercomparación por pétalos queda definida en la Tabla 1.

El orden de los laboratorios participantes no es necesariamente el mismo en que fueron ejecutadas las mediciones, para facilitar la confidencialidad de los resultados.

Laboratorios en el primer pétalo	Laboratorios en el segundo pétalo
M-14-12	M-14-10
M-14-22	M-14-55
M-14-25	M-14-62
M-14-32	M-14-72
M-14-52	M-14-77
	M-14-86

Tabla 1. Organización de la intercomparación definida por “pétalos”.

5. OBJETO CALIBRADO

El objeto calibrado es una pesa patrón, cuyas características de construcción satisfacen los requisitos de OIML E2 y de la cual se entrega información en la Tabla 2.

Valor Nominal	Densidad [kg/m ³]	Incertidumbre expandida de la densidad (k=2) [kg/m ³]
10 kg	7950	140

Tabla 2. Características de las pesas utilizadas

El valor de densidad fue evaluado de acuerdo al método F2 de OIML R 111-1 Edition 2004 (E) [3].

Esta pesa es propiedad de INN.



6. RECEPCIÓN

Cuando la pesa fue recibida por cada laboratorio, procedieron a su revisión visual. Posterior a eso llenaron una copia del Formulario de Recepción, Anexo 2, y lo enviaron al Sr. Gerardo González, gerardo.gonzalez@inn.cl

7. MEDICIONES

Los laboratorios debieron determinar la masa convencional de la pesa de acuerdo a lo recomendado en OIML R 111-1 Edition 2004 (E) [3]. Los laboratorios no ajustaron la pesa, solamente se limitaron a calibrarla.

Además, en el marco de la instrucción anterior, se debía tener presente:

- Las mediciones debían ser ejecutadas después de respetar los tiempos de ambientación especificados en OIML R 111-1 Edition 2004 (E) [3], de acuerdo al nivel de exactitud que pretendían alcanzar en las mediciones.
- Antes de las mediciones, las partículas de polvo debían ser removidas con un pincel suave.
- La pesa no debía ser lavadas.
- La pesa debía ser manipulada con pinzas o guantes apropiados.

8. ENTREGA DE LOS RESULTADOS DE LA CALIBRACIÓN

Cada laboratorio participante informó los valores de masa convencional de la pesa en un certificado de calibración que satisfacía los requisitos de NCh-ISO 17025.Of2005 [2]. Este certificado de calibración fue enviado en 10 días corridos a contar de la recepción de las pesas por e-mail al Coordinador, gerardo.gonzalez@inn.cl.

Las enmiendas no fueron permitidas. Los certificados de calibración contenían el código del laboratorio asignado por el coordinador y no entregaban información que permitía identificar a su emisor.

Además, cada laboratorio participante adjuntó al certificado de calibración una tabla de presupuesto de incertidumbre de acuerdo a lo especificado en el punto "C.6" [3].

El Jefe del LCPN-Masa envió al Coordinador el Informe B, borrador, y éste a su vez, a los laboratorios participantes para que revisen sus resultados e informen si hay algo mal transcrito u omitido involuntariamente.

El Coordinador enviará al Jefe del LCPN-Masa los comentarios, para las correcciones del caso y emisión del Informe A.

9. EVALUACIÓN DE LOS GRADOS DE EQUIVALENCIA Y ERROR NORMALIZADO

Dentro del pétalo respectivo, los grados de equivalencia entre cada participante y el laboratorio piloto, el LCPN-M, se expresan mediante el par de valores $(d_{ip}, U(d_{ip}))$, donde

$$d_{ip} = x_i - \frac{p_i + p_f}{2} + \delta_{deriva} \quad (1)$$

- d_{ip} : Diferencia entre el resultado de la medición del laboratorio participante i y el promedio de las mediciones del laboratorio piloto.
- p_i : Resultado de la medición inicial del laboratorio piloto dentro del pétalo.
- p_f : Resultado de la medición final del laboratorio piloto dentro del pétalo.
- x_i : Resultado de la medición del laboratorio i .
- δ_{deriva} : Corrección para la deriva del valor de masa de la pesa. Se asume que $\langle \delta_{deriva} \rangle = 0$ y $u(\delta_{deriva}) = \frac{|p_i - p_f|}{2\sqrt{3}}$ y que es una determinación independiente.

Luego, la incertidumbre estándar de d_{ip} está dada por:

$$u(d_{ip}) = \sqrt{\left(\frac{\partial d_{ip}}{\partial x_i}\right)^2 u^2(x_i) + \left(\frac{\partial d_{ip}}{\partial p_i}\right)^2 u^2(p_i) + \left(\frac{\partial d_{ip}}{\partial p_f}\right)^2 u^2(p_f) + 2 \frac{\partial d_{ip}}{\partial p_i} \frac{\partial d_{ip}}{\partial p_f} u(p_i, p_f) + 2 \frac{\partial d_{ip}}{\partial p_i} \frac{\partial d_{ip}}{\partial x_i} u(p_i, x_i) + 2 \frac{\partial d_{ip}}{\partial p_f} \frac{\partial d_{ip}}{\partial x_i} u(p_f, x_i) + u^2(\delta_{deriva})}$$

$$u(d_{ip}) = \sqrt{u^2(x_i) + \frac{1}{4}u^2(p_i) + \frac{1}{4}u^2(p_f) - \frac{3}{2}u^2(x_{patrón}) + \left(\frac{p_i - p_f}{2\sqrt{3}}\right)^2}$$

- $u(p_i)$: Incertidumbre estándar de la medición inicial del laboratorio piloto.
- $u(p_f)$: Incertidumbre estándar de la medición final del laboratorio piloto.

$u(x_{patrón})$: Incertidumbre estándar del patrón de referencia del laboratorio piloto. En principio todos los resultados de los laboratorios están correlacionados con el laboratorio piloto, pues es el que les daría trazabilidad a través de ese patrón. En todo caso, su contribución es despreciable.

El nivel de acuerdo de las mediciones entre el laboratorio piloto y cada participante se evalúa mediante el criterio del error normalizado:

$$E_n = \frac{d_{ip}}{2u(d_{ip})} \quad (3)$$

Si $0 \leq |E_n| \leq 1$, se concluye que existe acuerdo entre las mediciones.

Si $1 < |E_n|$, se concluye que no existe acuerdo entre las mediciones y se recomienda al laboratorio participante ejecutar una investigación.

10. RESULTADOS

Los resultados de las mediciones de los laboratorios se presentan en la Tabla 3.

Las mediciones de los laboratorios participantes no están necesariamente en el mismo orden en que fueron ejecutadas.

Laboratorio	Valor Nominal /kg	Desviación del valor de masa convencional /mg	Incertidumbre Expandida del valor de masa convencional (k=2) /mg
LCPN-M inicial	10	9,2	5
LCPN-M intermedia	10	8,5	5
LCPN-M final	10	7,2	5
M-14-10	10	-100	1600
M-14-12	10	0	140
M-14-22	10	7	13
M-14-25	10	10,6	50
M-14-32	10	23	51
M-14-52	10	39	222
M-14-55	10	0	500
M-14-62	10	0	500
M-14-72	10	30	160
M-14-77	10	20	39,5
M-14-86	10	10	161

Tabla 3. Resultados informados por cada laboratorio para la pesa patrón de 1 kg.

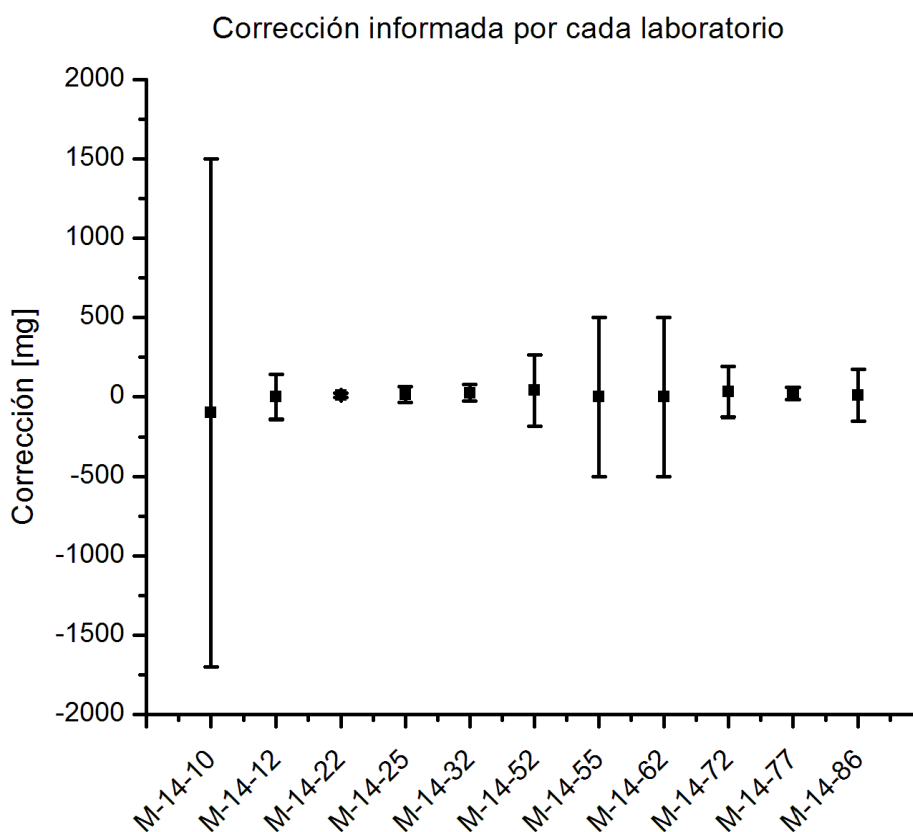
Debido a las diferencias en los resultados de las mediciones de masa convencional del LCPN-M durante la intercomparación, se realizó el cálculo de los grados de equivalencia y errores normalizados separados por “pétalos”.

Laboratorios en el primer pétalo	d_{ip} / mg	$u(d_{ip}) / mg$	$ E_n $
M-14-12	-8,3	140,0	0,030
M-14-22	-1,3	12,9	0,051
M-14-25	2,3	50,0	0,023
M-14-32	14,7	51,0	0,144
M-14-52	30,7	222,0	0,069

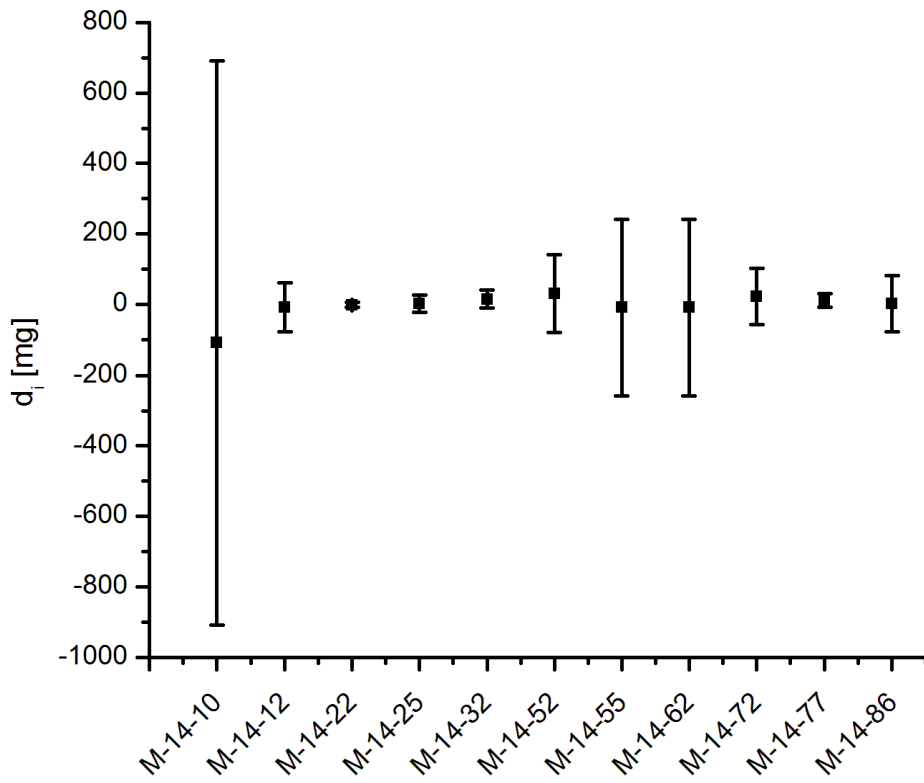
Tabla 5. Grados de equivalencia y errores normalizados para los laboratorios que componen el primer “pétalo”.

Laboratorios en el segundo pétalo	d_{ip} / mg	$u(d_{ip}) / mg$	$ E_n $
M-14-10	-108,3	1600,0	0,034
M-14-55	-8,3	500,0	0,008
M-14-62	-8,3	500,0	0,008
M-14-72	21,7	160,0	0,068
M-14-77	11,7	39,5	0,148
M-14-86	1,7	161,0	0,005

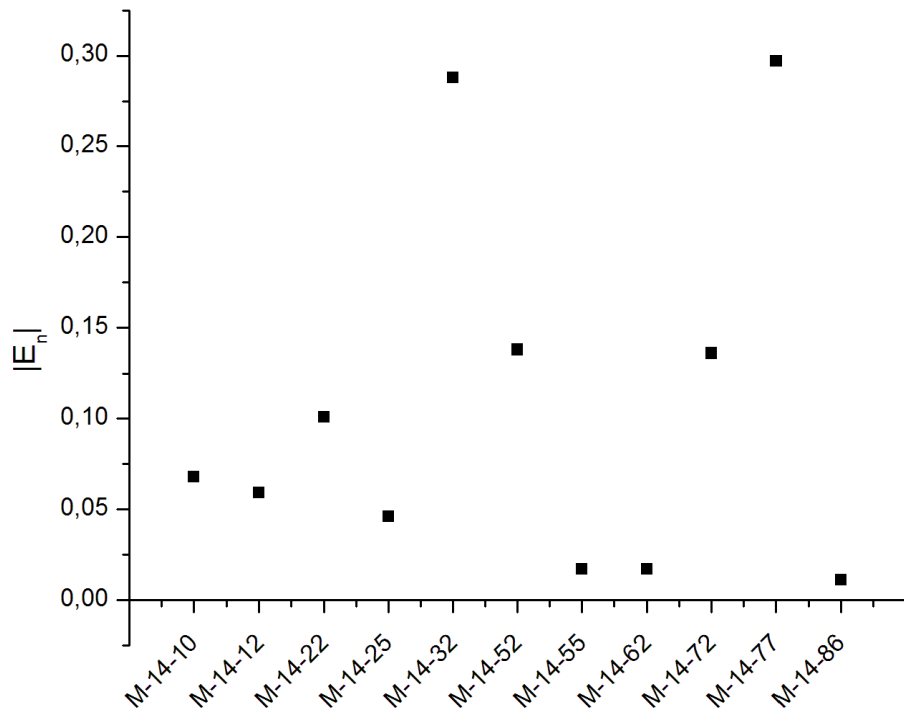
Tabla 6. Grados de equivalencia y errores normalizados para los laboratorios que componen el segundo “pétalo”.



Grados de equivalencia de cada laboratorio con respecto al LCPN-M



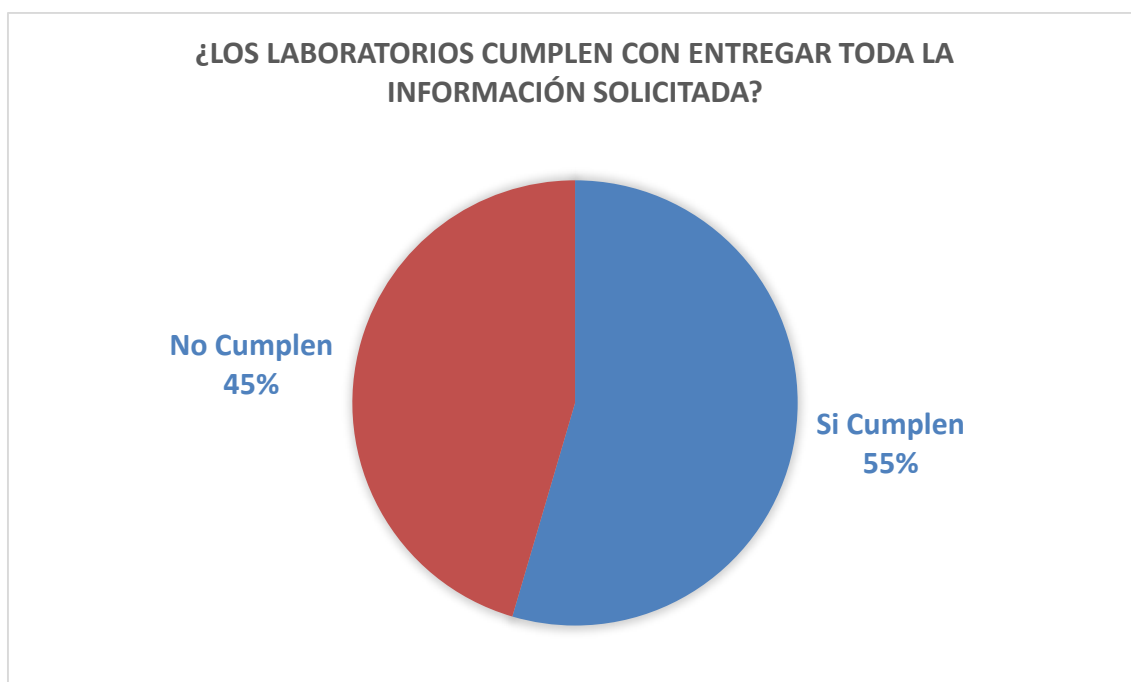
Error normalizado de cada laboratorio con respecto al LCPN-M



Se evaluó también el grado de cumplimiento de los requisitos establecido a los laboratorios participantes para entregar sus resultados. Los resultados se presentan en la Tabla 7.

Laboratorios participantes	Entrega certificado	Entrega Presupuesto de Incertidumbre	Informa valor de masa convencional	Informa todas las lecturas obtenidas	Informa características del patrón utilizado para calibrar
M-14-10	Si	Si	Si	No	Si
M-14-12	Si	Si	Si	Si	Si
M-14-22	Si	Si	Si	Si	Si
M-14-25	Si	Si	Si	Si	Si
M-14-32	Si	Si	Si	Si	Si
M-14-52	Si	Si	Si	Si	Si
M-14-55	Si	Si	Si	No	No
M-14-62	Si	Si	Si	No	No
M-14-72	Si	Si	Si	No	Si
M-14-77	Si	No	Si	No	Si*
M-14-86	Si	Si	Si	Si	Si

Tabla 7. Resumen de cumplimiento de requisitos de entrega de información solicitada en el Protocolo



Por otra parte, de la información entregada por los laboratorios, fue posible observar que existen diferencias entre las incertidumbre informadas y las que corresponden a la clase que declaran en sus certificados de calibración. Un resumen de ello se presenta en la tabla 8.

Laboratorio	Incertidumbre expandida informada /mg	Clase de patrón utilizado	Incertidumbre que deberían informar según OIML R 111 /mg	¿Se informa incertidumbre menor, mayor o igual?
M-14-10	1600	M2	1600	Igual
M-14-12	140	E2 / M1	500	Menor
M-14-22	13	E2	16	Menor
M-14-25	50	F1	50	Igual
M-14-32	51	F2	160	Menor
M-14-52	222	M1	500	Menor
M-14-55	500	NA	N/A	N/A
M-14-62	500	M1	500	Igual
M-14-72	160	F1	50	Mayor
M-14-77	39,5	F1	50	Menor
M-14-86	161	F2	160	Mayor

Tabla 8. Diferencias entre incertidumbres informadas e incertidumbres que deberían informas, de acuerdo a OIML R 111.

11. COMENTARIOS

Todos los laboratorios participantes obtuvieron un error normalizado menor a 1, logrando acuerdo entre sus mediciones y el LCPN-M.

De todos los laboratorios, un 45% no entregó toda la información solicitada en el protocolo de intercomparación, siendo ellos un condicionante para evaluar su desempeño. De forma excepcional, en este trabajo no se consideró esta indicación, y se evaluó a todos los laboratorios igualmente.

Existen diferencias entre la incertidumbre informada por cada laboratorio y las que deberían informar de acuerdo a OIML R 111, considerando el tipo de pesa patrón con la que realizaron la calibración. Se recomienda a los participantes revisar sus estimaciones de incertidumbre.

12. REFERENCIAS

- [1] Mutual Recognition of National Measurement Standards and of Calibration and Measurement Certificates Issued by National Metrology Institutes. MRA-CIPM. Disponible en: http://www.bipm.org/en/cipm-mra/mra_online.html
- [2] NCh-ISO 17025.Of2005 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración. Instituto Nacional de Normalización.
- [3] “Weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M1–2, M2, M2–3 and M3 Part 1: Metrological and technical requirements,” OIML R 111-1, International Organization Of Legal Metrology (OIML), 2004. Disponible en <http://www.oiml.org/publications/R/R111-1-e04.pdf>