

ENSAYO DE APTITUD EN MEDICIÓN DEL NÚMERO DE DUREZA. POR EL MÉTODO ROCKWELL (ESCALA C – HRC)

Alfredo Esparza-Ramírez, Jorge Torres-Guzmán, Fernando Martínez-Mera
Centro Nacional de Metrología

km 4.5 Carretera a Los Cués. Municipio El Marqués Querétaro, México

Teléfono: (+52) 442-211-0500, fax y aesparza@cenam.mx, jtorres@cenam.mx; fermarti@cenam.mx

Resumen: Los ensayos de aptitud se consideran una de las mejores opciones para evaluar el desempeño de los servicios de calibración de los laboratorios acreditados. En este trabajo se muestran algunos de los beneficios que los ensayos tienen, y en particular cuando se establece un protocolo detallado y se selecciona un buen estadístico de comparación.

1. INTRODUCCIÓN

La entidad mexicana de acreditación, a. c. (*ema*) para atender las necesidades de ensayos de aptitud del Comité de Laboratorios de Ensayos, solicitó al Centro Nacional de Metrología (CENAM) que organizara un ensayo de aptitud para la medición del número de dureza por el método Rockwell en la escala C, para materiales metálicos. En este ensayo de aptitud el CENAM fue el laboratorio piloto.

Este ensayo de aptitud tuvo como objetivo determinar la proximidad de concordancia de los resultados de medición de tres materiales de referencia certificados (MRC), entre los laboratorios acreditados, vía una comparación, los valores de referencia fueron los propuestos por el laboratorio piloto.

El mensurando de la calibración fueron los valores obtenidos en dureza del material de referencia certificado de acuerdo con la norma ISO 6508-3 [6].

2. PROTOCOLO DEL ENSAYO DE APTITUD TÉCNICA, ESTADÍSTICO Y CRITERIOS DE ACEPTACIÓN

Se seleccionaron tres materiales de referencia certificados (MRC), los cuales fueron caracterizados y asignado su valor de referencia por el CENAM. Estos bloques son utilizados como bloques de referencia para dureza Rockwell por lo que su estabilidad y homogeneidad están verificadas.

En las siguientes figuras (1 y 2) se muestran los MRC's utilizados y la zona donde cada laboratorio realizó sus pruebas.

En general la información del protocolo fue la siguiente:

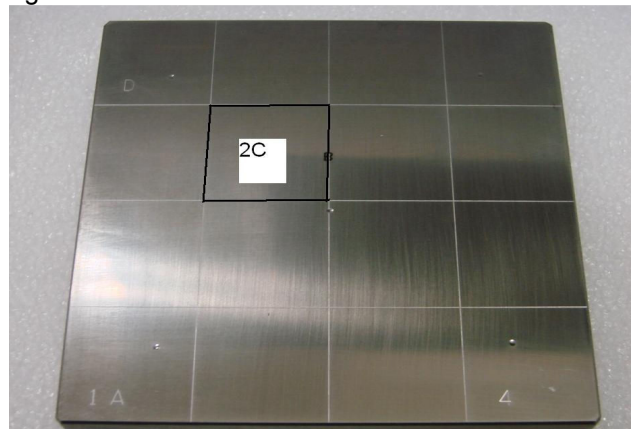


Fig. 1 Bloque patrón y las secciones de prueba de los laboratorios.

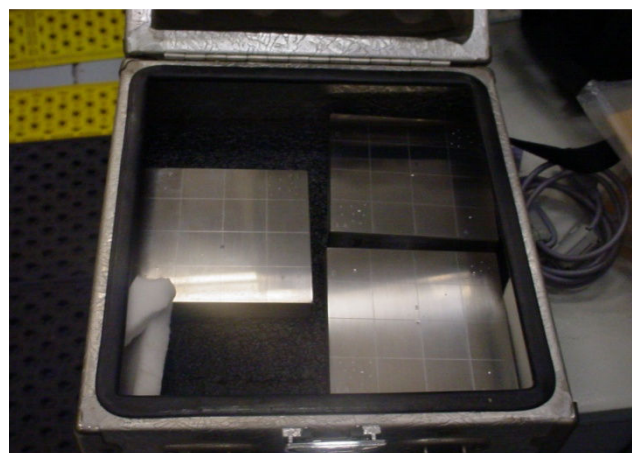


Fig. 2. Bloques patrón utilizados como material de referencia certificado (MRC).

a) Material de referencia certificado (patrón de referencia – MRC-) escala HRC

- b) Método de medición: Rockwell por penetración, método indirecto [4]
- c) El intervalo de medición del ensayo: HRC (alto, medio y bajo) [5]
- d) Puntos de medición a calibrar: alto, medio y bajo.
- e) El ensayo de Aptitud se realizó en el mes de noviembre y diciembre de 2009, se realizó en dos rondas de mediciones con una medición intermedia del CENAM.

El esquema de la prueba se muestra en la figura 3 y en la figura 4 se muestra la forma en la que se deberán transportar los bloques para que durante la ronda de mediciones no se alterara su valor.

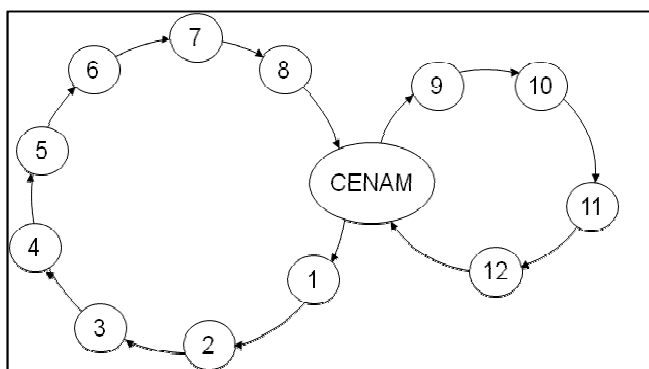


Fig. 3 Esquema de prueba de cada uno de los laboratorios.

La evaluación del desempeño de la participación de los laboratorios para este ensayo de aptitud se realizó con el estadístico zeta-score (ζ) descrito en la norma ISO 13528:2005 *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*. [2]

Se usará para la evaluación de los resultados de este ensayo de aptitud el Zeta-score (ζ) el cual es calculado de la siguiente forma:

$$\zeta = \frac{x - X}{\sqrt{u_x + u_X^2}} \quad (1)$$

Donde:

- x : es el valor del error obtenido de las mediciones del laboratorio x .
- X : es el valor del error obtenido de las mediciones del laboratorio piloto (valor de referencia)
- u_x es la estimación de incertidumbre estándar para el resultado x del laboratorio.
- u_X es la incertidumbre estándar del valor de referencia X .

De acuerdo con este modelo, el criterio de evaluación fue:

- Si $|\zeta| \leq 2$, el desempeño del laboratorio es satisfactorio.
- Si $2 < |\zeta| < 3$, el desempeño del laboratorio es cuestionable.
- Si $|\zeta| \geq 3$, los resultados no son satisfactorios.



Fig 4. Contenedor para el transporte de los bloques patrón utilizados en el ensayo de aptitud.

3. RESULTADOS

Se presentan los resultados de las mediciones realizadas por los laboratorios, de acuerdo a la información enviada al CENAM.

Este ensayo de aptitud sólo consideró la evaluación de los resultados de medición de los laboratorios participantes, no se evaluó ninguna otra característica técnica o administrativa de los mismos.

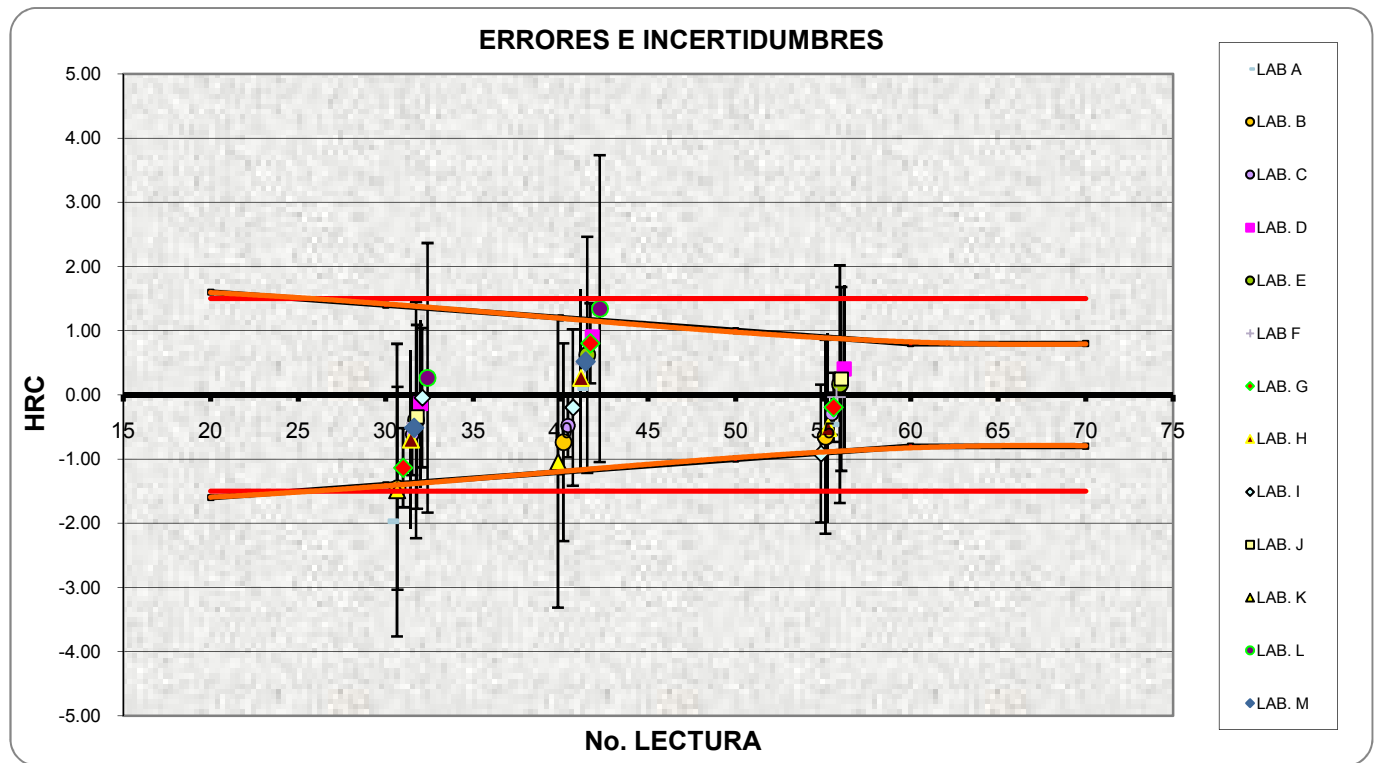


Fig. 5 Gráfica de resultados error-incertidumbre y tolerancia de la norma ISO 6508-2.

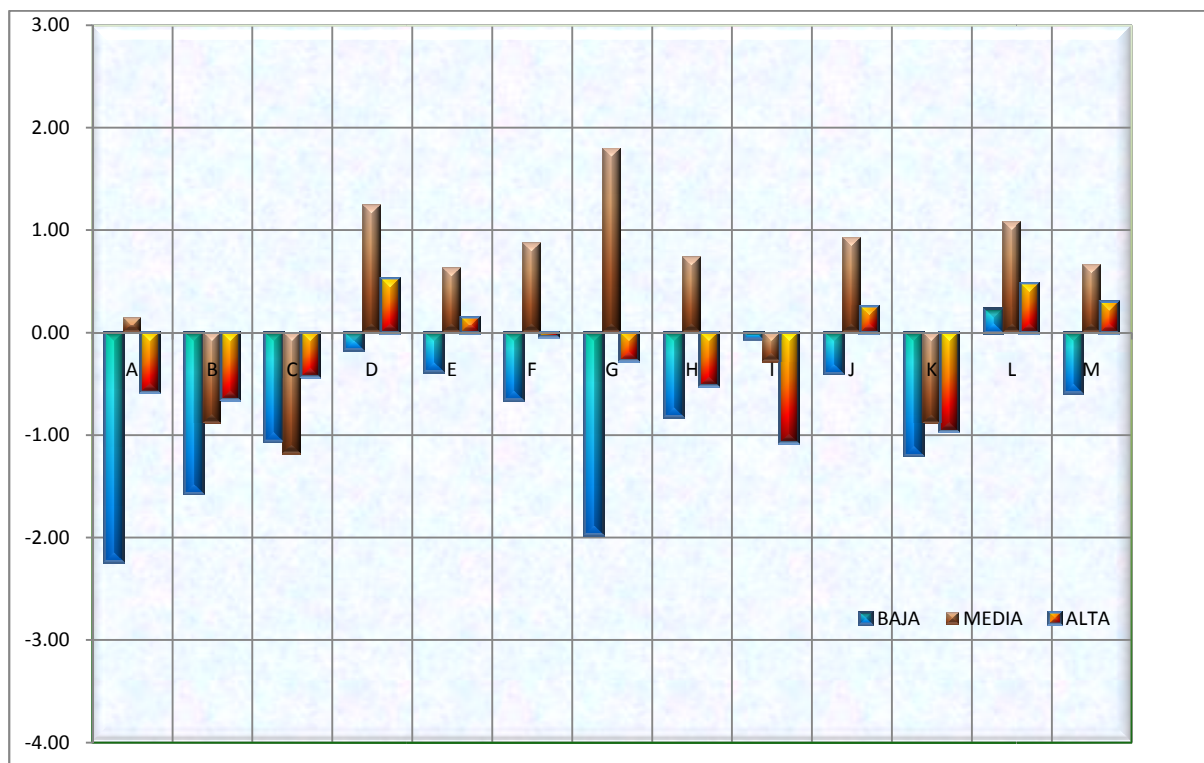


Fig. 6 Resultados z-score de los laboratorios participantes. Escala HRC.

En la figura 5 se muestran los valores obtenidos de cada uno de los laboratorios con sus respectivas incertidumbres; además se muestran las líneas que, la norma ISO 6508-2 [5], donde se marca como tolerancia la repetibilidad y el error en la calibración de los medidores del número de dureza.

En la figura 6 se muestra el valor del estadístico z-score para cada uno de los laboratorios participantes.

4. DISCUSIÓN

Una de las características importantes que tuvo este ensayo fue el de seleccionar como patrón los MRC's ya que en estos materiales de referencia era conocida su incertidumbre por lo que el estadístico ideal para este tipo de ensayos es el z-score.

En las figuras 7 y 8 se presenta en forma tabular la información con la que cada uno de los laboratorios estimó su incertidumbre.

Se muestra que en varios casos la norma de referencia no fue la misma (fuente que no afectó el resultado de forma significativa); también se puede observar en el número de fuentes de incertidumbre que se tomaron en cuenta, mismo que nos muestra que la estimación de la incertidumbre de medición aún no está perfectamente comprendida.

Otro de los detalles importante de comentar es la falta de uniformidad en el número de toma de lecturas y en algunos de los casos no se efectuaron las compensaciones de los errores de sus sistemas de medición.

Lab	xi	c.c.e.	c.c.p.	c.c.c.	proced	norma
A	4	Si	Si	No	Si	ASTM E-18-07
B	No indica	Si	No indica	No	Si	No indica
C	4	Si	Si	No	Si	ASTM E-18-08
D	5	Si	Si	No	Si	ASTM E-18-08
E	6	Si	Si	Si	Si	NMX-B-119-1983
F	5	Si	Si	No	Si	ASTM E-18
G	3	Si	Si	No	Si	No indica
H	3	Si	Si	Si	Si	No indica
I	4	Si	No	No	Si	ASTM E-18-08
J	No indica	Si	Si	No	Si	NMXB-119-1983
K	4	Si	No	No	Si	ASTM E-18-05
L	3	Si	No	No	Si	ASTM E-18-08
M	No indica	Si	Si	No	Si	NMXB-119-1983

Notas de los encabezados:

- xi: Fuentes de incertidumbre
- c.c.e.: Certificado de calibración de equipo
- c.c.p.: Certificado de calibración de penetrador
- c.c.c.: Certificado de calibración de cronómetro
- proced: Procedimiento

Fig. 7 Información base utilizada por cada uno de los laboratorios para su estimación de la incertidumbre

Lab	N.H.	c.e.	xi	U	k	Otros
A	6	No	Patrón Repetibilidad Reproducibilidad resolución	Si	No	Resolución: 1 HRC 6s
B	10	No	No	Si	Si	No indica 13 s

C	5	No	Patrón Repetibilidad Reproducibilidad resolución	Si	Si	En el informe dice ASTM E-18-05
D	5	No	No indica	Si	No	Ninguna
E	10	No	Patrón Repetibilidad Resolución Tiempo Radio del penetrador Angulo del peepentardo	Si	No	NMX-B-119-1983 Termómetro calibrado
F	5	No	Patrón Repetibilidad Resolución Fabricante	Si	Si	La norma no tiene año
G	5	No	Patron Cond. ambientales Técnico ejecutor	Si	Si	Ninguna
H	5	No	Patrón Repetibilidad Otras fuentes	Si	No	Cert. Cal. Termómetro Incert. Baja y alta ASTM E-18-05
I	10	No	Patrón Repetibilidad Reproducibilidad resolución	Si	Si	Ninguna
J	5	No	No indica	Si	No	NMXB-119-1983
K	10	No	Patrón Repetibilidad Reproducibilidad resolución	Si	Si	Ninguna
L	5	No	Patrón Repetibilidad Operador	Si	Si	Determina paralaje, linealidad
M	5	No	No indica	Si	No	NMXB-119-1983

Notas de los encabezados:

- N. H.: Número de huellas
- c.e.: Compensa error
- xi: Fuentes de incertidumbre
- U: Incertidumbre expandida
- k: Expresa *k*

Fig. 8 Información de acuerdo a cada uno de los procedimientos utilizados por los laboratorios

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

El ensayo de aptitud efectuado en general fue satisfactorio, tanto en los resultados obtenidos como en el desarrollo y transporte de los MRC's puesto que no sufrieron daño alguno y se conservó su valor de incertidumbre sin un cambio significativo.

Con los resultados obtenidos de este ensayo de aptitud, se observó que el error que se comete de forma sistemática es la compensación de los valores de los certificados de calibración de sus equipos.

Además de que la estimación de la incertidumbre en ciertos casos no está bien comprendida y subestiman o sobreestiman su valor.

Existen algunas diferencias en cuanto a la geometría del penetrador y en el caso extremo no cuentan con una verificación del mismo.

Adicionalmente, el control del tiempo es una variable importante y no aseguran su control.

La estimación de la incertidumbre de medición parece “complicado” y en algunos casos su estimación es incierta y como resultado de esto se genera un resultado erróneo y para el laboratorio en lugar de crear una certidumbre sobre la medición declara un valor incierto.

REFERENCIAS

- [1] Norma mexicana NMX-CH-140-IMNC-2002 "Guía para la expresión de la Incertidumbre en las mediciones".
<http://www.cenam.mx/publicaciones/gratuitas/>
- [2] International Standard ISO 13528. First edition 2005. Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.
- [3] NMX-EC-043-1-IMNC-2005 Ensayos de aptitud por comparaciones interlaboratorios, Parte 1: Desarrollo y funcionamiento de programas de ensayos de aptitud.
- [4] ISO 6508-1 Metallic materials- Rockwell hardness test- Part 1 Test method (scales A,B,C,D,E,F,G, H, K, N,T)
- [5] ISO 6508-2 Metallic materials- Rockwell hardness test- Part 2 Verification and calibration of testing machines (scales A,B,C,D,E,F,G, H, K, N,T)
- [6] ISO 6508-3 Metallic materials- Rockwell hardness test- Part 3 Calibration of reference blocks (scales A,B,C,D,E,F,G, H, K, N,T)