

CONSIDERACIONES SOBRE LOS FACTORES QUE AFECTAN LAS CALIBRACIONES DE INSTRUMENTOS PARA PESAR

Fís. Pablo Canalejo Cabrera,
Internacional de Bienes, Servicios e Ingeniería S.A. de C.V.;
Tel. 55374566; Fax. 55374606; email: pablo.canalejo@ibsei.com

A partir de los Requisitos Técnicos de la Norma Mexicana NMX-EC-17025-IMNC-2000 y la experiencia del autor en el área de masa, en esta ponencia se presentan algunas consideraciones sobre la influencia de los factores que determinan el desarrollo correcto y confiable de las calibraciones en la calibración de instrumentos para pesar de funcionamiento no automático en México.

1. INTRODUCCIÓN

La efectividad de las calibraciones en la industria depende del uso de procedimientos de calibración apropiados, que tengan en cuenta todos los factores de influencia en el resultado de medición, así como de su correcta aplicación.

El capítulo 5 "Requisitos Técnicos" de la Norma Mexicana NMX-EC-17025-IMNC-2000 (en lo adelante 17025) establece en su epígrafe 5.1 lo siguiente:

"Muchos factores determinan el desarrollo correcto y confiable de las calibraciones efectuadas por un laboratorio..."

- factores humanos,
- condiciones ambientales,
- equipo y trazabilidad de la medición,
- manejo de los elementos de calibración,
- procedimientos de calibración,

La extensión en la que los factores contribuyen a la incertidumbre total de la medición difiere considerablemente entre tipos de calibraciones..."

A partir de este importante requisito de la 17025, así como de la experiencia del autor como experto técnico del Padrón Nacional de Evaluadores de la Entidad Mexicana de Acreditación, en esta ponencia se presentan algunas consideraciones sobre la influencia de estos factores en el desempeño de los laboratorios acreditados para la calibración de instrumentos para pesar de funcionamiento no automático.

El objetivo de la ponencia es exponer las opiniones del autor sobre las consecuencias de no tener debidamente en cuenta la influencia de cada uno de los factores mencionados y demostrar la necesidad

de la existencia de una guía de calibración para los laboratorios acreditados en el área de masa a fin de utilizar procedimientos homogéneos y apropiados.

Las consideraciones se presentan en la sección 2 respetando el orden en que se enuncian los factores en la 17025 y tomando como bases algunos procedimientos y acuerdos vigentes y la experiencia del autor, quien esboza la problemática utilizando situaciones hipotéticas.

2. CONSIDERACIONES

2.1 Factores humanos

El procedimiento de la e.m.a. MP CP027 para la evaluación y acreditación de laboratorios de calibración en lo que se refiere al personal establece la figura de Signatario Autorizado, término que define del modo siguiente:

"Persona responsable del área de calibración o ensayo ... autorizada para firmar y endosar los informes de calibración ... producidos por el laboratorio".

A partir de este concepto, algunos evaluadores pudieran limitar su evaluación al conocimiento o desempeño de los signatarios, obviando a los operarios que en muchos casos son los que realizan las pruebas.

El apartado 5.2.1 de la 17025 expresa que:

"La dirección del laboratorio debe asegurar la competencia de todos aquellos que operen equipo específico, efectúen calibraciones, evalúen resultados y firmen informes de calibración".

Lo anterior significa que las calibraciones deben ser conducidas por personal competente, capaz no solo de seguir el procedimiento, sino de conocer y manejar correctamente los patrones y equipos auxiliares que intervienen en la calibración, conocer el elemento de calibración, sus especificaciones, requisitos técnicos y metrológicos y saber interpretar los resultados de las pruebas en la medida en que se van obteniendo, lo cual debería ser evaluado rigurosamente.

2.2 Condiciones ambientales

Asumamos que realizamos una evaluación el desempeño de 3 laboratorios acreditados para calibrar instrumentos para pesar de clase II y encontramos para la medición de los parámetros ambientales en la prueba de linealidad los resultados que se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1. Resultados de medición de los parámetros ambientales

Laboratorio	T (°C)		H (%)		P (hPa)	
	prueba de linealidad					
	I	F	I	F	I	F
1	21,4	21,4	40,0	40,0	-	-
2	19,6	-	43,2	-	825,9	-
3	19,5	19,8	45,1	42,1	824,5	824,7

En el ejemplo observamos diferentes criterios para medir los parámetros ambientales. Mientras el laboratorio 3 mide Temperatura del ambiente (T), la Presión atmosférica (P) y la humedad del aire (H), al inicio (I) y al final (F) de la prueba, los laboratorios 1 y 2 siguen otros criterios.

Aquí no solo es importante considerar que los procedimientos de los laboratorios de calibración deben ser homogéneos lo cual puede lograrse a través de guías de calibración. Es aun mas importante satisfacer el requisito 5.3.1 de la 17025 que establece que:

“El laboratorio debe asegurar que las condiciones ambientales no invaliden los resultados o afecten adversamente la calidad requerida de cualquier medición...”

Cuando se calibran instrumentos con mas de 10 000 divisiones la medición de los parámetros ambientales es importante para corregir el error debido al empuje diferente del aire durante la calibración así como su contribución a la

incertidumbre asociada a los errores del instrumento.

Por ejemplo, la corrección por empuje diferente del aire en el Distrito Federal es del orden de 2×10^{-5} . Esto significa que se debe determinar la densidad del aire en el momento de la calibración.

En el ejemplo mencionado se puede observar que el laboratorio 1 no esta en condiciones de satisfacer el requisito mencionado.

2.3 Equipo y trazabilidad de la medición

El subcomité de masa de la ema, con el apoyo del CENAM, ha jugado un papel importante en el establecimiento de determinadas reglas para la selección de los patrones que deben usarse en la calibración de instrumentos para pesar. Estas reglas, que podrán mejorarse en el futuro, tienen que ser observadas actualmente por los laboratorios acreditados en México.

Hay otras reglas que debería seguir un laboratorio con sus patrones, por ejemplo para tener información sobre la estabilidad de sus valores de masa y considerar su influencia en las calibraciones. Mencionemos por ejemplo las siguientes:

- Solicitar a sus proveedores el valor convencional de la masa de sus pesas con cavidad de ajuste, antes y después del ajuste, siempre que se realice.
- Solicitar a sus proveedores el valor convencional de la masa de sus pesas sin cavidad de ajuste antes y después de que se realice la limpieza, siempre que se realice.
- Elaborar y mantener gráficos de tendencia del valor de masa convencional y la incertidumbre de cada pesa.
- Considerar la contribución por la deriva del valor de masa de los patrones en el algoritmo de cálculo de la incertidumbre de calibración de los instrumentos para pesar.

Los laboratorios deberían tener en cuenta las reglas mencionadas para exigir a sus proveedores de servicios de calibración de pesas que les entreguen los resultados antes y después de la limpieza o el ajuste.

El requisito 5.6.3.1 de la 17025, aplicable tanto para clientes como para proveedores del servicio establece lo siguiente:

“El laboratorio debe tener un programa y un procedimiento para la calibración de sus patrones de referencia. Los patrones de referencia deben ser calibrados antes y después de cualquier ajuste”.

Así como las pesas, los equipos auxiliares de medición ser los apropiados y estar debidamente calibrados para lograr la trazabilidad de las mediciones.

2.4 Manejo de los elementos de calibración

Los instrumentos para pesar se deben manejar siguiendo las instrucciones del fabricante. Para los instrumentos electrónicos es muy recomendable considerar:

- El ajuste previo de la escala y
- Los criterios para la estabilidad de la indicación

2.4.1 Ajuste previo de la escala

Supongamos que seguimos evaluando el desempeño de 3 laboratorios y que los resultados sean los que se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2. Ajuste previo del instrumento

Lab.	Tipo de ajuste
1	Calibración externa con patrones del proveedor
2	No se realiza
3	“Se realiza como indica el fabricante”

Como puede apreciarse no existe un procedimiento uniforme para realizar el ajuste antes de las pruebas. Mientras el laboratorio 1 ajusta la escala con sus patrones usando la función de calibración externa del instrumento, el 2 no ajusta y el 3 ajusta siguiendo las instrucciones del fabricante.

Como el ajuste de la escala es un procedimiento que de manera sistemática realiza el propietario del instrumento, el proveedor del servicio de calibración debería realizarlo de la misma forma que el cliente.

2.4.2. Estabilidad de la indicación

Los instrumentos con indicación electrónica tienen especificado un tiempo de estabilidad de la

indicación y cuentan con señalización apropiada para indicar el momento en que la indicación es estable. Sin embargo, pudiera ser una práctica de los laboratorios evaluar el tiempo de estabilidad de la indicación durante la calibración siguiendo otros procedimientos.

Cuando el propietario de la balanza tenga establecido en su procedimiento operativo de medición el tiempo de estabilización para la toma de sus lecturas, es este tiempo justamente el que debe usar el laboratorio durante la calibración.

2.5 Procedimientos de calibración

La mayoría de los laboratorios de calibración de instrumentos realizan las pruebas siguientes:

- Prueba de Excentricidad,
- Prueba de Repetibilidad, y
- Prueba de Linealidad

No se evalúa la movilidad. Sin embargo la contribución a la incertidumbre debida a la resolución de los instrumentos (electrónicos) se considera como si el instrumento fuera un instrumento ideal, es decir:

$$u_r = \left(\frac{d_i}{2 \cdot \sqrt{3}} \right) = \frac{d_i}{\sqrt{12}} \tag{1}$$

Cuando no se comprueba la resolución de un instrumento esta afirmación pudiera no ser correcta.

2.5.1 Prueba de Repetibilidad

En la calibración de instrumentos para pesar los errores de indicación se determinan realizando normalmente una comparación para cada una de las cargas de prueba que se seleccionan. Es obvio que no resulta práctico ni económico realizar mediciones repetidas para cada carga evaluada. De modo que la variabilidad de las indicaciones se evalúa de manera independiente a través de prueba limitada de repetibilidad.

La prueba de repetibilidad se realiza usando normalmente las cargas media y máxima. Cuando se disponen de estos dos resultados, el mejor estimado de la variabilidad de las indicaciones se obtiene usando el criterio del promedio o del mayor valor obtenido.

Sobre la prueba de repetibilidad nuestras consideraciones son las siguientes:

A) Para los instrumentos con resolución constante en toda la escala se puede considerar una sola de estas cargas.

B) La prueba de repetibilidad permite evaluar las variaciones aleatorias en la indicación del instrumento, pero las influencias aleatorias debidas a la excentricidad y la movilidad no se detectan durante la prueba. Estos factores combinados en todo caso se pueden determinar si se diseña una prueba combinada o de reproducibilidad en lugar de una prueba de repetibilidad o en su defecto si se consideran de manera independiente las contribuciones derivadas de las pruebas independientes de excentricidad y movilidad.

C) Si en el cálculo de la contribución a la incertidumbre asociada a la repetibilidad del instrumento se combinara la desviación estándar de la distribución de probabilidad asumida para las indicaciones repetidas con la contribución debida a la resolución del instrumento, se estaría evitando obviamente una subestimación del parámetro, pero esto no significa que se este determinando la contribución por resolución a menos que se evalúe a través de la prueba de movilidad.

2.5.2 Prueba de Excentricidad

Cuando la prueba se diseña con el objetivo de informar una "máxima diferencia encontrada entre las diferentes observaciones registradas, a nuestro juicio el resultado pudiera no ser de utilidad práctica para el cliente.

Este es uno de los errores que afectan considerablemente el funcionamiento de un instrumento para pesar y debería ajustarse de inmediato siempre que sea posible. De modo que en nuestra opinión, la prueba debería diseñarse para encontrar e informar los errores en cada zona de carga siempre que sea posible usar como carga de prueba pesas patrones.

Cuando no sea posible usar una carga patrón, pudiera informarse el error por carga excéntrica como el mejor estimado del valor central de una distribución de probabilidad que pudiera ser no simétrica con respecto a la indicación del instrumento con carga centrada, como sugiere Paschalis en su artículo publicado en el Boletín 2 de la OIML el pasado año.

Solo estimando los errores de excentricidad es posible considerar su contribución a la incertidumbre para el error de indicación.

2.5.3 Prueba de Linealidad

Esta prueba normalmente tiene como objetivo determinar el error de indicación (E) del instrumento que es la diferencia entre su indicación (I) y el valor de masa (M) de las pesas que se usan como referencia cuando se carga el instrumento de manera ascendente.

$$E = I - M \quad (2)$$

El error de indicación se debe corregir por todos los factores posibles, entre los cuales se pueden mencionar:

- Error del instrumento sin carga
- Error de los patrones y su deriva
- Empuje del aire
- Error de histéresis
- Error de redondeo

2.5.3.1 Error en carga cero

Cuando el error de indicación que se evalúa es el error corregido (E_c) es decir que se tiene en cuenta el error del instrumento sin carga (E_0), la expresión correcta para el error es:

$$E_c = (I - M) - E_0 \quad (3)$$

La componente de incertidumbre asociada al error sin carga debe ser tenida en cuenta.

Es muy probable que la componente asociada a la resolución no sea la indicada anteriormente en 2.5 sino:

$$u_r = \frac{d_i}{\sqrt{6}} \quad (4)$$

debido a la doble influencia de la resolución.

2.5.3.2 Error de los patrones y su deriva

Como ya se ha mencionado es importante tener en cuenta la influencia de la deriva en el valor de masa expresado en el informe o certificado de calibración de la pesa sobre el error de indicación del instrumento y su incertidumbre asociada, sobre todo cuando el tiempo transcurrido desde la última calibración de los patrones es apreciable.

2.5.3.3 Empuje del aire

Como también se ha mencionado es importante tener en cuenta la influencia del empuje diferente del aire particularmente para instrumentos de mas de 10 000 divisiones, sobre todo cuando el instrumento se encuentra a una altura superior a 1 000 m sobre el nivel del mar.

2.5.3.4 Error de histéresis

Si la prueba de linealidad se diseña con cargas ascendentes y descendentes, se pudiera pensar que se busca evaluar el error de histéresis. Es muy importante tener en cuenta que en tal caso el retorno a cero después de cada ascenso o descenso no permite reproducir la histéresis y por tanto debe evitarse.

La corrección por histéresis es la diferencia entre las indicaciones en ascenso y descenso.

Considerar el error de indicación como la media de las indicaciones en ascenso y descenso no es correcto.

Cuando se determina la corrección por histéresis se debe considerar su contribución a la incertidumbre asociada al error de indicación.

2.5.3.5 Error de redondeo

Si en la calibración de un instrumento con indicación digital se usa el método de los aumentos para determinar el error de indicación antes del redondeo, la contribución a la incertidumbre debida a la resolución puede ser disminuida considerablemente.

3. CONCLUSIONES

En la calibración de instrumentos para pesar como en otros tipos de calibración deberá prestarse atención al requisito 5.4.6.3 de la 17025 que establece que:

“Cuando se esté estimando la incertidumbre de medición deben ser tomadas en cuenta, todas los componentes de incertidumbre que sean de importancia para la situación dada;...”

Las situaciones hipotéticas que se han mencionado basadas en la experiencia del autor, permiten presentar un grupo de consideraciones relacionadas con la efectividad de los resultados de las

mediciones realizadas por laboratorios acreditados para calibrar instrumentos para pesar.

En el supuesto caso en que un laboratorio esté involucrado en las consideraciones que se mencionan, sería saludable atenderlas.

¿Como saber si estamos o no involucrados en estas consideraciones o muchas otras que pudieran hacerse? La respuesta está en la aplicación del requisito 5.9 de la 17025:

“El laboratorio debe tener procedimientos de control de calidad para supervisar la validez de ... las calibraciones comprometidas...”

Esta supervisión debe ser planeada y revisada y puede incluir ...:

b) participación en comparaciones entre laboratorios o programas de ensayos de aptitud;”

4. RECOMENDACIONES

- Promover y llevar a cabo de manera sistemática inter comparaciones entre laboratorios acreditados cuyo objetivo primario sea evaluar el desempeño.
- Elaborar una guía técnica que permita homogeneizar los procedimientos de calibración de los laboratorios acreditados ante ema.

5. REFERENCIAS

- [1] Paschalis Tsimitras Kilkis “ Calibration of electronic nonautomatic weighing instruments. Error analysis”. Boletín OIML, Vol. XLIV, abril 2003.
- [2] Becerra Santiago Luis Omar; Centeno González Luz María, “Introducción a la Metrología y Estimación de Incertidumbre, CENAM, 2002
- [3] NMX-EC-17025-IMNC-2000 “Requisitos para la competencia de los laboratorios de calibración y ensayo”
- [4] SCM-01/2000 “Selección de patrones para la calibración de instrumentos para pesar”, Subcomité de masa de la ema, 2000.
- [5] Sanders Richard, Musteanu Christine “Uncertainty of measurement calculations of the weighing performance test ...”, Boletín OIML, Vol. XLV, enero 2004.

