
Reporte Final de la Prueba de Aptitud Técnica para Laboratorios de
Calibración en la magnitud de volumen
LACOMET-DMF-03-2015

Luis Damián Rodríguez Araya
Laboratorio Costarricense de Metrología
lrodriguez@lacomet.go.cr

Introducción

Entre las funciones dadas al LACOMET por la ley 8279 Sistema Nacional para la Calidad están la de difundir y fundamentar la metrología nacional, garantizar trazabilidad de las mediciones que se ejecutan en el país hasta la realización de ellas acorde con lo establecido por el Sistema Internacional de Unidades (SI); difundir y fundamentar la metrología nacional y fungir como laboratorio nacional de referencia en metrología.

Por lo tanto el laboratorio de volumen del LACOMET convocó a los laboratorios secundarios de Costa Rica y países cercanos desde agosto del 2015 a la realización de la Pruebas de Aptitud Técnica LACOMET-DMF-03-2015 la cual buscaba corroborar la competencia técnica de los involucrados y servir como una forma de aseguramiento de la calidad de los resultados emitidos para las capacidades de medición reportadas por los participantes. Con este fin el pasado 10 de septiembre del 2015, se llevó a cabo en las instalaciones del LACOMET la reunión y taller de apertura para la prueba de aptitud, los patrones fueron medidos por los participantes entre octubre del 2015 a febrero de 2016.

1. Objetivos

- 1.1 Proporcionar información técnica relativa a las mediciones analíticas reportadas por los laboratorios de calibración, con respecto al valor del Volumen de patrones viajeros, cuyos volúmenes son conocidos.
- 1.2 Brindar un medio para evaluar la competencia técnica de los laboratorios de calibración que se encuentran en proceso de acreditación y los que han sido acreditados con relación a sus actividades de calibración, para el cumplimiento de la ECA-MC-P17 Política y Criterios para la Participación en pruebas de aptitud y otras comparaciones para los laboratorios.
- 1.3 Proveer a los laboratorios en general de una herramienta para que evalúen y demuestren su competencia técnica y en general la calidad de su trabajo

y una forma de aseguramiento de la calidad de los resultados emitidos para las capacidades de medición reportada ante sus clientes y demás interesados.

- 1.4 Promover el desarrollo de la infraestructura metrológica nacional y la confianza de los usuarios en la veracidad de los resultados de medición y calibración amparados por dicha infraestructura.

2. Resumen de la Ronda de Aptitud Técnica

Los laboratorios participantes determinaron por el método gravimétrico el valor del volumen contenido a 20 °C en dos matraces de 100 cm³ y el valor del volumen vertido a 20 °C de dos pipetas de 10 cm³, con sus respectivas corrección e incertidumbre expandida. Cada patrón volumétrico contaba con marcas de identificación grabada, clase de exactitud y valor nominal.

Tabla 1. Datos de los patrones para la comparación de volumen.

Patrones	Volumen Nominal mL	Marca	Identificación
Matraz	100	Kimax	04
Matraz	100	Pyrex	07
Pipeta	10	Brand	V9
Pipeta	10	Brand	V10



Figura 1 y 2 Patrones volumétricos viajeros

Las determinaciones se realizaron por el método Gravimétrico, ya sea comparando contra patrones de masa o por lectura directa de la balanza

LACOMET como laboratorio piloto, determinó el volumen contenido a 20 °C por los matraces y el volumen vertido a 20 °C por pipetas antes del inicio de la ronda, y al final de la ronda para comprobar la consistencia de las propiedades metrológicas de los patrones volumétricos viajeros.

Para la calibración de los patrones volumétricos viajeros cada participante utilizó sus patrones de referencia y balanzas.

3. Laboratorios participantes

Los laboratorios participantes y sus correspondientes contactos técnicos son enlistados en la Tabla 2 presentada a continuación.

Tabla 2. Participantes en la comparación de volumen

Laboratorio	Acrónimo	Contacto Técnico
Laboratorio Costarricense de Metrología	LACOMET	Luis Damián Rodríguez Araya
Metrología Consultores S.A		Luis Steven Miranda Chaves
Programa calidad, ambiente y metrología	PROCAME-UNA	Ligia Bermudez
Metcal Engineering Services	Met-Cal	Karen Picado
SCM Metrología y Laboratorios, S.A.	SCM	Jose Marvin Rodríguez Vásquez
CAMÉRICA, S.A.	CAMÉRICA	Luis Alfonso Abarca
Laboratorio de Metrología Biomédica	PROMED	Epifanía de Rotar Evelin Díaz
Laboratorio Nacional de Metrología, Masa y Volumen, RECOPE	RECOPE	Esteban Castillo Gilberto Arce

4. Programa y secuencia de entradas y salidas de los patrones viajeros

Para la circulación de los patrones volumétricos viajeros se estableció un cronograma de distribución de llegadas y salidas para los patrones del LACOMET. Se estableció de antemano que cada laboratorio participante era responsable de transportar los patrones volumétricos del LACOMET a su laboratorio y regresarlos al LACOMET en la fecha estipulada.

Tabla 3. Cronograma de llegadas y salidas de los patrones volumétricos viajeros para la comparación de volumen.

Nombre del Laboratorio	Fecha de inicio	Fecha de conclusión
SCM	2015-10-01	2015-10-14
Metrología Consultores	2015-10-30	2015-11-11
CAMERICA	2015-11-13	2015-11-25
Met-Cal	2015-11-27	2015-12-09
Promed	2016-01-12	2016-01-22
RECOPE	2016-01-26	2016-02-05
PROCAME-UNA	2016-02-09	2016-02-19

6. Valores de referencia reportados por el LACOMET

6.1 Estabilidad de los patrones volumétricos viajeros

El Laboratorio Piloto realizó la calibración de los patrones volumétricos viajeros antes del inicio de la ronda y al final de la circulación de los mismos para el proceso de comparación, solo la matraz código 04 no fue posible realizar la medición al final del proceso debido que se quebró en el traslado de regreso al LACOMET después de la medición del penúltimo participante.

Los resultados obtenidos se presentan a continuación:

Tabla 4. Resultados de estabilidad de los patrones viajeros

Análisis de Resultados Comparación LACOMET-DMF-03-2015						
Valor nominal	Identificación	Error cm ³	Incert. (k=2) cm ³	Error cm ³	Incert. (k=2) cm ³	Diferencia cm ³
		Inicial		Final		Diferencia
100 cm ³	07	99,943	0,019	99,948	0,020	0,005
100 cm ³	04	100,102	0,019	-----	-----	-----
10 cm ³	V9	9,989 5	0,003 7	9,991 4	0,003 5	0,001 9
10 cm ³	V10	9,984 0	0,003 8	9,986 8	0,004 6	0,002 8

En ningún caso la diferencia fue mayor que las incertidumbres reportadas en cada serie de mediciones de cada patrón volumétrico, como conclusión para este punto, es posible notar que los patrones se mantuvieron estables durante el proceso de

comparación. El valor reportado en un inicio se toma como el valor reportado por el LACOMET para los patrones.

6.2 Valores reportados por LACOMET

El valor de referencia para la ronda de aptitud técnica fue determinado por LACOMET, con la calibración del volumen a 20 °C de los patrones volumétricos viajeros antes del inicio de la ronda. Para determinar el valor de referencia de los patrones volumétrico para contener se promediaron los resultados obtenidos. Las incertidumbres expandidas reportadas con un factor de cobertura de $k=2$ para una probabilidad de cobertura de un 95 % son las siguientes:

Tabla 5. Resultados Calibración de patrones volumétricos a 20 °C del LACOMET

Identificación	Volumen a 20 °C nominal cm ³	Volumen a 20 °C obtenido en la calibración cm ³	Incertidumbre expandida cm ³
07	100	99,943	0,019
04	100	100,102	0,019
V9	10	9,989 5	0,003 7
V10	10	9,984 0	0,003 8

7. Resultados de los participantes

Cada laboratorio participante realizó mediciones del valor del volumen que contienen los matraces a 20 °C y que vierten las pipetas a 20 °C, con su corrección e incertidumbre expandida, cada una de estas mediciones se realizó bajo las condiciones ambientales de trabajo propias de cada laboratorio.

Tabla 6. Resultados de los participantes de la calibración del patrón volumétrico, matraz de valor nominal de 100 cm³, código 04

Código*	Volumen obtenido en la calibración, cm ³	Incertidumbre expandida, cm ³
H1	100,047	0,010
H2	100,084	0,019
H3	100,031	0,091
H4	100,118	0,027
H5	99,971	0,015
H6	100,116	0,018

* La codificación es diferente en los demás patrones debido a que este patrón se quebró antes de las mediciones del último laboratorio y se cambió la codificación para mantener la confidencialidad de los resultados de este participante en los demás patrones volumétricos.

Tabla 7. Resultados de los participantes de la calibración del patrón volumétrico, matraz de valor nominal de 100 cm³, código 07

Código	Volumen obtenido en la calibración, cm ³	Incertidumbre expandida, cm ³
C1	99,743	0,017
C2	99,965	0,027
C3	99,912	0,019
C4	99,863	0,091
C5	99,947	0,018
C6	99,84	0,49
C7	99,943	0,011

Tabla 8. Resultados de los participantes de la calibración del patrón volumétrico, pipeta de valor nominal de 10 cm³, código V9

Código	Volumen obtenido en la calibración, cm ³	Incertidumbre expandida, cm ³
C1	10,015	0,003
C2	9,988 2	0,005 7
C3*	-----	-----
C4	10,016	0,017
C5	9,986 5	0,003 1
C6	10,013	0,054
C7	9,989 6	0,004 5

* El Laboratorio no reportó resultado para este equipo.

Tabla 9. Resultados de los participantes de la calibración del patrón volumétrico, pipeta de valor nominal de 10 cm³, código V10

Código	Volumen obtenido en la calibración, cm ³	Incertidumbre expandida, cm ³
C1	10,004	0,002
C2	9,981 0	0,005 7
C3	9,995 1	0,008 8
C4	10,016	0,014
C5	9,980 2	0,002 9
C6	9,976	0,067
C7	9,996 1	0,003 5

7.2 Datos de Error Normalizado, E_n .

El valor del Error Normalizado, E_n , usado para la evaluación de los resultados reportados, se obtuvo de la siguiente expresión:

$$E_n = \frac{|V_A - V_{PL}|}{\sqrt{U_A^2 + U_{PL}^2}} \quad (2)$$

Donde:

- V_A valor de Volumen reportado por el laboratorio participante.
- V_{PL} valor de volumen reportado por el LACOMET.
- U_A incertidumbre expandida, al 95 % de confianza, asociada al cálculo del volumen reportada por el laboratorio participante.
- U_{PL} incertidumbre expandida, al 95 % de confianza, asociada al cálculo del volumen reportada por el LACOMET.

Los parámetros de análisis para el error normalizados son los siguientes:

$$E_n \leq 1, \text{ habrá consistencia}$$

$$E_n > 1, \text{ no habrá consistencia}$$

Los resultados obtenidos son los siguientes:

Tabla. 16 Tablas de valor del Error Normalizado del valor de volumen a 20 °C

Matraz 100 cm³, código 04	
Código	En
LACOMET	Referencia
H1	2,6
H2	0,7
H3	0,8
H4	0,5
H5	5,4
H6	0,5

Matraz 100 cm³, código 07

Código	En
LACOMET	Referencia
C1	7,7
C2	0,7
C3	1,1
C4	0,9
C5	0,1
C6	0,2
C7	0,0

Pipeta 10 cm³, código V9

Código	En
LACOMET	Referencia
C1	5,3
C2	0,2
C3	-----
C4	1,5
C5	0,6
C6	0,4
C7	0,4

Pipeta 10 cm³, código V10

Código	En
LACOMET	Referencia
C1	4,7
C2	0,4
C3	1,2
C4	2,2
C5	0,8
C6	0,1
C7	2,3

8. Conclusiones

Uno de los laboratorios participantes no reportó resultados para la pipeta V9.

En ambos matraces, hubo dos participantes en cada equipo que no presentaron resultados satisfactorios en el volumen contenido a 20 °C.

Tres laboratorios C2, C5 y C6 obtuvieron resultados satisfactorios en el volumen vertido a 20 °C por las dos pipetas, el laboratorio C7 solo presentó un resultado satisfactorio en el volumen vertido a 20 °C por una pipeta y los laboratorios C1, C3 y C4 no presentaron resultados satisfactorios en el volumen vertido a 20 °C para ninguna de las pipetas.

El laboratorio C1 no obtuvo resultados satisfactorios para ninguno de los tres patrones medidos en la prueba de aptitud, donde se mantuvo la codificación.

El participante C6 presentó una incertidumbre muy grande, en algunas más de 20 veces la incertidumbre del LACOMET y aunque obtuvo resultados satisfactorios en parte fue por la incertidumbre reportada.

Uno de los laboratorios, utilizó el cálculo por tablas como aparece en el punto B.2 de la norma ISO 4787:2010 para el cálculo del volumen a 20 °C, los demás laboratorios utilizaron la fórmula B.1 de la misma norma.

Se cambió la codificación de los participantes para un equipo, debido a que el patrón 04 se quebró antes de la medición del último participante.

El término general hubo una mejora de los resultados de los participantes en comparación a las pruebas de aptitud realizadas anteriormente en el 2011 y 2009.

9 Referencias

- Norma ISO 4787:2010. Laboratory Glass – Volumetric Glass Ware – Methods for Use and Testing of Capacity.
- Norma ASTM D 1193-06, Standard Specification for Reagent Water, ASTM, 2006.
- M. Tanaka, G. Girard, R. Davis, A. Peuto and N. Binell. “*Recommended table for the density of water between 0 °C and 40 °C based on recent experimental reports*”.

- Norma ASTM E 542-01. “*Standard Practice for Calibration of Laboratory Volumetric Apparatus*” 2007.
- OIML, *Recommendation R 111-1, Weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M1-2, M2, M2-3, and M3, Part 1: Metrological and technical requirements*, 2004.
- *Guía para la Expresión de la Incertidumbre en la Medida (BIPM-IEC-IFCC-ISO-IUPAC-IUPAP-OIML)*, 2008.
- *Vocabulario Internacional de Términos Básico y Generales en Metrología (BIPM-IEC-IFCC-ISO-IUPAC-IUPAP-OIML)*, 2012.
- ISO 13528. *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*. 2005
- ISO/IEC Guide 43-1 and 2:1997, *Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons*. SCC, Nov 2001.
- GS-VO-PR-01 Procedimiento de calibración de patrón volumétrico por el método gravimétrico.
- OIML, Recomendación R-43 “*Standard graduated glass flasks for verification officers*”. 1981.
- ISO 648. “*Laboratory glassware -- Single-volume pipettes*”. 2008.

Apéndice A Gráficos

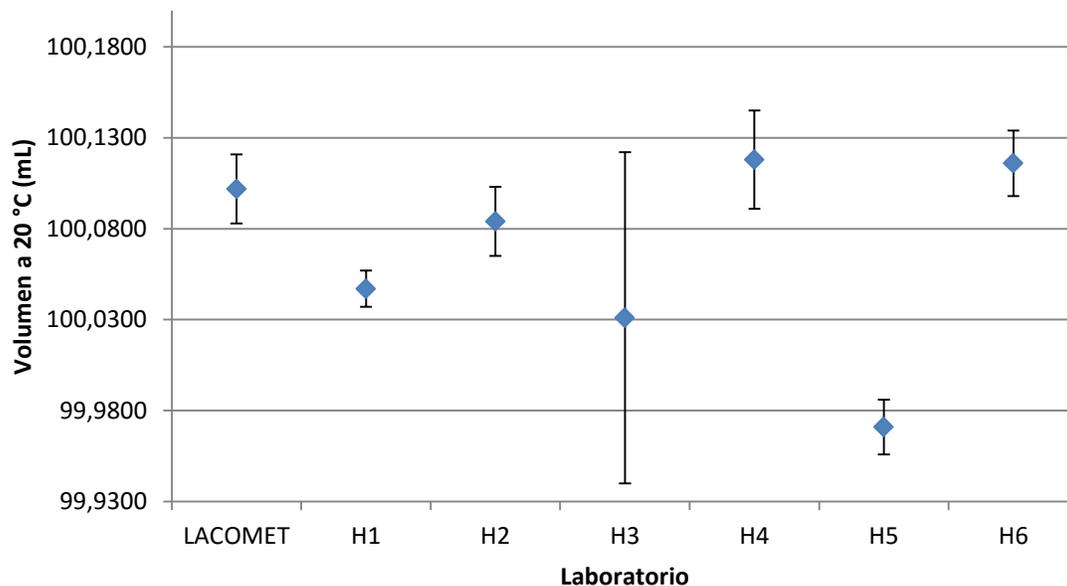


Figura 3. Resultados de los participantes de la calibración del patrón volumétrico, matraz de valor nominal de 100 cm³, código 04

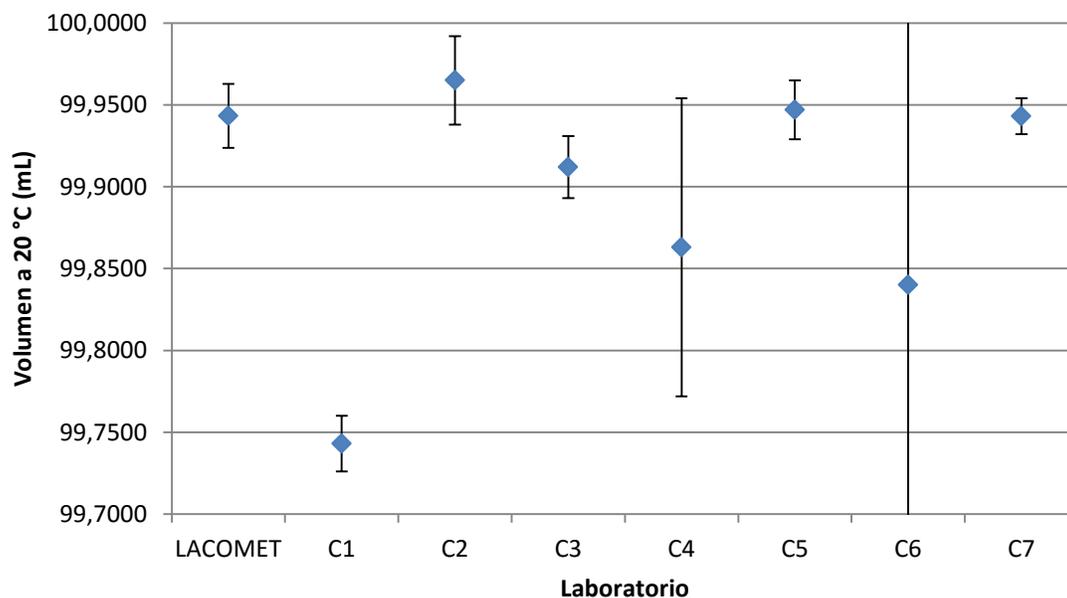


Figura 4. Resultados de los participantes de la calibración del patrón volumétrico, matraz de valor nominal de 100 cm³, código 07

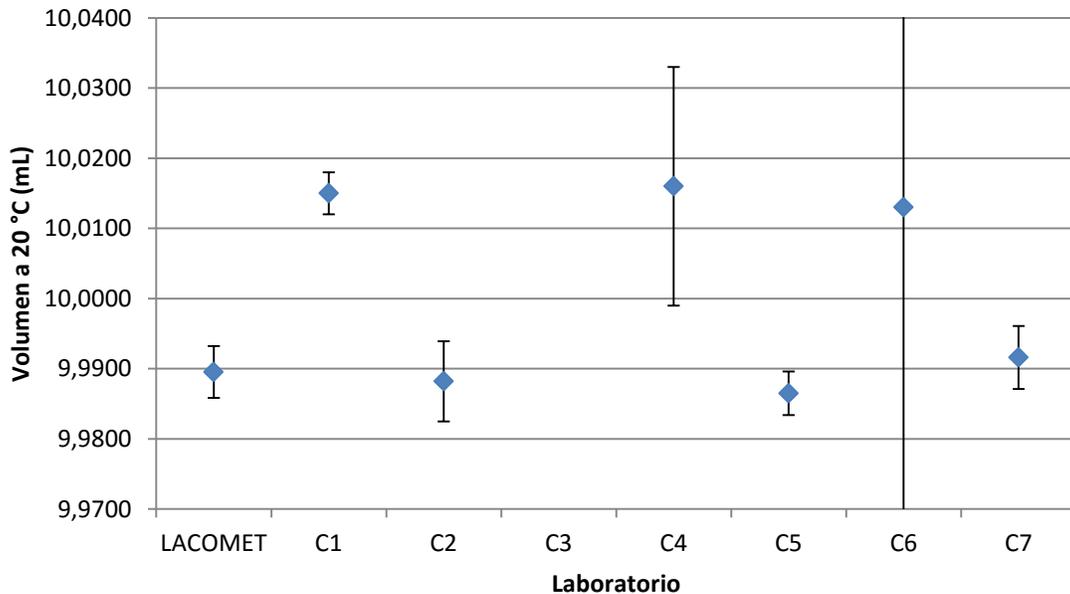


Figura 5. Resultados de los participantes de la calibración del patrón volumétrico, pipeta de valor nominal de 10 cm³, código V9

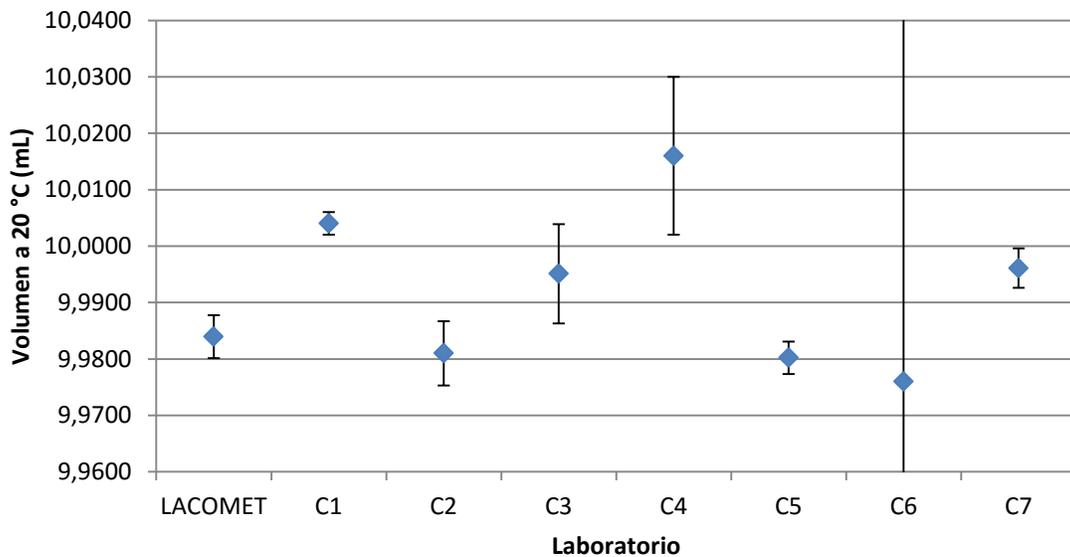


Figura 6. Resultados de los participantes de la calibración del patrón volumétrico, pipeta de valor nominal de 10 cm³, código V10