

Control Estadístico de las Mediciones (Aplicación a la calibración de pesas)

Luis Omar Becerra Santiago
Diplomado de Estadística, Módulo 2
Querétaro, México; Mayo 2003

Resumen: En metrología, y en especial en laboratorios de calibración y pruebas es importante mantener bajo control metrológico los equipos y patrones de medición. Para tal efecto se utilizan métodos estadísticos para confirmar que dichos instrumentos se encuentren en condiciones normales de operación, o que los resultados de la calibración son confiables.

1) Introducción

La norma mexicana NMX-EC-17025-IMNC-2000 (versión de la ISO /IEC FDIS 17025) "Requisitos Generales para la Competencia de laboratorios de Calibración y Pruebas" [9] en el elemento 5.9 – Aseguramiento de la calidad de los resultados de calibración y prueba – menciona "El laboratorio debe tener procedimientos de control de calidad para monitorear la validez de las calibraciones o pruebas que realice. Los datos resultantes deben registrarse en forma tal que se detecten tendencias y, cuando sea práctico, se deben aplicar técnicas estadísticas a la revisión de resultados.", esto tiene como finalidad detectar posibles alteraciones en el proceso de calibración (o prueba) y corregirlos antes de emitir el informe o certificado de calibración. Para tal efecto en el presente trabajo se presentan tres técnicas diferentes que se pueden aplicar en este proceso de aseguramiento de la calidad de los resultados de las mediciones aplicados a metrología de masa específicamente calibración de pesas.

2) Calibración de pesas

Las pesas están clasificadas de acuerdo a clases de exactitud las cuales están relacionadas con errores máximos tolerados en masa y especificaciones en cuanto a volumen, forma, acabado superficial etc.

La calibración periódica de las pesas consiste principalmente en la caracterización de su valor de masa y su incertidumbre, valores que usualmente se informan de la forma,

$$VN + C \pm U (k=2)$$

Donde VN es el valor nominal y nos ofrece una referencia para el uso de la pesa en cuanto a su valor de masa (o masa convencional), C es el valor

de la corrección que tiene la pesa respecto a su valor de masa (o masa convencional) y $U (k=2)$ es la incertidumbre expandida asociada a corrección de la pesa expresada con un factor de cobertura igual a 2, lo que equivale a aproximadamente un 95% de nivel de confianza.

La norma oficial mexicana NOM-038-SCFI-2000 "Pesas de Clase de Exactitud $E_1, E_2, F_1, F_2, M_1, M_2$ y M_3 " (versión de la OIML R-111) [8][1], en el punto 6.4.1 establece que la incertidumbre expandida con un factor de cobertura $k=2$, deberá ser menor o igual a $\frac{1}{3}$ del EMT (Error Máximo Tolerado)

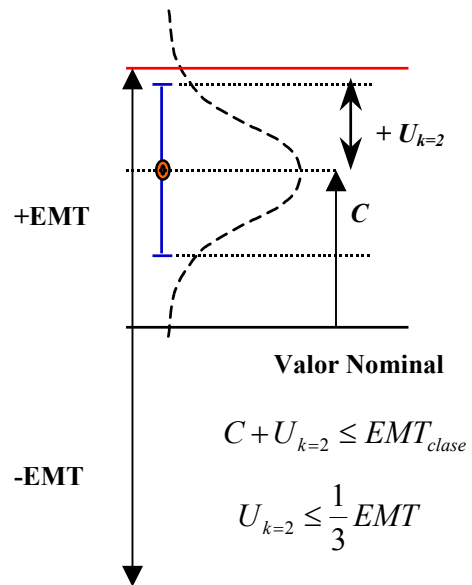


Figura 1: Esquema que representa la corrección de una pesa, su incertidumbre y su relación con el error máximo tolerado.

La calibración de las pesas usualmente se realiza mediante la comparación contra otras pesas o conjuntos de pesas. En el caso de metrología de

masa es una necesidad realizar series de comparaciones entre una pesa contra un conjunto de pesas en especial para la diseminación de la unidad de masa, debido a que la escala de masa pende del valor nominal de 1 kg y a partir de éste se deben calibrar pesas de diferentes valores nominales (en CENAM desde 1 mg hasta 1 t). A este tipo de modelos de calibración se les llama modelos de subdivisión.

Una vez que se tienen pesas de los diferentes valores nominales es posible realizar comparaciones una a una entre una pesa patrón y la pesa a calibrar. En ambos casos se realizan estas comparaciones en instrumentos para pesar los cuales son utilizados como instrumentos de transferencia en los cuales se lee la diferencia entre las pesas o los conjuntos de pesas.

En las calibraciones de pesas mediante modelos de subdivisión usualmente es posible introducir una pesa de valor conocido entre las pesas a calibrar a modo de patrón de verificación, y el valor obtenido de esta pesa en el proceso de calibración se compara contra el valor previamente conocido de esta pesa.

En las calibraciones una a una, no se puede introducir una pesa de verificación directamente en el modelo de medición, por lo que se debe encontrar una alternativa diferente para evaluar el resultado de la calibración.

Por otro lado en la calibración de pesas las fuentes de incertidumbre están bien identificadas, siendo la desviación estándar de la balanza (de las diferencias entre las pesas leídas en la balanza) la fuente de incertidumbre que debe mantenerse bajo control debido a que si se han seleccionado adecuadamente el patrón de calibración y los instrumentos, la desviación estándar de la balanza es el parámetro en el cual se ven representadas una gran cantidad de perturbaciones que pueden ocasionar una dispersión en el resultado de la calibración mayor de lo que se espera y puede ser permitida para considerar en control el proceso de calibración en cuestión.

Para tal efecto en metrología de masa, específicamente en calibración de pesas se utilizan pruebas de hipótesis para mantener bajo control estadístico el proceso de calibración.

A continuación se presentan un ejemplo de aplicación de la prueba F, la prueba t y una prueba

de consistencia que pueden ser utilizadas tanto para probar la desviación estándar de la balanza como la corrección encontrada en las pesas [4].

3) Prueba F

La desviación estándar de la balanza o la desviación estándar residual de los modelos de medición pueden ser monitoreados mediante la prueba F al ser comparada la desviación estándar del proceso de medición contra una desviación estándar histórica de la balanza.

Esta desviación estándar histórica, corresponde al funcionamiento “normal” del instrumento, y se establece la hipótesis de que la desviación estándar del proceso de calibración debe ser igual o menor a la desviación estándar histórica del instrumento.

Para evaluar la desviación estándar histórica del instrumento se consideran algunas mediciones en las cuales el proceso se ha mantenido bajo control mediante la siguiente expresión,

$$S_p = \sqrt{\frac{1}{m} \sum_{i=1}^m S_i^2} \quad (1)$$

donde,

- S_p es la desviación estándar histórica de la balanza
- S_i es la desviación estándar del proceso de medición i ,
- m es el número de desviaciones estándar involucradas

Esta evaluación de la desviación estándar histórica de la balanza considera que todos los procesos de medición han sido realizados con un mismo número de repeticiones. En cuyo caso esta desviación estándar histórica tendrá, $\nu \cdot m$ grados de libertad.

Al evaluar una desviación estándar resultante en un nuevo proceso de medición se realiza mediante el cociente de las varianzas (la varianza es la desviación estándar elevada al cuadrado),

$$F = \frac{S_{nuevo}^2}{S_p^2} \quad (2)$$

Los valores críticos de F se encuentran en la tabla correspondiente para v grados de libertad de la nueva desviación estándar y para $v \cdot m$ grados de libertad de la desviación estándar histórica para un nivel de confianza determinado.

Si la desviación estándar no pasa la prueba F entonces se deberá rechazar el experimento y buscar las causas del comportamiento de la repetibilidad para poder realizar acciones correctivas al respecto.

3a) Ejemplo numérico de la prueba F

Para cada uno de los siguientes valores de calibraciones anteriores de una pesa de 1 kg se tienen los siguientes valores de desviación estándar correspondientes a 6 mediciones cada una de ellas.

	Corrección	Desv. Estándar
1	575 μg	3,4 μg
2	582 μg	3,5 μg
3	578 μg	3,0 μg
4	583 μg	2,8 μg
5	582 μg	4,0 μg
6	579 μg	3,5 μg
7	582 μg	3,2 μg
8	583 μg	4,0 μg
9	575 μg	2,8 μg
10	579 μg	3,6 μg
promedio	580 μg	
Desv. Est..	3,08 μg	
Nuevo Valor	586 μg	3,5 μg

Tabla 1: Valores de la corrección y desviación estándar resultantes de proceso de calibración históricos y nuevo.

La desviación estándar ponderada es la siguiente,

$$S_p = \sqrt{\frac{1}{m} \sum_{i=1}^m S_i^2} = 3,405 \mu\text{g}$$

$$F = \frac{S_{nuevo}^2}{S_p^2} = \frac{(3,5)^2}{(3,405)^2} = \frac{12,250 \mu\text{g}^2}{11,594 \mu\text{g}^2}$$

$$F = 1,057$$

Donde S_p tiene 50 grados de libertad y S_{nuevo} tiene 5 grados de libertad.

De acuerdo a estos grados de libertad el valor crítico de la distribución F es 2,400 para un $\alpha = 0,05$ (ver Anexo A.). El valor de F calculado es menor que el valor crítico por lo tanto la desviación estándar obtenida en la calibración es aceptable, y el proceso de calibración puede considerarse bajo control.

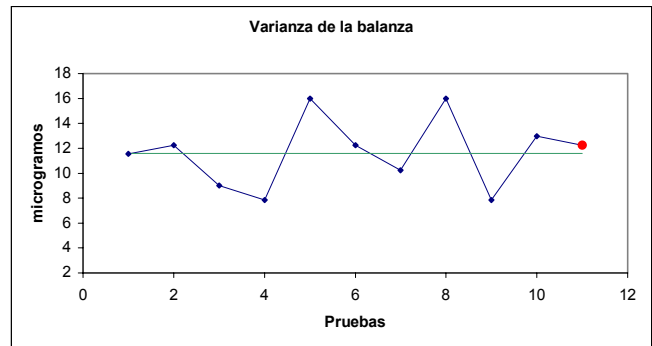


Figura 2: Desviaciones estándar de la balanza.

4) Prueba t

En las calibraciones en las cuales se emplean esquemas de medición que incluyen varias pesas como pesas desconocidas (modelos de subdivisión) es posible incluir como incógnita una pesa de valor conocido como patrón de verificación.

El propósito del patrón de verificación es asegurar que el proceso de medición se ha llevado a cabo de manera confiable. Para tal propósito se requiere un registro de valores históricos del patrón de verificación.

La concordancia de la diferencia entre el valor histórico del patrón de verificación (al menos 10 – 15 mediciones anteriores) y el valor obtenido de la calibración en proceso se prueba mediante este criterio de aceptación.

Esta prueba esta basada en el estadístico t para muestras pequeñas, donde se compara el nuevo valor obtenido de la pesa de verificación en el proceso de calibración contra el valor histórico de este mismo patrón (ver fórmula 3), la hipótesis que se establece es que los dos valores medios del patrón de verificación son iguales,

$$t = \frac{|m_i - \bar{m}|}{S} \quad (3)$$

donde,

- t es el estadístico t , valor crítico t para v grados de libertad y a un nivel de confianza determinado (ver anexo B)
- m_i es el nuevo valor del patrón de verificación encontrado en el proceso de calibración bajo prueba
- \bar{m} es el valor histórico del patrón de verificación
- S es la desviación estándar de los valores históricos del patrón de verificación con $v = n - 1$ grados de libertad

Si la calibración se juzga fuera de control de la prueba t , entonces se deberá investigar la causa y rectificar la calibración (o el resultado de la calibración) antes de emitir el certificado o informe de calibración.

Esta prueba es muy poderosa para reconocer anomalías o cambios abruptos en la media del proceso, incluyendo cambios en el valor de referencia, en el orden de dos o mas desviaciones estándar. Por otro lado no es efectivo en lo que respecta a pequeños cambios, del orden de la mitad de una desviación estándar o una deriva gradual.

4a) Ejemplo numérico de la prueba t

Se tienen los siguientes valores históricos de la corrección de una pesa de valor nominal 1 kg, que se utiliza como patrón de verificación,

	Corrección
1	575 μg
2	582 μg
3	578 μg
4	583 μg
5	582 μg
6	579 μg
7	582 μg
8	583 μg
9	575 μg
10	579 μg
promedio	580 μg
Desv. Est.	3,1 μg
Nuevo Valor	586 μg

Tabla 2: Valores históricos de la corrección y su desviación estándar para un patrón de verificación, así como el nuevo valor a ser contrastado. Evaluando el valor del estadístico t , se obtiene

$$t = \frac{|m_i - \bar{m}|}{S} = \frac{|586 - 580|}{3,08} = 1,95$$

Localizando en la gráfica de valores críticos del estadístico t para 9 grados de libertad le corresponde un valor crítico del valor t de 2,262 con $\alpha = 0,05$. El valor calculado de la t es menor que el valor crítico por lo tanto el valor del patrón de verificación encontrado en la calibración es aceptable.

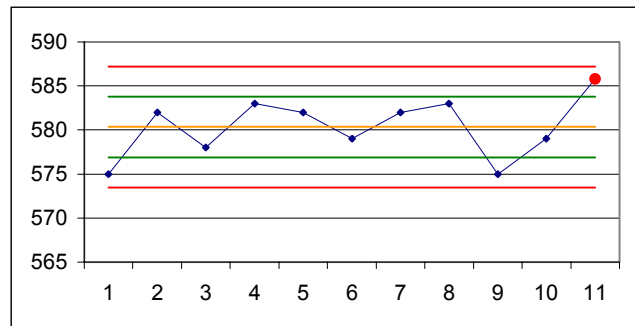


Figura 3: Valores de Corrección para el patrón de verificación.

Se puede apreciar en la figura 2, que aun cuando el valor encontrado para el patrón de verificación cumple con el criterio, este valor esta muy cercano al límite de lo tolerado.

5) Prueba de Consistencia

En la calibración de la masa y masa convencional de pesas una a una no se tiene ninguna referencia acerca de la veracidad del valor resultante en la calibración.

La prueba de consistencia ofrece la posibilidad de que el Metrólogo perciba una señal de alarma si alguno de los valores no es consistente en la calibración de juegos de pesas y tomar alguna medida correctiva en su caso.

La norma oficial mexicana NOM-038-SCFI-2000 [8], establece siete clases de exactitud en pesas que van desde E_1 hasta M_3 siendo los patrones clase E_1 los de mejor clase de exactitud. La misma norma también establece los valores nominales de las pesas deben ser iguales a 1×10^n kg, 2×10^n kg ó 5×10^n donde "n" puede representar un número negativo, positivo o cero así como la secuencia que puede ser de las siguientes opciones, $(1;1;2;5) \times 10^n$

kg; (1;1;1;2;5) x 10ⁿ kg; (1;2;2;5) x 10ⁿ kg ó (1;1;2;2;5) x 10ⁿ kg, donde a cada una de estas series de pesas con estos valores nominales se les llama décadas.

En la calibración de un juego de pesas, la prueba consiste en realizar la calibración una a una de cada una de las pesas y una calibración adicional de la sumatoria de pesas de esa década en particular utilizando una pesa patrón equivalente; la suma de los valores individuales de las pesas debe ser igual al valor encontrado de la calibración de la sumatoria dentro de los valores de incertidumbre de la deferencia.

La diferencia entre el valor de la suma de las pesas individuales contra el valor obtenido de la calibración de la sumatoria debe cumplir con el siguiente criterio,

$$e = \frac{|m^c \sum m^{c_i} - \sum m^c_i|}{\sqrt{\left(U_{m^c \sum m^c_i}\right)^2 + \left(U_{\sum m^c_i}\right)^2}} \quad (4)$$

$e \leq 1$ Los valores encontrados en la calibración son consistentes

$e > 1$ Los valores encontrados en la calibración no son consistentes entre sí, por lo tanto se deben tomar acciones correctivas.

Donde,

e es el valor del error normalizado

$m^c \sum m^{c_i}$ es la masa de la sumatoria de las pesas (el resultado obtenido de la calibración considerando como pesa(s) a calibrar el conjunto de pesas)

$\sum m^c_i$ es la suma de las masas encontradas en la calibración de las pesas individualmente

$U_{m^c \sum m^c_i}$ es la incertidumbre expandida obtenida en la calibración de la sumatoria de las pesas

$U_{\sum m^c_i}$ es la incertidumbre expandida de la suma de las masas de las pesas (combinación de

las incertidumbres de las pesas obtenidas en su calibración individual, ver formula 5).

$$U_{\sum m^c_i} = \sum U_{m^c_i} = k \sum u_{m^c_i} \quad (5)$$

Este cálculo de incertidumbre considera que las incertidumbres obtenidas en la masa convencional de las pesas tiene un coeficiente de correlación igual a 1.

El uso del valor del error normalizado consiste en comparar la diferencia entre los valores de masa de la sumatoria y la suma de las masas contra la incertidumbre combinada de ambos valores. Si la diferencia de valores (el error) es menor que la incertidumbre combinada (la incertidumbre del error) los valores son consistentes y si esta diferencia es mayor significa que los valores de incertidumbre no la cubren.

Por lo tanto el error normalizado representa una diferencia de dos valores respecto a un mismo mensurando dividido entre la incertidumbre de esta diferencia.

5a) Ejemplo numérico de la prueba de consistencia

En la calibración de un juego de pesas se obtuvieron los siguientes valores en las pesas de 100 g a 500 g

Valor Nominal	Corrección mg	Incertidumbre (k=2) mg
100 g	+ 0,010	±0,027
200 g	-0,030	±0,032
200 g (*)	-0,117	±0,032
500 g	+0,374	±0,044
$\sum m^c_i$	+0,237	±0,135
$m^c \sum m^c_i$ (1 kg)	+0,186	±0,174

Tabla 3. Valores encontrados en la calibración de un conjunto de pesas 100 g a 500 g

El valor del error normalizado obtenido es

$$e = \frac{|m^c \sum m^{c_i} - \sum m^c_i|}{\sqrt{\left(U_{m^c \sum m^c_i}\right)^2 + \left(U_{\sum m^c_i}\right)^2}} = \frac{|0,186 - 0,237|}{\sqrt{(0,174)^2 + (0,135)^2}} = 0,23$$

El valor de e es menor a 1, por lo tanto los valores encontrados en la calibración son consistentes entre

sí (Figura 4), lo que indica que el patrón de calibración no ha tenido deriva considerable (su manejo ha sido adecuado), el cálculo de los valores de masa convencional de las pesas, la incertidumbre así como la medición de las condiciones ambientales para la determinación de la densidad del aire fue adecuado.

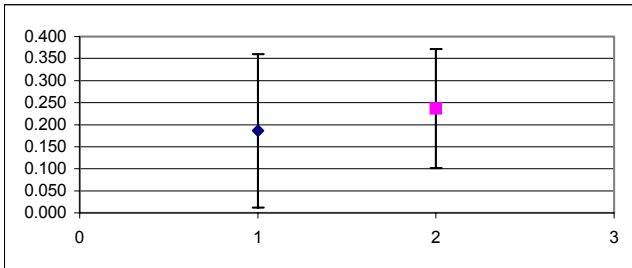


Figura 4: Gráfica de comparación entre los valores de $m^c_{\sum m^c_i}$ y $\sum m^c_i$ y sus incertidumbres respectivamente

6) Conclusiones

En el trabajo continuo de los laboratorios de metrología, hay una gran cantidad de factores que influyen sobre el resultado de las calibraciones o pruebas, por lo que se hace indispensable un programa de aseguramiento de la calidad de los resultados, siendo las pruebas de hipótesis una herramienta muy útil para cumplir con este objetivo.

Si en la calibración de un juego de pesas, el proceso de calibración cumplen satisfactoriamente con los criterios de aceptación de la prueba F aunada a la prueba t o a la prueba de consistencia, no hay evidencia en contra para suponer que la calibración se ha llevado a cabo de manera confiable.

7) Referencias

- [1] OIML, R111 International Recommendation N° 111 -Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₂, M₃, 1994
- [2] OIML, R33 International Recommendation N° 33 Conventional Value of the result of weighing in air", 1979
- [3] Bich W., 1990, "Variances, Covariances and Restraints in mass metrology", Metrologia 27, 111-116 (1990)
- [4] OIML, Draft International Recommendation N° 111 - Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₂, M₃, (including weights for testing of high capacity weighing machines) Part :1

Metrological and Technical Requirements- February 2000

- [5] BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML, "Guide to the expression of uncertainty in measurement" Corrected and reprinted, 1995
- [6] Wolfgang Wöger -Remarks on the E_n - Criterion Used in Measurement Comparison, PTB-Mitteilungen 109 1/99, Internationale Zusammenarbeit
- [7] European cooperation for Accreditation of Laboratories -EAL Interlaboratory Comparisons- (March 1996)
- [8] NORMA Oficial Mexicana NOM-038-SCFI-2000, Pesas de clases de exactitud E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₂ y M₃
- [9] NMX-EC-17025-IMNC-2000 Requisitos Generales para la Competencia de laboratorios de Calibración y Pruebas
- [10] L. Becerra, I. Hernández, J. Nava, F. Pezet - Consistency Test on Mass Calibration of Set of Weights in Class E₂ and Lowers- Proceedings of the 17th International Conference, Istanbul, Turkey September 17 – 21, 2001

Anexo A

Valores críticos para la distribución F para la prueba a un extremo tal que $S_{nueva}(v, GL)$ no exceda la S_p ($m.v., GL$) a un nivel de $\alpha = 0,05$

F($\alpha, v,$ v^*m) $\alpha = 0,05$	v									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
m										
1	161,44 8	19,000	9,277	6,388	5,050	4,284	3,787	3,438	3,179	2,978
2	18,513	6,944	4,757	3,838	3,326	2,996	2,764	2,591	2,456	2,348
3	10,128	5,143	3,863	3,259	2,901	2,661	2,488	2,355	2,250	2,165
4	7,709	4,459	3,490	3,007	2,711	2,508	2,359	2,244	2,153	2,077
5	6,608	4,103	3,287	2,866	2,603	2,421	2,285	2,180	2,096	2,026
6	5,987	3,885	3,160	2,776	2,534	2,364	2,237	2,138	2,059	1,993
7	5,591	3,739	3,072	2,714	2,485	2,324	2,203	2,109	2,032	1,969
8	5,318	3,634	3,009	2,668	2,449	2,295	2,178	2,087	2,013	1,951
9	5,117	3,555	2,960	2,634	2,422	2,272	2,159	2,070	1,998	1,938
10	4,965	3,493	2,922	2,606	2,400	2,254	2,143	2,056	1,986	1,927
11	4,844	3,443	2,892	2,584	2,383	2,239	2,131	2,045	1,976	1,918
12	4,747	3,403	2,866	2,565	2,368	2,227	2,121	2,036	1,968	1,910
13	4,667	3,369	2,845	2,550	2,356	2,217	2,112	2,029	1,961	1,904
14	4,6	3,340	2,827	2,537	2,346	2,209	2,104	2,022	1,955	1,899
15	4,543	3,316	2,812	2,525	2,337	2,201	2,098	2,016	1,950	1,894
16	4,494	3,295	2,798	2,515	2,329	2,195	2,092	2,011	1,945	1,890
17	4,451	3,276	2,786	2,507	2,322	2,189	2,087	2,007	1,942	1,887
18	4,414	3,259	2,776	2,499	2,316	2,184	2,083	2,003	1,938	1,884
19	4,381	3,245	2,766	2,492	2,310	2,179	2,079	2,000	1,935	1,881
20	4,351	3,232	2,758	2,486	2,305	2,175	2,076	1,997	1,932	1,878
30	4,171	3,150	2,706	2,447	2,274	2,149	2,053	1,977	1,915	1,862
40	4,085	3,111	2,680	2,428	2,259	2,136	2,042	1,967	1,906	1,854
50	4,034	3,087	2,665	2,417	2,250	2,129	2,036	1,962	1,901	1,850
60	4,001	3,072	2,655	2,409	2,244	2,124	2,031	1,958	1,897	1,846
70	3,978	3,061	2,648	2,404	2,240	2,120	2,028	1,955	1,895	1,844
80	3,960	3,053	2,642	2,400	2,237	2,117	2,026	1,953	1,893	1,843
90	3,947	3,046	2,638	2,397	2,234	2,115	2,024	1,951	1,891	1,841
100	3,936	3,041	2,635	2,394	2,232	2,114	2,023	1,950	1,890	1,840
∞	3,841	2,996	2,605	2,372	2,214	2,099	2,010	1,938	1,880	1,831

Anexo B

Valores críticos de la t para la prueba de ambos extremos con $\alpha = 0,05$

G.L.	Valor Critico	G.L.	Valor Critico	G.L.	Valor Critico	G.L.	Valor Critico	G.L.	Valor Critico
1	12,706	11	2,201	21	2,080	31	2,040	41	2,020
2	4,303	12	2,179	22	2,074	32	2,037	42	2,018
3	3,182	13	2,160	23	2,069	33	2,035	43	2,017
4	2,776	14	2,145	24	2,064	34	2,032	44	2,015
5	2,571	15	2,131	25	2,060	35	2,030	45	2,014
6	2,447	16	2,120	26	2,056	36	2,028	46	2,013
7	2,365	17	2,110	27	2,052	37	2,026	47	2,012
8	2,306	18	2,101	28	2,048	38	2,024	48	2,011
9	2,262	19	2,093	29	2,045	39	2,023	49	2,010
10	2,228	20	2,086	30	2,042	40	2,021	50	2,009