

EXPERIENCIAS CON ENSAYOS DE APTITUD

José R. Zeleny V.

Instituto de Metrología Mitutoyo - Mitutoyo Mexicana, S.A. de C.V.

Prol. Industria Eléctrica No. 15 Col. Parque Industrial Naucalpan C.P. 53370 Naucalpan Estado de México

Teléfono: 5312 5612, Fax: 5312 3660 correo electrónico: imm@mitutoyo.com.mx

Se presentan las experiencias con ensayos de aptitud en el área de dimensional, una llevada a cabo en 2002 y la otra durante gran parte de 2005 con entrega de resultados en mayo de 2006. Estas experiencias con instrumentos de baja exactitud han sido útiles para la entidad mexicana de acreditación, a.c. (ema) que requiere contar en el área dimensional con al menos un proveedor reconocido de ensayos de aptitud, para los laboratorios acreditados o en vías de acreditarse que participaron (que necesitan participar en comparaciones entre laboratorios) y el laboratorio de calibración de Mitutoyo Mexicana, S.A. de C.V. que fue el laboratorio organizador. Están pendientes diversos aspectos que al resolverse pudieran permitir contar con un proveedor reconocido de ensayos de aptitud a finales del 2007.

1. INTRODUCCIÓN

La norma NMX-EC-17025-IMNC-2000 [1] que establece los requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y que la ema usa para la acreditación de laboratorios, establece en su punto 5.9 como método de aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo y calibración, la participación en programas de ensayos de aptitud.

El proveedor natural de ensayos de aptitud parece ser el CENAM; sin embargo, al menos en el área dimensional en la que existe una gran variedad de servicios acreditados, es prácticamente imposible que pueda cubrir adecuadamente la demanda.

Es muy importante su participación para calibración de patrones; por ejemplo: de octubre de 2005 a mayo de 2006 realizó un ensayo de aptitud para calibración de bloques patrón por la técnica de comparación mecánica con la participación de una docena de laboratorios.

En caso de instrumentos de baja exactitud, en muchos casos ni siquiera son servicios de calibración que ofrezca normalmente el CENAM, y es en los que existe la mayor cantidad de laboratorios acreditados por lo que se ha considerado la posibilidad de contar con al menos un proveedor de ensayos de aptitud para estos instrumentos.

2. ANTECEDENTES 2002

Se llevo a cabo un primer programa de ensayos de aptitud en tres modalidades; una con instrumentos circulados entre los participantes, otra con calibración de equipo en las instalaciones del laboratorio organizador y una tercera vía se exploró para mesas de planitud; para lo cual se obtuvo el valor de referencia a través de una calibración del CENAM y luego el laboratorio organizador llevo a cabo todo el trabajo requerido para organizar a los laboratorios participantes, recopilar, analizar y entregar los resultados.

Para la primera modalidad se incluyeron: calibrador vernier, calibrador electrodigital, micrómetro de exteriores analógico y electrodigital, indicador de carátula, e indicador de carátula tipo palanca.

En las calibraciones realizadas en las instalaciones del organizador se incluyeron: comparador óptico (iluminación horizontal e iluminación vertical) y mesas de planitud.

Se llevo a cabo una presentación de resultados en las instalaciones del laboratorio organizador y se entregaron los resultados a los participantes en CD.

Dentro de los resultados se presentaron diversos errores en los informes de calibración. Por ejemplo; errores en unidades al escribir um en vez de μm o Mm en vez de mm. Uso frecuente o mezclado del separador decimal erróneo usando punto en vez de coma, referencias a documentos obsoletos. Se tuvo un caso en el que un indicador de carátula tipo

palanca en el que todos los laboratorios reportaron resultados más o menos adecuados, uno de ellos; reporto que el indicador estaba completamente mal, que no se había podido calibrar y recomendando su reparación sin que existiera razón para ello.

3. PROGRAMA 2005

Este segundo programa se llevo a cabo sólo con instrumentos circulados entre los participantes, utilizándose los siguientes instrumentos (se da entre paréntesis el intervalo de medición y la resolución): calibrador vernier (0-200 mm 0,02 mm), calibrador de carátula (0-150 mm 0,02 mm), calibrador electrodigital (0-300 mm 0,01 mm), micrómetro de exteriores analógico (25-50 mm 0,01 mm), micrómetro de exteriores electrodigital (50-75 mm 0,001 mm) reglas graduadas (0-300 0,5 mm y 1000 mm 0,5 mm), medidor de alturas con vernier (0-300 mm 0,02 mm), medidor de alturas electrodigital (0-300 0,01 mm), indicador de carátula (0-25 mm 0,01 mm), indicador de carátula (0-5 mm 0,001 mm), indicador electrodigital (0-12,7 mm 0,01 mm), indicador electrodigital (0-12,7 mm 0,001 mm), indicador de carátula tipo palanca (0-0,7 mm 0,01 mm) e indicador de carátula tipo palanca (0-0,2 mm 0,002 mm).

En esta ocasión existieron menos errores en los informes de calibración, sin embargo, varios de los laboratorios no usan el logotipo de la ema y algunos incluso no mencionan la acreditación, esto se considera que debe corregirse porque se presta a confusiones para los usuarios; por ejemplo, cuando durante una evaluación para acreditación descubren que los patrones que enviaron a calibrar a un laboratorio no tienen validez para el trámite de acreditación dado que sólo fueron obtenidos con trazabilidad y no están cubiertos por el alcance de acreditación del laboratorio que les proporcionó el servicio de calibración; con el correspondiente costo extra por tener que mandarlos a calibrar nuevamente a otro laboratorio debidamente acreditado o al CENAM, con el consiguiente retraso en su propio proceso de acreditación.

La trazabilidad es indicada inadecuadamente en diversos casos, debe indicarse que es al patrón nacional de longitud vía CENAM o algún laboratorio acreditado e indicando el número de certificado o informe de calibración que la avala.

En esta ocasión se tuvo un instrumento que el laboratorio organizador finalmente considero inapropiado por falta de repetibilidad sin embargo al

ser enviado a tres laboratorios estos no detectaron ningún problema con el mismo y lo reportaron como que cumplía las especificaciones.

La oferta inicial incluía variedad de instrumentos de cada tipo; sin embargo, en varios casos la participación fue baja por lo que al principio se enviaron más instrumentos de los que los laboratorios habían solicitado participar, cobrando sólo aquellos en que se habrían inscrito. Esto porque se considero que en esta etapa era más importante tener más datos.

El programa sufrió diversos retrasos para poder entregar los resultados. Hubo laboratorios que se inscribieron y les fueron enviados los instrumentos pero nunca entregaron algún resultado, otros entregaron hojas de resultados pero no enviaron los informes de calibración solicitados, otros no pagaron oportunamente, etc.

El plan original era enviar los resultados a los laboratorios al terminar el ensayo de aptitud de un instrumento en particular, sin embargo por los problemas mencionados estos sólo se pudieron entregar a fines de agosto de 2006 cuando se completaron los ensayos de todos los instrumentos, en algunos casos hubo que considerar los datos de las hojas de registro y no los indicados en los informes de calibración. En caso de algunos instrumentos se incluyeron más laboratorios de los originalmente planeados.

Los resultados entregados consistieron de carta de resultados con oportunidades de mejora para cada laboratorio participante y archivos electrónicos con todos los resultados numéricos y gráficas de comparación. El responsable de determinar las oportunidades de mejora fue el coordinador de gestión de calidad con guía del director de gestión de calidad del laboratorio organizador.

Para la evaluación de resultados se utilizo el criterio del error normalizado establecido en PROY-NMX-43-1-IMNC-2000 [2] de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$E_n = \frac{|x_{lab} - X_{LabPivote}|}{\sqrt{U^2_{lab} + U^2_{LabPivote}}}$$

donde

E_n es el error normalizado

X_{lab} es el valor de un laboratorio participante

$X_{LabPivote}$ es el valor del laboratorio pivote
 U_{Lab} es la incertidumbre de medición de un laboratorio participante
 $U_{LabPivote}$ es la incertidumbre de medición del laboratorio pivote.

El error normalizado se considera aceptable si es igual o menor a 1.

Cuando se utilizaron instrumentos casi nuevos especialmente electrodigitales, fue notorio que algunos laboratorios reportaron la desviación en ceros, siendo el caso más notorio el de los calibradores en los que difícilmente se tiene esta situación en las puntas de exteriores e interiores, entre otras cosas por la misma repetibilidad del instrumento. Otro ejemplo son los indicadores de carátula con muchos ceros que difícilmente ocurre. En futuro se tendrá que considerar el uso de instrumentos a los que se les modifique por ejemplo la linealidad o la perpendicularidad para poder determinar la real capacidad técnica del laboratorio.

4. CASO DE CALIBRACIÓN DE REGLAS

Un ejemplo más con la desviación en ceros se presento en la calibración de reglas graduadas en el que al menos un laboratorio reporto las desviaciones promedio con ceros con solo una cifra decimal, algún otro con dos cifras decimales, en este caso lo que quiere decir aunque el error normalizado haya resultado menor que 1 es que su sistema de calibración carece de la resolución necesaria para este tipo de calibración. Esta situación se viene arrastrando de las primeras acreditaciones que se otorgaron para este servicio usando solo una lupa de comparación con una retícula con división mínima de 0,1 mm en cuyo caso la tendencia es precisamente a obtener una desviación en ceros.

Los laboratorios más recientemente acreditados han mejorado su equipo de calibración y cuentan en algunos casos con sistemas de medición que dan resoluciones de 0,01 mm y hasta 0,001 mm lo que ya es más apropiado para este tipo de servicio de calibración.

Existen diversos grados de exactitud de reglas; para algunos de ellos se requiere incluso su calibración con interferómetro láser en laboratorios con temperaturas bien controladas y aún aplicando correcciones por temperatura y otros efectos. La incertidumbre asociada con la calibración de reglas

tiene que ser consistente con la exactitud de las mismas.

La falta de resolución y lo inadecuado del sistema de medición se nota en las graficas donde se representan los resultados asociados con sus incertidumbres, cuando no da cero da 0,1 mm o 0,2 mm y eso considerando que son lecturas promedio. Lo anterior quiere decir que siempre les dio el mismo valor al repetir la medición.

Obsérvese en la tabla 1 que los laboratorios 1 y 2 dieron los resultados promedio en micrómetros el laboratorio 3 en centésimas de milimetro y los laboratorios 4, 5 y 6 en decimas de milimetro. Las incertidumbres van de $\pm 0,01$ mm para el valor de referencia y de $\pm 0,06$; $\pm 0,09$; $\pm 0,10$; $\pm 0,12$ y $\pm 0,15$ mm para los laboratorios participantes.

Obsérvese también en la tabla 1 que los resultados de los laboratorios 1 y 2 que reportaron los valores en micrómetros, encontraron la mayor coincidencia en el error para las dimensiones de 40 y 50,5 mm y la máxima diferencia para la dimensión de 125,5 mm lo que resulto en un error normalizado de 0,95 para el laboratorio 2. Para el laboratorio 3 que reporto los resultados en centésimas de milimetro, las desviaciones son más grandes y obtuvo valores de error normalizado menores que 1. En el laboratorio 4, el único valor diferente de cero que reporto fue para la dimensión de 250,5 mm obteniendo un error normalizado de 2. En el laboratorio 5, el único valor reportado diferente de cero fue para la dimensión de 50,5 mm obteniendo un error normalizado de 0,69; sin embargo ya se comento que la resolución de su sistema de medición parece inadecuado para esta aplicación. Obsérvese que la mayor desviación reportada para la regla por el laboratorio organizador fue de 0,038 mm por lo que cualquier sistema con resolución de 0,1 siempre lo conducirá erróneamente a reportar cero.

Tabla 1

Dimensión calibrada en mm	Desviación promedio Laboratorio número					
	1 μm	2 μm	3 mm	4 mm	5 mm	6 mm
0	0	0	0,00	0,0	0,0	0,0
10	-10	6	-0,07	0,0	0,0	0,0
20,5	-8	18	-0,06	0,0	0,0	0,0
30	-11	-56	-0,04	0,0	0,0	0,0
40	-6	-7	-0,02	0,0	0,0	0,0
50,5	-3	-1	-0,02	0,0	0,1	0,0

60	-1	-24	-0,02	0,0	0,0	0,0
70	1	-10	-0,02	0,0	0,0	0,0
80,5	-5	-53	-0,02	0,0	0,0	0,0
90	4	-24	-0,01	0,0	0,0	0,0
100	10	-40	-0,02	0,0	0,0	0,0
125,5	4	-91	-0,02	0,0	0,0	0,0
150	-6	-94	-0,02	0,0	0,0	0,0
175	-1	-70	-0,01	0,0	0,0	0,0
200	-7	-94	-0,03	0,0	0,0	0,0
225	-15	-31	-0,02	0,0	0,0	0,0
250,5	-24	-57	-0,04	-0,2	0,0	0,0
275	-17	-46	-0,03	0,0	0,0	0,0
300	-38	-24	-0,03	0,0	0,0	0,0

5. RESULTADOS GENERALES

Las tablas 2 y 3 resumen los resultados obtenidos: NP indica "no participo" y el color negro indica que al menos en alguno de los puntos calibrados para ese tipo de instrumento se obtuvo un error normalizado mayor que 1. Pueden observarse muchos NP; en algunos casos porque los laboratorios participantes no ofrecen esos servicios de calibración; pero en otros casos simplemente los laboratorios consideraron solo una participación limitada.

Tabla 2 Participación y resultados por laboratorio

Lab. No.	Cal Ver	Cal Car	Cal Dig	Mic Ext Ana	Mic Ext Dig	Reg 300 mm	Reg 1000 mm
1		NP	NP	NP		NP	NP
2	NP		NP		NP	NP	NP
3				NP	NP	NP	NP
4	NP	NP		NP		NP	NP
5	NP	NP		NP			
6							
7				NP		NP	NP
8						NP	NP
9	NP	NP			NP	NP	NP
10		NP		NP		NP	NP
11	NP	NP		NP			
12	NP		NP			NP	NP
13			NP		NP	NP	NP
14				NP	NP		
15	NP				NP	NP	NP
16							
17							
18	NP	NP					

Tabla 3 Participación y resultados por laboratorio

Lab. No.	Ind Car 10 μm	Ind Car Tp 10 μm	Ind Dig 10 μm	Ind Car 1 μm	Ind Dig 1 μm	Med Alt Ver 20 μm	Med Alt Dig 10 μm
1	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP
2	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP
3		NP	NP	NP	NP		
4			NP	NP	NP	NP	NP
5		NP	NP	NP	NP	NP	
6							
7			NP	NP	NP	NP	
8		NP	NP	NP		NP	NP
9		NP	NP	NP	NP	NP	
10	NP	NP	NP	NP	NP		
11			NP		NP	NP	
12	NP	NP		NP			NP
13		NP	NP	NP	NP	NP	NP
14	NP		NP	NP	NP	NP	
15		NP	NP	NP	NP	NP	NP
16							
17							
18	NP	NP		NP	NP	NP	NP

En la tabla 3 se observa por el color negro que la mayoría de los laboratorios participantes en la calibración del medidor de alturas electrodigital obtuvieron valores de error normalizado mayores de 1; sin embargo, en varios casos los valores de error instrumental reportado son más pequeños que los del laboratorio organizador tomado como referencia, curiosamente el último laboratorio que calibró el medidor de alturas se aproxima más a los valores del laboratorio organizador. Situaciones como esta requieren mayor análisis.

En los dos programas de ensayos de aptitud llevados a cabo no se ha dado seguimiento apropiado a las acciones correctivas de los laboratorios participantes; sin embargo, les sirvió a varios de ellos para mostrar cumplimiento de participación en ensayos de aptitud al mostrar a su evaluador que se habían inscrito para participar.

En el programa de 2002 se dio un seguimiento más cercano de la dirección del laboratorio organizador mientras que en el de 2005 se dejó un poco más libre al coordinador para ver de manera más real como operaria, hubo mayores retrasos que en el primer programa, aunque también influyó que la primera vez la inscripción fue sin costo y la segunda ocasión tuvo un precio de \$500.00 M.N. por cada ensayo en que participo cada laboratorio.

6. Futuro

En base a los resultados obtenidos se considera que el paso lógico sería pasar a ser proveedor de ensayos de aptitud (PEA) reconocido oficialmente por ema, después de demostrar apropiadamente el cumplimiento de los requisitos establecidos para tal fin. El laboratorio organizador considerará las experiencias anteriores y tomará una decisión a este respecto durante 2007.

El laboratorio organizador así como algunos laboratorios están en posibilidad de reducir las incertidumbres utilizadas en los programas de ensayos de aptitud ya realizados, por lo que, el siguiente ejercicio de esta naturaleza será más sensible a las diferencias de los errores entre los diferentes laboratorios participantes. Las incertidumbres se deben homologar utilizando un mismo modelo matemático para su estimación, para aquellos laboratorios que utilicen el mismo método, equipo y patrones similares de referencia con características similares no como en la actualidad que unos reportan valores muy bajos y otros muy altos sin que exista razón técnica válida para que el intervalo sea tan grande entre los diferentes laboratorios.

Las instrucciones y formatos requieren una mejora, en algunos casos es necesario considerar que los laboratorios utilizan diferentes patrones de referencia y en el peor de los casos el método de calibración no es el mismo. Parece ser que varios laboratorios no incluyen en sus procedimientos de calibración de calibradores vernier y medidores de altura con escala vernier la calibración de la escala vernier con patrones de longitud apropiada.

7. CONCLUSIONES

La realización de ensayos de aptitud con instrumentos de baja exactitud parece no ser importante porque los instrumentos involucrados no requieren de gran capacidad técnica para su calibración; sin embargo, los resultados obtenidos en los ensayos realizados indican lo contrario. Las causas de las variaciones obtenidas pueden deberse a que en algunos casos no han sido tomados tan seriamente como deberían, a la rotación de personal o a exceso de confianza.

Los ensayos de aptitud estudiados detectaron errores que demeritan significativamente la confiabilidad de varios de los laboratorios

participantes, por lo que en el futuro debe darse seguimiento a la implantación de acciones correctivas tendientes a subsanar definitivamente estos errores. Requiriéndose que estos ensayos de aptitud se mantengan operando de manera continúa para monitorear el avance en la mejora de los laboratorios.

La entidad de acreditación debe apoyar al proveedor de ensayos de aptitud ya oficialmente reconocido; por ejemplo, no reconociendo comparaciones internas como se hace actualmente cuando exista oferta de ensayo de aptitud para un determinado tipo de instrumento.

El proveedor de ensayos de aptitud debe poder proporcionar, en un tiempo razonable los resultados de los ensayos de aptitud para que sean considerados oportunamente dentro de los procesos de evaluación de los laboratorios. Por ejemplo, estableciendo programas más o menos continuos de la oferta y usando grupos de laboratorios no mayores de 5 participantes.

A pesar de los problemas que se han presentado para el desarrollo de los programas llevados a cabo se han obtenido experiencias positivas para los diferentes actores del proceso: los laboratorios, la entidad de acreditación y el laboratorio organizador.

Existen problemas por resolver siendo el más importante la disponibilidad de los instrumentos en la cantidad y con las características requeridas.

REFERENCIAS

- [1] NMX-EC-17025-IMNC-2000 (ISO/IEC 17025:1999) Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración.
- [2] PROY-NMX-43-1-IMNC-2000 Ensayos de aptitud por comparaciones interlaboratorios. Parte 1 – Desarrollo y funcionamiento de programas de ensayos de aptitud