

RESULTADOS DEL ENSAYO DE APTITUD PARA EL SERVICIO DE CALIBRACIÓN DE BLOQUES PATRÓN CON LONGITUD DE HASTA 100 mm POR EL MÉTODO DE COMPARACIÓN MECÁNICA.

Colín Castellanos, Carlos
Centro Nacional de Metrología (CENAM)
Carretera a los Cues km 4,5, Municipio del Marqués, Querétaro, México.
(442) 211-0500, ccolin@cenam.mx

Resumen: Se presentan los resultados de 11 laboratorios de calibración en la magnitud de longitud (dimensional) que participaron en el ensayo de aptitud CNM-EA-740-001/2005 para la calibración de bloques patrón longitudinales por el método de comparación mecánica. El ensayo pretende demostrar de manera objetiva a los organismos de evaluación de la conformidad, la confiabilidad de los resultados de calibración que producen los laboratorios de calibración de bloques patrón. Para cumplir con el objetivo, se circularon 10 bloques patrón, 5 de acero y 5 de cerámica con longitudes entre 2 mm y 100 mm, para que cada uno de los participantes determinara la desviación de la longitud central (conforme a la norma ISO 3650 1998) empleando un comparador electro-mecánico con dos palpadores.

La división de metrología dimensional del CENAM, como responsable técnico del ensayo se encargó de preparar la documentación necesaria, de la circulación de los patrones y del análisis de los resultados que se presentan en este documento.

1. INTRODUCCIÓN

Los ensayos de aptitud proveen a los organismos de evaluación de la conformidad, de un método objetivo para conocer la confiabilidad y uniformidad (consistencia) de los resultados que los laboratorios producen; asegurando la calidad de los mismos como parte integral del proceso de evaluación y acreditación.

Asimismo, los ensayos de aptitud son necesarios para cumplir con uno de los requisitos para la inclusión de los laboratorios de calibración de México, a arreglos de reconocimiento regionales e internacionales, los cuales simplifican el intercambio comercial entre los países firmantes al reconocer sus informes de calibración.

Precisamente, este ejercicio esta encaminado a cumplir con este requisito, y a probar que el aseguramiento metrológico de las mediciones que producen los participantes (confiabilidad y uniformidad), esta garantizado si el grado de equivalencia es adecuado con respecto a los valores de referencia obtenidos por una técnica de medición superior.

2. PARTICIPANTES.

Once laboratorios de calibración que ofrecen o pretenden ofrecer en un futuro inmediato, el servicio de calibración de bloques patrón por la técnica de comparación mecánica, participaron en este ejercicio. La organización de este Ensayo de Aptitud estuvo coordinada por la División de Metrología Dimensional del CENAM.

El modelo de circulación de los patrones fue *circular*, con dos controles metrológicos uno al inicio y otro al final

Cada participante tuvo 5 días hábiles para efectuar las mediciones, el período de tiempo en que se realizó esta actividad fue del 31 de octubre de 2005 al 7 de abril de 2006. La tabla 1 muestra el nombre de los laboratorios participantes y las fechas de medición que les correspondió.

Tabla 1. Participantes.

Laboratorio	Fecha de medición
Volkswagen de México (VW)	7-15 /11/2005
Centro de Ingeniería y Desarrollo Industrial (CIDESI)	16-24/11/2005
Centro de Investigaciones en Óptica, A.C. (CIO)	25-5/12/ 2005

<i>Instituto de Fundición y Maquinado del Estado de Jalisco (IFMJ)</i>	6–23/12/2005
<i>Laboratorios AR de México, S.A. de C.V. (LARMEX)</i>	3–11/01/2006
<i>Laboratorio de Pruebas y Mediciones Estándar (LPME)</i>	12–20/01/2006
<i>Asesoría y Tecnología en Calibración, S.A. de C.V. (ASTECA)</i>	21–31/01/2006
<i>Aseguramiento Metrológico, S.A. de C.V. (ASMET)</i>	1–9/02/2006
<i>Mitutoyo Mexicana, S.A. de C.V. (MITUTOYO)</i>	10–20/02/2006
<i>Centro Regional de Optimización y Desarrollo de Equipo – Mérida (CRODE)</i>	01-10/03/2006
<i>Kalibrix, S.A. de C.V. (KALIBRIX)</i>	29–3/04/2006

3. PATRONES UTILIZADOS.

Se circularon un total de 10 bloques patrón de sección rectangular en sistema internacional, 6 de ellos marca Mitutoyo fabricados conforme a la norma ISO 3650, cinco de acero y uno de cerámica, los 4 bloques restantes son de cerámica marca TESA-RSD conforme a DIN 861. Se utilizó el coeficiente de expansión térmica reportado por el fabricante. Los bloques han sido utilizados en diversas aplicaciones, no obstante sus características metrológicas son adecuadas para el ejercicio que se realizó.

Tabla 2. Bloques de acero.

<i>Longitud nominal mm</i>	<i>Número de identificación</i>	<i>Coefficiente de expansión térmica ($10^{-6} K^{-1}$)</i>	<i>Marca</i>
2	980481	$10,9 \pm 1$	Mitutoyo
5,5	980193	$10,9 \pm 1$	Mitutoyo
10	986785	$10,9 \pm 1$	Mitutoyo
50	983883	$10,9 \pm 1$	Mitutoyo
100	984754	$10,9 \pm 1$	Mitutoyo

Tabla 3. Bloques de cerámica.

<i>Longitud nominal mm</i>	<i>Número de identificación</i>	<i>Coefficiente de expansión térmica ($10^{-6} K^{-1}$)</i>	<i>Marca</i>
2	B73083	$9,7 \pm 1$	Tesa
5	C52127	$9,7 \pm 1$	Tesa
10	B84993	$9,7 \pm 1$	Tesa
50	011002	$9,3 \pm 1$	Mitutoyo
100	C64880	$9,7 \pm 1$	Tesa

La estabilidad de los bloques ha probado ser buena, tienen una antigüedad de 8 o más años y han sido medidos en cuatro ocasiones entre 1994 y 2006. La tabla 4 presenta los resultados de estas calibraciones. Cabe aclarar que la primera medición corresponde al certificado de origen, las tres mediciones subsecuentes fueron realizadas por el CENAM.

Tabla 4. Estabilidad de los bloques patrón.

<i>Nominal mm</i>	<i>Desviación de la longitud central en nm</i>			
	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
2 acero	0	15	0	-4
5,5 acero	-20	-33	-70	-48
10 acero	50	6	-40	-26
50 acero	10	5	-30	-37
100 acero	-30	-108	-130	-162
2 cera	10	29	30	31
5,5 cera	0	27	33	22
10 cera	120	167	161	165
50 cera	95	110	97	100
100 cera	-120	-83	-106	-114

4. INSTRUCCIONES DE MEDICIÓN.

La técnica de medición utilizada fue comparación mecánica, se utilizaron 4 marcas de comparadores electromecánicos (Mahr, TESA, Mitutoyo y Feinmess Jena), todos ellos provistos de doble palpador y división mínima de 0,01 μm . El intervalo de medición de los palpadores es:

2 laboratorios con 0,02 mm
5 laboratorios con 0,3 mm
3 laboratorios con 3 mm
1 laboratorio con 25 mm

Solo uno de los cuatro laboratorios que tienen la capacidad de utilizar bloques de referencia de diferente valor nominal del bloque a calibrar utilizó esta opción de su instrumento.

Diez de los once laboratorios participantes en este ensayo de aptitud establecen su trazabilidad hacia el patrón nacional de longitud de México (CNM-PNM-2), a través de bloques calibrados por interferometría absoluta. El laboratorio de Pruebas y Mediciones Estándar (LPME) tiene trazabilidad al NIST, a través de Mitutoyo América.

5. RESULTADOS.

Los resultados comparados fueron la desviación de la longitud central (lc), d , y la variación en longitud, v . Junto con estas mediciones los laboratorios participantes reportaron su incertidumbre.

El valor de referencia fue obtenido por interferometría y es el promedio de dos mediciones realizadas al inicio y al final del ensayo. Se utilizó un interferómetro TESA, con dos láseres de longitud de onda nominales de 633 nm y 543 nm. El método de medición es el de las fracciones exactas y la construcción del interferómetro es Twyman-Green.

Tabla 4. Valor de referencia, bloques de acero.

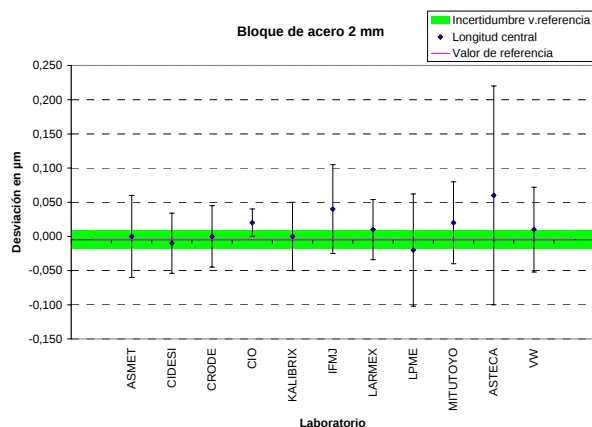
Longitud nominal mm	Desviación de lc d μm	Variación en longitud v μm	Incertidumbre estándar combinada μm
2	-0,005	0,03	0,007
5,5	-0,053	0,03	0,009
10	-0,019	0,03	0,010
50	-0,042	0,08	0,011
100	-0,164	0,09	0,017

Tabla 5. Valor de referencia, bloques de cerámica.

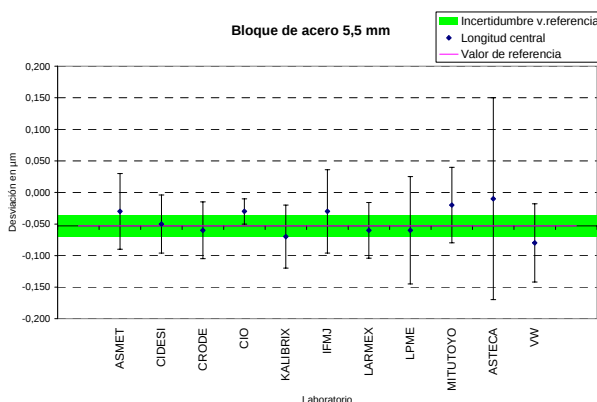
Longitud nominal mm	Desviación de lc d μm	Variación en longitud v μm	Incertidumbre estándar combinada μm
2	-0,005	0,03	0,007
5,5	-0,053	0,03	0,009
10	-0,019	0,03	0,010
50	-0,042	0,08	0,011
100	-0,164	0,09	0,017

Los resultados de medición de acuerdo a las instrucciones del protocolo técnico debieron ser corregidos a la temperatura de referencia (20 °C) usando el coeficiente de expansión térmica indicado, así mismo, la corrección en la medición de bloques de diferente material debió ser evaluada y corregida, de acuerdo con el procedimiento de cada laboratorio.

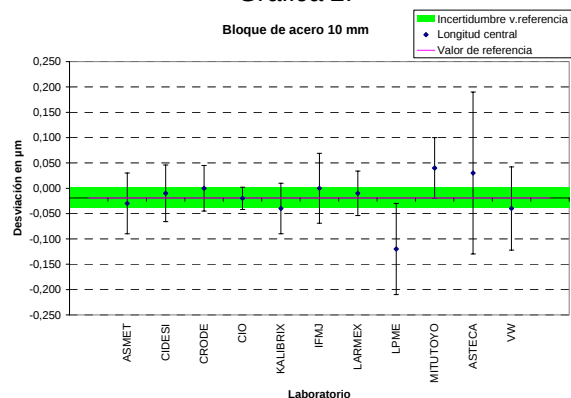
En las graficas 1 a 5 se muestran los resultados de la desviación de la longitud central de los bloques de acero y en las gráficas 6 a 10 los bloques de cerámica.



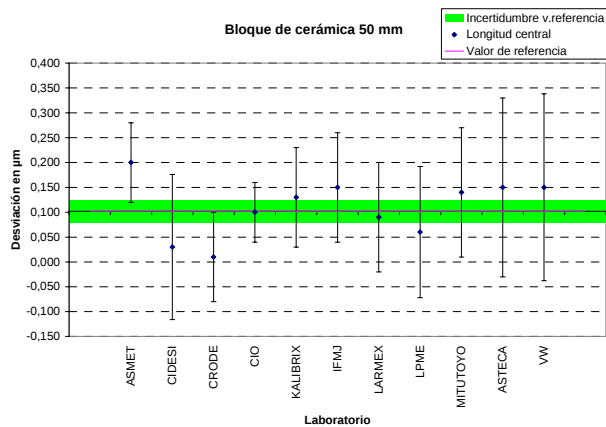
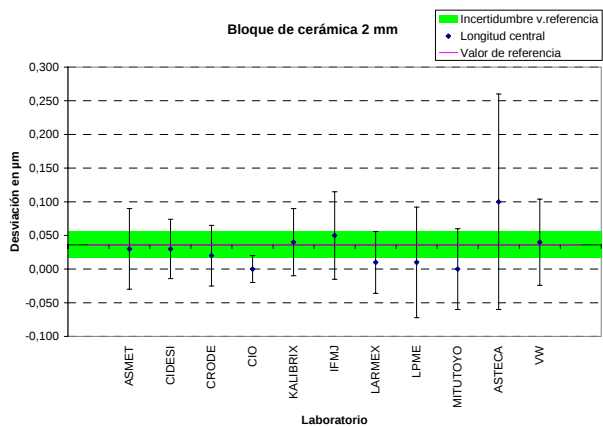
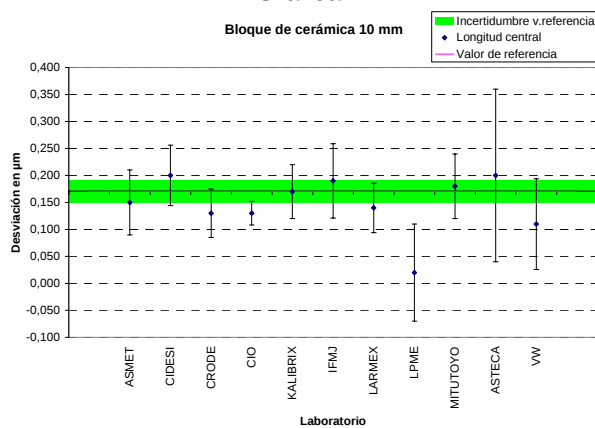
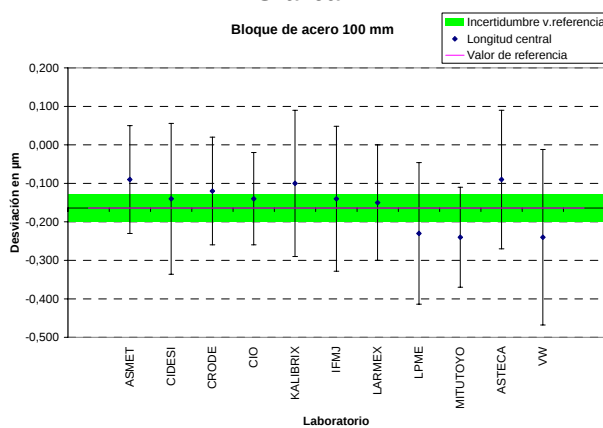
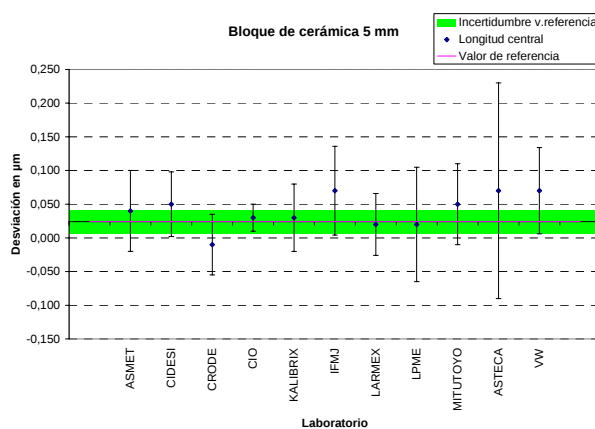
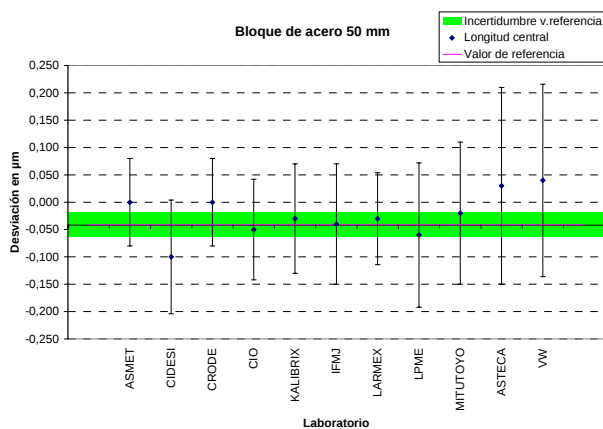
Gráfica 1.

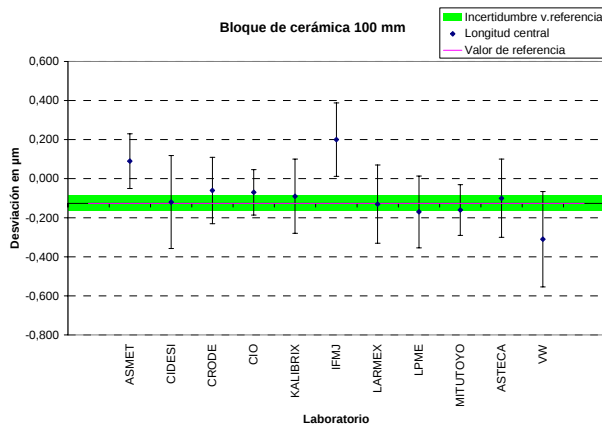


Gráfica 2.



Gráfica 3.





Gráfica 10.

Los resultados se analizaron por métodos estadísticos simples. En este análisis se consideró como valor de referencia el promedio de dos mediciones realizadas por CENAM (tablas 4 y 5).

La equivalencia metrológica o grado de equivalencia entre el valor reportado por el laboratorio participante y el valor de referencia, se determinó con el error normalizado mediante la siguiente expresión:

$$E_{95,i} = \frac{|x_i - x_{ref}|}{\sqrt{U_i^2 + U_{ref}^2}} \quad (1)$$

Donde:

x_i – desviación de la longitud central del laboratorio i

x_{ref} – desviación de la longitud central del CENAM

U_i – incertidumbre del laboratorio i ($k=2$).

U_{ref} – incertidumbre del valor de referencia ($k=2$)

Los resultados del error normalizado para los bloques de acero arrojaron que solo el bloque de 10 mm para el laboratorio LPME fue superior a uno (1,1) y para los bloques de cerámica 6 bloques estuvieron por arriba de uno, a saber: 2 de ASMET, 2 de CIO, 1 de IFMJ y 1 de LPME (ver tablas en el anexo A al final de este documento).

6. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Los resultados del ensayo de aptitud de los 11 laboratorios de calibración de bloques patrón, que aplican el método de medición por comparación mecánica, en forma global son satisfactorios.

Los bloques seleccionados para este ensayo fueron bloques de acero y cerámica por ser los de mayor penetración en el mercado mexicano. Asimismo, las longitudes seleccionadas comprenden todo el

intervalo de medición que de acuerdo a la norma ISO 3650 pueden calibrar los comparadores electromecánicos utilizados en este ejercicio.

En particular podemos mencionar lo siguiente:

Para el caso de los bloques de acero se observa que los resultados son buenos, solo se recomienda a los laboratorios CIO y ASTECA, verifiquen su estimación de incertidumbre. El CIO reporta una incertidumbre inicial muy baja, lo cual provoca que los bloques cortos tengan un grado de equivalencia muy cercano a uno. ASTECA es todo lo contrario, su incertidumbre inicial es muy alta.

ASMET presenta de manera consistente desviaciones grandes con respecto al valor de referencia en los bloques largos, valores de +42 nm y +74 nm para los bloques de 50 mm y 100 mm de acero, respectivamente. El valor para los bloques de cerámica de 50 mm y 100 mm es +98 nm y +216 nm, respectivamente. A primera vista se puede inferir que el laboratorio tiene problemas con la estabilidad térmica de los bloques.

Para el caso de MITUTOYO los dos bloques que presentaron las mayores desviaciones, no obstante de ser un buen resultado, fueron el de 10 mm y 100 mm de acero con +59 y -76 nm, respectivamente. MITUTOYO al igual que el resto de los participantes utilizó los mismos bloques patrón de referencia para realizar las mediciones de ambos materiales. Si observamos las desviaciones en los mismos valores nominales de los bloques de cerámica estas fueron +10 y -34 nm, respectivamente. De esta manera podemos descartar que la desviación se pueda atribuir completamente al valor de calibración del bloque de referencia.

Precisamente una de las razones de usar en este ensayo valores nominales iguales en acero y cerámica, es porque los laboratorios usan los mismos patrones para ofrecer sus servicios, independientemente del material del bloque a calibrar. Con esto podemos descartar la posibilidad de un error sistemático por el patrón utilizado como referencia.

El laboratorio IFMJ reportó (según nuestra apreciación) el resultado con el signo invertido para el bloque de cerámica con longitud nominal de 100 mm.

En el laboratorio LPME se observa que los bloques donde presentó una desviación considerable fueron

los dos de 10 mm, acero y cerámica, la desviación con respecto al valor de referencia fue de -100 nm y -150 nm, respectivamente. En este caso, se puede atribuir parte de esta desviación al valor de calibración de su bloque de referencia. En general el laboratorio midió siempre de menos al situarse en todos los casos por debajo del valor de referencia. El caso contrario ocurre con ASTECA e IFMJ cuyos valores reportados siempre están por arriba del valor de referencia.

KALIBRIX fue el único laboratorio (de los que tenían esta capacidad), que midió con bloques de referencia de diferente valor nominal, no obstante sus resultados fueron buenos al igual que el resto de los participantes.

Por lo que respecta a la incertidumbre de calibración, 5 laboratorios reportaron los mismos valores para los bloques de acero y cerámica, además, como es de esperarse en todos los casos el valor de la incertidumbre crece con la longitud. La estimación de la incertidumbre expandida mas baja la reporta el CIO con 20 nm para el bloque de 2 mm y 120 nm para el bloque de 100 mm. Esta misma situación se observa en los bloques de cerámica (solo hay una diferencia de 4 nm menos en el bloque de 100 mm de cerámica).

Los valores más grandes fueron reportados por ASTECA en los bloques cortos con 160 nm (en ambos materiales); VW y ASMET para el bloque de 100 mm con 220 nm y 240 nm para acero y cerámica, respectivamente. Aunque el laboratorio tiene la libertad de declarar los valores de incertidumbre que el estime razonables de acuerdo a su experiencia y conocimiento de su proceso, proporcionar incertidumbres tan grandes impide en algunos casos discriminar si el bloque esta dentro o fuera de acuerdo a las tolerancias de fabricación que manejan las normas.

Es pertinente mencionar que de los 11 participantes, 7 están acreditados por la Entidad Mexicana de Acreditación (ema) para este servicio de calibración. De estos 7, KALIBRIX, IFMJ, LARMEX y MITUTOYO reportaron la incertidumbre que tienen acreditada. CIDESI y ASTECA reportaron una incertidumbre mayor a la de su acreditación y solo el CIO reportó valores de incertidumbre menores a los autorizados en su acreditación.

Recalculando el grado de equivalencia de estos tres laboratorios con los valores de incertidumbre de su acreditación se obtiene lo siguiente:

Longitud nominal mm	Grado de equivalencia, bloques de acero (k=2)		
	CIDESI	CIO	ASTECA
2	0,17	0,36	1,24
5,5	0,09	0,34	0,81
10	0,25	0,01	0,91
50	0,70	0,08	0,86
100	0,15	0,14	0,55

Longitud nominal mm	Grado de equivalencia, bloques de cerámica (k=2)		
	CIDESI	CIO	ASTECA
2	0,17	0,52	1,19
5	0,75	0,09	0,87
10	0,82	0,59	0,55
50	0,70	0,02	0,58
100	0,03	0,29	0,19

Podemos concluir con este nuevo análisis que el CIO es equivalente en todos los casos y CIDESI mantiene sus resultados aceptables, es decir, sigue siendo equivalente con los resultados reportados y su incertidumbre acreditada. No ocurre lo mismo con ASTECA quién ahora tiene lo dos bloques de 2 mm con un grado de equivalencia superior a 1 y cuatro bloques mas en el límite superior.

AGRADECIMIENTOS.

La división de metrología dimensional agradece la participación de los 11 laboratorios y en especial a los técnicos que llevaron a cabo las mediciones ya que gracias a su disposición se logró concluir el estudio en tiempo y forma.

REFERENCIAS.

- [1] Colín, C.C., Ensayo de aptitud CNM-EA-740-001/2005, Calibración de Bloques Patrón ($L \leq 100$ mm) por Comparación Mecánica.
- [2] ISO 3650:1998 Gauge Blocks.
- [3] Decker, J.E. et al, 2002, "Report of SIM 4.2 Regional Comparison, Stage Two: Calibration of Gauge Blocks by Mechanical Comparison"
- [4] Thalmann, R., 2001, "CCL Key Comparison CCL-K1, Calibration of gauge blocks by interferometry"
- [5] EAL-P47, EAL Interlaboratory Comparisons, march 1996.

ANEXO Tablas de error normalizado (grados de equivalencia) entre laboratorio y cenam.

La siguiente tabla muestra los resultados del error normalizado para la desviación de la longitud central de los bloques de acero.

Longitud nominal mm	Grado de equivalencia bloques de acero (k = 2)										
	ASMET	CIDESI	CRODE	CIO	KALIBRIX	IFMJ	LARMEX	LPME	MITUTOYO	ASTECA	VW
2	0,07	0,12	0,10	1,00	0,09	0,67	0,31	0,19	0,40	0,40	0,23
5,5	0,37	0,06	0,15	0,87	0,32	0,34	0,15	0,08	0,53	0,27	0,42
10	0,17	0,15	0,39	0,03	0,39	0,26	0,19	1,10	0,93	0,30	0,25
50	0,50	0,55	0,50	0,09	0,11	0,01	0,13	0,14	0,16	0,39	0,46
100	0,51	0,12	0,30	0,19	0,33	0,13	0,09	0,35	0,56	0,40	0,33

La siguiente tabla muestra los resultados del error normalizado para la desviación de la longitud central de los bloques de cerámica.

Longitud nominal mm	Grado de equivalencia bloques de cerámica (k = 2)										
	ASMET	CIDESI	CRODE	CIO	KALIBRIX	IFMJ	LARMEX	LPME	MITUTOYO	ASTECA	VW
2	0,10	0,12	0,33	1,28	0,07	0,21	0,52	0,31	0,57	0,40	0,06
5	0,26	0,51	0,70	0,23	0,11	0,67	0,08	0,05	0,42	0,29	0,69
10	0,32	0,50	0,82	1,36	0,01	0,27	0,61	1,63	0,15	0,18	0,70
50	1,18	0,49	0,99	0,03	0,27	0,43	0,11	0,31	0,29	0,26	0,25
100	1,48	0,02	0,38	0,45	0,19	1,69	0,02	0,23	0,25	0,13	0,74