

Validación del Método de Calibración de Masa Convencional y Volumen de Pesas Clase E2 OIML

El propósito de esta edición es, mostrar el desarrollo de una validación del método de calibración de masa convencional y volumen de pesas clase E2 OIML, aplicado por los laboratorios de metrología de MetAs & Metrólogos Asociados.

Un aspecto importante en la aplicación de los procedimientos de calibración por un laboratorio de calibración es la validación del método descrito en ellos.

La norma internacional ISO/IEC 17025:2005 toma este aspecto en cuenta con los requerimientos siguientes:

5.4.5.1 "La validación es la confirmación, a través del examen y el aporte de evidencias objetivas, de que se cumplen los requisitos particulares para un uso específico previsto".

5.4.5.2 "El laboratorio debe validar los métodos no normalizados, los métodos que diseña o desarrolla, los métodos normalizados empleados fuera del alcance previsto, así como las ampliaciones y modificaciones de los métodos normalizados, para confirmar que los métodos son aptos para el fin previsto..."



Apasionados por la Metrología

La Guía MetAs, es el boletín electrónico de difusión periódica de MetAs & Metrólogos Asociados.

En *La Guía MetAs* se presentan: noticias de la metrología, artículos e información técnica; seleccionada por nuestros colaboradores, que deseamos compartir con Usted, colegas, usuarios, clientes, estudiantes, amigos y en fin, con todos aquellos interesados o relacionados con la metrología técnica e industrial.

Calle: Jalisco # 313. Colonia: Centro
49 000, Cd. Guzmán, Zapotlán El Grande, Jalisco, México
Teléfono & Fax: 01 (341) 4 13 61 23 multi-línea
E-mail: laguiametas@metas.com.mx. Web: www.metas.com.mx

Servicios Metrológicos:

Laboratorio de Calibración:

Presión, Alto Vacío, Temperatura, Humedad, Eléctrica, Vibraciones, Masa, Densidad, Volumen, Óptica y Dimensional

Ingeniería:

Selección de Equipos, Desarrollo de Sistemas de Medición y Software, Reparación y Mantenimiento

Gestión Metrológica:

Subcontratación de Servicios, Outsourcing, Selección de Proveedores, Confirmación Metrológica

Consultoría:

Capacitación, Entrenamiento, Asesoría, Auditorías, Ensayos de Aptitud, Sistemas de Calidad

La norma internacional ISO/IEC 17025:2005 menciona el ensayo de aptitud "comparaciones interlaboratorios", como una de las varias técnicas para la determinación del desempeño de un método.

DESCRIPCIÓN DEL ENSAYO DE APTITUD

La comparación interlaboratorio se realizó dentro de un programa de ensayo de aptitud (CENAM-EA-730-001/2008), desarrollado por el instituto nacional de metrología en México (Centro Nacional de Metrología, CENAM) como laboratorio piloto, convocado por el organismo de acreditación en México (Entidad Mexicana de Acreditación, EMA). El ensayo de aptitud se llevó a cabo desde julio de 2008 hasta agosto de 2009.

Este ensayo de aptitud se desarrolló para demostrar la competencia técnica y asegurar la calidad de los resultados de los laboratorios de calibración, en el alcance de masa convencional y volumen de las pesas clase E2, acreditados por la ema.

Para la ejecución del ensayo de aptitud se usaron como patrones viajeros dos juegos de pesas de clase de exactitud E2 OIML. En orden de evaluar la estabilidad de las pesas, los patrones viajeros fueron calibrados al inicio y al final del ensayo de aptitud por el laboratorio piloto que determinó los valores de referencia.

Patrones viajeros grupo 1: Juego de 5 pesas (2 kg, 1 kg, 200 g, 50 g y 1 g), se les determinó el valor de masa convencional con la incertidumbre correspondiente a la clase de exactitud E2 OIML.

Patrones viajeros grupo 2: Juego de 4 pesas (2 kg, 1 kg, 200 g y 1 g), se les determinó el valor de volumen con la incertidumbre correspondiente.

Los resultados fueron reportados en los formatos de los anexos del protocolo para el ensayo de aptitud y enviados directamente al laboratorio piloto para el análisis de los resultados.

Las incertidumbres han sido evaluadas en base a: ISO/IEC Guide 98-3:2008 "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM)".

Los laboratorios de calibración de pesas deben determinar la masa convencional de las pesas dentro del error máximo permisible de las clases de exactitud. Por lo tanto, la incertidumbre en la calibración de pesas deben ser mejor o igual que un tercio del error máximo

Ensayo de Aptitud

-

CENAM-EA-
730-001/2008

permisible de una cierta clase de exactitud. Por esta razón, los laboratorios de calibración de pesas son acreditados con una mejor capacidad de medición y calibración, la cual, corresponde a un tercio del error máximo permisible de una cierta clase de exactitud OIML. En este ensayo de aptitud se declararon las incertidumbres reales del laboratorio, en lugar de la "capacidad de medición y calibración" acreditada.

RESULTADOS - DETERMINACIÓN DE MASA CONVENCIONAL DE LAS PESAS DEL GRUPO 1

El procedimiento utilizado por MetAs, para medir el valor de masa convencional y su incertidumbre para las pesas del grupo 1, fue el método de sustitución doble ABBA. Los valores de volumen de las pesas del grupo 1 fueron proporcionados por el laboratorio piloto.

Patrones
Viajeros
Grupo 1
-
5 pesas E2

Patrón Viajero	Error m_x^c Cenam	Error m_x^c MetAs	Incertidumbre Expandida (k=2) Cenam	Incertidumbre Expandida (k=2) MetAs	Error Normalizado	Declaración Conformidad
Grupo 1	mg	mg	mg	mg	En	Si $\leq 1 < No$
M-2 kg	-1,49	-1,50	$\pm 0,29$	$\pm 0,35$	-0,015	Aceptable
M-1 kg	-0,596	-0,63	$\pm 0,070$	$\pm 0,18$	-0,18	Aceptable
M-200 g	-0,131	-0,090	$\pm 0,024$	$\pm 0,035$	0,97	Aceptable
M-50 g	-0,063	-0,056	$\pm 0,008 4$	$\pm 0,010$	0,53	Aceptable
M-1 g	-0,003 2	-0,004 0	$\pm 0,001 9$	$\pm 0,003 5$	-0,20	Aceptable

Cuadro 1. Mediciones, incertidumbres y análisis de resultados de las pesas del grupo 1



Gráfico 1. Resultados obtenidos de la pesa 2 kg (grupo 1)

Grupo 1
 2 kg
 1 kg
 200 g
 50 g
 1 g

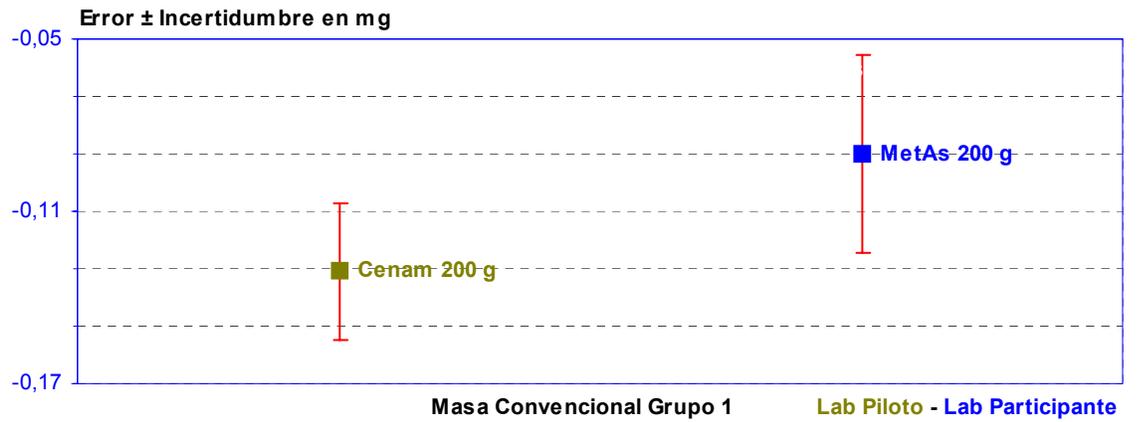


Gráfico 2. Resultados obtenidos de las pesas 1 kg, 200 g, 50 g y 1 g (grupo 1)

En la determinación de masa convencional, de las pesas del grupo 1, por el método de comparación por sustitución se realizó mediante la ecuación:

$$m_x^c = m_p^c - (\rho_a - 1,2) \cdot (V_p - V_x) + \Delta m \quad (1)$$

Donde:

m_x^c masa convencional de la pesa desconocida

m_p^c masa convencional de la pesa patrón

ρ_a densidad del aire promedio

V_p volumen de la pesa patrón

V_x volumen de la pesa desconocida

Δm diferencia de pesada observada entre la pesa desconocida y la pesa patrón.

Patrones Viajeros Grupo 2

4 pesas E2

A las pesas del grupo 1, no se les realizó ningún método de limpieza; la única limpieza fue la de remover de la superficie las partículas, utilizando una brocha de pelo suave (pelo de camello).

El laboratorio piloto utilizó el procedimiento de calibración de masa convencional de los patrones viajeros del grupo 1, por subdivisión utilizando el método de sustitución doble.

RESULTADOS - DETERMINACIÓN DE VOLUMEN DE LAS PESAS DEL GRUPO 2

El procedimiento utilizado por MetAs para medir el valor de volumen y su incertidumbre para las pesas del grupo 2 fue el método de pesada hidrostática (método A1 descrito en OIML R 111-1).

Patrón Viajero	Volumen V_x Cenam	Volumen V_x MetAs	Incertidumbre Expandida (k=2) Cenam	Incertidumbre Expandida (k=2) MetAs	Error Normalizado	Declaración Conformidad
Grupo 2	cm³	cm³	cm³	cm³	En	Si $\leq 1 < No$
V-2 kg	254,671 2	254,666	$\pm 0,004 3$	$\pm 0,021$	-0,05	Aceptable
V-1 kg	127,232 3	127,242	$\pm 0,002 4$	$\pm 0,011$	0,88	Aceptable
V-200 g	24,855 8	24,856 0	$\pm 0,000 9$	$\pm 0,002 1$	0,07	Aceptable
V-1 g	0,125 9	0,126 1	$\pm 0,000 4$	$\pm 0,000 2$	0,40	Aceptable

Cuadro 2. Mediciones, incertidumbres y análisis de resultados de las pesas del grupo 2

Grupo 2
 2 kg
 1 kg
 200 g
 1 g

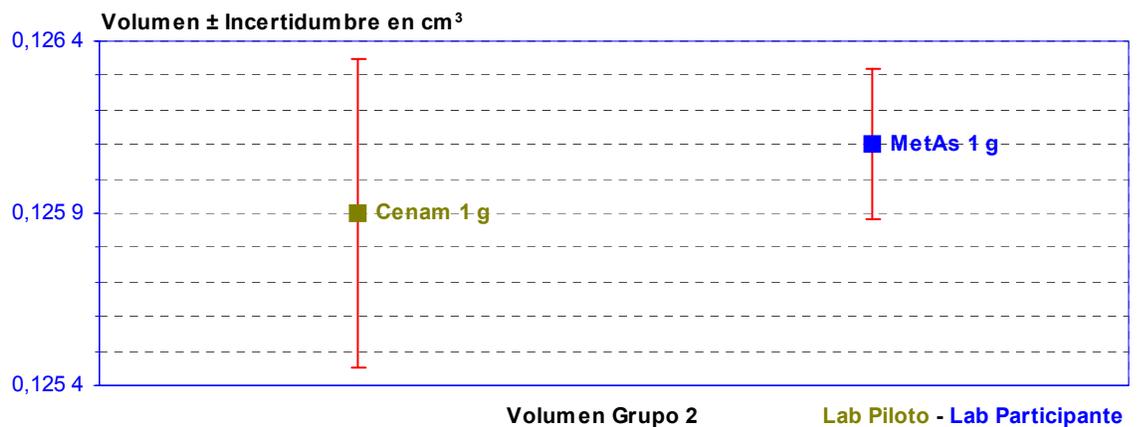
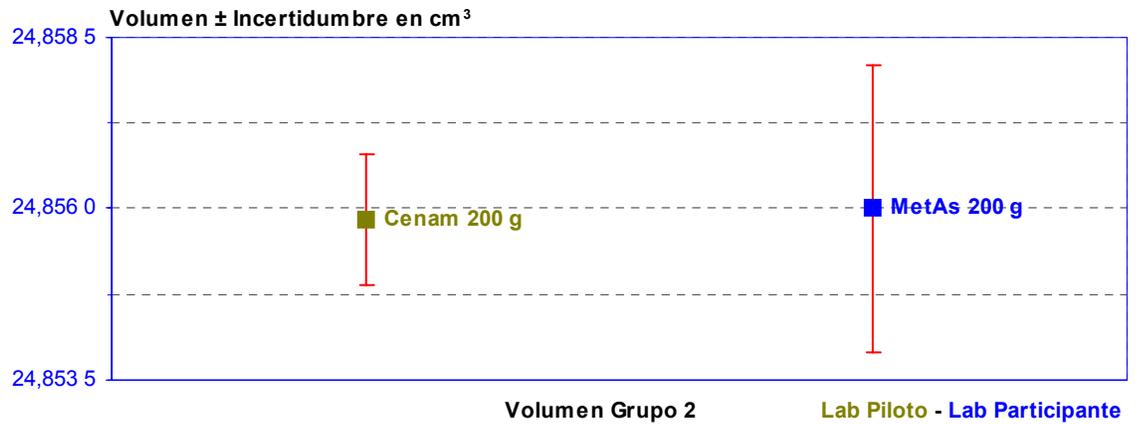
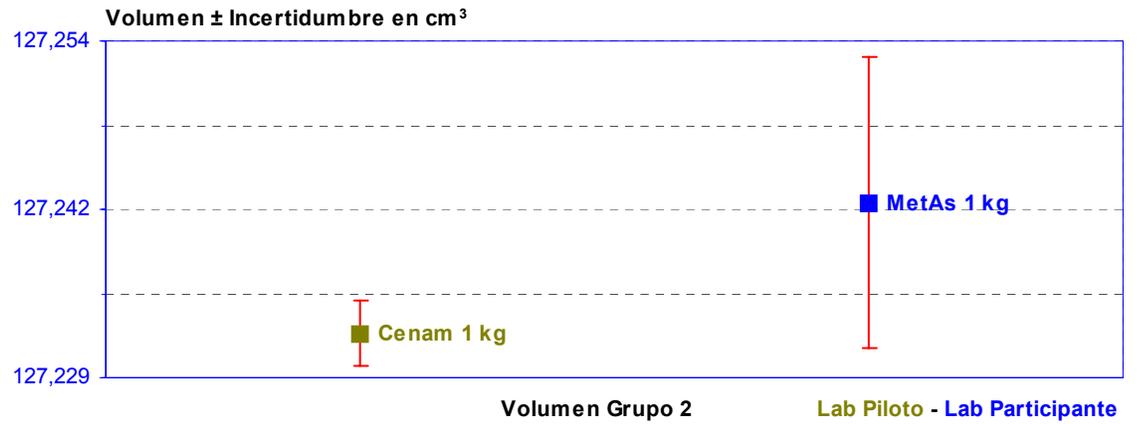
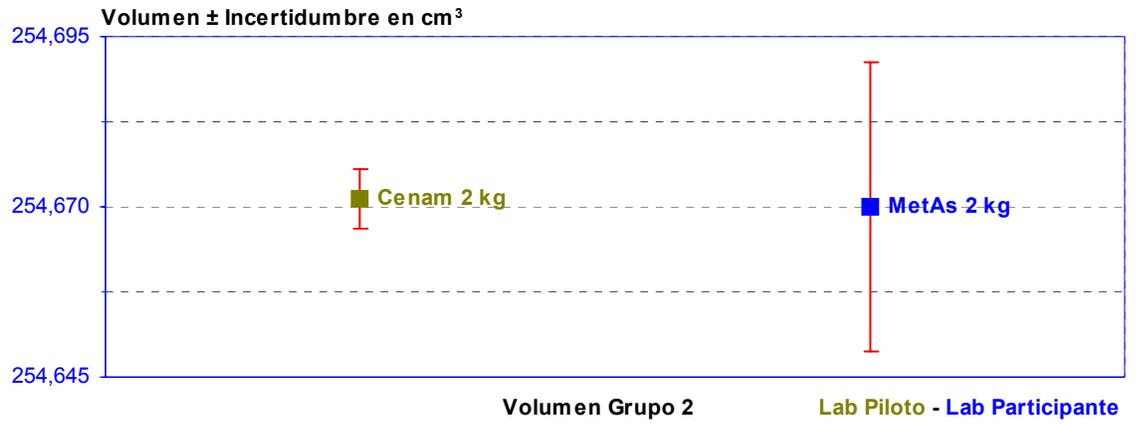


Gráfico 3. Resultados obtenidos de las pesas 2 kg, 1 kg, 200 g y 1 g (grupo 2)

El volumen de la pesa desconocida se determina mediante la ecuación:

$$V_x = \frac{(m_a - \rho_a V_{p1}) - (m_{liq} - \rho_a V_{p2})}{\rho_{liq} - \rho_a} \quad (2)$$

Donde:

- m_a masa de la pesa desconocida en el aire
- m_{liq} masa de la pesa desconocida en el agua
- ρ_{liq} densidad del agua a la temperatura de la medición
- ρ_a densidad del aire promedio
- $V_{p1,2}$ volumen de la pesa patrón en el aire y en el agua

Error Normalizado
 E_n

EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO DEL LABORATORIO PARTICIPANTE

Una manera de evaluar el desempeño del laboratorio participante es mediante el uso del error normalizado con respecto a las incertidumbres de las mediciones. El cálculo del error normalizado es realizado por el uso de la ecuación siguiente:

$$E_n = \frac{X_{lab} - X_{ref}}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}} \quad (3)$$

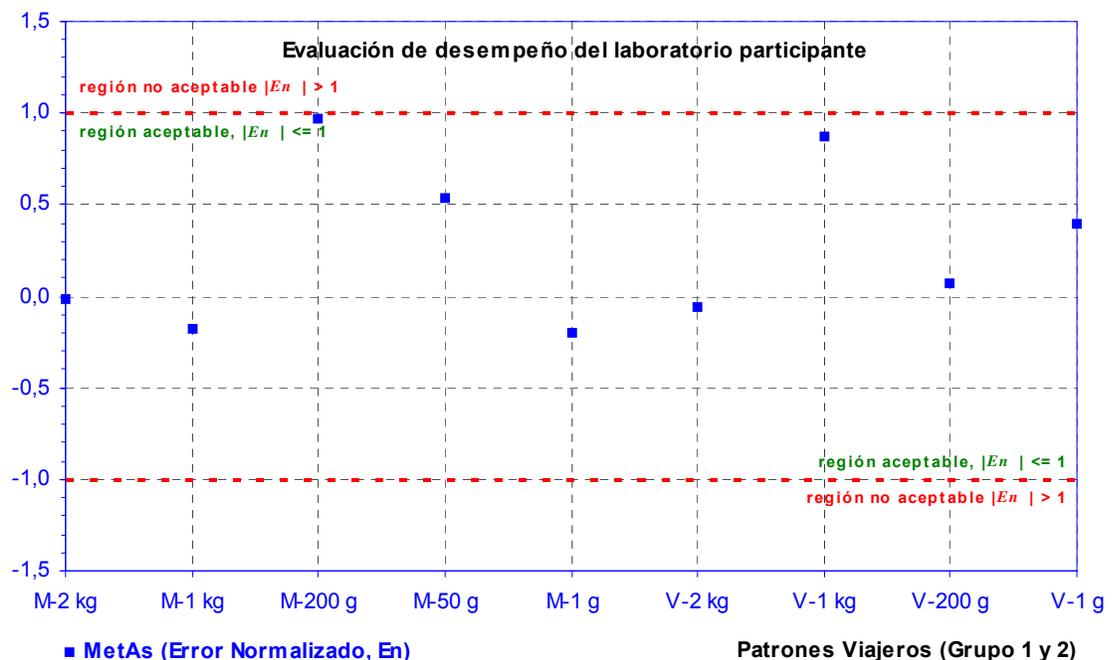


Gráfico 4. Evaluación de desempeño del laboratorio participante

Donde:

E_n error normalizado

X_{lab} resultado de medición del laboratorio participante

X_{ref} resultado de medición del laboratorio de referencia

U_{lab} incertidumbre expandida del laboratorio participante

U_{ref} incertidumbre expandida del laboratorio de referencia

Esta ecuación da un número que puede ser positivo o negativo. Los valores de error normalizado, E_n , entre -1 y $+1$ indican que la diferencia entre los valores medidos por el laboratorio participante y el laboratorio de referencia es menor o igual que la incertidumbre combinada del laboratorio participante y del laboratorio de referencia. Si un laboratorio participante resulta con un valor de E_n entre -1 y $+1$, generalmente es considerado que tienen un desempeño de medición e incertidumbre aceptable, y es competente.

E_n ,

entre -1 y $+1$

-

Medición e
Incertidumbre
Aceptable

El gráfico 4, presenta la evaluación de desempeño mediante el error normalizado, E_n (del cuadro 1 y 2) en forma gráfica. La sección de la izquierda presenta las pesas del grupo 1 (masa convencional); y la sección de la derecha presenta las pesas del grupo 2 (volumen). La evaluación del desempeño en este ensayo de aptitud es satisfactoria con errores normalizados ≤ 1 , para los 9 patrones viajeros.

Los cuadros y la gráfica del cálculo del error normalizado son disponibles, en archivo Excel, a solicitud a: laguiametas@metas.com.mx.

REFERENCIAS

- CENAM. (2008). Protocolo para el ensayo de aptitud en el área de masa en el alcance de masa y volumen de las pesas clase E₂ CENAM-EA-730-001/2008. Julio de 2008.
- CENAM. (2009). Informe final del ensayo de aptitud CENAM-EA-730-001/2008. 2009-08-27.
- ISO/IEC 17025. (2005) (E). General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Second Edition.
- ISO/IEC 17025. (2005) (ES). Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración. 2a edición.
- OIML R 111-1 (2004). Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ and M₃ Part 1: Metrological and technical requirements. International Organization of Legal Metrology.
- GUM. (1995). Guide to the expression of uncertainty in measurement. Second printing. BIPM; IEC; IFCC; ISO; IUPAC; IUPAP; OIML.
- EA-02/03 (EAL-P7, 1996). EA Interlaboratory Comparisons, European cooperation for Accreditation of Laboratories.