



RED NACIONAL DE METROLOGÍA
UNIDAD DE COORDINACIÓN Y SUPERVISIÓN
LABORATORIO CUSTODIO DE PATRONES
NACIONALES
MAGNITUD PRESIÓN
INFORME A
COMPARACIÓN NACIONAL
P15

CALIBRACIONES DE MANÓMETRO DE PRESIÓN

Rango de medición: 0 a -1 bar

Medio de transmisión nitrógeno - aire limpio

Abril - Diciembre 2015

COMPARACION DE PATRONES DE PRESION

Marcial Espinoza. Angel Flores
Laboratorio Custodio de Patrones Nacionales (LCPN-PRESION), Chile.
Empresa Nacional de Aeronáutica - ENAER, Av. José Miguel Carrera n°11087.
Teléfono 56 (2) 2383 2082, 56 (2) 2383 1966 , e-mail lcpnpress@enaer.cl

Resumen: El Laboratorio Custodio de Patrones Nacionales- Presión ENAER y el área de metrología del Instituto Nacional de Normalización INN Perteneiente a La Red Nacional de Metrología realiza el Ensayo de Aptitud 2015. Para ello se ha elegido un instrumento que permiten cubrir un rango que pueda ser calibrado por la mayoría de los Laboratorios acreditados por el INN en la magnitud Presión y otros laboratorios de calibración no-acreditados, las características del instrumento a utilizar fueron acordadas en taller de cierre del ensayo P15. La comparación se llevó a cabo desde mayo de 2015 a diciembre 2015. Para la comparación se utilizó como patrón de comparación un medidor de Presión análogo con alcance de medición de -1 bar, clase de exactitud del $\pm 0,5\%$ del alcance de medición y una resolución de 0,01 bar. El instrumento fue facilitado por el LCPN-Presión ENAER Chile, la actividad se realizó mediante el convenio con el INN en el marco de la Red de Metrología de Chile.

INTRODUCCION

La cadena de trazabilidad de las mediciones de la industria debe realizarse con niveles adecuados de incertidumbre de acuerdo a las necesidades propias de cada país. La participación en las comparaciones entre los laboratorios de Metrología, permite asegurar el grado de equivalencia de las mediciones entre los laboratorios acreditados por el INN con una diseminación correcta de las mediciones. Por lo anterior se puede decir que la solidez y la confianza en las mediciones, tanto en el ámbito Nacional como en el Internacional, se fortalece con las comparaciones entre laboratorios.

Los resultados que aquí se presentan corresponden a Ensayo de Aptitud 2015 íntegramente realizada entre los laboratorios de presión nacionales y el LCPN-Presión de ENAER designado oficialmente laboratorio custodio del patrón nacional de Chile. La participación en esta comparación de los Laboratorios del país permite conocer la compatibilidad de las mediciones y la competencia de los Laboratorios Acreditados en los laboratorios integrantes de la Red de Metrología, supervisada por el INN.

OBJETIVO

Realizar una comparación en el ámbito metrológico de la magnitud de presión entre los laboratorios de calibración de Chile, con el fin de estimar los niveles de concordancia para la magnitud presión entre los laboratorios participantes, incluyendo desviación e incertidumbre asociada.

Complementariamente, se buscó unificar los métodos de calibración en los laboratorios al utilizar la misma guía de referencia, DKD-R6-1 y conocer la capacidad de medición de presión que se tiene en el país empleando como referente para la magnitud el LCPN-P de ENAER como Laboratorio Nacional designado por el Estado de Chile.

DATOS GENERALES

Laboratorios participantes

Al ensayo de aptitud 2015 lograron incorporarse 11 laboratorios participantes en la magnitud Presión.

Patrón de comparación

Como patrón Viajero de comparación se utilizó Medidor de Presión Análogo. El instrumento fue facilitado por LCPN-P de ENAER. Las características del estándar Primario utilizado para calibrar el Medidor de Presión análogo en el ejercicio por el LCPN- P y el instrumento patrón Viajero correspondiente a la comparación se presentan en la tabla 1 y 2.

LCPN-P Empresa Nacional Aeronáutica de Chile.						
Nombre	Tipo	Marca	Area efectiva Pistón-cilindro S-488 (m ²)	Gravedad local ms ⁻²	Alcance de medición bar	Incertidumbre relativa (lectura), k=2
Estándar Primario	Balanza de Peso Muerto	Pressurements	$8,0634 * 10^{-5}$	9,794 227	-1 bar to -0,03 bar	$6 * 10^{-5} * p_e$ +0,017 mbar no menor a 0,006 mbar

Tabla 1.- Patrón Nacional utilizado para calibrar el patrón viajero

Tipo de Instrumento :	Manómetro Análogo
Alcance de Medición:	0 bar a -1bar.
Unidad de medición:	bar.
Resolución:	0,01 bar
Clase de exactitud:	±0.5 % FS
Medio de transmision	Nitrógeno o aire limpio
Fabricante:	BTU controls

Tabla 2. Patrón Viajero de comparación.

Programa de la comparación

La comparación se realizó en 5 etapas;

- (1) medición inicial piloto (3 veces),
- (2) medición de 5 participantes (la primera mitad de ensayo P15),
- (3) medición intermedia piloto (3 veces),
- (4) medición de 6 participantes (la segunda mitad de ensayo P15),
- (5) medición final piloto (3 veces),

LCPN-P y el INN establecen la documentación base y actividades a realizar.

- a) Preparación. ENAER realizó tres mediciones iniciales 1, 2 y 3. Con lo cual estableció los lineamientos generales de la comparación, calibrando el Patrón Viajero en tres oportunidades.
- b) Los 5 laboratorios participantes de la primera mitad del ensayo de aptitud P15 realizaron las mediciones correspondientes de acuerdo a las fechas programadas.
- c) El instrumento vuelve al LCPN-P en la mitad del ensayo de aptitud P15, el piloto ejecuta las mediciones 4, 5 y 6 al patrón viajero empleado para el ejercicio de acuerdo al procedimiento establecido en la comparación.
(ver figura 1)
- d) Se realizan las mediciones de los 6 laboratorios participantes de la segunda mitad del ensayo de aptitud P15 con algunas alteraciones y cambios en la programación producto de retrasos no justificados en el proceso de calibración de algunos de los laboratorios participantes.
- e) El instrumento vuelve al LCPN-P y el piloto ejecuta la mediciones finales 7, 8 y 9 al patrón viajero empleado para el ejercicio, de acuerdo al procedimiento establecido en la comparación (ver figura 1).
- f) El INN recopila los resultados de los laboratorios participantes asignándole un código a cada uno de ellos y los hace llegar al LCPN-P de ENAER el 5 de octubre de 2015.
- g) El 27 de noviembre de 2015 el LCPN-P de ENAER emite un informe "B" que contiene el análisis y conclusiones de la comparación con los resultados obtenidos por los laboratorios participantes, se hace llegar éste informe al INN quién lo distribuye a cada participante.
- h) Se rectifican datos a sugerencia del LCPN-P, los laboratorios hacen sus correcciones y se remite la información al INN, el cual hace llegar la documentación a ENAER el 04 de diciembre de 2015.

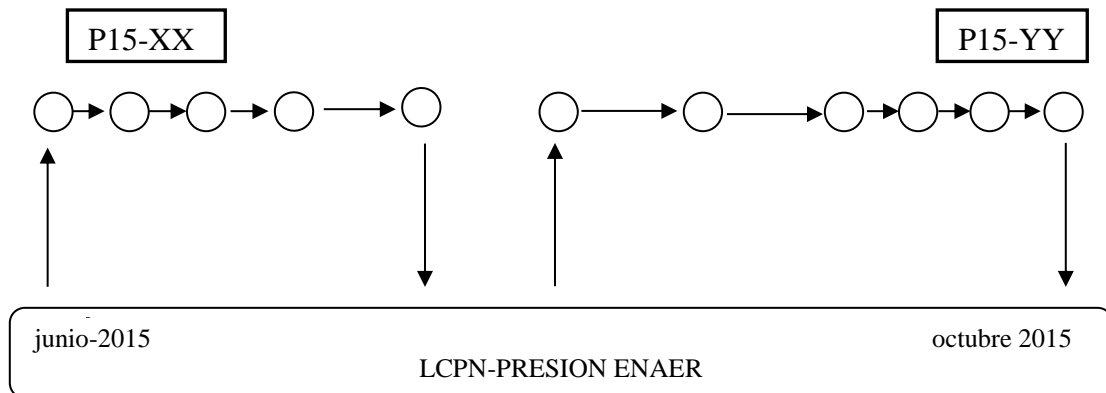


Figura 1. Esquema Ensayo de Aptitud.

RESULTADOS

Comportamiento del patrón de comparación

El laboratorio de ENAER realizó un estudio del comportamiento del patrón de comparación calibrándolo en 9 ocasiones. Los datos obtenidos se presentan gráficamente y se encuentran rotulados con serie 1 a serie 9 (ver gráfico 1). Las mediciones 1, 2 y 3 se realizaron al inicio de la comparación en junio de 2015; las mediciones 4, 5 y 6 en la mitad del ensayo P15, y las mediciones 7, 8 y 9 al término de la comparación en octubre del año 2015.

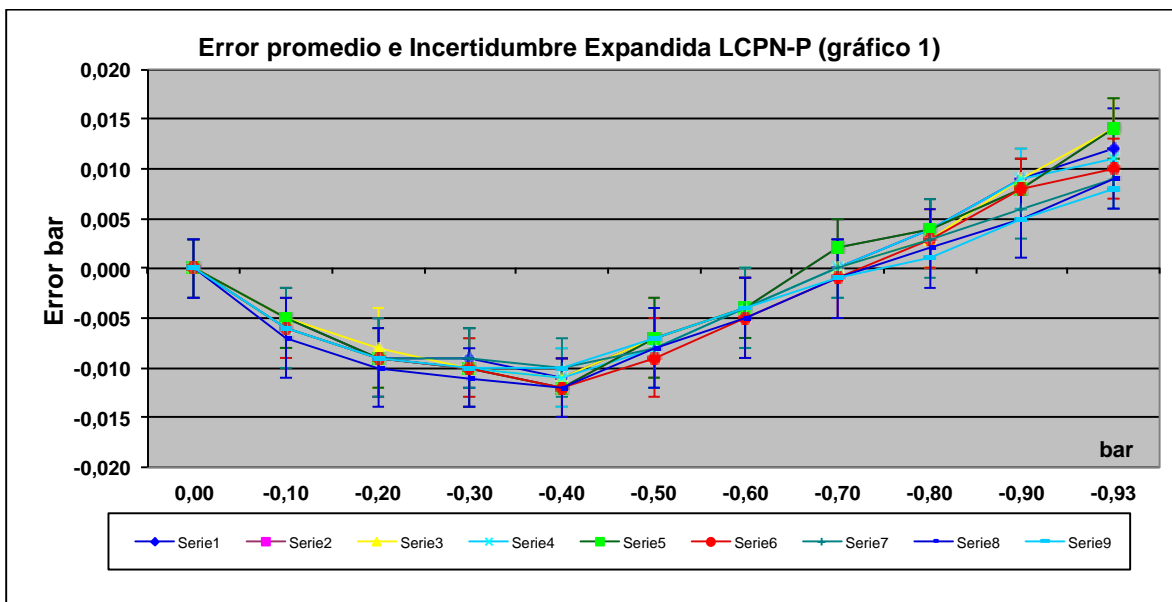


Gráfico 1. Error promedio., E , e incertidumbre expandida, U ($k=2$, 95%). Laboratorio LCPN-P.

Datos de las mediciones

En la Tabla 3 se presentan los datos de la comparación para los valores del error promedio E , y en la tabla 4 se encuentran las incertidumbres de medición asociada para los diferentes puntos de presión nominal encontrados por los laboratorios participantes.

Los valores que en el resto de este documento se usan para representar los resultados obtenidos por LCPN-P, para el error y la incertidumbre combinada, son el promedio de las lecturas realizadas de las tres diferentes fechas de toma de lectura en el laboratorio de LCPN-P.

$$E_{Enaer} = (E_1 + E_2 + E_3 + E_4 + E_5 + E_6 + E_7 + E_8 + E_9) / 9$$

$$U_{Enaer} = (U_1 + U_2 + U_3 + U_4 + U_5 + U_6 + U_7 + U_8 + U_9) / 9$$

Datos Error Promedio Laboratorios												
bar	LCPN	P-15- 26	P-15- 53	P-15- 58	P-15- 59	P-15- 60	P-15- 61	P-15- 62	P-15- 63	P-15- 64	P-15- 67	P-15- 74
0,0	0,000	0,002	-0,001	0,000	0,000	0,001	0,010	0,000	0,000	-0,001	0,000	0,000
-0,1	-0,006	0,002	-0,017	-0,004	-0,005	-0,006	-0,005	0,008	-0,001	-0,002	-0,007	-0,006
-0,2	-0,009	0,005	-0,021	-0,006	-0,007	-0,008	-0,004	0,010	-0,004	-0,005	-0,009	-0,007
-0,3	-0,010	0,006	-0,022	-0,008	-0,008	-0,010	-0,002	0,011	-0,006	-0,006	-0,010	-0,007
-0,4	-0,011	0,006	-0,016	-0,008	-0,008	-0,009	-0,004	0,011	-0,005	-0,006	-0,010	-0,003
-0,5	-0,008	0,005	-0,007	-0,005	-0,006	-0,008	-0,005	0,008	-0,004	-0,004	-0,007	-0,002
-0,6	-0,004	0,002	-0,001	-0,003	-0,003	-0,004	-0,008	0,006	-0,002	-0,001	-0,004	-0,001
-0,7	0,000	-0,002		-0,002	-0,002	0,000	-0,012	0,003	0,002	0,001	0,000	0,000
-0,8	0,003	-0,006		0,001		0,003	-0,016	-0,001	0,003	0,005	0,005	0,004
-0,9	0,007			0,004		0,009	-0,023	-0,006				
-0,93	0,011			0,004		0,010	-0,024	-0,006				

Tabla 3. Error promedio, E , obtenido en cada punto.

Gráficos Individuales Error de cada participante con LCPN-P

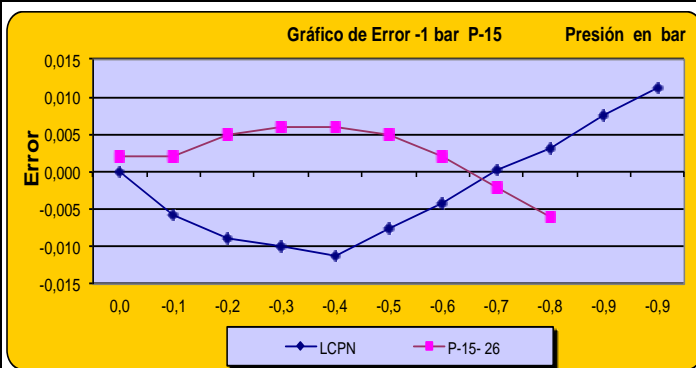


Gráfico (a)

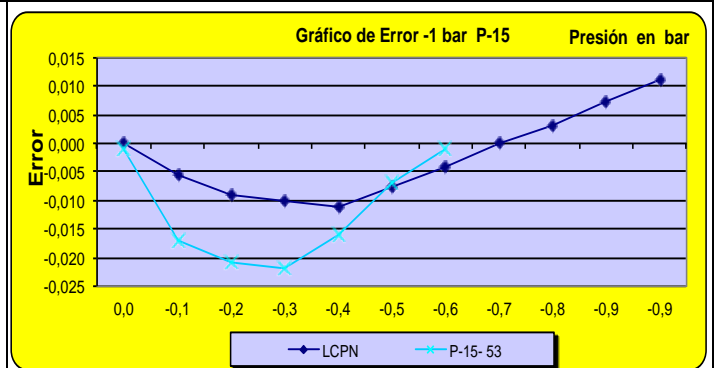


Gráfico (b)

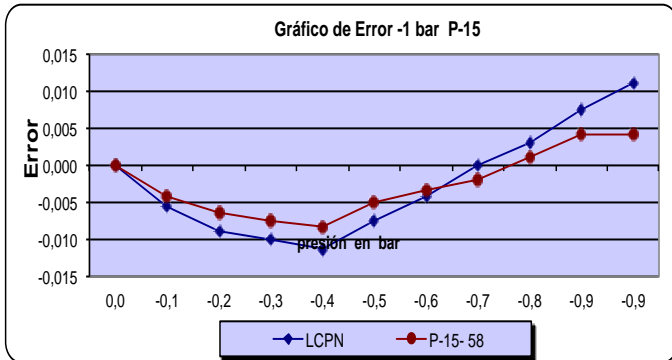


Gráfico (c)

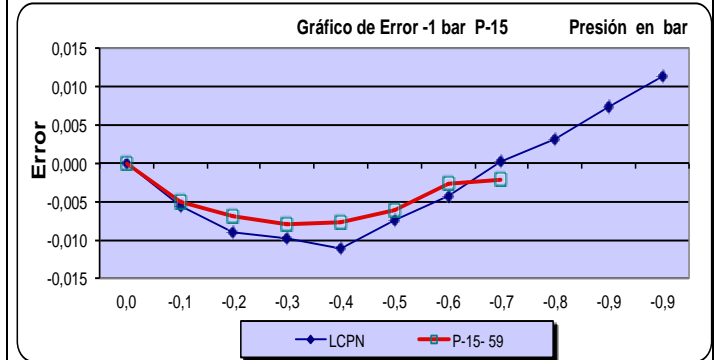


Gráfico (d)

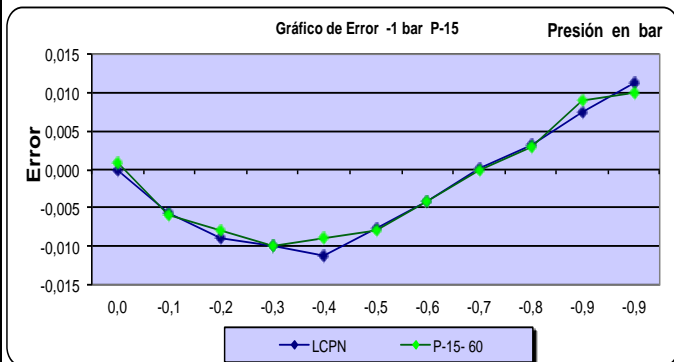


Gráfico (e)

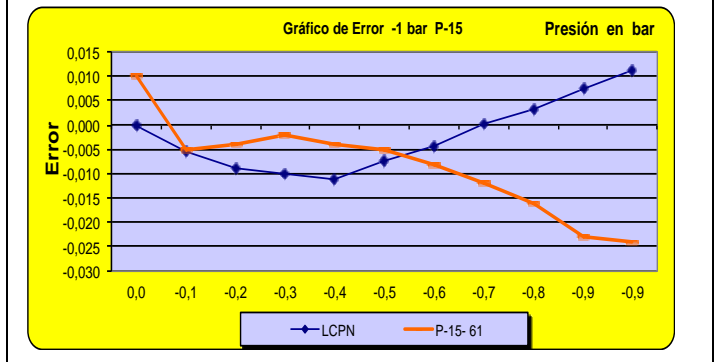


Gráfico (f)

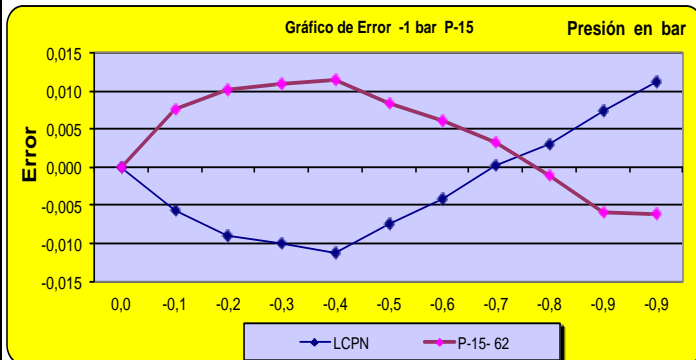


Gráfico (g)

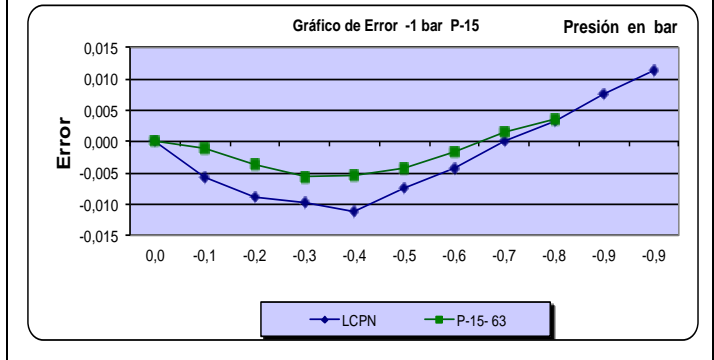


Gráfico (h)

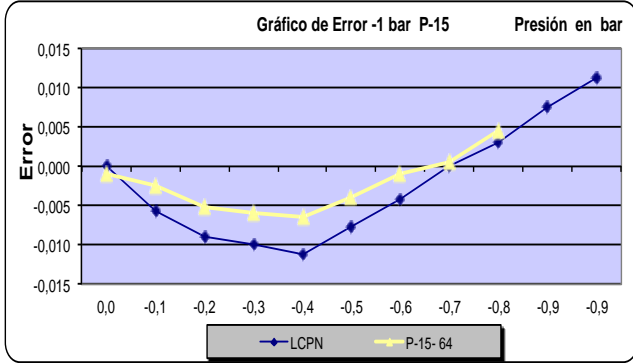


Gráfico (i)

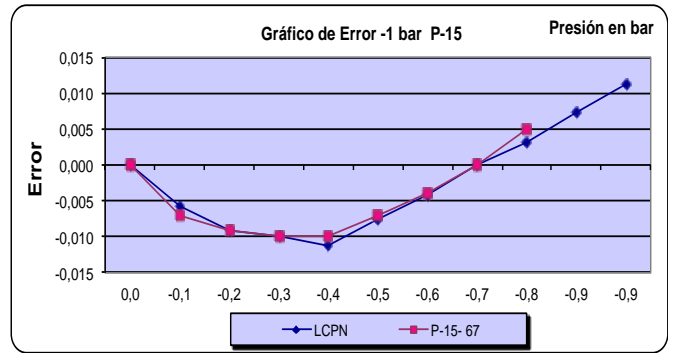


Gráfico (k)

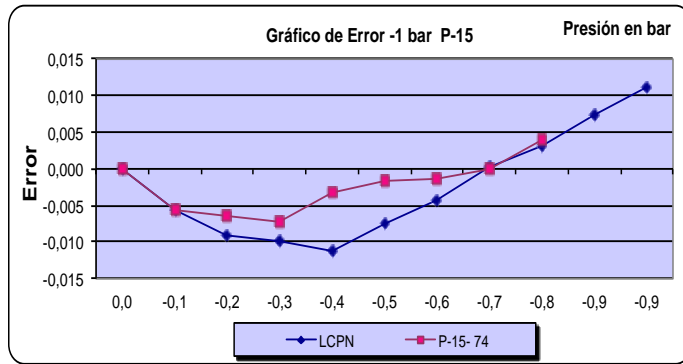


Gráfico (m)

Gráfico 2. Curvas de error, E , de todos los laboratorios.

El gráfico 2 muestra las curvas del error para el patrón de comparación por cada uno de los laboratorios participantes y presentan gráficamente los resultados obtenidos por los participantes para el error promedio E .

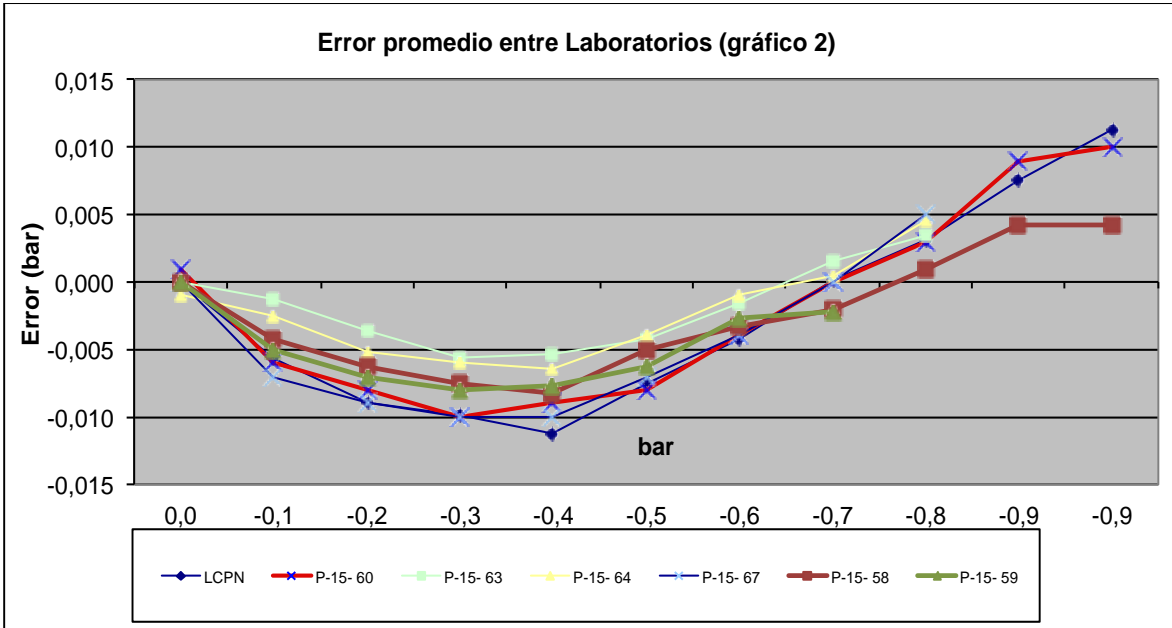


Gráfico 2. Curvas de error, E , de los laboratorios con mejor concordancia.

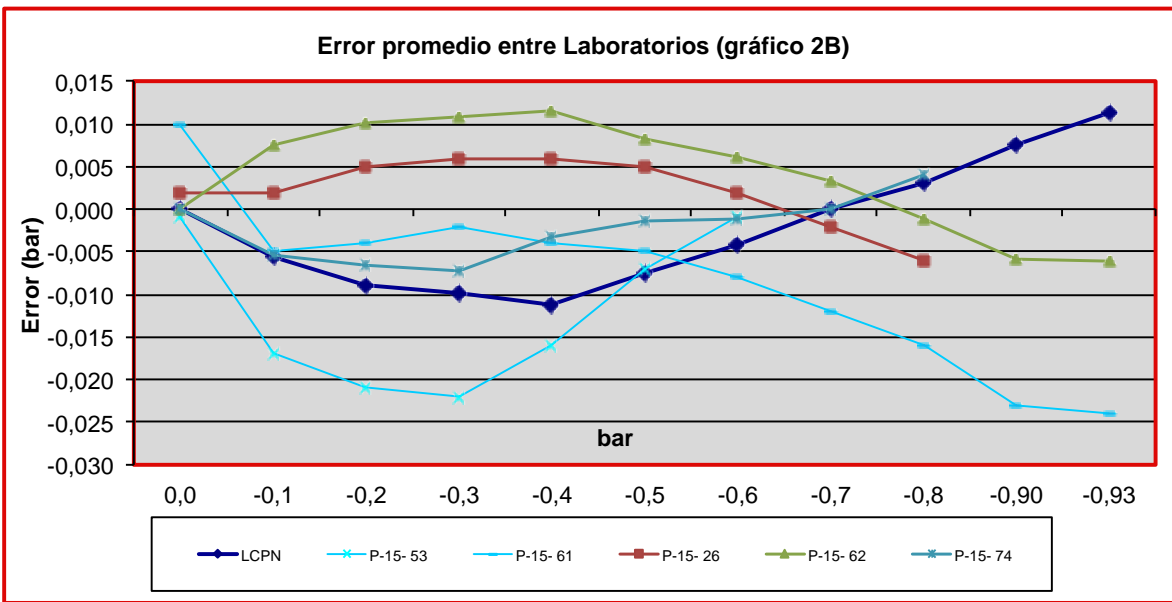


Gráfico 2B. Curvas de error, E , de los laboratorios con menor concordancia.

Datos U Promedio Laboratorios												
bar	LCPN-P	P-15-26	P-15-53	P-15-58	P-15-59	P-15-60	P-15-61	P-15-62	P-15-63	P-15-64	P-15-67	P-15-74
0,0	0,003	0,009	0,004	0,003	0,003	0,003	0,009	0,008	0,004	0,008	0,006	0,003
-0,1	0,003	0,009	0,009	0,012	0,003	0,003	0,009	0,008	0,005	0,009	0,006	0,003
-0,2	0,004	0,010	0,007	0,011	0,004	0,003	0,009	0,008	0,006	0,009	0,006	0,003
-0,3	0,003	0,010	0,014	0,013	0,003	0,003	0,009	0,008	0,006	0,009	0,006	0,003
-0,4	0,003	0,010	0,020	0,013	0,004	0,004	0,009	0,008	0,007	0,009	0,006	0,003
-0,5	0,004	0,009	0,016	0,009	0,004	0,004	0,009	0,008	0,006	0,008	0,006	0,003
-0,6	0,004	0,010	0,007	0,009	0,003	0,003	0,009	0,008	0,006	0,008	0,006	0,003
-0,7	0,003	0,009		0,006	0,003	0,005	0,009	0,008	0,005	0,008	0,006	0,003
-0,8	0,003	0,010		0,005		0,004	0,009	0,008	0,005	0,008	0,006	0,003
-0,9	0,003			0,005		0,003	0,009	0,008				
-0,93	0,003			0,005		0,003	0,009	0,008				

Tabla 4. Datos de la incertidumbre expandida, U , obtenidos por los participantes.

El gráfico 3A y 3B registran los errores promedios con la incertidumbre expandida de cada laboratorio.

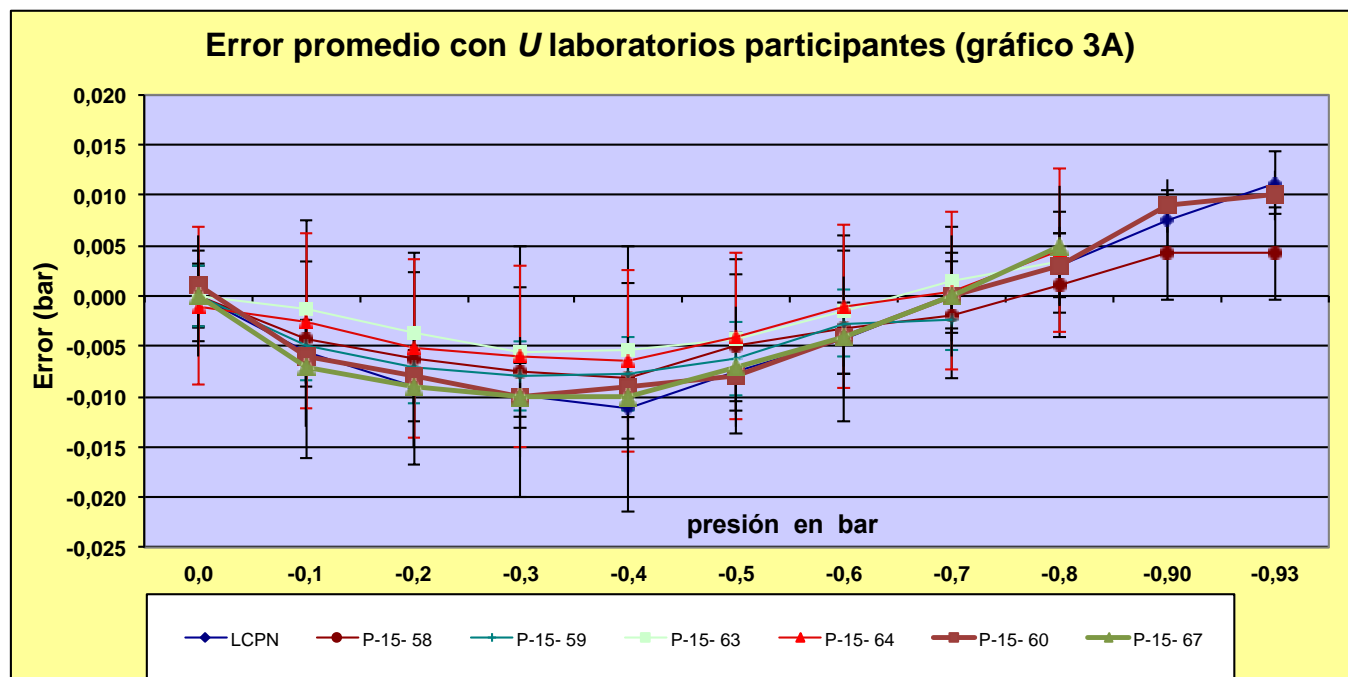


Gráfico 3A. Datos de error promedio, E , con incertidumbre expandida, U , Laboratorios con mejor concordancia.

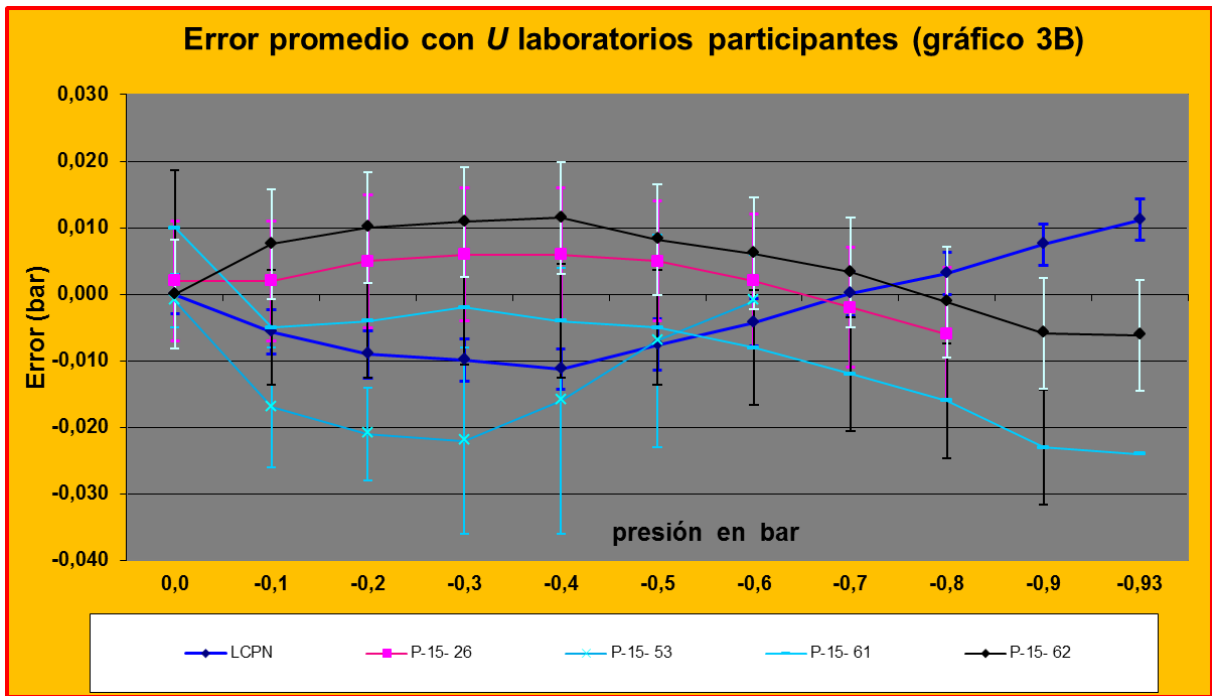


Gráfico 3B. Datos de error promedio, E , con incertidumbre expandida, U , Laboratorios con menor concordancia

El gráfico 4 muestra los casos extremos, en donde se obtuvo menor concordancia y en donde se presentó la mayor dispersión entre los resultados de los laboratorios participantes, de acuerdo a los datos presentados en la Tablas 3 y 4

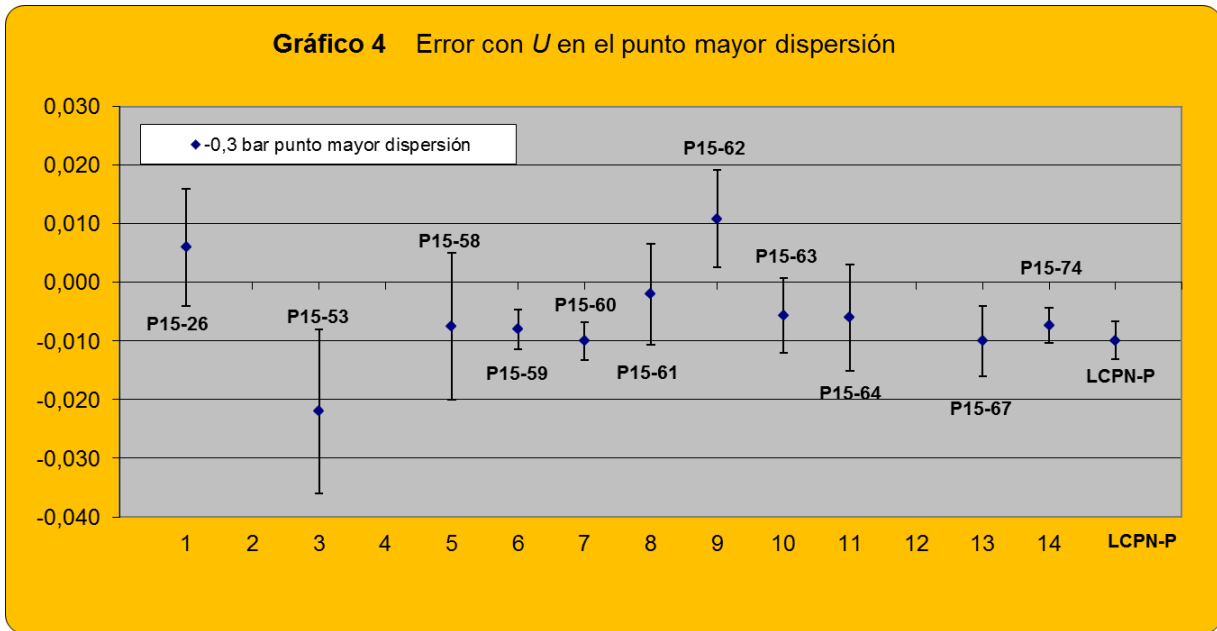


Gráfico 4. Datos de error promedio E , con incertidumbre expandida, U , en el punto de medición con mayor dispersión

El **gráfico 5** muestra los casos, en donde se obtuvo mejor concordancia y en donde se presentó la menor dispersión entre los resultados de los laboratorios participantes, de acuerdo a los datos presentados en la Tablas 3 y 4

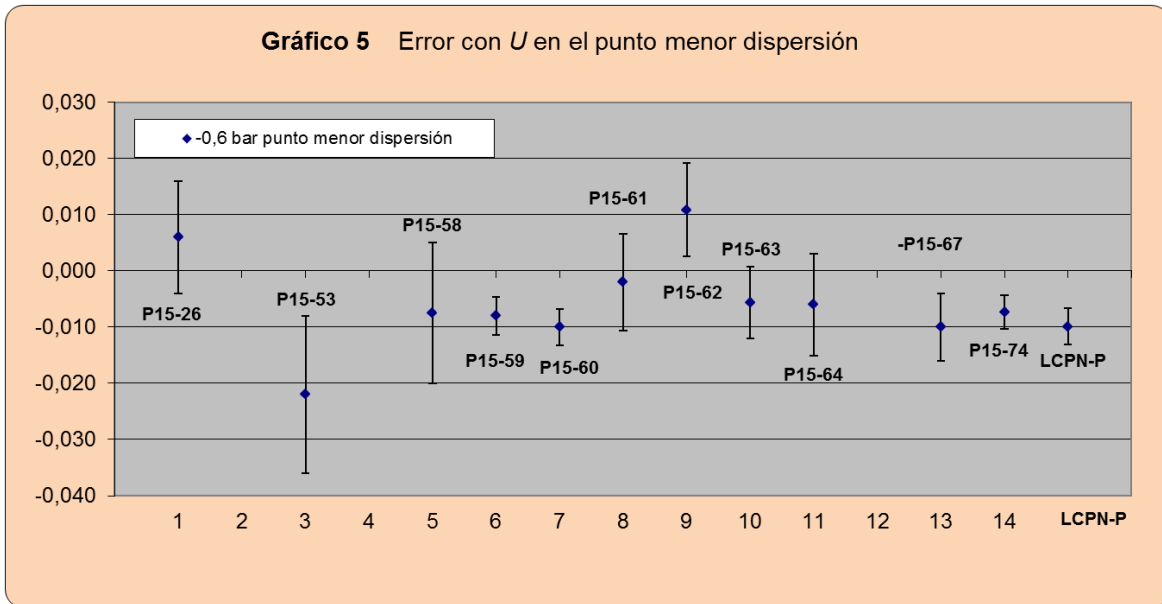


Gráfico 5. Datos de error promedio E , con incertidumbre expandida, U , en el punto de medición con menor dispersión.

Evaluación de los resultados.

Valores de referencia

Los valores de error e incertidumbre de referencia, E_{ref} y U_{ref} , son de suma importancia en una comparación ya que son los valores con los cuales se comparan los resultados obtenidos por los laboratorios participantes. Para la adecuada definición de estos valores de referencia se consideraron las particularidades más importantes de esta comparación.

Los resultados obtenidos por los laboratorios se analizaron, mediante el criterio de comparaciones del error normalizado E_n , definido en la norma NCH-ISO17043. El error normalizado se calcula mediante la ecuación que se da a continuación, que se aplica para cada punto de medición examinado del laboratorio analizado y el respectivo valor de referencia.

Desempeño de los laboratorios

$$E_n = (E_{lab} - E_{ref}) / \sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}$$

E_n = Error normalizado.

E_{lab} = Error de la medición que obtiene el laboratorio participante.

E_{ref} = Error de la medición de referencia (LCPN-P).

U_{lab} = U expandida (k=2) del error de la medición del laboratorio participante.

U_{ref} = Incertidumbre expandida (k=2) de referencia (LCPN-P).

.

El Error Normalizado determina el desempeño para los valores obtenidos donde:

$$|E_n| \leq 1.0 \text{ Resultado satisfactorio}$$

$$|E_n| > 1.0 \text{ Resultado NO satisfactorio}$$

La tabla 5 es una presentación esquemática de los errores normalizados (E_n), de los laboratorios participantes.

Tabla de error normalizado (E_n)											
bar	P-15-26	P-15-53	P-15-58	P-15-59	P-15-60	P-15-61	P-15-62	P-15-63	P-15-64	P-15-67	P-15-74
0,0	0,21	0,20		0,00	0,25		0,00	0,00	0,12	0,00	0,00
-0,1	0,79	1,17		0,13	0,07		1,47	0,76	0,33	0,19	0,04
-0,2	1,31	1,52		0,39	0,22		2,10	0,78	0,39	0,00	0,53
-0,3	1,50	0,84		0,39	0,02		2,32	0,59	0,40	0,02	0,58
-0,4	1,63	0,24		0,69	0,45		2,50	0,78	0,49	0,18	1,75
-0,5	1,27	0,03		0,24	0,08		1,70	0,45	0,39	0,08	1,18
-0,6	0,58	0,41		0,30	0,05		1,14	0,37	0,36	0,03	0,63
-0,7	0,21			0,46	0,02		0,35	0,22	0,05	0,02	0,02
-0,8	0,85				0,02		0,47	0,05	0,16	0,26	0,18
-0,9					0,29		1,41				
-0,93					0,20		1,72				

Tabla 5. Datos del error normalizado de los laboratorios participantes (en los cálculos se han considerado más dígitos de los mostrados en las tablas).

Los laboratorios P15-58, P15-61. No fueron evaluados debido a que el presupuesto de incertidumbre declarada no corresponde o contiene errores de cálculo

Gráficos de Error Normalizado.

Los gráficos 6 y 6A muestran las curvas de error normalizado obtenido por cada laboratorio participante correspondiente a los datos presentados en la **Tabla 5**.

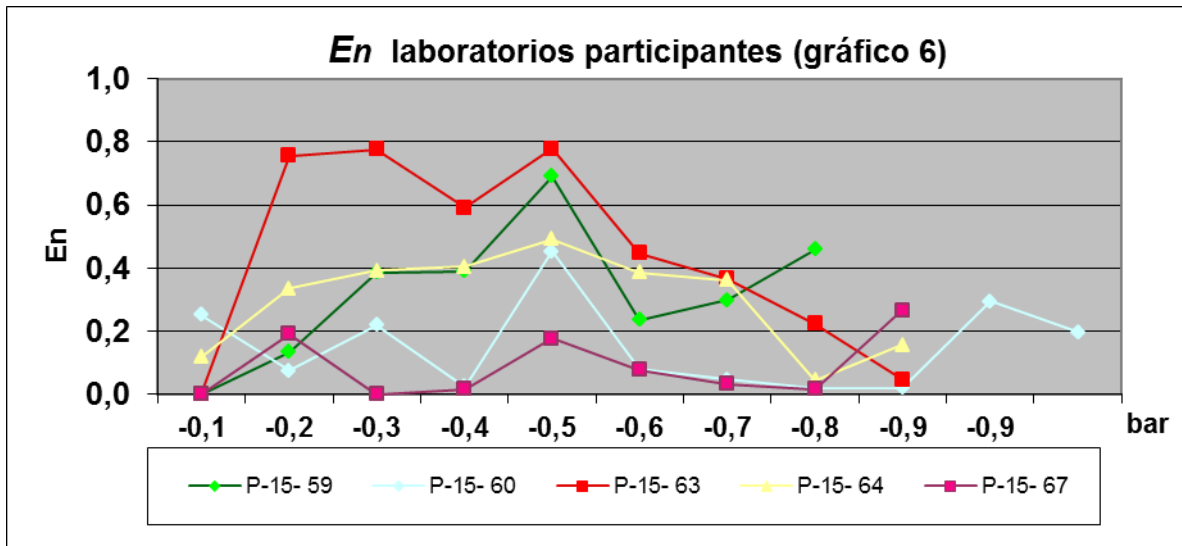


Gráfico 6. Curvas del error normalizado $|E_n| \leq 1.0$ Resultado satisfactorio

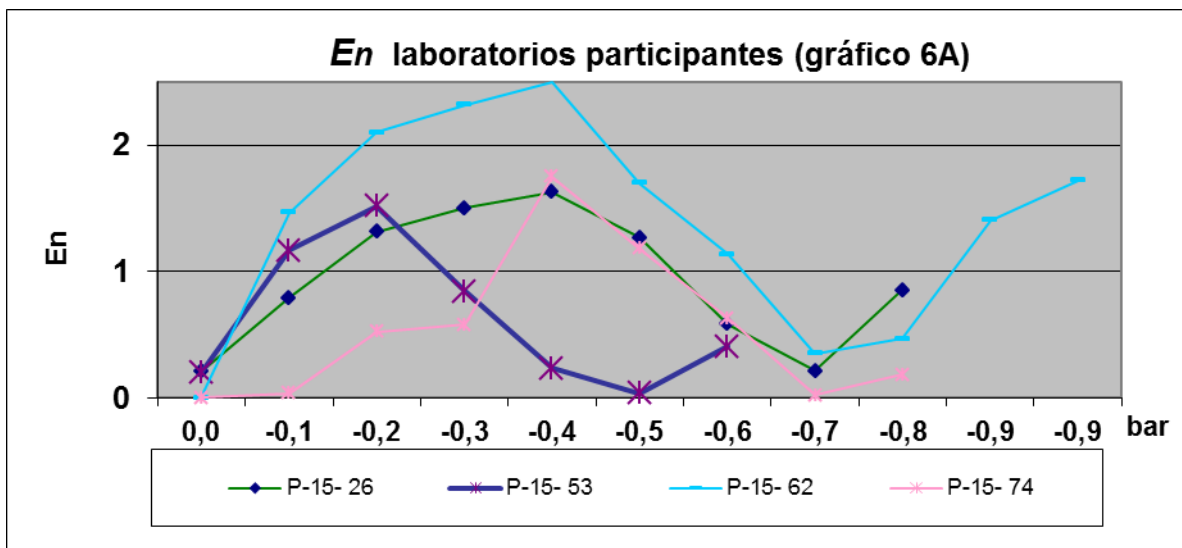


Gráfico 6A. Curvas del error normalizado $|E_n| > 1.0$ Resultado NO satisfactorio

DERIVA DEL PATRON VIAJERO.

El laboratorio designado de la magnitud Presión (ENAER) realizó un estudio de la deriva del patrón de comparación al calibrarlo en 9 oportunidades en tres fechas distintas.

Las calibraciones realizadas durante el periodo de la comparación muestran una buena estabilidad del instrumento a corto plazo.

Esto se puede ver claramente en la gráfico 1, serie 1 hasta serie 9, donde las calibraciones mencionadas se realizaron en diferentes fechas con pequeñas variaciones de presión atmosférica y de temperatura, también muestra la deriva del patrón, la cual se presenta como una disminución de la lectura del patrón de comparación con respecto al tiempo.

La incertidumbre por deriva se calculó de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$U_{\text{deriva}} = S / N^{1/2}$$

$S =$ *Desviación estándar de los errores promedio obtenidos en las calibraciones realizadas por LCPN-P, ENAER Chile.*

$N =$ *Número de mediciones realizadas por LCPN-P.*

La deriva se calculó para 9 mediciones con un valor de **0,0008 bar**, lo que representa un error máximo del **0,08%** de la escala máxima del instrumento. Esta cifra es 6,3 veces menor que la exactitud declarada para el instrumento, siendo por lo tanto adecuado para los fines de esta comparación.

Este estudio demuestra la confiabilidad y estabilidad del instrumento utilizado como patrón viajero para los efectos y fines de esta comparación.

La guía DKD-R 6-1 empleada es un documento práctico que permite enfrentar los problemas metrológicos que aparecen en la calibración de manómetros y facilitó la comparación.

CONCLUSIONES

De los resultados que obtuvo el laboratorio piloto en las diferentes calibraciones, se puede observar:

MCM. La mejor capacidad de medición de los participantes son concordantes en la mayoría de los casos entre la MCM y los resultados enviados, pero lamentablemente algunos laboratorios no enviaron sus MCM declaradas, por lo que no se pudieron realizar mayores análisis de éste dato.

Error. Los informes de Error son satisfactorios en 05 participantes.

Los participantes P15-26 y P15-62, deben revisar su procedimiento debido a que realizaron mal el cálculo del error.

Los participantes P15-58 y P15-61, deben revisar su presupuesto de incertidumbre, en especial lo correspondiente a resolución, diferencia de altura, repetibilidad, histéresis según sea el caso

Los participantes P15-53 y P15-74, deben revisar su procedimiento de calibración.

Error Normalizado. Los resultados que obtuvieron los participantes en esta comparación mostraron concordancia entre 5 laboratorios de acuerdo al criterio de la ecuación del error normalizado.

Los participantes **P15-26; P15-53; P15-62 y P15-74** obtuvieron $|E_n| > 1.0$ por lo tanto su resultado es: **NO satisfactorio.**

Los laboratorios **P15-58 y P15-61 no fueron evaluados** debido a que presentaron errores en su presupuesto de incertidumbre lo que influye directamente en su desempeño cuando se realiza el cálculo de error normalizado.

En consecuencia de acuerdo a los resultados obtenidos por los Laboratorios participantes en éste ejercicio "Ronda P15 -1 bar" integrantes de la RNM de Chile, se obtiene el siguiente Resultado:

- un 45% tienen un resultado concordante y satisfactorio.
- un 55% tienen un resultado insatisfactorio.

Lo que implica que un 55% de los laboratorios deben revisar sus procedimientos de calibración, presupuestos de incertidumbre y cálculo de error.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece la disposición de participación en esta comparación de los **11 laboratorios Participantes** del Ensayo de Aptitud “**Ronda P15 -1 bar**” y la activa Participación de la División de Metrología del INN.

REFERENCIAS

- (1) Guide to the Expression of uncertainty in measurement JCGM 100:2008 BIPM
- (2) The International System of Units. Bureau International des poids et mesures 8^oedition, 2006.
- (3) Guía de Servicio Alemán de Calibración DKD-R-6-1. Calibración de medidores de presión. PTB- Braunschweig 2003.
- (4) Lineamientos generales y procedimiento del ensayo de Aptitud LCPN-P ENAER 2015.
- (5) GUIDE ISO/IEC 17043 Proficiency testing by interlaboratory comparisons.
- (6) Norma ISO 17025 Requisitos Generales para la competencia de Laboratorios de Calibración y Ensayo.