

Comparación suplementaria bilateral CENAM- LACOMET

Absorbancia regular espectral y longitud de onda

Informe Técnico de Resultados

Guillermo Valencia Luna¹
Carlos H. Matamoros García²

23 de julio de 2015

¹ Laboratorio de Propiedades Ópticas de los Materiales del CENAM

² Dirección de Óptica y Radiometría del CENAM

Contenido

	Página
1. INTRODUCCIÓN	3
2. OBJETIVO	3
3. CARACTERÍSTICAS DE LA COMPARACIÓN	3
4. RESULTADOS.....	5
5. ANÁLISIS DE RESULTADOS Y COMENTARIOS	9
ANEXO I. PROTOCOLO DE COMPARACIÓN.....	10

1. INTRODUCCIÓN

La equivalencia metrológica entre patrones nacionales de diferentes economías, se determina por una serie de comparaciones clave o suplementarias.

El Laboratorio Costarricense de Metrología (LACOMET), para demostrar competencia técnica y declarar capacidades de medición y calibración en las magnitudes ópticas de absorbancia regular espectral y longitud de onda, solicitó al Centro Nacional de Metrología (CENAM), la realización de una comparación bilateral.

Se define realizar una comparación suplementaria en la calibración de un espectrofotómetro UV-Vis, donde los resultados permitirán a LACOMET demostrar que disemina la incertidumbre en sus servicios de una manera adecuada.

2. OBJETIVO

Esta comparación tiene como objetivo determinar la proximidad de concordancia de los resultados de calibración obtenidos por el LACOMET sobre un espectrofotómetro UV-Vis en sus escalas de absorbancia regular espectral y longitud de onda, vía una comparación contra los resultados de calibración obtenidos por el CENAM.

El mensurando es el error de medición de las escalas de absorbancia regular espectral y longitud de onda del espectrofotómetro UV-Vis bajo calibración.

3. CARACTERÍSTICAS DE LA COMPARACIÓN

El instrumento empleado en esta comparación es un espectrofotómetro UV-Vis, descrito en la Tabla 1, que se encontró fijo bajo condiciones controladas en las instalaciones del CENAM, por lo que el personal del LACOMET se desplazó a las instalaciones del CENAM para efectuar la calibración del instrumento, contando con tres días para realizar las mediciones.

La calibración del instrumento fue realizada por el CENAM y el LACOMET para la escala de longitud de onda y la escala de absorbancia regular espectral, en condiciones ambientales controladas, con el procedimiento y los materiales de referencia certificados que usa regularmente cada laboratorio en la realización de sus servicios, donde los intervalos de trabajo considerados para las diferentes escalas son: para longitud de onda de 241 nm a 641 nm para ancho de banda espectral (ABE) de 1.00 nm y 2.00 nm, y para absorbancia de 0.3 a 2.2 con un ABE de 1.0 nm. Los intervalos de trabajo de este ensayo fueron definidos con base en los intervalos de uso de los materiales de referencia certificados con los que cuenta LACOMET, debido a que CENAM cuenta con intervalos de trabajo más amplios.

Esta comparación suplementaria sólo considera la evaluación de los resultados como entidades, no se evalúa ninguna otra característica técnica o administrativa de los mismos, ni se separan resultados de diferentes operarios o técnicos que participan en el proceso.

Las mediciones fueron realizadas, por el CENAM del 27 y 28 de octubre de 2014; y por el LACOMET del 15 al 17 de diciembre de 2014. La entrega de resultados por fue realizada vía electrónica en los tiempos de entrega convenidos en el protocolo (Ver anexo I).

El espectrofotómetro UV-Vis empleado en la comparación suplementaria es propiedad del CENAM, el cual cuenta con las características indicadas en la tabla que se presenta a continuación:

Tabla 1. Instrumento empleado en la comparación.

Instrumento	Especificaciones técnicas		
Espectrofotómetro UV-Vis VARIAN Cary300 Conc 	Doble Haz; Chopper dual; Lámpara de Tungsteno-Halógeno y Lámpara de Deuterio cambio automático de lámpara a 350 nm; Monocromador Czerny-Turner con Pre-monocromador plus; Detector PMT; Automatizado de control central por computadora en ambiente Windows; Ancho de Banda Espectral variable continuo de 0.2 nm a 4.0 nm con incrementos de 0.1 nm; Tiempo Promedio de Señal variable de 0.033 s a 999 s; Barrido de longitudes de onda con velocidades variables de 0.001 nm/min a 3000 nm/min.		
	Escala	Intervalo de trabajo	Resolución
	Longitud de onda:	190.00 nm a 900.00 nm	0.02 nm
	Transmitancia:	0.000 % a 200.000 %	0.001 %
	Absorbancia:	0.0000 a 5.0000	0.0001

El espectrofotómetro fue calibrado por el CENAM para sus escalas de transmitancia, absorbancia y longitud de onda empleando materiales de referencia certificados (MRC) conforme se especifica a continuación:

- Para la escala de longitud de onda se empleó una disolución de óxido de Holmio contenida en una celda de cuarzo sellada, un vidrio de óxido de Holmio montado en una celda de aluminio anodizada en negro y un vidrio de óxido de didimio montado en una celda de aluminio anodizada en negro, para calibrar de 240 nm a 750 nm.

Los puntos evaluados para cada uno de los MRC fueron: Filtros de óxido de holmio: 241 nm, 250 nm, 278 nm, 287 nm, 333 nm, 345 nm, 360 nm, 385 nm, 416 nm, 451 nm, 468 nm, 473 nm, 485 nm, 536 nm y 640 nm; filtro de óxido de didimio: 441 nm, 472 nm, 513 nm, 529 nm, 572 nm, 585 nm, 684 nm, 740 nm y 748 nm.

- Para la calibración de las escalas de transmitancia y absorbancia se utilizaron filtros absorbivos de densidad óptica neutra (FDON) de valores nominales de transmitancia de 1 %, 3 %, 10 %, 20 %, 30 %, 50 %, y 90 %, con valores de transmitancia y absorbancia certificadas a longitudes de onda de 440 nm, 465 nm, 546.1 nm, 590 nm, 635 nm, 650 nm, 700 nm y 750 nm; además para el FDON de 90 % también se emplearon los valores de transmitancia y absorbancia certificadas para longitudes de onda 250 nm, 280 nm, 340 nm, 360 nm y 400 nm.

Los MRC son fabricados y certificados por CENAM con trazabilidad al Patrón de Nacional de Transmitancia, Absorbancia y Reflectancia espectrales que mantiene el CENAM, el cual ha participado en comparaciones internacionales: SIM2.2, QM.P6 y SIM 2.4.

Los patrones de referencia empleados por LACOMET para la calibración de espectrofotómetro son MRC que cuentan con trazabilidad al patrón mantenido por NIST, los cuales son de naturaleza similar a los MRC empleados por el CENAM pero con intervalos y puntos de uso certificados más limitados conforme se especifica a continuación:

- Para la escala de longitud de onda se empleó una disolución de óxido de Holmio contenida en una celda de cuarzo sellada, fabricada por NIST, para calibrar de 240 nm a 640 nm.

Los puntos evaluados fueron: 241 nm, 250 nm, 278 nm, 287 nm, 333 nm, 345 nm, 360 nm, 385 nm, 416 nm, 451 nm, 468 nm, 485 nm, 536 nm y 640 nm.

- Para la calibración de la escala absorbancia se utilizaron filtros absorbivos de densidad óptica neutra (FDON) de valores nominales de transmitancia de 1 %, 3 %, 10 %, 20 %, 30 % y 50 % con valores de transmitancia y absorbancia certificadas a longitudes de onda de 440 nm, 465 nm, 546.1 nm, 590 nm y 635 nm.

Se define informar resultados para los puntos comunes dentro del intervalo de certificación de los MRC con los que LACOMET cuenta.

En adelante, en este documento, será referido de manera general a la disolución de óxido de Holmio contenida en celda de cuarzo sellada como “Ho disolución”; y para los filtros de densidad neutra será referido como “FDON”, seguido del valor nominal en transmitancia cuando se trate de un filtro en específico.

4. RESULTADOS

Tanto el CENAM como el LACOMET realizaron la calibración del espectrofotómetro de acuerdo a sus propios procedimientos y dentro del intervalo de trabajo de los MRC empleados. Donde, el espectrofotómetro fue calibrado por el CENAM para ambas escalas, longitud de onda y absorbancia, mediante barridos de longitudes de onda automatizados con los parámetros indicados en la tabla 2

Tabla 2. Parámetros instrumentales usados por el piloto en la calibración de las escalas del espectrofotómetro.

Parámetro instrumental	Longitud de onda	Absorbancia
Intervalo de datos (ID)	0.05 nm	0.05 nm
Tiempo promedio de señal (TPS)	0.033 s	0.033 s
Velocidad del barrido (VB)	90.909 nm/min	90.909 nm /min

LACOMET, calibró el espectrofotómetro mediante barridos de longitudes de onda automatizados con los parámetros indicados en la tabla 2 para la escala de longitud de onda; y para la escala de absorbancia, realizó la medición posicionando el monocromador a las longitudes de onda requeridas con la aplicación del programa por nombre “Medidas simples” (Simple Reads).

Las lecturas de las mediciones fueron obtenidas del archivo de datos almacenado por el programa que controla el instrumento.

Tanto LACOMET como CENAM realizan operaciones preliminares a las mediciones de la calibración conforme a las recomendaciones de operación del instrumento y procedimientos propios, dando al menos 30 minutos de estabilización para las fuentes de radiación electromagnética y la electrónica del instrumento.

Las condiciones ambientales promedio de medición fueron:

- Temperatura 20.2 °C con una variación máxima de ± 2.0 °C y humedad relativa de 49.4 % con una variación máxima de ± 17.5 %.

Tanto LACOMET como CENAM realizaron el tratamiento de sus datos informando el promedio de las mediciones y determinando el error e incertidumbre de medición conforme sus propios procedimientos, considerando en lo general lo que se especifica a continuación:

- Variabilidad de las lecturas por repetibilidad, como incertidumbre estándar tipo A.
- Resolución del instrumento, como incertidumbre estándar tipo B.
- Incertidumbre del MRC, determinando su contribución considerando una distribución normal.
- La incertidumbre combinada es obtenida a partir de la raíz cuadrada de la suma cuadrática de las contribuciones particulares indicadas en los puntos anteriores.
- La incertidumbre combinada es expandida por un factor de cobertura $k= 2$ para informar la incertidumbre (U) de calibración para cada punto evaluado.

En las tablas 3 a 5 y en las figuras 1 a 8, se presentan los resultados de calibración obtenidos por CENAM y LACOMET. En las figuras, los puntos representan los errores encontrados, las barras representan las incertidumbres.

Tabla 3. Resultados de calibración obtenidos por CENAM y LACOMET al calibrar la escala de longitud de onda empleando Ho disolución para ABE de 1.00 nm.

CENAM			LACOMET		
Referencia	Error	<i>U</i>	Referencia	Error	<i>U</i>
241.19	-0.04	0.10	241.13	-0.02	0.22
249.93	0.04	0.16	249.87	0.04	0.22
278.18	0.02	0.13	278.10	0.02	0.20
287.29	0.00	0.14	287.18	0.06	0.28
333.48	0.01	0.13	333.44	0.10	0.22
345.37	0.00	0.19	345.47	-0.07	0.20
361.28	0.00	0.12	361.31	-0.02	0.18
385.65	-0.03	0.16	385.66	-0.02	0.20
416.32	-0.02	0.14	416.28	0.00	0.22
451.29	-0.02	0.15	451.30	0.02	0.32
467.81	0.04	0.12	467.80	-0.01	0.16
485.22	0.04	0.11	485.29	-0.08	0.22
536.58	0.00	0.11	536.64	-0.13	0.24
640.51	-0.12	0.10	640.52	-0.16	0.20

Tabla 4. Resultados de calibración obtenidos por CENAM y LACOMET al calibrar la escala de longitud de onda empleando Ho disolución para ABE de 2.00 nm.

CENAM			LACOMET		
Referencia	Error	<i>U</i>	Referencia	Error	<i>U</i>
241.17	-0.04	0.09	241.08	0.08	0.28
250.13	-0.03	0.16	250.07	0.00	0.34
278.13	-0.01	0.13	278.03	0.12	0.22
287.58	-0.06	0.11	287.47	0.14	0.34
333.53	-0.05	0.17	333.40	0.08	0.28
345.39	0.04	0.20	345.49	-0.12	0.22
361.11	0.00	0.12	361.16	-0.05	0.20
385.80	0.02	0.12	385.72	0.07	0.22
416.66	-0.09	0.10	416.62	-0.01	0.20
451.28	-0.01	0.10	451.30	0.00	0.24
467.91	-0.05	0.09	467.83	0.10	0.18
485.23	-0.02	0.10	485.33	-0.08	0.22
536.89	-0.10	0.09	536.97	-0.15	0.22
640.75	-0.14	0.10	640.84	-0.18	0.24

Tabla 5. Resultados de calibración obtenidos por CENAM y LACOMET al calibrar la escala de **absorbancia regular espectral** empleando los **FDON**.

Filtro	Longitud de onda	CENAM			LACOMET		
		Referencia	Error	U	Referencia	Error	U
FDON 1%	440.0	2.1101	-0.0020	0.0036	2.1062	0.0022	0.0060
	465.0	1.9797	-0.0020	0.0037	1.9767	0.0011	0.0060
	546.1	2.0219	-0.0022	0.0037	2.0159	0.0002	0.0060
	590.0	2.0603	-0.0022	0.0038	2.0540	0.0004	0.0060
	635.0	1.9494	-0.0028	0.0036	1.9431	0.0012	0.0060
FDON 3%	440.0	1.5933	-0.0018	0.0021	1.5698	-0.0001	0.0050
	465.0	1.4952	-0.0015	0.0021	1.4724	0.0002	0.0050
	546.1	1.5268	-0.0017	0.0023	1.5014	-0.0009	0.0050
	590.0	1.5558	-0.0020	0.0022	1.5289	-0.0002	0.0050
	635.0	1.4725	-0.0021	0.0022	1.4468	-0.0006	0.0050
FDON 10%	440.0	1.0352	0.0002	0.0016	1.0483	-0.0018	0.0020
	465.0	0.9655	-0.0004	0.0016	0.9772	-0.0006	0.0020
	546.1	0.9978	0.0004	0.0016	1.0089	-0.0004	0.0020
	590.0	1.0380	0.0000	0.0016	1.0481	-0.0001	0.0020
	635.0	0.9903	-0.0001	0.0016	0.9994	-0.0002	0.0020
FDON 20%	440.0	0.7268	-0.0010	0.0016	0.7403	-0.0021	0.0020
	465.0	0.6784	-0.0013	0.0015	0.6908	-0.0012	0.0020
	546.1	0.7007	-0.0011	0.0015	0.7127	-0.0009	0.0020
	590.0	0.7286	-0.0011	0.0015	0.7399	-0.0007	0.0020
	635.0	0.6956	-0.0012	0.0015	0.7061	-0.0007	0.0020
FDON 30%	440.0	0.5378	-0.0014	0.0015	0.5540	-0.0002	0.0020
	465.0	0.4889	-0.0011	0.0015	0.5110	-0.0003	0.0020
	546.1	0.5043	-0.0011	0.0015	0.5260	0.0001	0.0020
	590.0	0.5331	-0.0010	0.0015	0.5550	0.0018	0.0020
	635.0	0.5179	-0.0009	0.0015	0.5440	0.0016	0.0020
FDON 50%	440.0	0.3236	-0.0003	0.0016	0.3108	-0.0020	0.0020
	465.0	0.2835	-0.0005	0.0016	0.2718	-0.0018	0.0020
	546.1	0.2895	-0.0004	0.0016	0.2682	-0.0018	0.0020
	590.0	0.3120	-0.0004	0.0016	0.2855	-0.0015	0.0020
	635.0	0.3137	-0.0003	0.0016	0.2853	-0.0014	0.0020

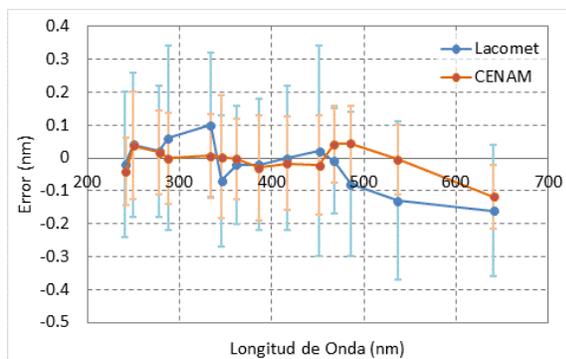


Figura 1. Resultados de calibración obtenidos por CENAM y LACOMET al calibrar la escala de **longitud de onda** empleando **Ho disolución** para **ABE de 1.00 nm**.

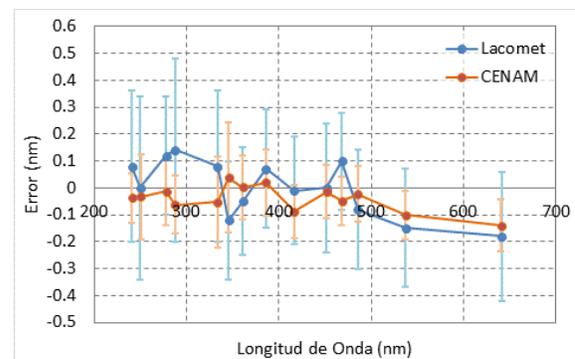


Figura 2. Resultados de calibración obtenidos por CENAM y LACOMET al calibrar la escala de **longitud de onda** empleando **Ho disolución** para **ABE de 2.00 nm**.

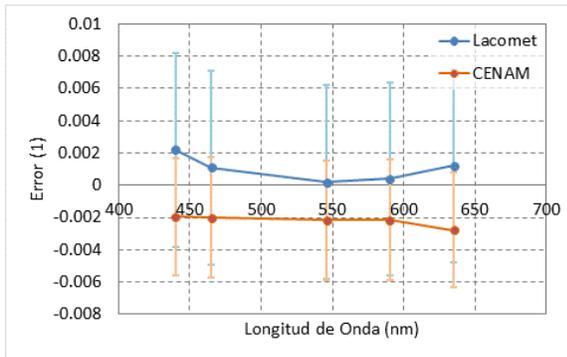


Figura 3. Resultados de calibración obtenidos por CENAM y LACOMET al calibrar la escala de **absorbancia** empleando el **FDON 1%**.

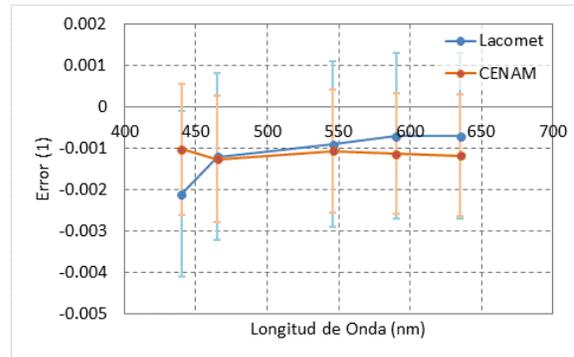


Figura 6. Resultados de calibración obtenidos por CENAM y LACOMET al calibrar la escala de **absorbancia** empleando el **FDON 20%**.

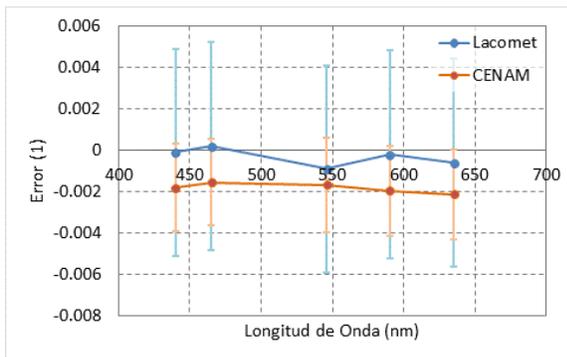


Figura 4. Resultados de calibración obtenidos por CENAM y LACOMET al calibrar la escala de **absorbancia** empleando el **FDON 3%**.

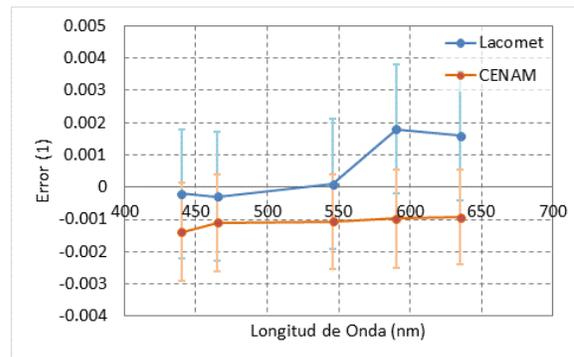


Figura 7. Resultados de calibración obtenidos por CENAM y LACOMET al calibrar la escala de **absorbancia** empleando el **FDON 30%**.

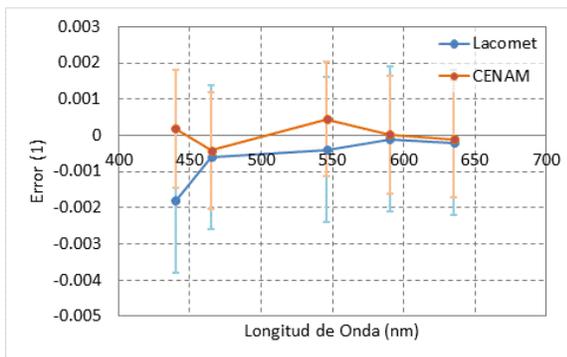


Figura 5. Resultados de calibración obtenidos por CENAM y LACOMET al calibrar la escala de **absorbancia** empleando el **FDON 10%**.

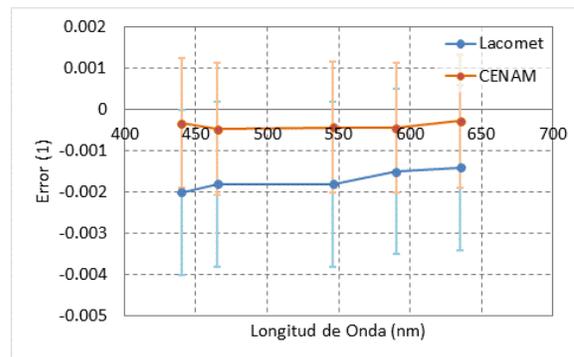


Figura 8. Resultados de calibración obtenidos por CENAM y LACOMET al calibrar la escala de **absorbancia** empleando el **FDON 50%**.

5. ANÁLISIS DE RESULTADOS Y COMENTARIOS

Al analizar los resultados obtenidos en la calibración del espectrofotómetro por ambos laboratorios, se aprecia que dichos resultados son en general equivalentes en ambas escalas.

ANEXO I. PROTOCOLO DE COMPARACIÓN

Comparación suplementaria bilateral CENAM-LACOMET

Absorbancia regular espectral y longitud de onda

Protocolo Técnico

Guillermo Valencia Luna¹
Carlos H. Matamoros García²

5 de diciembre de 2014

¹ Laboratorio de Propiedades Ópticas de los Materiales del CENAM

² Dirección de Óptica y Radiometría del CENAM



Contenido

	Página
1. INTRODUCCIÓN	4
2. OBJETIVO Y ALCANCE	4
3. REQUISITOS PARA REALIZAR LA COMPARACIÓN	4
4. ORGANIZACIÓN	5
5. INSTRUCCIONES PARA REALIZACIÓN DE MEDICIONES	7
6. INFORME DE RESULTADOS	8
7. CONFIDENCIALIDAD	9

1. INTRODUCCIÓN

El Laboratorio Costarricense de Metrología (LACOMET), para demostrar competencia técnica y declarar capacidades de medición y calibración en las magnitudes ópticas de absorbancia regular espectral y longitud de onda, solicitó al Centro Nacional de Metrología, la realización de una comparación bilateral. Se define realizar una comparación suplementaria en la calibración de un espectrofotómetro UV-Vis, buscando aprovechar el instrumento empleado para el ensayo de aptitud para la red de laboratorios secundarios de México, donde los resultados permitirán a LACOMET demostrar que disemina la incertidumbre en sus servicios de una manera adecuada.

2. OBJETIVO Y ALCANCE

Esta comparación tiene como objetivo determinar la proximidad de concordancia de los resultados de calibración obtenidos por el LACOMET sobre un espectrofotómetro UV-Vis, vía una comparación contra los resultados de calibración obtenidos por el CENAM.

El mensurando es el error de medición de las escalas de absorbancia y longitud de onda del espectrofotómetro UV-Vis bajo calibración.

La calibración del espectrofotómetro UV-Vis se realizará con materiales de referencia certificados (MRC) a temperatura y humedad ambiente de laboratorio, con la técnica y procedimiento que cada participante usa regularmente en la realización de sus servicios; donde el intervalo de trabajo para las diferentes escalas son de 240 nm a 640 nm para ancho de banda espectral (ABE) de 1.00 nm y 2.00 nm para la escala de longitud de onda, y 0.3 a 2.3 para la escala de absorbancia con un ABE de 1.00 nm.

Los MRC que se usarán en esta comparación son: filtro de óxido de holmio y filtros de densidad óptica neutra.

Donde los puntos a evaluar son los siguientes:

- Escala de longitud de onda. Disolución de óxido de holmio: 241 nm, 250 nm, 278 nm, 287 nm, 333 nm, 345 nm, 360 nm, 385 nm, 416 nm, 451 nm, 468 nm, 485 nm, 536 nm y 640 nm.
- Escala de absorbancia: filtros de densidad óptica neutra (FDON) de transmitancia nominal 1%; 3%; 10%; 20%; 30% y 50% para longitudes de onda de 440 nm, 465 nm, 546.1 nm, 590 nm, 635 nm.

3. REQUISITOS PARA REALIZAR LA COMPARACIÓN

- a. Cumplir en tiempo y forma los compromisos que se establecen en este protocolo.
- b. Contar con patrones de longitud de onda y densidad óptica neutra con certificación o calibración vigente y que cumplan con los puntos y longitudes de onda requeridos en esta comparación.
- c. Enviar al CENAM, con al menos tres semanas de anticipación al inicio de sus mediciones, la siguiente información:
 - Descripción de los elementos que se emplearán en la calibración.
 - Fecha de última certificación de los patrones y equipos a emplear en la prueba.

- Evidencia de la trazabilidad de sus mediciones.
- Alcances e incertidumbres declaradas en el servicio.
- Descripción general de procedimientos de calibración o procedimientos resumidos.
- Análisis de incertidumbre del sistema de calibración.

La información debe ser enviada en formato digital.

Cabe resaltar que toda la información proporcionada será tratada como confidencial, y está protegida conforme lo establece la Ley Federal de Acceso a la Información Pública Gubernamental de México.

4. ORGANIZACIÓN

- Datos de contacto por parte del CENAM y por parte del LACOMET.

Contacto del CENAM

Laboratorio de Propiedades Ópticas de Materiales del CENAM.

Contacto	Responsable
Nombre	Guillermo Valencia Luna
Teléfono	442-2110500 ext. 3962
Correo electrónico	gvalenci@cenam.mx

Contacto de LACOMET

Contacto	Responsable
Nombre	Carlos E. Acuña C.
Teléfono	(506) 2283-6580 ext: 115
Correo electrónico	cacuna@lacomet.go.cr

- Descripción del equipo.

El espectrofotómetro UV-Vis que será calibrado, es un instrumento propiedad del CENAM, el cual se describe en tabla 1.

Tabla 1. Instrumento empleado en el ensayo.

Instrumento	Ubicación	Características Relevantes												
Espectrofotómetro UV-Vis VARIAN Cary300 Conc	Laboratorio Propiedades Ópticas de los Materiales del CENAM (Edificio L) Domicilio: km 4.5 de la carretera a los Cués. Municipio El Marqués, Querétaro, México. C.P.: 76246	Doble Haz; Chopper dual; Lámpara de Tungsteno-Halógeno y Lámpara de Deuterio cambio automático de lámpara a 350 nm; Monocromador Czerny-Turner con Pre-monocromador plus; Detector PMT; Automatizado de control central por computadora en ambiente Windows; Ancho de Banda Espectral variable continuo de 0.2 nm a 4.0 nm con incrementos de 0.1 nm; Tiempo Promedio de Señal variable de 0.033 s a 999 s; Barrido de longitudes de onda con velocidades variables de 0.001 nm/min a 3000 nm/min. <table border="1" data-bbox="829 737 1403 974"> <thead> <tr> <th data-bbox="829 737 1024 793">Escala</th> <th data-bbox="1024 737 1219 793">Intervalo de trabajo</th> <th data-bbox="1219 737 1403 793">Resolución</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td data-bbox="829 793 1024 850">Longitud de onda:</td> <td data-bbox="1024 793 1219 850">190.00 nm a 900.00 nm</td> <td data-bbox="1219 793 1403 850">0.02 nm</td> </tr> <tr> <td data-bbox="829 850 1024 907">Transmitancia:</td> <td data-bbox="1024 850 1219 907">0.000 % a 200.000 %</td> <td data-bbox="1219 850 1403 907">0.001 %</td> </tr> <tr> <td data-bbox="829 907 1024 982">Absorbancia:</td> <td data-bbox="1024 907 1219 982">0.0000 a 5.0000</td> <td data-bbox="1219 907 1403 982">0.0001</td> </tr> </tbody> </table>	Escala	Intervalo de trabajo	Resolución	Longitud de onda:	190.00 nm a 900.00 nm	0.02 nm	Transmitancia:	0.000 % a 200.000 %	0.001 %	Absorbancia:	0.0000 a 5.0000	0.0001
Escala	Intervalo de trabajo	Resolución												
Longitud de onda:	190.00 nm a 900.00 nm	0.02 nm												
Transmitancia:	0.000 % a 200.000 %	0.001 %												
Absorbancia:	0.0000 a 5.0000	0.0001												

- Descripción del ensayo.

Para la ejecución de este ensayo se usará el instrumento indicado en el punto anterior, el cual se encontrará fijo en las instalaciones del CENAM y será calibrado por éste y el laboratorio de LACOMET en los días indicados en la tabla 2. El personal de LACOMET se desplazará a efectuar la calibración a las instalaciones del CENAM indicadas en la tabla 1. Al concluir sus mediciones el LACOMET analizará y enviará sus resultados al CENAM en los 15 días hábiles siguientes.

Al final del ensayo el CENAM emitirá un informe sobre los resultados obtenidos.

- Recepción del instrumento.

El Personal de LACOMET será llevado a la instalación donde se encuentran el instrumento, donde tendrá que examinar y registrar las condiciones en que este se encuentra el instrumento empleando su propio formato. Una copia del formato deberá ser entregada al término de las mediciones.

En esta etapa del proceso habrá un observador del CENAM evaluando las actividades.

Si durante la inspección del instrumento o durante su operación ocurre algo “inusual”, se debe informar inmediatamente al observador del CENAM y no continuar con el proceso hasta que se reciba instrucciones al respecto.

- Tiempo asignado a las mediciones.

Se cuenta con 3 días para realizar sus mediciones por lo que deberá presentarse en las instalaciones del CENAM los días indicados en la tabla 2 dentro del horario laboral (9 h 0 a 17 h 0).

El LACOMET únicamente podrá emplear el equipo conforme al calendario acordado. Este punto se observará aún si por cualquier circunstancia no ha concluido sus mediciones.

Si por alguna razón, tiene dificultades para realizar o completar las mediciones, deberá informar al CENAM para analizar las causas y en su caso acordar nuevas fechas.

Ajustes menores en el horario pueden hacerse únicamente previo acuerdo con el personal responsable del CENAM.

- Fechas de participación de los laboratorios

Tabla 2. Fecha de medición de los laboratorios.

LABORATORIO PARTICIPANTE	FECHA PARA TOMA DE MEDICIONES	FECHA LÍMITE DE ENTREGA DE RESULTADOS AL CENAM (Informe y Hoja de cálculos)
CENAM	27/10/2014 a 28/10/2014	Calibración
CENAM	26/11/2014	Verificación
LACOMET	15/12/2014 a 17/12/2014	20/01/2015
CENAM	22/01/2015	Verificación

- Fechas de entrega del primer borrador del informe final, de recepción de comentarios al borrador y de entrega de informe final.

El CENAM, enviará a LACOMET un informe parcial (borrador) para discusión de los resultados y un informe final después de recibir los comentarios al borrador. En esta etapa de comentarios al borrador el LACOMET deberá revisar que los datos de sus resultados se encuentren bien asentados y sólo se corregirán datos que hayan sido transcritos o “capturados” con algún error, pero no podrán modificarse por cualquier otro motivo.

Los comentarios al borrador deben ser enviados vía correo electrónico al contacto de CENAM.

5. INSTRUCCIONES PARA REALIZACIÓN DE MEDICIONES

- Proceso de medición

- El instrumento no debe ser modificado, ajustado o usado para otra actividad que no esté descrita en este protocolo.
- Las operaciones preliminares a las mediciones de la calibración deberán ser realizadas conforme a las recomendaciones del instructivo de operación del instrumento proporcionado por CENAM y el procedimiento propio del laboratorio participante.
- La temperatura y humedad durante la prueba deberá ser monitoreada e informada.
- Las mediciones se realizarán dentro del alcance de los materiales de referencia empleados.
- Las mediciones se repetirán tantas veces como lo establezca el procedimiento de cada laboratorio.
- El laboratorio realizará las pruebas que considere necesarias conforme a sus procedimientos. La descripción del método y sus resultados deben ser declarados en un apartado especial de su informe de resultados. En caso de no realizar pruebas adicionales, basta con su declaración.
- Los puntos de calibración serán definidos con base a las características de certificación de los MRC que se empleen.

- **Registro de datos**

- a. Los datos se registrarán en el formato propio de cada laboratorio. El laboratorio deberá contar con tantas hojas como sea necesario para el registro de sus mediciones. Los valores a registrar son:
 - Longitudes de onda identificadas para cada material de referencia empleado en la calibración de la escala de longitud de onda.
 - Absorbancias a las longitudes de onda certificadas para cada material de referencia empleado en la calibración de la escala de absorbancia.
 - Las condiciones ambientales del laboratorio: temperatura y humedad relativa.
 - La hora de encendido del instrumento.
 - La hora de registro de lecturas.
 - Nombre y firma del metrólogo.
- b. El laboratorio participante aplicará sus criterios de tiempo de estabilización. Una vez que el sistema se haya estabilizado, se registrarán tantas lecturas en cada punto de calibración conforme al procedimiento del laboratorio.
- c. Las condiciones ambientales se registrarán conforme al procedimiento del laboratorio y al momento de registro de valores en cada punto de medición.
- d. El laboratorio participante deben entregar al CENAM una copia de las hojas de registro de las series de mediciones realizadas al término de su participación en las mediciones.

- **Fuentes de Incertidumbre**

Con el fin de lograr una comparabilidad óptima las fuentes de incertidumbre a evaluar en la calibración de los espectrofotómetros para sus escalas serán al menos:

- Incertidumbre del patrón de calibración.
- Incertidumbre por repetibilidad de los datos.
- Incertidumbre por resolución.
- Incertidumbre por efecto de temperatura (cuando aplique).
- En el caso de que el laboratorio participante considere otras fuentes de incertidumbre adicionales deben ser declaradas. La descripción de la prueba y sus resultados deben ser declarados en un apartado especial de su informe de resultados.

La incertidumbre de los resultados deberá calcularse conforme a la Guía ISO para la expresión de la incertidumbre en las mediciones y se reportará con un nivel de confianza de al menos 95 % y con el factor de cobertura correspondiente.

6. INFORME DE RESULTADOS

El LACOMET enviará sus resultados al CENAM en el periodo indicado en la tabla 2.

El informe de resultados debe incluir:

- Resultados de las calibraciones para el instrumento tal y como se presentarían en el certificado de calibración que emite regularmente el laboratorio.
- Cálculo de incertidumbre con los resultados obtenidos para el instrumento.

- En el caso de haber considerado pruebas adicionales incluir descripción del método y sus resultados.

También, debe enviar al CENAM los archivos digitales con el análisis de datos (en hojas de Excel) y la estimación de incertidumbre en la fecha que se especifica en la tabla 2.

Además, se comprometen a proporcionar la información complementaria que el CENAM solicite durante el análisis de sus resultados.

En caso de que el instrumento involucrado sufra algún daño, sólo se consideraran como válidos los resultados de la calibración de la escala concluida en su totalidad.

7. CONFIDENCIALIDAD

Toda la información que se reciba en el CENAM por parte de LACOMET, será tratada como información confidencial y está protegida conforme lo establece la Ley Federal de Acceso a la Información Pública Gubernamental de México, hasta la publicación del resultado de la comparación.