

COMPARACION DE MASA ENTRE DIECINUEVE LABORATORIOS SECUNDARIOS ACREDITADOS ANTE EL SNC COORDINADO POR EL CENAM

Jorge Nava Martínez, Felix Pezet Sandoval.- Centro Nacional de Metrología
km 4,5 carretera a los Cués, el Marques, Qro. México.
e-mail: jnava@cenam.mx , fpezet@cenam.mx

Resumen: Uno de los objetivos de la División de Metrología de Masa y Densidad del CENAM es la disseminación de la unidad de masa, partiendo del kilogramo prototipo No. 21 hacia la industria, a través de los laboratorios secundarios de masa acreditados ante el SNC (Sistema Nacional de Calibración). Se precisa en consecuencia, que los laboratorios secundarios proporcionen resultados confiables de acuerdo con el nivel de exactitud en el que fue acreditado o mejor. Una de las mejores formas de demostrar lo anterior es participar en rondas de comparación. En esta que se organizo fue promovida por el SNC conjuntamente con el CENAM; en ella participaron 19 laboratorios y el CENAM que fungió como laboratorio piloto que

coordinó esta comparación. Doce pesas en total fueron utilizadas (valores nominales: 10 g, 50 g, 200 g, 1 kg, 5 kg y 20 kg), de las cuales se enviaron a cada laboratorio de acuerdo al grupo de la ronda de comparación. *El objetivo fue determinar el valor convencional de masa de las pesas VCM^1 con la mejor incertidumbre que el laboratorio pueda evaluar*, se debería determinar la corrección por el empuje del aire utilizando el volumen o la densidad de las pesas. Los participantes entregaron un informe con las siete determinaciones del VCM de las pesas. Algunos laboratorios participantes mostraron capacidad para poder calibrar pesas con incertidumbre correspondiente a la clase E_2 . Fueron encontradas algunas

¹ VCM Valor Convencional de Masa R33 OIML

dificultades para la evaluación de la incertidumbre, así como en el manejo de las pesas. Los cambios en los VCM pueden ser atribuidos al incorrecto manejo de estas pesas.

1 Introducción

Debido a la necesidad de comprobar confiabilidad en las mediciones de los laboratorios secundarios acreditados ante el SNC el Centro Nacional de Metrología (CENAM) sugirió llevar a cabo una comparación en masa además de brindar la oportunidad de comprobar sus patrones de masa bajo condiciones de comparación. Con el auspicio del SNC se promovió esta comparación.

Objetivos:

- Diseminar la unidad de masa a nivel nacional en forma confiable.

- Alcanzar la uniformidad de las mediciones de esta magnitud entre los laboratorios del Sistema nacional de Calibración.
- Detectar posibles errores sistemáticos en sus sistemas de medición.
- Confirmar la capacidad técnica de los laboratorios participantes.

Los laboratorios participantes son:

- Casa Mario Padilla, SA de CV (CMP).*
- Masstech, SA de CV.
- Bayer de México, SA de CV.**²
- Farmacéuticos Lakeside, SA de CV.
- INSCO de México, SA de CV.

² *No existe actualmente

** No esta acreditado

- Centro de Investigación y Asistencia Técnica del Estado de Querétaro, AC (CIATEQ), Unidad Aguascalientes.
- Comisión Federal de Electricidad, LAPEM.
- Centro de Ingeniería y Desarrollo Industrial (CIDESI).
- Centro de Investigación y Asesoría Tecnológica en Cuero y Calzado, AC (CIATEC).
- Instituto Mexicano del Petróleo (IMP).
- Básculas Revuelta Maza, SA de C.V. (BRM).
- Nacional de Conductores Eléctricos, SA de CV (NACEL).
- Asesores Empresariales Mexicanos, SC.
- IMPROS, SA de CV.
- Técnicos Asociados Básculas Electrónicas, SA de CV (TABESA).
- Centro de Validaciones y Calibraciones de México, SA de C.V. (CVC).
- Básculas y Sistemas Electrónicos, SA de CV (BYSESA).
- Servicio de Básculas, Raymundo Rivera Rosas (RRR).
- GIEC-CFE.

Los resultados de los participantes fueron verificados de acuerdo con la Recomendación Internacional R111 OIML.

2 Programa de Medición

Las pesas fueron elegidas tomando en cuenta los alcances de acreditamiento de los laboratorios participantes. La tabla 1 muestra los números de identificación las pesas y los valores nominales asignados a cada laboratorio y como se desarrollo la ronda de calibraciones:

Tabla 1 Pesas asignadas a los laboratorios participantes y desarrollo de las comparaciones:

1052 (10 g) y 1055 (200 g)			
CENAM	CMP	Masstech	
CENAM	LAPEM	CENAM	
1051 (10 g) y 1054 (200 g)			
CENAM	INSCO	CIATEQ	CENAM
BAYER	LAKESIDE	CENAM	
1075 (10 g) y 1076 (200 g)			
CENAM	CIDESI	CIATEC	CENAM
1053 (50 g) y 1056 (200 g)			
CENAM	GIEC	RRR	CENAM
NACEL	ASESORES	CENAM	
1057 (1 kg) y 701213 (5 kg)			
CENAM	IMP	BRM	CENAM
71012661 (5 kg) y 71012661 (20 kg)			
CENAM	IMPROS	TABE-SA	CENAM
BYSESA	CVC	RRR	CENAM

Estas pesas fueron calibradas con patrones de trabajo del CENAM antes y después de que dos laboratorios realizaran sus mediciones. Los laboratorios participantes llevaron a cabo las mediciones; se recomiendo limpiar las pesas, solamente utilizando brochas de pelo suave para remover el polvo o alguna pelusa.

Determinaron el valor convencional de masa y realizaron corrección por empuje del aire.

3. Desarrollo

Cada uno de los laboratorios efectuó siete determinaciones del VMC preferentemente en siete días diferentes utilizando el método de sustitución doble PXXP (P Patrón, X Pesa a calibrar).

Para la evaluación de estos resultados fue requerida la siguiente información:

- VMC e incertidumbre de los patrones utilizados (Patrón de referencia y pesa de sensibilidad).
- Especificaciones de los instrumentos de medición utilizados (instrumento para pesar, barómetro, higrómetro y termómetro).

4. Implementación

En Julio de 1997 CENAM comenzó con las mediciones para las 12 pesas utilizados en esta comparación, los laboratorios participantes se harían responsables de llevar estas pesas al laboratorio siguiente con la finalidad de garantizar el buen resguardo de las pesas. Dos semanas aproximadamente se llevarían cada laboratorio en realizar sus mediciones y entregar las pesas al laboratorio siguiente. Debido a problemas de retraso esta comparación se llevo un total de 12 meses.

Las calibraciones de estas pesas al inicio y a lo largo de la ronda de comparación, fueron realizadas con patrones de trabajo del CENAM y las variaciones en masa convencional se muestran en la fig. 1

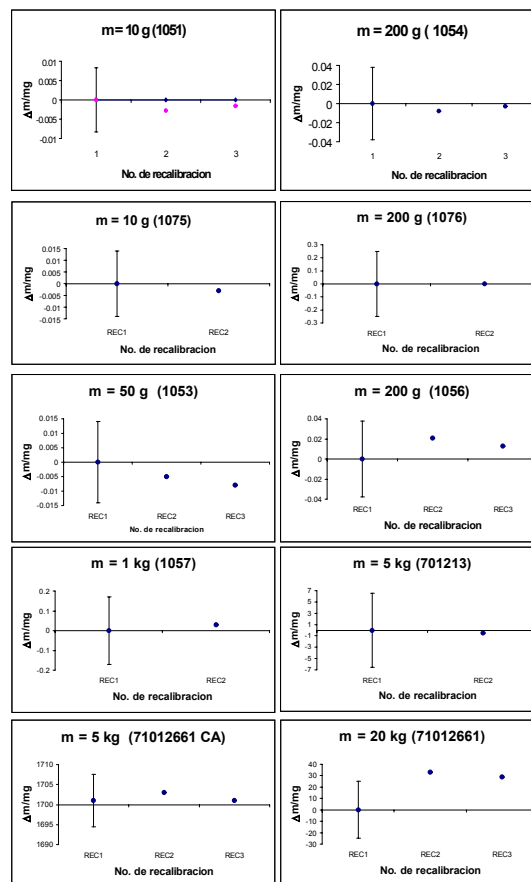
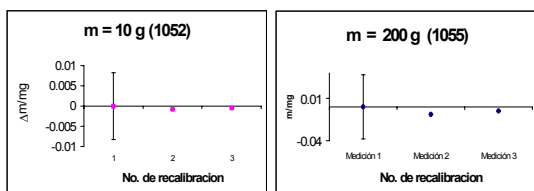


Figura 1. Variaciones observadas en VMC entre las calibraciones realizadas por el CENAM de las diferentes pesas utilizadas en la comparación $\Delta m = m_d - m_i$ al inicio de la ronda y al termino de dos comparaciones de los laboratorios ($\Delta m/mg = \Delta m$ en mg).

Como se podrá observar en la Figura 1 los Valores de Masa Convencional obtenidos en las recalibraciones 2 y 3 caen dentro de la incertidumbre que determinó el CENAM. Para la pesa de 20 kg existe una

variación sustancial que aparentemente puede ser atribuida al mal manejo de los laboratorios participantes. En la mayoría de las pesas que se utilizaron en la comparación al regresar al CENAM presentaban ligeros “rayones” en la base y en la parte superior así como “pequeños golpes” en diferentes partes de la superficie.

5 Evaluación

La evaluación fue hecha de acuerdo con los resultados presentados por cada laboratorio participante.

6 Resultados

Valor Nominal	Identificación	VMC		Incertidumbre (k=2) ± mg
10 g	1052	10 g	-0,003 3 mg	0,0083
10 g	1051	10 g	-0.007 3 mg	0,0083
10 g	1075	10 g	-0,01 3 mg	0,014
50 g	1053	50 g	-0,059 mg	0,014
200 g	1055	200 g	-0,367 mg	0,038
200 g	1054	200 g	-0,321 mg	0,038
200 g	1076	200 g	-0,06 mg	0,25
200 g	1056	200 g	-0,172 mg	0,038
1 kg	1057	1 kg	-0,03 mg	0,17
5 kg	701213	5 kg	-2,5 mg	6,6
5 kg	7101266	5 kg	1 701 mg	6,6
20 kg	7101266	20 kg	4 749 mg	25

La figura 2. (Anexo 1), muestra los resultados de las calibraciones de las diferentes pesas utilizados por cada laboratorio. El eje izquierdo de las gráficas (ordenada) muestra la diferencia determinada por cada uno de los laboratorios con respecto al valor de referencia del CENAM que se muestra con su intervalo de incertidumbre en la línea punteada y en el eje de las abscisas el laboratorio que realizó las mediciones (Anexo 2. Tabla de los EMT de las pesas que participan).

Cabe mencionar que todas las mediciones realizadas por los laboratorios participantes para las pesas de 10 g caen dentro del EMT para la clase E₂ (0,060 mg), sin embargo la incertidumbre que declaran es mayor a 1/3 del EMT para esta clase, esto es debido a que para poder calibrar en clase E₂ se debe determinar el volumen experimentalmente (por pesada hidrostática o dimensionalmente) excepto

para un laboratorio que actualmente está acreditado para calibrar pesas en clase E₂, aun cuando existen laboratorios que evaluaron su incertidumbre mejor o igual que la que el CENAM puede evaluar, los laboratorios LAB-1 a LAB-9, muestran capacidad técnica para calibrar en clase F1.

Para las pesas de 200 g hay laboratorios que muestran capacidad para calibrar en clase E₂ con la limitante de que tienen que desarrollar el método de determinación del volumen experimentalmente.

Para la gráfica de 50 g (1053), dos laboratorios muestran capacidad para calibrar en clase F₁, sin embargo un laboratorio evalúa con incertidumbre para clase M₁ y el restante presenta errores sistemáticos que pueden ser atribuidos al patrón o a la falta de capacidad para determinar la corrección por empuje del aire.

Para la gráfica de la pesa de 1 kg los laboratorios muestran capacidad para calibrar en clase F₂.

Las gráficas restantes muestran los mismos problemas que las anteriores.

En varios casos este tipo de errores también se pueden atribuir a la falta de comprobación de resultados (comprobación cruzada), aunque los datos proporcionados por los laboratorios participantes no son suficientes para poder determinar con cierta certeza las variaciones encontradas, sin embargo el laboratorio debería volver a revisar sus calibraciones principalmente su evaluación de incertidumbre, sobre todo aquellos participantes que muestran incertidumbre muy pequeñas respecto al CENAM.

Para las pesas de 10 g, 50 g, 200 g y 1 kg fue determinado inicialmente el volumen por el CENAM con una incertidumbre estándar 1σ de $0,01 \text{ cm}^3$. La contribución de la incertidumbre debida al empuje del aire de nuestras pesas, es casi despreciable y aun cuando los laboratorios participantes hayan determinado la densidad del aire con equipo de monitoreo ambiental de clase de exactitud no adecuada, la incertidumbre del sistema de medición solo depende básicamente del patrón y del método de comparación.

Sin embargo para los patrones de masa de 10 g (1075), 50 g (1076) y los dos patrones de 5 kg y 20 kg el CENAM no determino el volumen inicial debido a que los patrones de masa son de dos piezas. Para este caso la corrección y la incertidumbre debida a corrección por el empuje del aire no son despreciables

7 Conclusiones

Esta comparación en masa ha sido muy provechosa, los laboratorios participantes han mostrado sus técnicas para la evaluación de incertidumbre además de darse cuenta cuales han sido sus errores o carencias en su laboratorio, otros han mostrado capacidad para calibrar pesas de mejor exactitud que las que actualmente calibran aun cuando tienen que desarrollar e implementar el método para determinar el volumen experimentalmente.

Agradecimientos

Al personal de la División de Masa y Densidad que contribuyo en esta comparación y los laboratorios de **Masstech SA de CV** quien ha donado un conjunto de patrones de masa (9 pesas) al CENAM para futuras comparaciones e investigación, a **NACEL** por haber facilitado su patrón de masa de 5 kg y **Básculas Revuelta Maza** por sus patrones de masa de 5 kg y 20 kg.

Bibliografia

- International Recommendation R111

OIML

- International Recommendation R33

OIML

- Guide to the expression of Uncertainty
in Measurement ISO 1993.

S.L. Lewis, W. Bich, R. Schwartz and R.

Pendrill. “An Intercomparison of

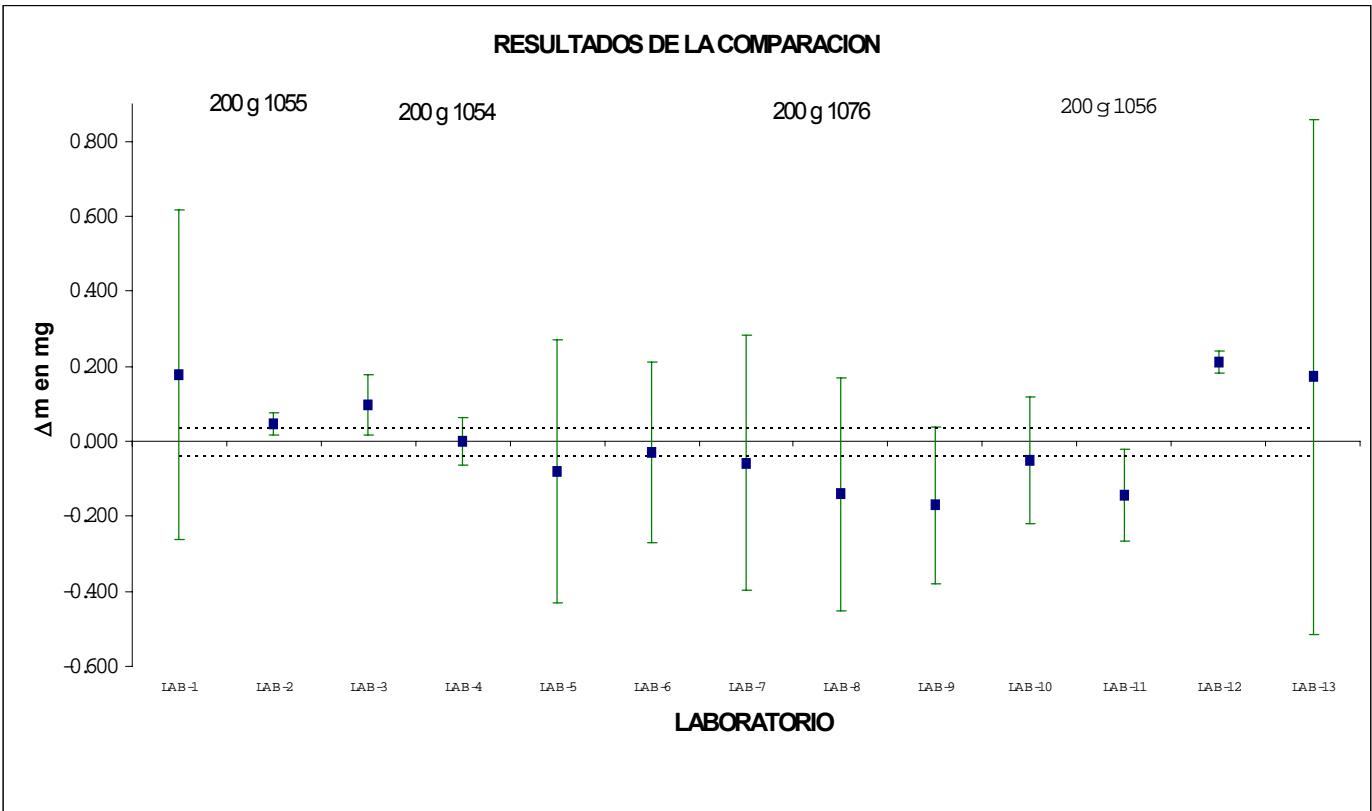
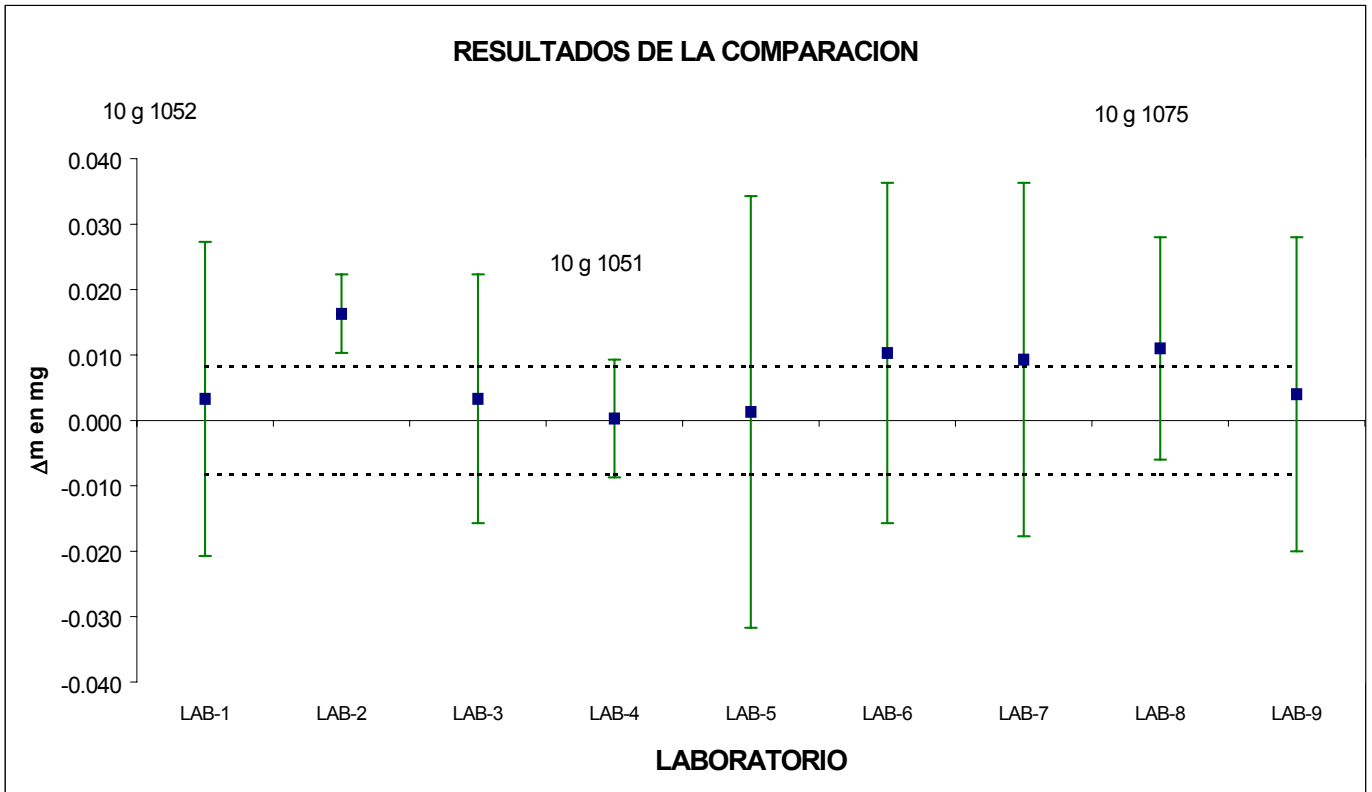
Standards of Mass and Mass

Measurement Techniques at 50 g and 10

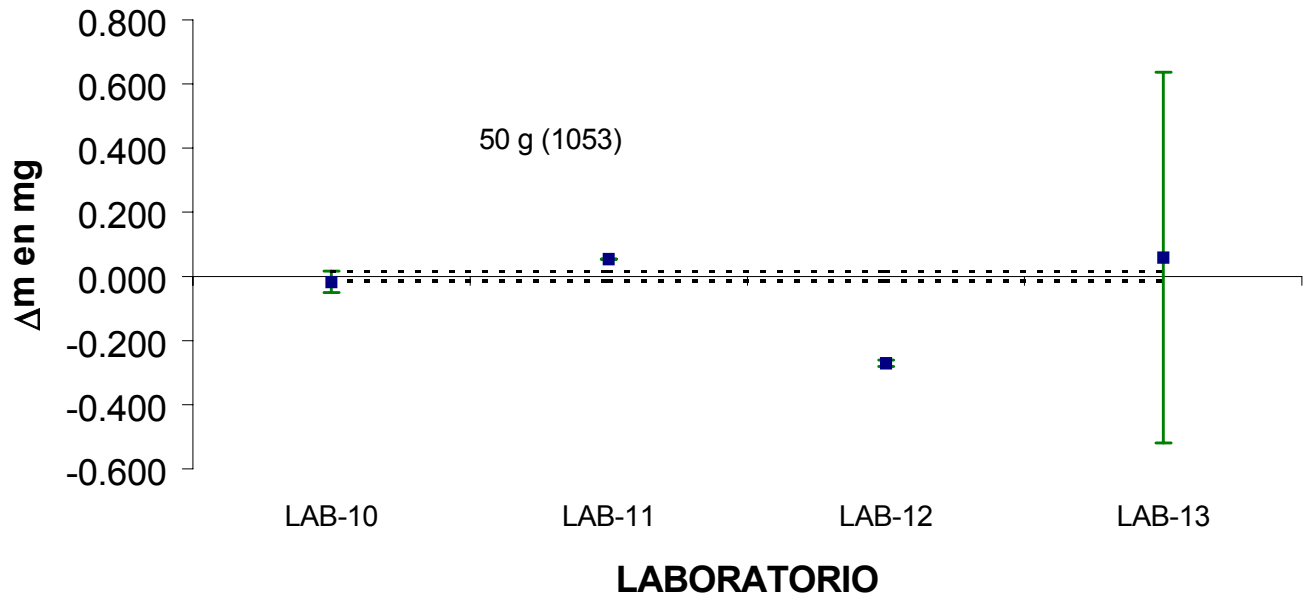
g, Between Four European National

Standards Laboratories”

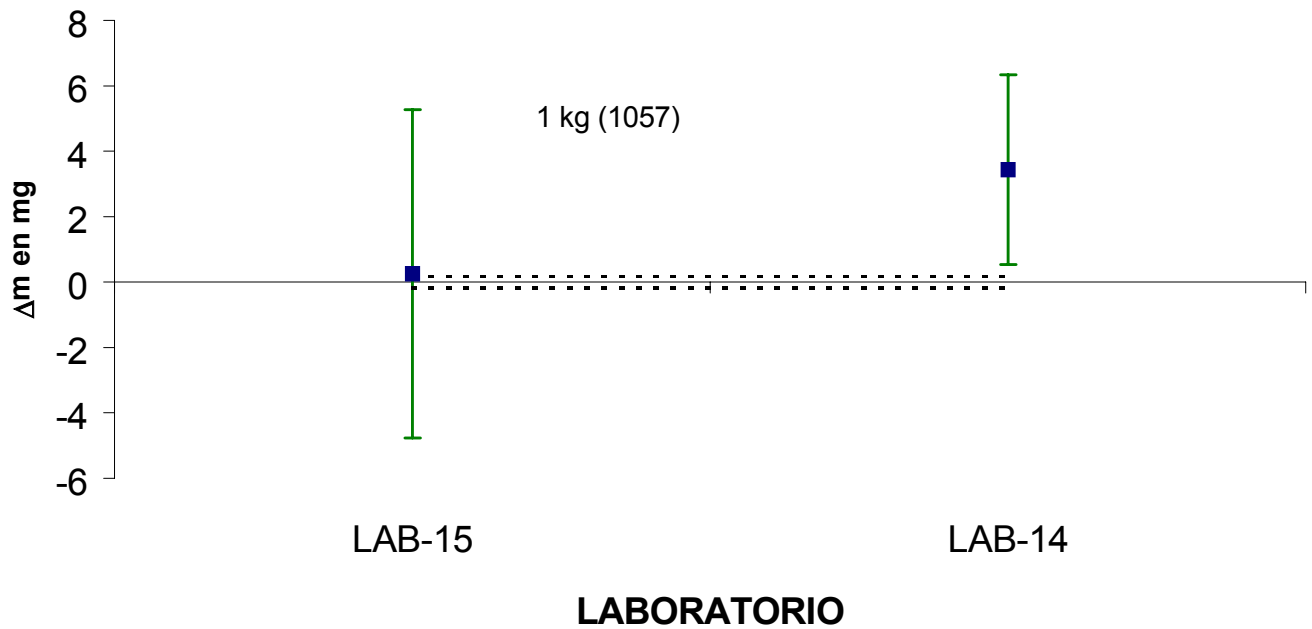
Anexo 1

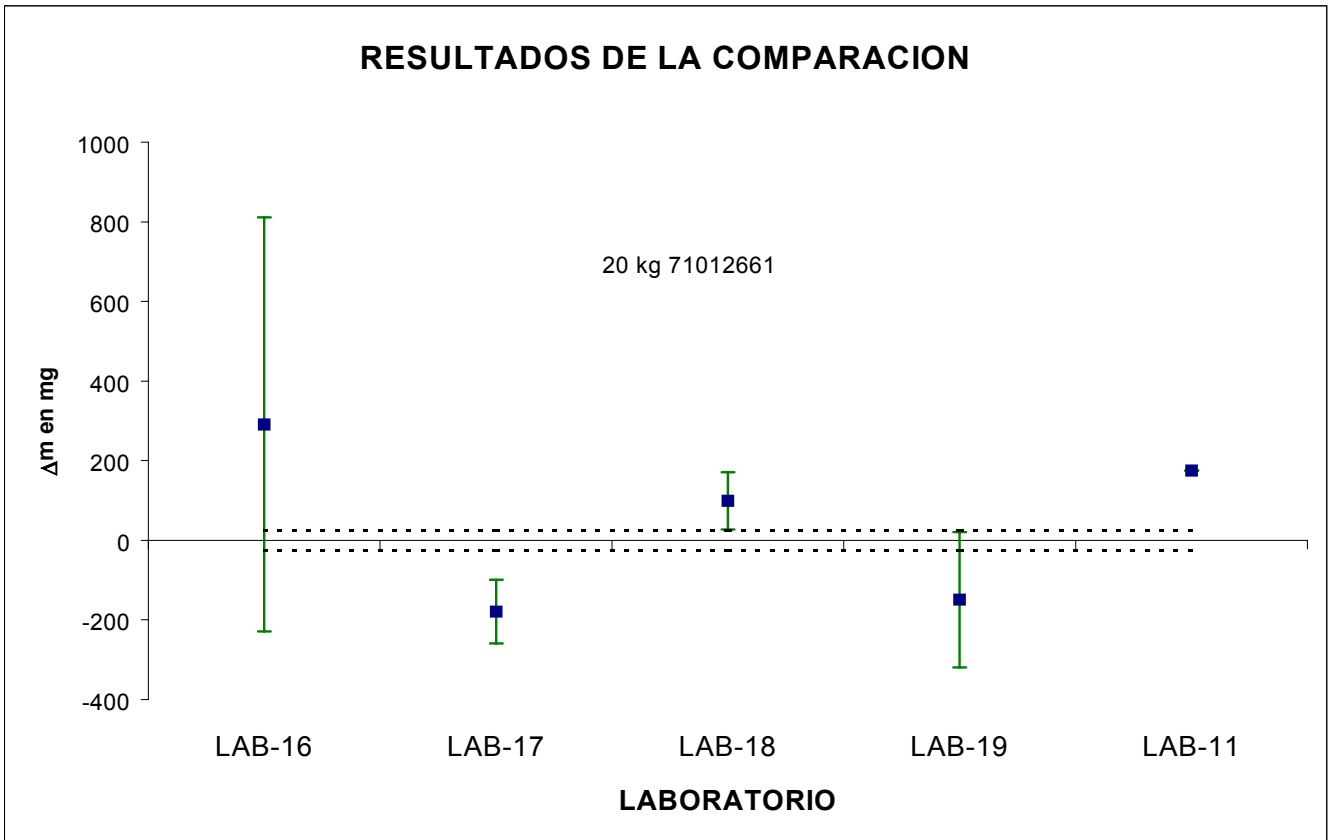
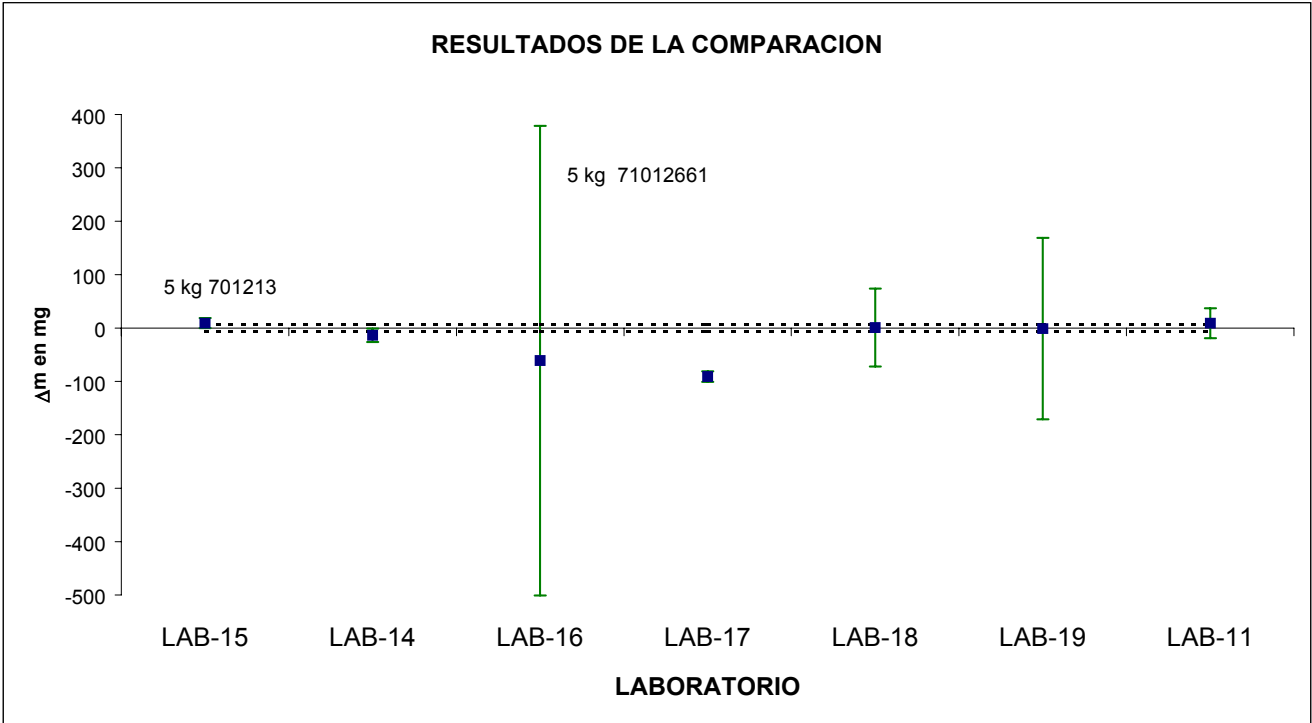


RESULTADOS DE LA COMPARACION



RESULTADOS DE LA CALIBRACION





Anexo 2. Errores Máximos Tolerados de acuerdo con la Recomendación Internacional OIML R 111

Valor nominal	en mg					
	E ₂	F ₁	F ₂	M ₁	M ₂	M ₃
10 g	0,060	0,20	0,6	2	6	20
50 g	0,10	0,30	1,0	3,0	10	30
200 g	0,30	1,0	3,0	10	30	100
1 kg	1,5	5	15	50	150	500
5 kg	7,5	25	75	250	750	2 500
20 kg	30	100	300	1 000	3 000	10 000