

COMPARACIÓN DE LOS RESULTADOS DE CALIBRACIÓN DE UNA BALANZA DE 200 g APLICANDO LA GUÍA ema-CENAM

Canalejo, P.¹; Hurtado, G.²; Escalante, P. A.³; Suárez. J.⁴; Jiménez, J. C.⁵; Sánchez. E.⁶; Cruz. I.⁷; Reyes. J.⁸

¹Internacional de Bienes, Servicios e Ingeniería SA de CV,
Centro de Investigación y Desarrollo Industrial

²Asesoría Integral de Basculas, SA de CV, Contreras, E., Ingeniería en Sistemas y Pesaje, SA de CV,

³Inpros, SA de CV, García. M., Grupo Industrial SIMCA, SA de CV,

⁴Centro de Validación y Calibraciones de Occidente, SA de CV, Rojas, E. Seitonk de México, SA de CV, ,

⁵Masstech, SA de CV,

⁷Laboratorio de Metrología SIMMA, SA de CV, ⁸Sartorius de México, SA de CV

Resumen: La detección del uso de procedimientos de estimación diferentes entre dos laboratorios cercanos dio origen a una intercomparación con valores conocidos entre un grupo de laboratorios acreditados para calibrar instrumentos para pesar de funcionamiento no automático. El ejercicio consistió en la comparación de la aplicación de los procedimientos de estimación de cada participante a los resultados de la calibración de una balanza de 200 g x 0,1 mg realizada por uno de los participantes.

1. INTRODUCCIÓN

Algunos laboratorios acreditados en masa han mantenido durante años una estrecha cooperación que les ha permitido mantener la confianza para la subcontratación de sus servicios de calibración, de conformidad con el requisito 4.5 de la NMX-EC-17025-IMNC-2006 [1], en adelante 17025.

Dos de estos laboratorios detectaron que sus procedimientos de evaluación contenían consideraciones diferentes, por lo que decidieron promover un ejercicio de comparación, que les permitiera evaluar sus procedimientos con suficiente imparcialidad y profundidad, evaluar la concordancia de sus resultados y detectar cualquier desviación con respecto a los lineamientos de la guía técnica de trazabilidad e incertidumbre en la magnitud de masa para la calibración de Instrumentos para pesar de funcionamiento no automático [2], en adelante guía.

El representante de uno de los laboratorios decidió invitar al representante de Internacional de Bienes, Servicios e Ingeniería, SA de CV, en adelante IBSEI, para que organizara el ejercicio y a la vez participara y evaluara los resultados. IBSEI aceptó la propuesta y propuso realizar un ejercicio de corta duración, que fuera económicamente factible y que contara con la participación de 12 laboratorios.

Se invitó por ello a otros 9 laboratorios que

acogieron la idea con entusiasmo y aceptaron de inmediato su participación.

Los detalles de la organización del ejercicio se presentan en la sección 1 de esta ponencia. Los resultados, su análisis y las herramientas estadísticas usadas se presentan en la sección 2, así como las conclusiones y recomendaciones en la sección 3. Finalmente se presenta la bibliografía usada.

2. ORGANIZACIÓN

El ejercicio fue organizado por IBSEI, cuyo representante elaboró y envió el protocolo [3] y el objeto del ensayo a los laboratorios acreditados participantes. El ejercicio fue completado entre los meses de abril y mayo del 2010.

2.1 Objetivos

Los objetivos del ejercicio fueron:

- evaluar los procedimientos usados por los laboratorios para estimar los errores de indicación y sus incertidumbres de acuerdo a la guía,
- detectar posibles desviaciones en los resultados derivadas de la aplicación de criterios de estimación diferentes, y
- estimar el grado de concordancia de los resultados.

2.2 Programa y objeto de ensayo

El ejercicio fue diseñado usando un programa de ensayo de aptitud con valores conocidos [4]. Como valores conocidos u objeto del ensayo se tomaron los datos del registro de la calibración de una balanza de 200 g x 0,1 mg realizada por Ingeniería en Sistemas y Pesaje, S.A. de C.V., en adelante ISP. La imagen y las características de la balanza calibrada se muestran en la Tabla 1 y Figura 1.

Tabla 1. Características de la balanza calibrada

| | |
|--------------------|------------------------|
| Balanza | Semi micro analítica |
| Fabricante | AND |
| Modelo | AND GR-200 |
| Capacidad Máxima | 210 g |
| División de escala | 0,1 mg |
| Receptor de carga | Circular ϕ 8,4 cm |



Fig. 1. Balanza calibrada

Tabla 2. Datos de los patrones y equipos.

| | | |
|------------------------|-------------------------|---------------------|
| Patrón | Juego de pesas | |
| Uso | Pruebas de calibración | |
| Alcance | 1 mg a 200 g | |
| Clase de exactitud | E ₂ | |
| Secuencia | 1-2-2-5 | |
| Material | Acero inoxidable | |
| Densidad promedio | 7 950 kg/m ³ | |
| Identificación | LMJPE2.01 | |
| Calibrado por | INPROS | |
| Informe de Calibración | ICM-13158/09 | |
| Valor nominal | Valor convencional | Incertidumbre $k=2$ |
| g | g | g |
| 10 | 9,999 985 | 0,000 020 |
| 20 | 19,999 996 | 0,000 027 |
| 20* | 19,999 991 | 0,000 027 |
| 50 | 49,999 948 | 0,000 033 |
| 100 | 99,999 941 | 0,000 053 |
| 200 | 199,999 93 | 0,000 10 |

Nota: Se incluyen sólo las pesas usadas (Ver Fig. 2)

La calibración fue realizada con los patrones, equipos y el procedimiento de calibración de ISP. El procedimiento de calibración aplicado está apegado a los lineamientos de la guía como se aprecia en el registro de calibración. Los datos de los patrones, equipos y el objeto del ensayo se muestran en las Tablas 2 y 3.

| | | |
|------------------------|--------------------------|----------|
| Equipo | Termo higrómetro digital | |
| Alcances | temperatura | humedad |
| | 0 a 50 °C | 0 a 90 % |
| División mínima | 0,1 °C | 1 % |
| Error | 0,4 °C | 0,2 % |
| Incertidumbre | 0,52 °C | 5 % |
| Calibrado por / | SIMCA | |
| Informe de Calibración | 61/2009 | |
| Equipo | Barómetro | |
| Div. de escala | 0,1 hPa | |
| Error / Incertidumbre | 0,1 hPa / 1 hPa | |
| Calibrado por | Caltechnix | |
| Informe de Calibración | S 00812 P01 | |
| Equipo | Termo higrómetro digital | |
| Alcances | temperatura | |
| | 0 a 50 °C | |
| División mínima | 0,1 °C | |
| Error / Incertidumbre | 1,2 °C / 0,52 °C | |
| Calibrado por | SIMCA | |
| Informe de Calibración | 529/2009 | |

Tabla 3. Datos de la calibración

| | | | | | | |
|---|-----------------------------------|-------|----------|-------|-------------|-------|
| Temperatura °C | pesas | | ambiente | | | |
| | 23,5 | | 23,5 | | | |
| Ajuste | Realizado antes de la calibración | | | | | |
| Condiciones ambientales promedio | Temp °C | | HR % | | Presión hPa | |
| | inicial | final | inicial | final | inicial | final |
| | 23,5 | 24,6 | 22 | 20 | 769 | 769 |
| Prueba de excentricidad | | | | | | |
| Todas las lecturas sin carga iguales a cero | | | | | | |
| Carga | 100 g | | | | | |
| Zona | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | |
| Lecturas (mg) | + 0,5 | + 0,3 | + 0,4 | + 0,6 | + 0,5 | |
| Prueba de repetibilidad | | | | | | |
| Todas las lecturas sin carga iguales a cero | | | | | | |
| Carga | 100 g | | | | | |
| Prueba | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | |
| Lecturas (mg) | + 0,2 | - 0,1 | + 0,1 | 0,0 | + 0,2 | |
| Prueba | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | |
| Lecturas (mg) | + 0,2 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | |
| Prueba de exactitud | | | | | | |
| Todas las lecturas sin carga iguales a cero | | | | | | |
| Carga (g) | 20 | 40 | 60 | 80 | 100 | |
| Lecturas (mg) | + 0,1 | + 0,1 | + 0,3 | + 0,3 | + 0,4 | |
| Carga (g) | 120 | 140 | 160 | 180 | 200 | |
| Lecturas (mg) | + 0,4 | + 0,5 | + 0,6 | + 0,8 | + 0,9 | |



Fig. 2 Pesas patrones

2.3 Participantes

La razón social de los laboratorios participantes se muestra en la Tabla 4.

Tabla 4. Laboratorios participantes

| No. | Razón Social |
|-----|---|
| 1 | Centro de Investigación y Desarrollo Industrial |
| 2 | Asesoría Integral de Basculas, SA de CV |
| 3 | Ingeniería en Sistemas y Pesaje, SA de CV |
| 4 | Inpros, SA de CV |
| 5 | Grupo Industrial SIMCA, SA de CV |
| 6 | Centro de Validación y Calibraciones de Occidente, SA de CV |
| 7 | Seitonk de México, SA de CV |
| 8 | Masstech, SA de CV |
| 9 | Laboratorio de Metrología SIMMA, SA de CV |
| 10 | Sartorius de México, SA de CV |
| 11 | Internacional de Bienes, Servicios e Ingeniería SA de CV |

Los números de orden considerados en la Tabla 4 no coinciden con los asignados para las evaluaciones de sus resultados.

2.4 Evaluación del objeto de ensayo

El objeto de ensayo fue evaluado por cada participante empleando sus procedimientos y hojas de cálculo. De acuerdo al programa, cada laboratorio tuvo 15 días para realizar los cálculos y enviarlos al laboratorio piloto. La información fue enviada a través del correo electrónico. Sólo uno de los laboratorios invitados decidió no enviar sus resultados sin haber explicado sus razones hasta la fecha.

El laboratorio piloto mantuvo la comunicación sistemática con los participantes que permitió esclarecer las dudas sobre la información recibida e informar de los avances del ejercicio.

2.5 Informe de resultados

El Informe de la participación de cada laboratorio fue enviado a todos por separado. El Informe fue presentado a los participantes en la reunión de conclusiones.

El Informe incluyó la descripción de los procedimientos de cada participante, las inconsistencias encontradas y la evaluación de la concordancia de los resultados. El procedimiento empleado por el laboratorio piloto fue considerado de referencia por consenso, debido a que teóricamente fue considerado como el más apegado a la guía.

3. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS

El laboratorio piloto evaluó el elemento de ensayo y estimó los errores de indicación y sus incertidumbres aplicando su procedimiento, considerado de referencia por decisión de los participantes. El piloto evaluó la información de los participantes y comparó sus procedimientos y resultados con el procedimiento y los resultados de referencia.

3.1 Procedimiento de referencia

Los errores de indicación (E_i) fueron estimados como la diferencia entre las indicaciones corregidas (I_{corr}) y la masa de referencia (m_{ref}):

$$E_i = (I_{corr} - m_{ref})_i \quad (1)$$

Las indicaciones corregidas fueron estimadas sólo como la diferencia entre las indicaciones con carga y sin carga, ya que los mejores estimados de las correcciones por redondeo, repetibilidad y excentricidad fueron considerados iguales a cero.

La masa de referencia fue estimada como la suma de las masas convencionales de las pesas usadas en cada carga de prueba, ya que los mejores estimados de las correcciones por deriva, empuje del aire y convección fueron considerados iguales a cero.

Las incertidumbres de los errores de indicación fueron expandidas empleando un factor de cobertura $k = 2$ y las incertidumbres estándar combinadas, como la raíz cuadrada positiva de las varianzas, estimadas a su vez como la suma de las varianzas de la indicación corregida y la masa de referencia.

Las varianzas de las indicaciones corregidas fueron estimadas como la suma de las varianzas:

- por redondeo de las indicaciones con carga,

- por redondeo de las indicaciones con sin carga,
- variabilidad de las indicaciones, y
- el efecto de excentricidad.

Las dos primeras componentes se estimaron asumiendo una distribución rectangular con límites simétricos $\pm 0,5 d$. La tercera, como la desviación estándar de la prueba de repetibilidad y la cuarta, asumiendo una distribución rectangular con límites $\pm \partial_{exc}$:

$$\partial_{exc} = \frac{l_i \cdot |\Delta l_{max}|_{exc}}{2 \cdot L_{exc}} \quad (2)$$

Donde:

- l_i es la indicación corregida que corresponde a la carga de prueba i empleada en la prueba de exactitud,
- $|\Delta l_{max}|_{exc}$ el módulo de la diferencia máxima obtenida en la prueba de excentricidad, y
- L_{exc} la carga de prueba usada en la prueba de excentricidad

La varianza de la masa de referencia de las cargas de prueba usadas en la prueba de exactitud fue estimada como la suma de las varianzas por:

- la masa convencional,
- inestabilidad de la masa convencional con respecto al valor declarado en el informe de calibración,
- el empuje del aire y
- el efecto de convección.

La primera componente se estima a partir del informe de calibración de las pesas, como el cociente entre la suma de las incertidumbres expandidas y el factor de cobertura. La segunda, asumiendo una distribución rectangular con límites simétricos: 1/3 de la suma de los errores máximos tolerados de las pesas. La tercera componente se estimó asumiendo una distribución rectangular con límites simétricos: 0,25 de la suma de los errores máximos tolerados de las pesas que conforman cada carga de prueba [5]. Como las pesas usadas satisfacen la clase E2 de la OIML, la estimación es válida y suficiente, si tenemos en cuenta que el ajuste de la balanza fue realizado inmediatamente antes de la calibración, la densidad promedio de las pesas es $7\,950\text{ kg/m}^3$ y la densidad del aire es superior a $0,8\text{ kg/m}^3$.

La cuarta componente se estima asumiendo una distribución rectangular con límites simétricos iguales a 1/3 del emt , donde emt es la suma de los errores máximos tolerados de las pesas que conforman cada carga de prueba. De acuerdo al anexo F de la guía, la estimación es válida debido a que las pesas usadas son de clase E_2 y los datos de la calibración y los equipos usados garantizan que la diferencia entre la temperatura de las pesas y el ambiente durante la calibración no es mayor que $1\text{ }^\circ\text{C}$.

3.2 Procedimientos de los participantes

Los procedimientos de cálculo de los laboratorios participantes se basan en sus propias interpretaciones de los lineamientos de la guía. Algunas interpretaciones son inconsistentes. Las más importantes se presentan en la Tabla 5, donde cada participante ha sido identificado con un número diferente al de la Tabla 4.

Tabla 5. Inconsistencias de los procedimientos de los participantes.

| No. | Inconsistencias |
|-----|---|
| 1 | Procedimiento inapropiado. Estimación incorrecta de correcciones e incertidumbres. Combinación de incertidumbres absolutas y relativas. |
| 2 | Contribución por empuje y por convección |
| 3 | Corrección por excentricidad. Contribución por convección. |
| 4 | Corrección por excentricidad. Contribución por empuje y por convección |
| 5 | Contribución por empuje |
| 6 | Contribución por empuje |
| 7 | Corrección por excentricidad. Contribución por empuje, por convección y por repetibilidad. |
| 8 | Contribución por repetibilidad y por convección. |
| 9 | Contribución por empuje y por convección |
| 10 | Procedimiento inapropiado. Estimación incorrecta de casi todas las correcciones e incertidumbres. |

Como puede apreciarse en la Tabla 5, los procedimientos de los laboratorios 1 y 10 son inapropiados porque presentan muchas inconsistencias con la guía. Los procedimientos de los demás laboratorios presentaron inconsistencias aisladas.

Las inconsistencias en la corrección por empuje se refieren básicamente a que los laboratorios calculan la corrección a partir de su ecuación y no tienen en cuenta su valor en la masa de referencia o estiman la incertidumbre asumiendo una distribución rectangular con límites simétricos $\pm 0,25\text{ }emt$.

Las inconsistencias en la corrección por

convección se refieren básicamente a que los laboratorios consideran la incertidumbre despreciable porque el tiempo de ambientación es de 1 h.

Todas las inconsistencias encontradas fueron presentadas a los participantes en la reunión de

clausura. Estos quedaron satisfechos y decidieron tomar acciones para corregirlas.

4. RESULTADOS

Los resultados del ejercicio se presentan en la Tabla 6.

Tabla 6. Resultados de la comparación

| Carga evaluada | 20 | | 60 | | 100 | | 140 | | 200 | |
|----------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| | e | U | e | U | e | U | e | U | e | U |
| | mg | | | | | | | | | |
| IBSEI | 0,10 | 0,24 | 0,37 | 0,27 | 0,46 | 0,28 | 0,57 | 0,36 | 0,97 | 0,39 |
| 1 | <i>0,21</i> | 0,23 | 0,30 | <i>0,31</i> | 0,39 | <i>0,42</i> | 0,31 | <i>0,56</i> | 0,71 | 0,75 |
| 2 | 0,10 | 0,24 | 0,32 | 0,26 | 0,42 | 0,27 | 0,74 | 0,34 | 1,17 | 0,37 |
| 3 | 0,10 | 0,22 | 0,40 | 0,25 | 0,55 | 0,26 | 0,76 | 0,33 | 1,20 | 0,36 |
| 4 | 0,12 | 0,23 | 0,41 | 0,25 | 0,54 | 0,27 | 0,68 | 0,31 | 1,12 | 0,37 |
| 5 | 0,10 | 0,23 | 0,37 | 0,28 | 0,46 | 0,29 | 0,57 | 0,37 | 0,97 | 0,41 |
| 6 | 0,10 | 0,23 | 0,37 | 0,28 | 0,46 | 0,30 | 0,57 | 0,35 | 0,97 | 0,40 |
| 7 | 0,10 | 0,19 | 0,13 | 0,26 | 0,15 | 0,29 | 0,22 | 0,44 | 0,25 | 0,49 |
| 8 | 0,10 | <i>0,12</i> | 0,37 | <i>0,16</i> | 0,46 | <i>0,18</i> | 0,57 | <i>0,27</i> | 0,97 | <i>0,31</i> |
| 9 | 0,10 | 0,24 | 0,37 | 0,27 | 0,46 | 0,29 | 0,57 | 0,38 | 0,97 | 0,40 |
| 10 | 0,10 | <i>0,41</i> | 0,37 | <i>0,42</i> | 0,46 | <i>0,43</i> | 0,62 | <i>0,47</i> | 0,97 | <i>0,50</i> |

La Tabla 6 muestra los laboratorios participantes en la primera columna. Por comodidad en la presentación de los resultados, las filas muestran el error y la incertidumbre para 5 de las 10 cargas evaluadas en la prueba de exactitud.

En la Tabla 6 los valores de los errores que pudieran resultar anómalos o las incertidumbres sub o sobre estimadas se han escrito en cursivas y sombreado.

Los laboratorios 5, 6 y 9 obtuvieron valores muy similares al piloto. Los resultados enviados inicialmente por los laboratorios 5 y 6 presentaban errores groseros no imputables al procedimiento de cálculo que fueron corregidos oportunamente.

Los laboratorios 8 y 10 no presentaron desviaciones sistemáticas, pero subestimaron la incertidumbre debido a un tratamiento incorrecto de la contribución por repetibilidad.

El laboratorio 1 obtuvo errores anómalos e incertidumbres incorrectas debido a las inconsistencias de su procedimiento de cálculo en la estimación tanto de las correcciones como de las contribuciones a la incertidumbre (Ver Tabla 5 fila 1).

Los laboratorios 2, 3 y 4 obtuvieron errores anómalos debido a que consideraron valores calculados, diferentes de cero, para las correcciones por excentricidad y empuje del aire, a pesar de que

sus estimaciones de incertidumbre para ambas correcciones se basaron de manera incorrecta en distribuciones rectangulares.

En la Figura 3 se muestra la dispersión de los valores de error del laboratorio piloto y los valores desviados o anómalos informados por los laboratorios 1, 2, 3, 4 y 7.

La línea roja, que corresponde al laboratorio 1, muestra las inconsistencias en su procedimiento de cálculo de los errores. El error obtenido para 140 g inferior al error para 100 g, nos muestra una curva característica del instrumento completamente diferente de la obtenida por el resto de los participantes.

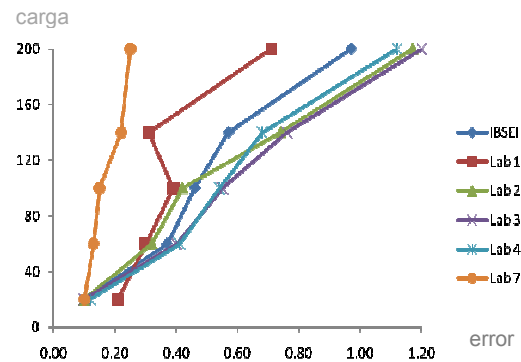


Fig. 3 Dispersión de los errores de indicación de los laboratorios 1, 2, 3, 4 y 7.

La dispersión de los valores de error del laboratorio piloto y los laboratorios 5, 6, 8, 9 y 10 se muestran en la Figura 4.

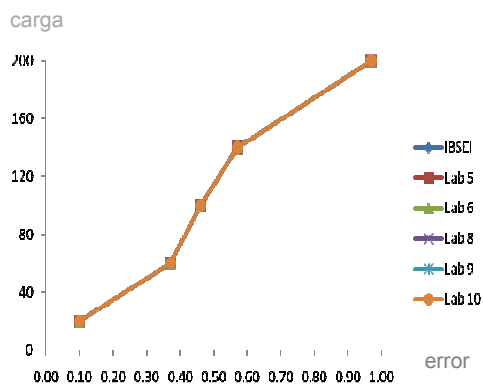


Fig. 4 Dispersión de los errores de indicación de los laboratorios 5, 6, 8, 9 y 10.

Para evaluar la consistencia de los resultados de los laboratorios se calcularon los valores del error normalizado entre laboratorios y entre todos los laboratorios y el laboratorio piloto. Todos los valores son menores que 1.

El error normalizado no es un buen estimador de la concordancia de los resultados para el programa de ensayo desarrollado, debido a la insuficiencia de la relación de exactitudes entre los procedimientos que se comparan.

En el ejercicio desarrollado, todos los laboratorios evaluaron los mismos resultados de calibración, obtenidos con los mismos patrones y en las mismas condiciones. Todos los laboratorios están acreditados por el mismo organismo de acreditación y sus procedimientos de calibración se basan en la misma guía, por lo que se deben esperar resultados concordantes.

La única fuente posible para la obtención y declaración de resultados inconsistentes se debe atribuir a inconsistencias en la interpretación de la guía.

No todos los laboratorios usaron los mismos criterios de evaluación de acuerdo a las opciones de la guía, pero esta diversidad de criterios correctamente aplicados no fue la causa de las inconsistencias que se muestran en la Tabla 6. Como se ha dicho antes, la causa de las inconsistencias en los resultados de algunos laboratorios fue la interpretación incorrecta de los

lineamientos de la guía (Ver Tabla 5).

Por eso se decidió evaluar por separado la concordancia de los errores y de la incertidumbre declarados por los participantes.

Con respecto a los errores, en la Figura 4 se aprecia que los resultados de los laboratorios 5, 6, 8, 9 y 10 son concordantes con el piloto, sin embargo no podemos decir lo mismo para los demás laboratorios.

Como puede apreciarse en la Figura 3 el error declarado por el laboratorio 1 para la carga evaluada de 20 g es el mayor de todos los errores declarados por los participantes incluyendo al piloto, lo que nos hace pensar, a simple vista, que se trata de un valor anómalo o al menos un valor muy desviado con respecto al promedio de los errores declarados.

De igual forma, en la Figura 3 se aprecia que los errores declarados por el laboratorio 7 para las cargas evaluadas superiores a 20 g son muy inferiores a todos los errores declarados por los participantes incluyendo al piloto. Esto nos hace pensar, también a simple vista, que se trata valores anómalos o muy desviados con respecto al promedio de los errores declarados.

Para determinar si efectivamente se trata de valores anómalos con respecto al promedio de los errores declarados por los participantes se calcularon los estadísticos de la prueba de Grubbs para las 5 cargas descritas en la Tabla 6 [6]:

$$G = \frac{|x_{ij} - \bar{x}_j|}{s_j} \tag{3}$$

donde:

- x_{ij} son el mayor y el menor de los errores declarados por los participantes para las cargas mencionadas en la Tabla 6
- i representa al mayor y al menor de los valores para cada carga
- j representa a cada una de las cargas mencionadas en la Tabla 6,
- \bar{x}_j es el promedio de los errores declarados, y s_j la desviación estándar de los errores declarados.

En la Tabla 7. se presentan los valores de los estadísticos de Grubbs obtenidos para los laboratorios 1 y 7. Los valores sombreados se

consideran fuera de rango, ya que exceden los valores críticos de Grubbs para el 1 % (1,973).

Tabla 7. Estimados de Grubbs

| Carga (g) | G | |
|-----------|-------|-------|
| | Lab 1 | Lab 7 |
| 20 | 2,965 | 0,357 |
| 60 | 0,564 | 2,761 |
| 100 | 0,448 | 2,722 |
| 140 | 1,535 | 2,084 |
| 200 | 0,853 | 2,609 |

Con respecto a las incertidumbres, en la Tabla 6 se muestra que los laboratorios 1, 8 y 10 obtuvieron valores de incertidumbre desviados con respecto al laboratorio piloto.

En las Figuras 5, 6 y 7 se muestran los valores de los errores y las incertidumbres del laboratorio piloto y los laboratorios 1, 8 y 10 para 20 g, 100 g y 200 g, respectivamente.

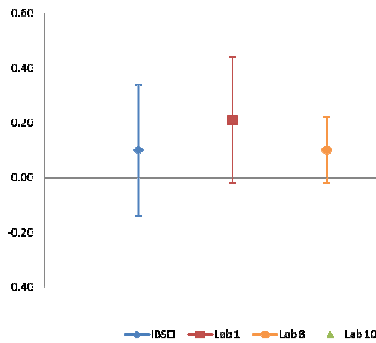


Fig. 5 *Dispersión de las incertidumbres para los laboratorios 1, 8 y 10 para cargas bajas.*

En la Figura 5 se aprecia la subestimación del laboratorio 8 y la sobre estimación del laboratorio 10 para la carga de 20 g, aunque los valores se traslapan.

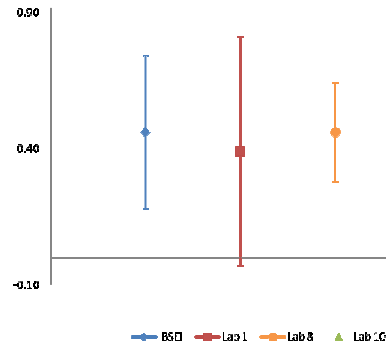


Fig. 6 *Dispersión de las incertidumbres para los laboratorios 1, 8 y 10 para cargas medias.*

En la Figura 6 se aprecia la sobre estimación de la incertidumbre de los laboratorios 1 y 10 y la subestimación del 8. No obstante, todos los valores se traslapan.

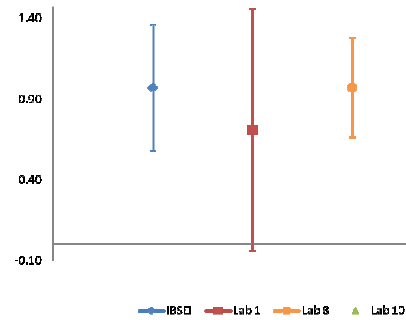


Fig. 7 *Dispersión de las incertidumbres para los laboratorios 1, 8 y 10 para cargas altas.*

En la Figura 7 se hace más evidente la sobre estimación del laboratorio 1 y también se aprecia la subestimación del 8. Los valores se traslapan.

Para estimar la concordancia de las incertidumbres declaradas por los participantes se realizó un análisis de varianza basado en la prueba de Fischer, considerando la hipótesis nula de que todas las incertidumbres declaradas son concordantes con las obtenidas por el laboratorio piloto para un nivel de confianza del 95 %.

Se calcularon las relaciones entre las varianzas de todos los laboratorios con respecto al piloto, considerando para todos 9 grados de libertad efectivos. Todos los valores obtenidos para los laboratorios no incluidos en la Tabla 8 son menores que el valor crítico de la prueba F realizada. De

modo que se considera que se cumple la hipótesis nula de que sus varianzas son concordantes para un nivel de confianza del 95 %.

En la Tabla 8 se muestran los valores obtenidos para los laboratorios 1 y 8 en las cargas que se presentan en las Figuras 5, 6 y 7.

Tabla 8. Valores de la prueba F para los laboratorios 1 y 8.

| Cargas (g) | F | |
|------------|-------|-------|
| | Lab 1 | Lab 8 |
| 20 | 1,089 | 4,000 |
| 100 | 2,250 | 2,420 |
| 200 | 3,698 | 1,583 |

Los valores sombreados exceden el valor crítico (3,18) de la prueba F unilateral, nivel de confianza del 95 %, 9 grados de libertad efectivos [7], de modo que para los laboratorios 1 y 8 se rechaza la hipótesis nula de que las varianzas son concordantes para una probabilidad del 95 %, debido a que se rebasan los valores críticos.

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Los objetivos de la comparación fueron cumplidos de acuerdo al programa concebido, con un costo en tiempo y recursos muy accesible. Los laboratorios aplicaron sus procedimientos para evaluar el objeto de ensayo, los cuales fueron evaluados por el laboratorio piloto.

Se detectaron inconsistencias con los lineamientos de la guía, que junto a los resultados de su aplicación fueron presentados a los participantes en una reunión de clausura, donde se decidió considerar el procedimiento del laboratorio piloto como referencia.

La magnitud de las inconsistencias detectadas en los procedimientos no se aprecia de manera suficiente en los resultados de los laboratorios ya que los últimos dependen del peso de los primeros.

Por ejemplo, en el procedimiento del laboratorio 8 se observó un tratamiento inadecuado de la contribución por repetibilidad, mientras que en el laboratorio 10 se detectaron muchas inconsistencias en la evaluación de las correcciones y las incertidumbres, incluidos errores conceptuales y de interpretación de la guía

y la teoría de la evaluación de la Incertidumbre. Sin embargo, los resultados del laboratorio 8 son más inconsistentes que los del laboratorio 10.

Por eso consideramos que es muy importante que los participantes atiendan las inconsistencias detectadas en sus procedimientos.

Todos los laboratorios participantes en este ejercicio han participando también en EA reconocidos por la entidad mexicana de acreditación y varios de ellos en EA con CENAM. La mayoría de estos laboratorios han tenido resultados satisfactorios en sus EA, sin que hayan recibido recomendación alguna sobre sus procedimientos, a pesar de las inconsistencias detectadas.

La concordancia de los resultados de los participantes fue evaluada empleando el criterio del error normalizado. Todos los valores obtenidos son menores que 1. Este criterio no se considera apropiado para el tipo de ejercicio desarrollado.

La concordancia de los errores y las incertidumbres declaradas se evaluaron por separado empleando las pruebas de Grubbs y la prueba F. El 50 % de los laboratorios obtuvieron errores desviados con respecto al laboratorio piloto, y el 20 % valores anómalos. El 20 % de los laboratorios presentaron resultados de incertidumbre no concordantes.

El ejercicio fue considerado de mucha utilidad por los participantes. El 50 % de ellos obtuvo resultados satisfactorios, aunque deben prestar atención a las inconsistencias en sus procedimientos.

Los autores no tienen información de un ejercicio similar desarrollado y reportado en México entre laboratorios de calibración. Sin embargo, recomiendan que este ejercicio sea considerado como un posible programa de ensayo de aptitud, debido a su efectividad y bajo costo en tiempo y recursos.

Los resultados demuestran la importancia de comparar la aplicación de los procedimientos de estimación contenidos en los procedimientos de calibración sobre todo cuando son de reciente aplicación y no están suficientemente validados. Sin embargo, el tratamiento de este ejercicio merece un análisis más amplio, en particular, en lo que respecta a las pruebas estadísticas empleadas.

Otras pruebas estadísticas pudieran aplicarse y comparar los resultados.

También demuestran que se debería lograr la participación de todos los laboratorios acreditados en México y otros países interesados, incluyendo aquellos que ya lo hicieron, presentaron inconsistencias y aplicaron las acciones para corregirlas.

AGRADECIMIENTO

Los autores agradecen al Ing. Jorge Mendoza por su valiosa cooperación para la realización del ejercicio y la evaluación de sus resultados.

Bibliografía:

- [1] NMX-EC-17025-IMNC-2006 “Requisitos para la competencia técnica de los laboratorios de calibración y ensayo”.
- [2] Guía Técnica de Trazabilidad e Incertidumbres en Masa. Calibración de IPFNA. ema/CENAM, México, 2008
- [3] Protocolo de la inter comparación. Evaluación de los datos de calibración de instrumentos para pesar. Marzo 2010
- [4] Proyecto de Norma Mexicana PROY-NMX-EC-17043-IMNC-2010. Evaluación de la Conformidad – Requisitos Generales para los Ensayos de Aptitud.
- [5] NOM-038-SCFI-2000 “Pesas de las clases E1, E2, F1, F2, M1, M2 y M3.”
- [6] NMX-CH-5725-2-IMNC-2006 “Exactitud (veracidad y precisión) de resultados y métodos de medición – Parte 2: Método básico para la determinación de la repetibilidad y la reproducibilidad de un método de medición normalizado”
- [7] Experimental Statistics, Mary G. Natrella, Handbook 91 United States Department of Commerce, Technology Administration, NIST.