

COMPARACIÓN DE PATRONES DE PRESIÓN EN EL SIM/ANDIMET

R. Idrovo Calderón*, Catalina Neira*, Jorge C. Torres G.**

*Superintendencia de Industria y Comercio (SIC), Colombia
Transversal 40A No. 38-50, Bogotá, D. C., Colombia.

Tel. 57 (1) 315 32 65, fax 57 (1) 315 32 92 e-mail ridrovoc@lycos.com

**Centro Nacional de Metrología (CENAM), México.
km 4,5 carretera a Los Cués, El Marqués, Querétaro C.P. 76 241, México
Tel. 52 (442) 211 0500, fax 52 (442) 215 3904, e-mail jtorres@cenam.mx.

Resumen: Esta constituye la primera comparación en la magnitud presión en el grupo ANDIMET. La comparación se llevó a cabo del 13 de septiembre de 2001 al 26 de febrero de 2002. Para la comparación se utilizó como patrón de comparación un manómetro electrónico con alcance de medición de 25 MPa, con clase de exactitud del 0,05 % del alcance de medición y una resolución de 100 Pa. El instrumento fue facilitado por el Physikalisch-Technische Bundesanstalt PTB de Alemania, quien patrocinó el evento. Participaron también en la comparación Chile y México. El laboratorio piloto de la comparación fue la Superintendencia de Industria y Comercio (SIC) de Colombia.

INTRODUCCIÓN

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 presión de los Institutos Nacionales de Metrología (INM), permite asegurar el grado de equivalencia de las mediciones entre los países así como una diseminación correcta de la magnitud. Por lo anterior se puede decir que la solidez y la confianza, tanto en el ámbito nacional como en el internacional, de los sistemas de medición se fortalece con las comparaciones entre laboratorios.

Los resultados que aquí se presentan corresponden a la primera comparación de laboratorios nacionales entre los países andinos (los cuales integran el grupo de ANDIMET, uno de los 5 grupos del Sistema Interamericano de Metrología, SIM) formado por Bolivia, Colombia, Ecuador, Perú, y Venezuela. Esta comparación contó con la participación adicional de Chile (con ENAER designado oficialmente laboratorio custodio del patrón nacional). La participación en esta comparación del Centro Nacional de Metrología (CENAM) de México permite conocer la compatibilidad de las mediciones que tiene la región a nivel mundial.

La comparación se llevó a cabo dentro del marco de la Cooperación Técnica entre el Physikalisch-Technische Bundesanstalt PTB y los países andinos.

OBJETIVO

Realizar una comparación en la magnitud de presión entre los laboratorios metrologógicos nacionales de los países de ANDIMET, México y la participación adicional de Chile, con el fin de estimar los niveles de concordancia para la realización de la magnitud presión entre los laboratorios participantes, incluyendo desviación e incertidumbre asociada^{1,2}.

Complementariamente, se buscó unificar los métodos de calibración en la región al utilizar la misma guía de referencia, DKD-R6-1³ y conocer la capacidad de medición de presión que tiene cada una de las instituciones participantes.

DATOS GENERALES

Laboratorios participantes

Todos los laboratorios participantes utilizaron manómetros a pistón tipo simple para esta comparación, ver tabla 1.

Patrón de comparación

El manómetro eléctrico que se utilizó como patrón de comparación está constituido por un transductor de presión y un indicador electrónico programado para dar lecturas de presión (Process Panel Meter DC Current, Voltage, Potentiometer). Este manómetro fue facilitado por el PTB para la comparación. Las características del patrón de la comparación se presentan en la tabla 2.

Laboratorio		País	Área efectiva pistón-cilindro, m ²	Gravedad local ms ⁻²	Alcance de Medición, MPa	Incertidumbre relativa (lectura), k=2
Superintendencia de Industria y Comercio	SIC	Colombia	8,060 58 . 10 ⁻⁶	9,773 867	70	2,2.10 ⁻⁵
Instituto Boliviano de Metrología	IBMETRO	Bolivia	1,571 42 . 10 ⁻⁵	9,774	200	3 . 10 ⁻⁴
Instituto Nacional de Defensa de la Competencia de la Propiedad Intelectual	INDECOPI	Perú	8,065 2 . 10 ⁻⁶	9,782 593	30	2 . 10 ⁻⁴
Instituto Ecuatoriano de Normalización	INEN	Ecuador	6,448 25 . 10 ⁻⁶	9,772 6	70	9,3.10 ⁻⁵ + 7.P(MPa).10 ⁻⁷
Servicio Autónomo Nacional de Normalización, Calidad, Metrología y Reglamentos Técnicos	SENCAMER	Venezuela	6,451 39 . 10 ⁻⁶	9,779 3	10 a 100	2,5 . 10 ⁻⁴
Empresa Nacional Aeronáutica de Chile	ENAER	Chile	1,96 . 10 ⁻⁵	9,794 4	50	5 . 10 ⁻⁵
Centro Nacional de Metrología	CENAM	México	9,805 18 . 10 ⁻⁶	9,780 845	100	3,1 . 10 ⁻⁵

Tabla 1. Laboratorios participantes y sus patrones.

Tipo de Transductor:	Piezoresistivo
Alcance de Medición:	25 MPa
Unidad de medición:	bar
Resolución:	0,001 bar
Clase de exactitud:	0,05 % Alcance Total
Marca del Transductor:	WIKA
Modelo y Número de Identificación:	891.20.501, # 639110 y 639080
Marca del Indicador:	Newport Electronics
Modelo y Número de Identificación:	INFINITY INFP , # 1213002-30

Tabla 2. Patrón de comparación.

Programa de la comparación

La comparación se realizó en cuatro etapas:

- a) Preparación. El CENAM realizó mediciones previas. El SIC, con la participación y asesoría del CENAM, estableció los lineamientos generales de la comparación.
- b) Seminario de apertura. Los días 13 y 14 de septiembre de 2001 se llevó a cabo el seminario de apertura de la comparación con la asistencia de los representantes de los laboratorios

participantes. En este evento se presentaron los documentos base^{3, 4, 5, 6, 7} y actividades a realizar.

- c) Rondas de comparación. Se seleccionaron buscando la mejor y más fácil movilización del equipo de comparación, ver figura 1.
- d) Seminario de clausura. Los días 25 y 26 de febrero de 2002 se llevó a cabo el seminario de clausura de la comparación con la asistencia de los representantes de los laboratorios participantes. En este evento se presentaron los resultados y conclusiones de la comparación así como discusión y aceptación de estos.

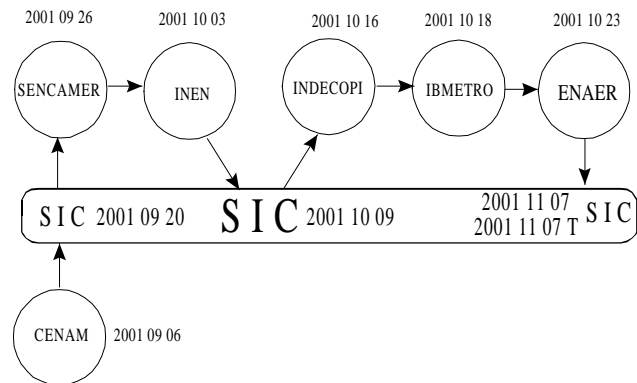
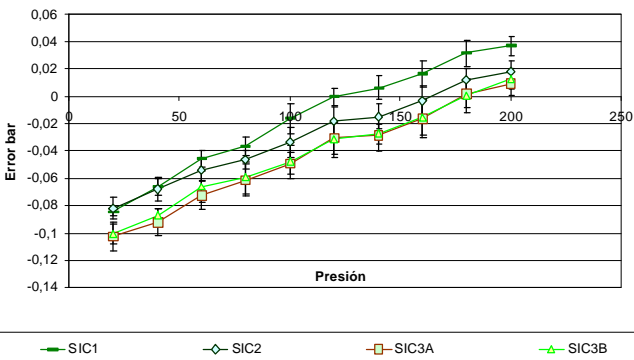


Figura 1. Rondas de la Comparación.

RESULTADOS

Comportamiento del patrón de comparación

El laboratorio piloto (SIC) realizó un estudio de la deriva del patrón de comparación calibrándolo en 4 ocasiones. Los datos obtenidos se presentan gráficamente y se encuentran rotulados con SIC1, SIC2, SIC3A y SIC3B. La medición uno (1) se realizó al inicio de la comparación, septiembre 20; la dos (2) a la mitad de las rondas de comparación, octubre 9; la tres (3) al final, noviembre 7 en la mañana (SIC3A) y en la tarde (SIC3B).



Gráfica 1. Error promedio, E , e incertidumbre expandida, U ($k=2$, 95%). Laboratorio piloto.

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 incertidumbre 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 el SIC, para el error y la incertidumbre combinada, son el promedio de las lecturas realizadas de las 3 diferentes fechas de toma de lectura en la SIC.

$$E_{SIC} = (SIC1 + SIC2 + SIC3A) / 3 \quad (1)$$

$$U_{SIC} = (U_{SIC1} + U_{SIC2} + U_{SIC3}) / 3 \quad (2)$$

La gráfica 2 muestra las curvas del error encontrado para el patrón de comparación por cada uno de los laboratorios participantes.

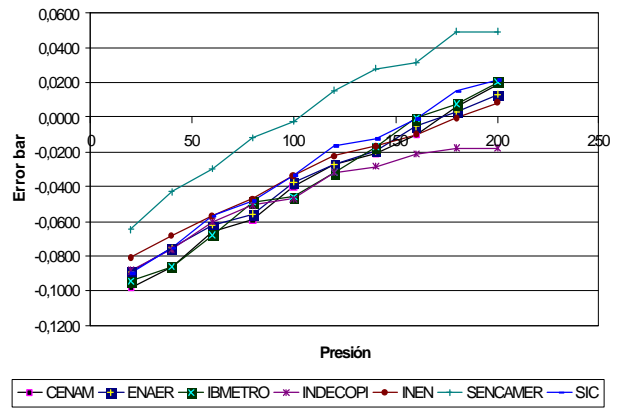
bar	CENAM	ENAER	IBMETRO	INDECOPI	INEN	SENCAM	SIC
2	-0,0983	-0,0893	-0,0947	-0,0888	-0,0808	-0,0645	-0,0898
4	-0,0863	-0,0756	-0,0861	-0,0760	-0,0684	-0,0427	-0,0756
6	-0,0661	-0,0624	-0,0678	-0,0598	-0,0569	-0,0298	-0,0573
8	-0,0590	-0,0556	-0,0484	-0,0503	-0,0468	-0,0117	-0,0483
10	-0,0399	-0,0375	-0,0458	-0,0467	-0,0341	-0,0025	-0,0331
12	-0,0274	-0,0271	-0,0320	-0,0321	-0,0223	0,0155	-0,0164
14	-0,0210	-0,0196	-0,0173	-0,0288	-0,0168	0,0281	-0,0122
16	-0,0103	-0,0053	-0,0007	-0,0212	-0,0103	0,0317	-0,0010
18	0,0060	0,0032	0,0076	-0,0178	-0,0005	0,0495	0,0150
20	0,0188	0,0128	0,0202	-0,0178	0,0086	0,0494	0,0214

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

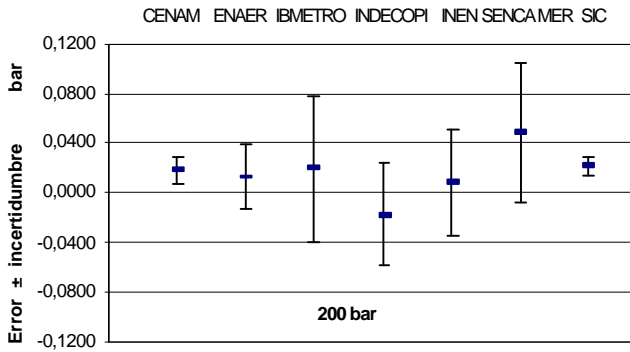
bar	CENAM	ENAER	IBMETRO	INDECOPI	INEN	SENCAM	SIC
2	0,0155	0,0200	0,0085	0,0164	0,0146	0,0136	0,0074
4	0,0199	0,0180	0,0133	0,0135	0,0091	0,0148	0,0083
6	0,0121	0,0139	0,0207	0,0148	0,0177	0,0185	0,0084
8	0,0111	0,0139	0,0256	0,0185	0,0204	0,0235	0,0085
10	0,0099	0,0159	0,0311	0,0219	0,0242	0,0312	0,0101
12	0,0074	0,0197	0,0363	0,0250	0,0245	0,0366	0,0097
14	0,0074	0,0234	0,0417	0,0288	0,0294	0,0397	0,0083
16	0,0081	0,0215	0,0472	0,0321	0,0335	0,0454	0,0114
18	0,0072	0,0241	0,0530	0,0361	0,0403	0,0511	0,0093
20	0,0108	0,0263	0,0590	0,0410	0,0430	0,0566	0,0081

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

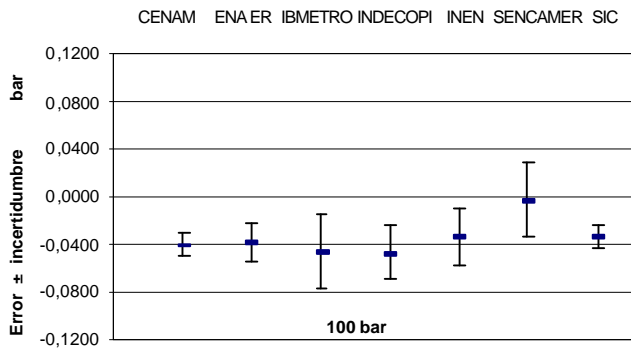
A continuación se presentan gráficamente los resultados obtenidos por los participantes para el error promedio E (de la Tabla 3). Las gráficas 3 y 4 muestran los casos extremos, en donde se obtuvo mayor concordancia y en donde se presentó la mayor dispersión entre los resultados de los laboratorios participantes, de acuerdo a los datos presentados en las Tablas 3 y 4.



Gráfica 2. Curvas de error, E , de los laboratorios.



Gráfica 3. Datos de error promedio E , con incertidumbre expandida, U , en el punto de medición con mayor dispersión.



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

DISCUSIÓN

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.

En primera instancia se tomó en cuenta la participación del laboratorio primario externo a ANDIMET, el CENAM. Por lo que para la definición del valor de error de referencia se utilizó la siguiente ecuación.

$$E_{ref} = (E_{SIC} + E_{CENAM}) / 2 \tag{3}$$

La definición del valor de referencia para la incertidumbre U_{ref} , se realizó tomando

consideraciones similares, por lo que la ecuación utilizada fue:

$$U_{ref} = \sqrt{U_{SIC}^2 + U_{CENAM}^2 + U_{deriva}^2} \tag{4}$$

Donde U_{deriva} es la incertidumbre debida a la deriva del patrón de comparación y se calcula de:

$$U_{deriva} = S / N^{1/2} \tag{5}$$

S = repetibilidad de los errores promedio obtenidos en las tres calibraciones con diferente fecha realizadas por la SIC.

N = Número de mediciones con diferente fecha realizadas por el SIC (3).

Desempeño de los laboratorios

Los resultados obtenidos por los laboratorios se analizaron, mediante el criterio de comparaciones del error normalizado, E_n . El error normalizado es definido en las normas sobre comparaciones^{8, 9} y utilizado en otras comparaciones¹⁰. El error normalizado se calcula mediante la fórmula que se da a continuación, fórmula que se aplica para cada punto de medición examinado del laboratorio analizado y el respectivo valor de referencia, de acuerdo a la definición anterior.

$$E_n = (E_{lab} - E_{ref}) / \sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2} \tag{6}$$

E_n = Error normalizado.

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

E_{ref} = Error de la medición de referencia.

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

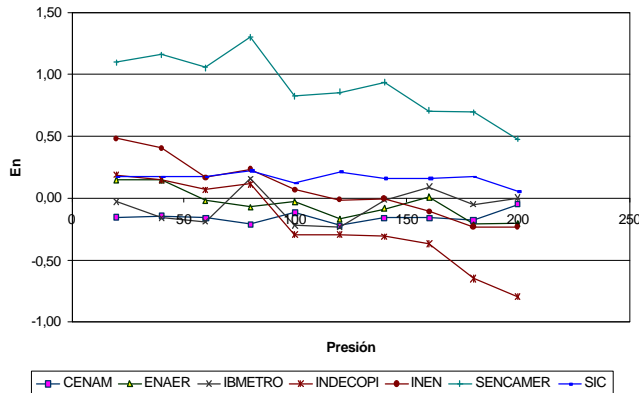
U_{ref} = Incertidumbre expandida (k=2) de referencia.

Al utilizar este criterio para las comparaciones, el valor absoluto del error normalizado E_n , debe ser menor a uno para considerar una compatibilidad de mediciones entre laboratorios. El conjunto de los errores normalizados E_n , de todos los participantes y de todos los puntos de medición están en la tabla 5 (tabla de errores).

bar	CENAM	ENAER	IBMETRO	INDECOPI	INEN	SENCAM	SIC
20	-0,15	0,15	-0,03	0,19	0,48	1,10	0,17
40	-0,15	0,15	-0,16	0,15	0,40	1,16	0,17
60	-0,16	-0,02	-0,19	0,07	0,16	1,05	0,17
80	-0,21	-0,07	0,15	0,11	0,23	1,30	0,22
100	-0,12	-0,03	-0,22	-0,29	0,07	0,82	0,12
120	-0,22	-0,17	-0,23	-0,29	-0,01	0,85	0,21
140	-0,16	-0,08	-0,02	-0,31	-0,01	0,93	0,16
160	-0,16	0,01	0,09	-0,37	-0,11	0,71	0,16
180	-0,18	-0,21	-0,05	-0,65	-0,23	0,69	0,18
200	-0,05	-0,20	0,00	-0,80	-0,23	0,48	0,05

Tabla 5. Datos del error normalizado de los laboratorios participantes.

La gráfica 5 es una presentación esquemática de los errores normalizados, E_n , de los laboratorios participantes.



Gráfica 5. Curvas del error normalizado de los laboratorios participantes.

CONCLUSIONES

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

- 1) Las calibraciones realizadas el mismo día muestran una buena estabilidad del instrumento a corto plazo. Esto se puede ver claramente en la gráfica 1, curvas SIC3A y SIC3B, donde las calibraciones mencionadas se realizaron una en la mañana y otra en la tarde con pequeñas variaciones de presión atmosférica y de humedad. Este estudio demuestra la transparencia del instrumento utilizado como patrón de comparación a estos efectos y la confiabilidad por la estabilidad del mismo para los fines de esta comparación.
- 2) El SIC realizó un estudio de la deriva del patrón de comparación al calibrarlo en tres fechas. La

gráfica 1, muestra la deriva del patrón, la cual se presenta como una disminución de la lectura del patrón de comparación con respecto al tiempo, en todo su alcance de medición. La deriva se calculó para los 2 meses en 0,034 bar, lo que representa un error máximo del 0,014% de la escala máxima del instrumento. Esta cifra es 3,6 veces menor que la exactitud declarada para el instrumento, siendo por lo tanto adecuado para los fines de esta comparación.

El manómetro utilizado como patrón de comparación presentó un reto significativo para los metrologos que realizaron su calibración, ya que no es un instrumento de calibración común en los laboratorios participantes y permitió con esto demostrar la pericia del operador.

La guía DKD-R 6-1³ empleada es un documento práctico que permite enfrentar los problemas metrológicos que aparecen en la calibración de manómetros y facilitó la comparación.

El uso del formato 1⁶, hoja de cálculo basada en la guía DKD-R 6-1³, permitió unificar la evaluación de errores e incertidumbres y asegurar que las lecturas obtenidas fueran comparables y en condiciones similares para todos los laboratorios.

El ejercicio de la elaboración del formato 2⁷ permitió a los laboratorios participantes familiarizarse con un formato para Certificados de Calibración que recoge las pautas de la norma 17 025¹¹ y que de usarse, a elección de cada laboratorio participante, se lograría una unificación en este aspecto en la región. En este formato se utiliza la ecuación 18³ para el cálculo de la exactitud y declaración de conformidad a la clase de exactitud especificada por el fabricante. Todos los laboratorios declararon conformidad de clase del manómetro calibrado (0,05% de alcance máximo de medición).

La ecuación 18 de la guía DKD-R 6-1³, se refiere a la Indicación de una Exactitud (G) tomando en cuenta la incertidumbre de medición (U) y el error de medición (Abw). La exactitud para un punto de medición es calculada según la siguiente ecuación:

$$G_j = |Abw_j| + k \cdot \sqrt{u_N^2 + u_V^2 + u_K^2} \quad (k=2) \quad (7)$$

donde,

- u_N incertidumbre del patrón de referencia utilizado,
- u_V incertidumbre del procedimiento de calibración,
- u_K incertidumbre del objeto a calibrar.

Los resultados que obtuvieron los laboratorios participantes en esta comparación mostraron concordancia entre sí y dentro de los límites establecidos como satisfactorios, de acuerdo al uso de la ecuación del error normalizado.

Uno de los laboratorios participantes utilizó su patrón de referencia por debajo del 10% de alcance máximo de medición y fuera del alcance de medición calibrado, por lo que sus resultados en el alcance empleado en la comparación estuvieron fuera de los límites de concordancia establecidos por el error normalizado.

Adicionalmente, la curva de error de este mismo laboratorio presenta una desviación sistemática en comparación con la media de los demás laboratorios, por lo que se recomienda que el laboratorio investigue las causas de esta desviación para mejorar sus mediciones.

Los resultados satisfactorios obtenidos por los países integrantes de Andimet y los laboratorios de Chile y México, permiten confiar en las mediciones de presión que realiza esta región en los niveles de incertidumbre declarados por cada laboratorio en esta comparación.

Como un resultado colateral, los laboratorios participantes han incrementado la confianza en sus propias mediciones, así como logrado mejorar el conocimiento de sus sistemas de medición y se fomentó la integración regional.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece la disposición de participación en esta comparación del laboratorio de presión del PTB. Aunque, lamentablemente debido a causas ajenas a los involucrados en esta comparación durante el envío del patrón de calibración a Alemania, al final de las rondas en Andimet, el patrón sufrió daños que hacen muy difícil comparar las mediciones realizadas por el PTB.

Al jefe de la Cooperación Técnica para América Latina del PTB Dr. Reiner Schroerswarz por la ayuda en todo lo relacionado con esta comparación, al Ing. Hans Peter Scheuermann Coordinador Regional de la comparación del PTB.

A los directivos de la Superintendencia de Industria y Comercio (SIC) por facilitar la realización de esta comparación y al CENAM por su apoyo.

Al M. en I. Juan Benjamín Soriano del CENAM realizador del formato 2, a la Ing. Hortencia Dávila de IBMETRO, al Físico Juan Rodríguez de

INDECOPI, al Físico José Antonio Uzcanga de SENCAMER, al Físico René Chanchay de INEN, al Ing. José Palma Carrasco de ENAER por el excelente trabajo que han realizado para sus institutos y países en esta comparación.

REFERENCIAS

- [1] Guide To The Expression of Uncertainty in Measurement, ISO TAG 4 WG 3. BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML; 1995.
- [2] The International System of Units. Bureau international des poids et mesures. 7^e édition, 1998. ISBN 92-822-2154-7.
- [3] Guía Servicio Alemán de Calibración DKD-R 6-1. Calibración de medidores de presión. PTB - Braunschweig 1998.
- [4] Lineamientos generales y procedimiento de la comparación SIM/ANDIMET-PTB-CENAM-ENAER. SIC- CENAM. Bogotá D. C. Colombia. Septiembre 2001.
- [5] Lista de verificación para la calibración del manómetro eléctrico de la comparación SIM/ANDIMET-PTB-CENAM-ENAER. SIC- CENAM. Bogotá D. C. Colombia. Septiembre 2001.
- [6] Soriano Benjamín. Formato 1: Hoja de Cálculo. Toma de datos y evaluación. Archivo Excel. División de Fuerza y Presión del CENAM, México.
- [7] Idrovo Calderón R. Formato 2: Informe de Calibración. Archivo Excel. Laboratorio de Presión y Manometría. Superintendencia de Industria y Comercio S I C, Colombia.
- [8] EAL-P7. EAL Interlaboratory comparisons. Edition 1. March 1996.
- [9] GUIDE 43-1. ISO - IEC Proficiency testing by interlaboratory comparisons. Part 1.
- [10] Torres-Guzmán J., Soriano-Cardona B., Couto P., Pressure Standards Comparison within the Interamerican Metrology System (SIM), up to 100 MPa. NCSLI 2001. Washington 2001.
- [11] Norma ISO 17 025 Requisitos Generales para la Competencia de Laboratorios de Calibración y Ensayo.