

**RESULTADOS GENERALES:**

# COMPARACIÓN NACIONAL EN LA MAGNITUD DE PRESIÓN RELATIVA (100 MPa)

entre laboratorios secundarios acreditados del Sistema Nacional de Calibración (SNC) de los Estados Unidos Mexicanos.

*Juan Benjamín Soriano Cardona*  
*Jorge C. Torres Guzmán*  
*Jesús Aranzolo Suárez*

CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA, CENAM  
MÉXICO  
Octubre de 2001

**1. Introducción.**

El objetivo de este documento es presentar los resultados generales de la comparación entre los patrones de presión relativa de 100 MPa de los laboratorios acreditados al Sistema Nacional de Calibración (SNC). La comparación se realizó con el objetivo de establecer las desviaciones de los laboratorios y estimar el nivel de concordancia de las mediciones que llevan a cabo.

En esta comparación participaron los siguientes 5 laboratorios secundarios:

Comisión Federal de Electricidad, LAPEM  
MetAs, S.A. de C.V. Metrólogos Asociados  
Calibraciones Profesionales e Ingeniería S.A. de C.V.  
CalTechnix de México, S.A. de C.V.  
Grupo SIMCA S.A. de C.V.

En este documento se presentarán los resultados de la comparación sin hacer referencia a los laboratorios en particular, por lo que la notación a ser utilizada será Lab 1, 2, 3, 4 y 5 sin corresponder al orden de los laboratorios mencionados arriba.

La comparación entre los patrones de presión relativa se llevó a cabo durante un período de 12 meses.

**2. Dispositivo de Comparación.**

El dispositivo de comparación fue un sensor de cristal de cuarzo que mide presión absoluta. De tal forma, que la presión relativa la obtiene al sustraer la presión atmosférica del lugar a la lectura del sensor. Por lo tanto las lecturas del dispositivo de comparación presentan desviaciones por causa del cambio en la presión atmosférica durante la realización de la calibración.

Tipo:	Oscilador Cristal de Cuarzo
Alcance de medición:	10 MPa a 100 MPa
Clase de exactitud:	0,01 % de E. T.
Marca:	DH- Instruments
Modelo:	RPM3 – A15000L
No. de Serie:	588

El dispositivo de comparación se calibró según el máximo alcance de medición de cada laboratorio.

**3. Patrones de Referencia**

Los patrones de referencia de cada laboratorio participante tienen las siguientes especificaciones:

Comisión Federal de Electricidad, LAPEM:

Balanza de Presión	
Alcance de Medición:	0,4 MPa - 100 MPa
Marca:	DH Instruments
Modelo:	5301
No. de Serie:	D54357

Laboratorio MetAs, S.A. de C.V.:

Balanza de Presión tipo reentrante	
Alcance de Medición:	70 MPa
Marca:	Ametek
Modelo:	R-100
No. de Serie:	38714

Laboratorio Calibraciones Profesionales e Ingeniería S.A. de C.V.:

Balanza de Presión tipo simple	
Alcance de Medición:	0,2 MPa a 100 MPa
Marca:	DH Instruments
Modelo:	5300
No. de Serie:	5663

1

Laboratorio CalTechnix de México, S.A. de C.V.:

Balanza de Presión  
 Alcance de Medición: 0,2 MPa a 120 MPa  
 Marca: DH Instruments  
 Modelo: 5203  
 No. de Serie: 5390

Laboratorio Grupo SIMCA S.A. de C.V.:

Balanza de Presión  
 Alcance de Medición: 0,2 MPa a 100 MPa  
 Marca: AMETEK  
 Modelo: T-150

El patrón de referencia del CENAM.:

Balanza de presión hidráulica Tipo simple  
 Alcance de Medición: 0,2 MPa a 100 MPa  
 Marca: DH Budenberg  
 Modelo: 5306-02  
 No. de Serie: 5716

**4. Lineamientos Generales.**

En concordancia con el artículo número 5 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización vigente, para esta comparación se utilizó el Sistema Internacional de Unidades (SI) y el “Vocabulario Internacional de Términos Fundamentales y Generales de Metrología”. Para la evaluación de la incertidumbre en las mediciones se usaron las recomendaciones establecidas en “La Guía para la Expresión de las Incertidumbres en las Mediciones” ISO-IEC-OIML-BIPM.

La ruta de comparación que se siguió está descrita a continuación.

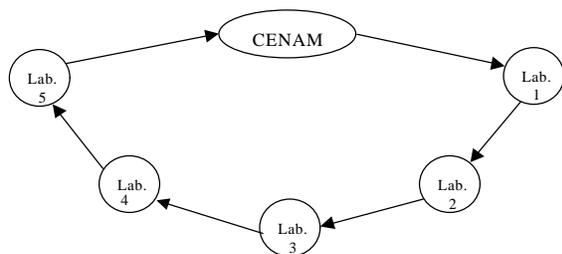


Figura 1. Ronda de comparación.

El CENAM fue el laboratorio piloto, realizando mediciones iniciales y finales durante la ruta de comparación. Cada laboratorio, una vez finalizadas sus mediciones, analizó sus datos y las envió al CENAM.

Cada laboratorio participante, realizó mediciones al dispositivo de comparación en al menos 5 puntos dentro del alcance de medición del mismo. Repitiendo la medición de 4 a 6 veces en cada punto.

Los puntos a ser medidos fueron: 10%, 20%, 30%, 40%, 50%, 60%, 70%, 80%, 90%, 100% del alcance de medición del dispositivo de comparación.

Para la evaluación de incertidumbres se consideró, al menos, las siguientes componentes:  
 Incertidumbre del patrón de referencia.  
 Incertidumbre del sistema de calibración.  
 Incertidumbre de repetibilidad.  
 Incertidumbre de resolución.

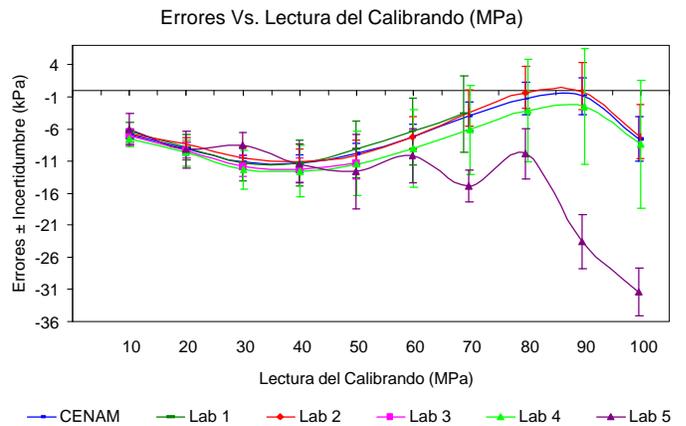
**5. Resultados.**

Los resultados de medición de los laboratorios participantes fueron puestos en una base de datos predefinida por el laboratorio piloto.

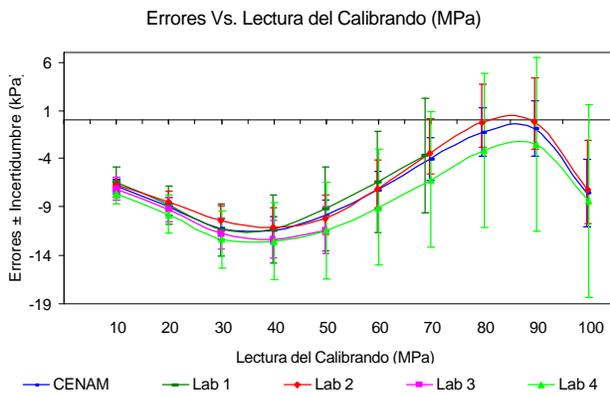
Cada laboratorio realizó las correcciones correspondientes a la presión medida e incluyeron algunas otras contribuciones dentro de la evaluación de incertidumbre.

Las gráficas que resultan presentan el error e incertidumbre estimada para el dispositivo de comparación por cada laboratorio participante. En estas gráficas se asume una linealidad de la respuesta del dispositivo de comparación y una línea ha sido superpuesta para cada resultado de medición final de los laboratorios.

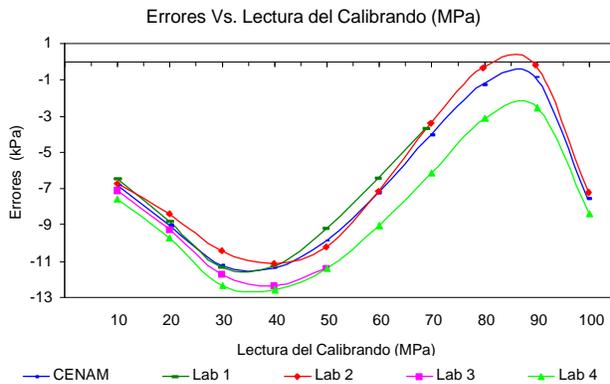
La gráfica 1 presenta los resultados descritos anteriormente e incluye los errores e incertidumbres estimadas. En la gráfica 2, se eliminó un laboratorio con el propósito de incrementar la visibilidad y la claridad del resto de los laboratorios participantes. En la gráfica 3 se muestran los resultados de medición finales de los laboratorios pero la incertidumbre no es presentada.



Gráfica 1. Resultados de errores e incertidumbre de todos los laboratorios en la comparación.

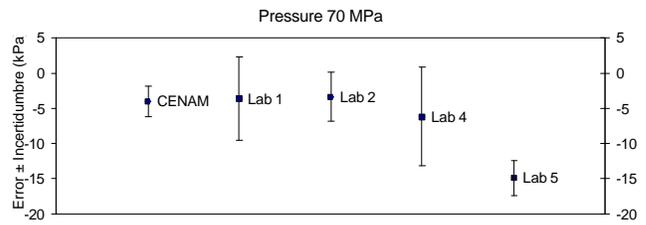
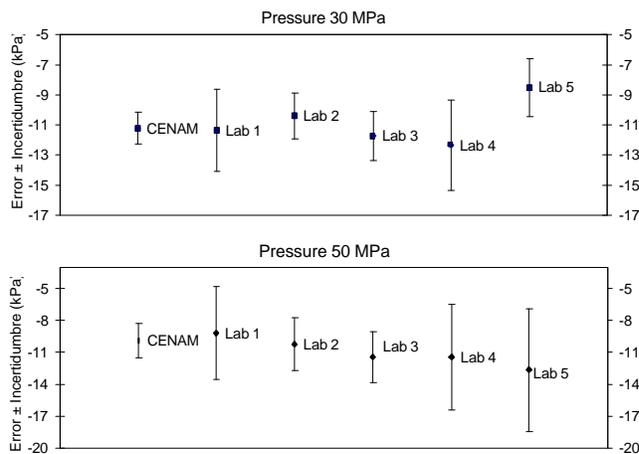


Gráfica 2. Resultados de errores e incertidumbre de 4 de los laboratorios participantes.



Gráfica 3. Resultados (errores) de 4 de los participantes.

La gráfica 4 presenta el error e incertidumbre de cada laboratorio para dos presiones aplicadas donde existen mayores diferencias.



Gráfica 4. Resultados de la estimación de errores e incertidumbre a 30 MPa, 50 MPa y 70 MPa de la ronda de comparación.

6. Discusión.

Como se muestra en la gráfica 4, la más grande diferencia es entre el laboratorio 5 y resto de los otros laboratorios, donde las incertidumbres de esos laboratorios apenas traslapan uno con otro.

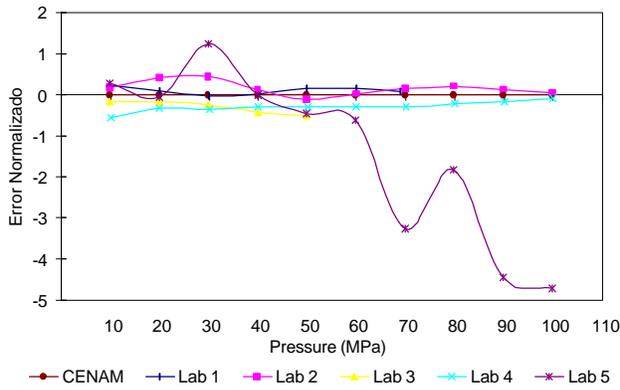
Para comparar de una mejor manera los resultados de medición de los laboratorios participantes, el error normalizado fue obtenido para todos los resultados de medición de los laboratorios usando una ecuación modificada descrita en el documento de NORAMET 8<sup>16</sup> y SEA-2/03<sup>17</sup>. La ecuación 1 toma en cuenta los resultados de medición de cada laboratorio y el propósito de esto es comparar todos los laboratorios en una sola gráfica. Por motivo, que el valor de la presión real difiere para cada laboratorio el error estimado es considerado en lugar del valor de la presión. Adicionalmente, los valores de referencia usados en la ecuación son el promedio de los dos resultados de medición realizadas por el CENAM.

$$e_n = \frac{e_{lab} - e_{CENAM}}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{CENAM}^2}} \quad (1)$$

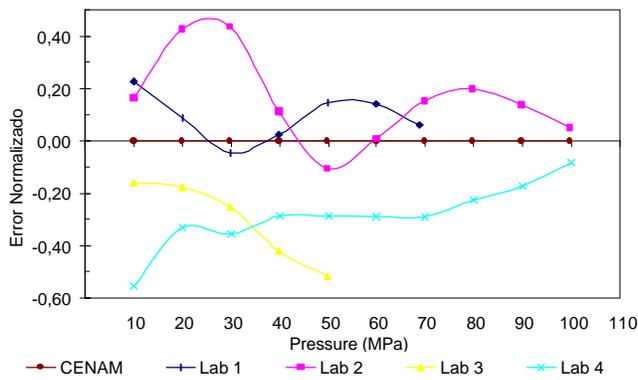
- Donde,  $e_n$  - Error normalizado
- $e_{lab}$  - Error estimado de laboratorio
- $e_{CENAM}$  - Error estimado promedio (de las 2 mediciones del CENAM)
- $U_{lab}$  - Incertidumbre expandida de los laboratorios
- $U_{CENAM}$  - Incertidumbre promedio expandida (ver ecuación 2)

$$U_{CENAM} = (U_{CENAM1} + U_{CENAM2}) / 2 \quad (2)$$

Donde,  $U_{cenam1,2}$  - Incertidumbre expandida declarada en los dos resultados de medición de CENAM

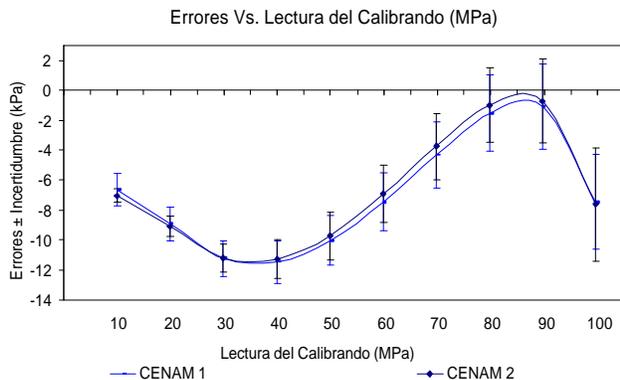


Gráfica 5. Resultados de comparación usando la ecuación de error normalizado de todos los laboratorios



Gráfica 6. Resultados de comparación usando la ecuación de error normalizado de 4 laboratorios

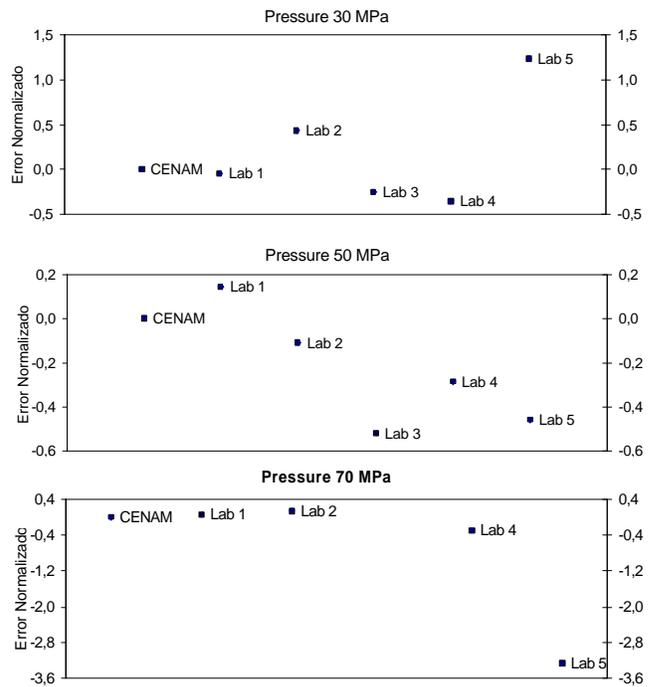
El laboratorio piloto hizo el estudio de estabilidad del dispositivo de comparación. Las dos calibraciones hechas en CENAM fueron analizadas para asegurar que la estabilidad del instrumento. Una pequeña variación dependiente del tiempo sobre la respuesta del instrumento fue detectada, como se muestra en la gráfica 6.



Gráfica 7. Resultados de las dos calibraciones del dispositivo de comparación hechas en CENAM.

Esta deriva parece ser dependiente de la presión también. La máxima deriva durante el período completo de la comparación es menos que  $10^{-6}$ . Por lo tanto la corrección por este efecto es innecesaria.

La gráfica 8 muestra la comparación del error de todos los laboratorios de la gráfica 4 pero utiliza los resultados del error normalizado.



Gráfica 8. Comparación de error, para la presión de 30 MPa, 50 MPa y 70 MPa, usando una ecuación de error normalizado.

En el método de error normalizado, la dispersión sobre el error estimado es reducida y las equivalencias metrologías de las mediciones son mas aparentes.

### 7. Conclusiones.

Los laboratorios participantes compararon sus patrones de referencia con un sensor de cristal de cuarzo ajustado para que su respuesta no fuera lineal con el propósito de demostrar la experiencia de los laboratorios participantes. En general, los resultados demuestran que existe un nivel concordancia entre cuatro de los laboratorios participantes con diferencia mínimas. El laboratorio 5 requiere verificar su sistema (procedimiento, ecuación, personal y condiciones del laboratorio) ya que sale completamente del intervalo ( $-1 \geq \text{error normalizado} \leq 1$ ).

Los resultados de las mediciones han permitido a algunos de los laboratorios participantes identificar oportunidades de mejora asociados con sus patrones y

procedimientos de calibración así como en su procedimiento de evaluación de incertidumbre.

La ecuación de error normalizado ha sido propuesta como un medio de comparación entre los laboratorios y seguramente necesita un estudio más profundo para validar su aplicación y uso.

## 8. Referencias.

- [1] Guía BIPM/ISO Para La Expresión De La Incertidumbre En Las Mediciones. Reporte Técnico CNM-MED-PT-0002. CENAM Dirección De Metrología Eléctrica; 1994.
- [2] T. J. Quinn. Guidelines for key comparisons carried out by Consultive Commites. November 1997.
- [3] Guide To The Expression Of Uncertainty In Measurement, ISO TAG 4 WG 3.BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML; 1995.
- [4] Jorge Torres, Víctor Aranda, *Comparación Nacional de Presión 7 MPa*. División de Metrología de Fuerza y Presión CENAM, 1996-1997.
- [5] Jorge Torres, Víctor Aranda, *Comparación Nacional de Presión (Balanzas de Alta Exactitud)*. División de Metrología de Fuerza y Presión, CENAM, 1997-1998.
- [6] Jorge Torres, Benjamín Soriano, *Comparación Nacional de Presión Negativa (Lineamientos Generales y Procedimiento)*. División de Metrología de Fuerza y Presión, CENAM, 12 de Febrero de 1999.
- [7] Jorge Torres, Benjamín Soriano, *Comparison of Pressure Standards in the Interamerican Metrology system, SIM (General Guidelines and Procedure)*, División de Metrología de Fuerza y Presión, CENAM, Febrero de 1999.
- [8] Jorge Torres, Benjamín Soriano, Víctor Aranda, *Pressure Metrology in Mexico*, International Conference on Pressure Metrology from Ultra High Vacuum to Very High Pressures, Torino, Italia, Mayo de 1999.
- [9] Jorge Torres, Benjamín Soriano, Jesús Aranzolo, Pablo Olvera, *Comparación en Área Efectiva del Dispositivo de Comparación de Presión en el Sistema Interamericano de Metrología, SIM, (General Guidelines and Procedure)*, División de Metrología de Fuerza y Presión, CENAM, Julio de 1999.
- [10] Jorge Torres, Benjamín Soriano, Luis Santander, *Comparación Nacional de Presión Negativa (Resultados Generales)*. División de Metrología de Fuerza y Presión, CENAM, 10 de Diciembre de 1999.
- [11] Jorge Torres, Benjamín Soriano, Luis Santander, Jesús Aranzolo, *Comparación Nacional con Balanzas de Presión Relativa 100 MPa (Lineamientos Generales y Procedimiento)*. División de Metrología de Fuerza y Presión, CENAM, 10 de Diciembre de 1999.
- [12] Jorge Torres, Benjamín Soriano, Luis Santander, Jesús Aranzolo, *Comparación Nacional con Balanzas de Presión Relativa 100 MPa (Lineamientos Generales y Procedimiento)*. División de Metrología de Fuerza y Presión, CENAM, 10 de Diciembre de 1999.
- [13] Jorge Torres, Benjamín Soriano, Jesús Aranzolo Suárez, *Comparación Nacional en la magnitud de Presión Relativa 100 MPa (Resultados Generales)*, CENAM, Septiembre de 2000.
- [14] Jorge Torres, Benjamín Soriano, Jesús Aranzolo Suárez, *Comparación SIM 100 MPa (Resultados Generales)*, CENAM, Agosto de 2001.
- [15] Jorge Torres, Benjamín Soriano, Jesús Aranzolo *Comparación Nacional en la Magnitud de Presión Relativa (100 MPa) entre laboratorios en vías de acreditación ante el Sistema Nacional de Calibración (SNC)*, Octubre de 2000.
- [16] *Document No. 8. Noramet. 1998.*
- [17] *SEA-2/03, EA Interlaboratory Comparisons. 1996.*
- [18] Jorge Torres, Benjamín Soriano, *Paulo R. Couto Pressure Standards Comparison Within The Interamerican Metrology System (SIM), Up To 100 MPa*