



InterAmerican Accreditation Cooperation

INFORME FINAL

**COMPARACIÓN INTERLABORATORIOS
EN MATERIAL VOLUMÉTRICO
IAAC C002**

Abril 2008

AGRADECIMIENTOS

El Subcomité de Laboratorios de IAAC desea agradecer el apoyo proporcionado por la entidad mexicana de acreditación (ema) para la coordinación de este programa y también a los miembros de IAAC por su participación y cooperación. Nuestro agradecimiento al Centro Nacional de Metrología de México (CENAM) quien actuó como laboratorio de referencia para este programa.

Contenido

1.	Introducción	4
2.	Objetivo del programa	4
3.	Diseño del programa	4
4.	Características de los recipientes	4
5.	Participantes	5
6.	Reporte de resultados	5
7.	Estabilidad de los artefactos	5
8.	Valores de referencia	5
9.	Resumen de resultados	6
10.	Desempeño de los participantes	13
11.	Incertidumbre de la medición	14
12.	Referencias	14

Anexos

A.	Instrucciones para los laboratorios y hojas de resultados	15
B.	Esquema de circulación	21
C.	Estabilidad de los artefactos	23
D.	Ejemplo del análisis de la incertidumbre de la medición	26

ORGANISMOS DE ACREDITACIÓN PARTICIPANTES

Argentina	Organismo Argentino de Acreditación, (OAA)
Brasil	Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial, (INMETRO)
Canadá	Standards Council of Canada, (SCC)
Costa Rica	Ente Costarricense de Acreditación (ECA)
Chile	Instituto Nacional de Normalización, (INN)
Ecuador	Organismo de Acreditación Ecuatoriano, (OAE)
El Salvador	Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, (CONACYT)
Guatemala	Oficina Guatemalteca de Acreditación, (OGA)
México	Entidad Mexicana de Acreditación, (ema)
Panamá	Consejo Nacional de Acreditación, (CNA)
Perú	Instituto Nacional de Defensa de la Competencia y de Protección de la Propiedad Intelectual, (INDECOPI)
Trinidad & Tobago	Trinidad & Tobago Bureau of Standards, (TTBS)
USA	International Accreditation Service Inc., (IAS)

1. Introducción

Este informe resume los resultados de la comparación interlaboratorios en la magnitud de Volumen de Líquidos en 50 mL y 100 mL por parte de los laboratorios acreditados por organismos de acreditación miembros de InterAmerican Accreditation Cooperation (IAAC).

Este programa fue coordinado por la Entidad Mexicana de Acreditación (**ema**) con el apoyo y colaboración del Centro Nacional de Metrología de México (CENAM) quien participó como Laboratorio Primario para establecer los valores de referencia. Está es la segunda comparación interlaboratorios realizada por IAAC.

2. Objetivo del programa

El objetivo principal del programa es construir y mantener la confianza mutua en la competencia técnica de los miembros de IAAC. Las comparaciones interlaboratorios proveen evidencia objetiva de las competencias de los laboratorios y también que pueden mantener los niveles de incertidumbre para los cuales fueron acreditados. Estas comparaciones proveen los medios para el mejoramiento de la calidad y desempeño de los laboratorios a través de la región. Un segundo objetivo fue evaluar la habilidad de los laboratorios participantes para estimar su incertidumbre de la medición.

3. Diseño del programa

El programa IAAC C002 fue diseñado para evaluar la habilidad de los laboratorios en la aplicación del método gravimétrico en la calibración de recipientes volumétricos de 50 y 100 mL para determinar su volumen a una temperatura de 20 °C, así como la estimación de su incertidumbre dentro de los valores acreditados.

La comparación interlaboratorios fue coordinada por ema e involucró la circulación de los artefactos a los laboratorios participantes. Se formaron tres grupos de laboratorios atendiendo a su localización geográfica, a cada grupo se le asignó un juego de 4 matraces, 2 de 50 mL y 2 de 100 mL. Se calibraron 16 artefactos con el propósito de contar con un juego completo de matraces por alguna eventualidad durante la comparación. El CENAM calibró los artefactos al inicio y al final de la participación de los laboratorios con la finalidad de establecer el valor de referencia para cada uno de los matraces.

A los laboratorios se les requirió realizar las mediciones de acuerdo a sus procedimientos y reportar apropiadamente la incertidumbre de la medición de acuerdo a su mejor incertidumbre en su alcance de acreditación.

4. Características de los recipientes

Los matraces volumétricos de 50 mL y 100 mL utilizados tienen las tolerancias de fabricación que se indican en la siguiente tabla.

Recipiente	Volumen nominal	Material	Clase	Tolerancias ISO, OIML	Incertidumbre requerida 1/3 de la Tolerancia
Matraz	100 mL	Vidrio borosilicato	A	± 0,1 mL	±0.03 mL
Matraz	50 mL	Vidrio borosilicato	A	± 0,06 mL	± 0,02 mL

Tabla 1. Especificaciones de los matraces



Fig. 1 Paquete utilizado en la comparación

5. Participantes

Participaron 12 economías, con un total de 31 laboratorios divididos en 3 grupos. Un Organismo de Acreditación (OA) no pudo participar en el programa por problemas en la recepción de los artefactos. A cada OA se le indicó utilizar hasta 30 días para la circulación de los artefactos entre sus laboratorios participantes, permitiendo un periodo de quince días para la transportación al próximo país. Cada laboratorio participante fue responsable de recibir el equipo, elaborar un reporte del estado de los matraces, realizar las mediciones, empacar el equipo y enviarlo al siguiente participante. Los detalles del esquema de circulación para cada uno de los grupos se muestran en el anexo B.

6. Reporte de resultados

En las instrucciones del programa se solicitó a los laboratorios participantes reportar sus mediciones de acuerdo a sus procedimientos de rutina en el formato denominado "Hoja de Resultados" (ver anexo A); adicionalmente, se les solicitó anexar un informe de calibración emitido por el laboratorio participante. También se les solicitó reportar la incertidumbre de la medición a un nivel de 95% de confianza. Cada laboratorio informó sobre los equipos utilizados, trazabilidad, condiciones ambientales, datos de calibración, presupuesto de incertidumbre y volumen a 20 °C.

7. Estabilidad de los Artefactos

Antes de enviar los artefactos a los laboratorios participantes, el CENAM realizó una serie de mediciones iniciales a todos los matraces para determinar el volumen de cada matraz a una temperatura de 20 °C. Al final de este programa, los artefactos fueron regresados al CENAM para la verificación de la estabilidad del volumen determinado al inicio de la comparación.

Los recipientes volumétricos fabricados en vidrio borosilicato tienen una gran estabilidad en el tiempo lo que permitió que no fuese necesaria la verificación de los volúmenes calibrados de los artefactos a la mitad de la comparación.

Los valores de volumen de cada matraz en la prueba inicial, final y valor de referencia se presentan en la tabla de evaluación de la estabilidad de los artefactos, así como, los gráficos que aparece en el anexo C.

8. Valores de referencia

El valor de referencia se determinó como el promedio de las mediciones realizadas por el CENAM considerando las mediciones iniciales y finales. Las mediciones realizadas por el CENAM al inicio y el final de la comparación consistieron en algunos casos hasta de tres eventos independientes, cada evento consistió en al menos 10 mediciones consecutivas, la incertidumbre reportada en cada uno de los informes considera las variaciones obtenidas en los eventos de calibración.

9. Resumen de Resultados

Los resultados enviados por cada uno de los laboratorios se compararon con el valor de referencia reportado por el CENAM. En las gráficas G1 a G12 y tablas T2 a T12 se muestra la diferencia del laboratorio i respecto del valor de referencia ($LAB_i - REF$).

Para la evaluación de los resultados y acorde con prácticas internacionales se utilizó el error normalizado En . El error normalizado esta basado en técnicas estadísticas para comparar la diferencia del laboratorio respecto del valor de referencia y de las incertidumbres declaradas por el laboratorio y la incertidumbre del valor de referencia.

$$En_i = \frac{(LAB_i - REF)}{\sqrt{U_{LAB_i}^2 + U_{REF}^2}}$$

Donde U_{LAB_i} y U_{REF} son las incertidumbres expandidas con un factor de cobertura $k=2$, y declaradas a un nivel de confianza de aproximadamente 95,5 %. Un valor $|En| > 1$ indica que el resultado no es satisfactorio y se requiere de una investigación por parte del laboratorio para determinar las causas que dieron origen a tal desviación, la gravedad de las mismas y determinar las acciones correctivas a ejecutar.

Un resultado confiable es aquél cuyo valor absoluto del En es menor o igual a la unidad.

Grupo 1

Cód. Lab.	Matraz 5, 100 mL			Matraz 8, 100 mL			Matraz 14, 50 mL			Matraz 20, 50 mL		
	Volumen 20 °C mL	Incertidumbre k=2 ± mL	En	Volumen 20 °C mL	Incertidumbre k=2 ± mL	En	Volumen 20 °C mL	Incertidumbre k=2 ± mL	En	Volumen 20 °C mL	Incertidumbre k=2 ± mL	En
L1	99,940	0,020	1,0	99,940	0,020	0,7	49,990	0,010	0,9	49,950	0,010	3,5
L2	99,872	0,003	4,7	99,863	0,003	4,8	49,920	0,002	8,1	49,916	0,002	8,2
L3	99,906	0,003	3,0	99,903	0,004	2,8	49,952	0,004	4,8	49,966	0,004	3,2
L4	99,890	0,010	3,4	99,890	0,010	3,1	49,940	0,010	4,5	49,940	0,010	4,2
L5	99,897	0,020	2,5	99,908	0,020	1,8	49,952	0,010	3,6	49,964	0,010	2,5
L6	99,906	0,010	2,7	99,941	0,010	0,8	49,980	0,005	2,1	49,980	0,005	1,7
L7	99,924	0,003	2,1	99,931	0,003	1,5	49,977	0,001	2,6	49,972	0,001	2,7
L8	99,905	0,006	3,0	99,987	0,007	1,3	49,937	0,003	6,3	49,943	0,003	5,4
L9	99,923	0,018	1,7	99,920	0,018	1,5	49,969	0,018	1,7	49,984	0,015	0,9
L10	99,872	0,027	2,8	99,865	0,027	2,8	49,934	0,026	2,5	49,936	0,026	2,4
L11	99,971	0,018	0,1	99,950	0,018	0,4	49,992	0,013	0,7	49,997	0,013	0,4
L12	99,952	0,019	0,5	99,968	0,018	0,3	49,995	0,014	0,5	49,995	0,014	0,5
L13	99,900	0,020	2,4	99,914	0,010	2,1	49,964	0,020	1,7	49,957	0,015	2,6

Tabla 2. Error normalizado a 20 °C para los participantes del grupo 1

Grupo 2

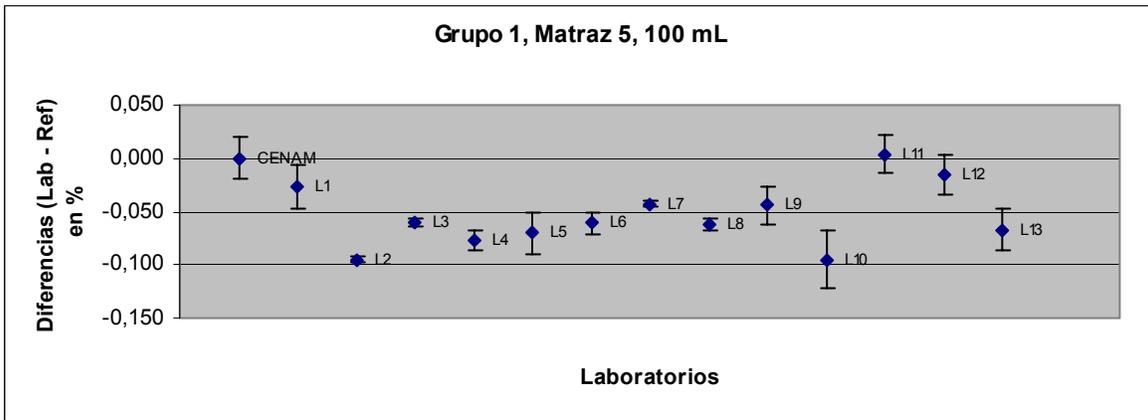
Cód. Lab.	Matraz 2, 100 mL			Matraz 3, 100 mL			Matraz 12, 50 mL			Matraz 15, 50 mL		
	Volumen 20 °C mL	Incertidumbre k=2 ± mL	En	Volumen 20 °C mL	Incertidumbre k=2 ± mL	En	Volumen 20 °C mL	Incertidumbre k=2 ± mL	En	Volumen 20 °C mL	Incertidumbre k=2 ± mL	En
L14	99,888	0,033	2,1	99,914	0,033	1,5	49,968	0,026	1,4	49,950	0,026	2,1
L15	99,940	0,012	1,2	99,960	0,013	0,5	49,980	0,008	2,0	49,990	0,011	1,2
L16	99,954	0,003	0,7	99,952	0,003	1,0	49,978	0,001	2,8	49,978	0,001	3,0
L17	99,965	0,010	0,2	99,947	0,005	1,2	50,000	0,005	0,5	49,988	0,005	1,8
L18	99,966	0,013	0,1	99,982	0,013	0,4	49,994	0,006	1,0	49,993	0,006	1,3
L19	99,977	0,017	0,3	99,962	0,012	0,4	49,998	0,011	0,5	50,009	0,010	0,0
L20	99,974	0,024	0,2	99,972	0,025	0,0	49,990	0,014	0,9	50,005	0,014	0,2

Tabla 3. Error normalizado a 20 °C para los participantes del grupo 2

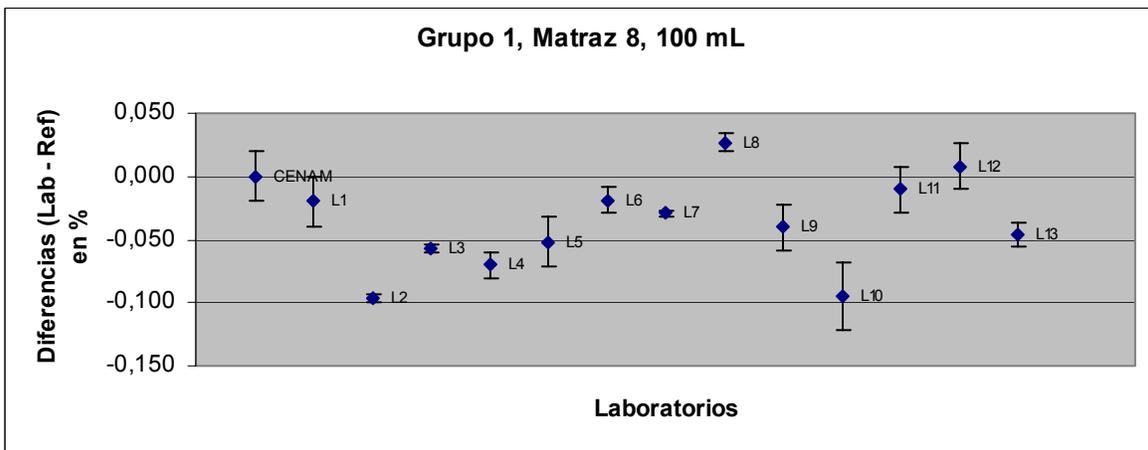
Grupo 3

Cód. Lab.	Matraz 6, 100 mL			Matraz 7, 100 mL			Matraz 11, 50 mL			Matraz 13, 50 mL		
	Volumen 20 °C mL	Incertidumbre k=2 ± mL	En	Volumen 20 °C mL	Incertidumbre k=2 ± mL	En	Volumen 20 °C mL	Incertidumbre k=2 ± mL	En	Volumen 20 °C mL	Incertidumbre k=2 ± mL	En
L21	99,940	0,010	1,9	99,950	0,015	1,2	49,973	0,004	2,1	49,990	0,005	1,9
L22	99,970	0,030	0,3	99,950	0,030	0,8	49,960	0,020	1,6	49,980	0,020	1,4
L23	99,932	0,084	0,6	99,948	0,087	0,4	49,962	0,065	0,5	49,981	0,065	0,5
L24	99,966	0,050	0,3	99,947	0,050	0,6	49,975	0,030	0,6	49,994	0,030	0,6
L25	99,920	0,050	1,1	99,890	0,050	1,7	49,940	0,030	1,7	49,960	0,030	1,6
L26	99,980	0,022	0,0	99,965	0,022	0,5	49,990	0,012	0,3	50,016	0,012	0,3
L27	99,910	0,050	1,3	99,870	0,050	2,0	49,910	0,040	2,1	49,960	0,040	1,2
L28	99,994	0,050	0,2	99,958	0,050	0,4	49,990	0,025	0,2	50,011	0,025	0,0
L29	99,997	0,013	0,7	99,987	0,050	0,1	49,998	0,007	0,2	50,019	0,007	0,6
L30	99,990	0,020	0,3	99,970	0,030	0,3	49,990	0,010	0,4	49,990	0,010	1,5
L31	99,920	0,580	0,1	99,910	0,580	0,1	49,940	0,290	0,2	49,950	0,290	0,2

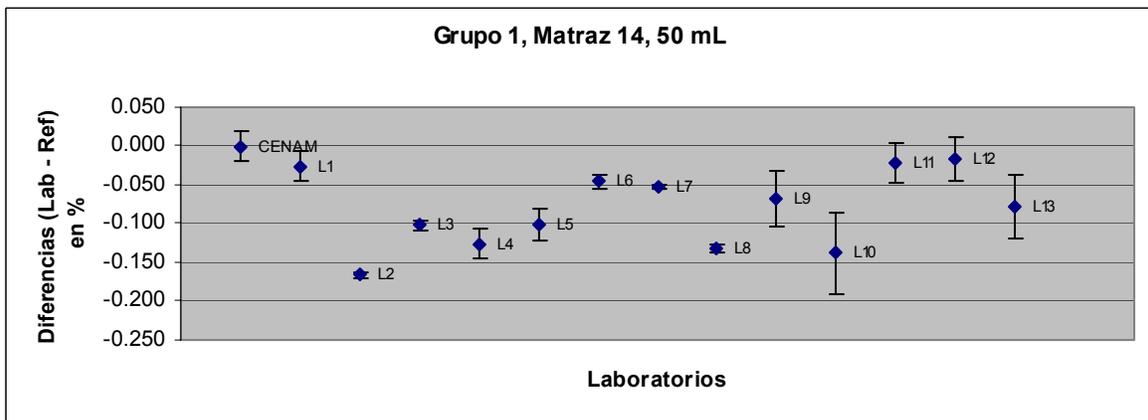
Tabla 4. Error normalizado a 20 °C para los participantes del grupo 3



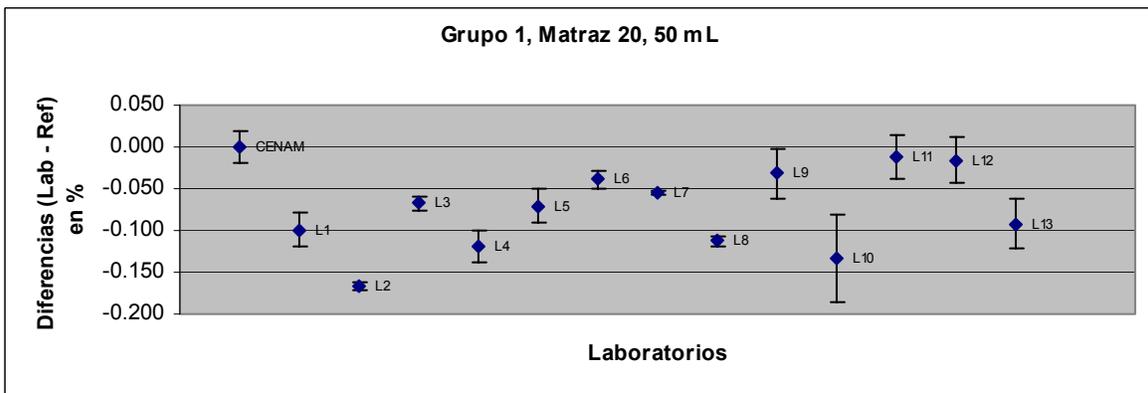
Gráfica 1. Matraz 5,. Diferencia entre el valor del laboratorio y el valor de referencia



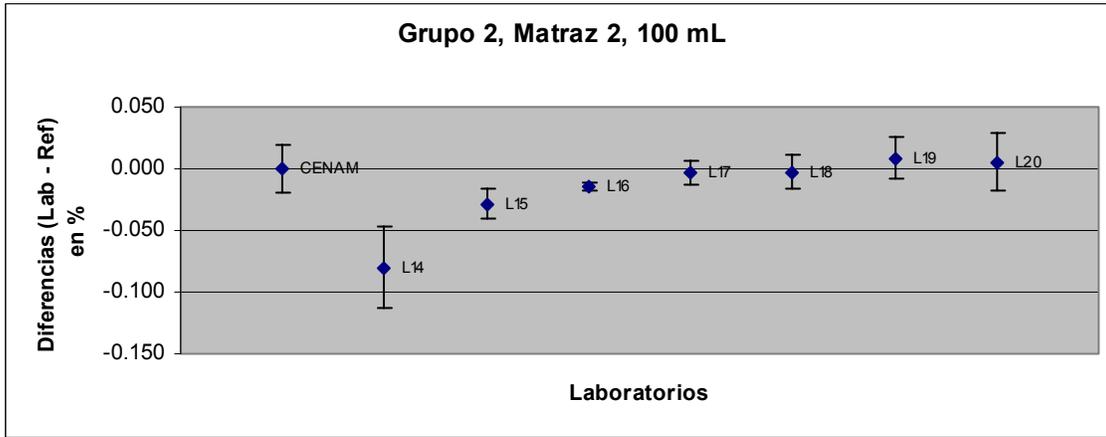
Gráfica 2. Matraz 8,. Diferencia entre el valor del laboratorio y el valor de referencia



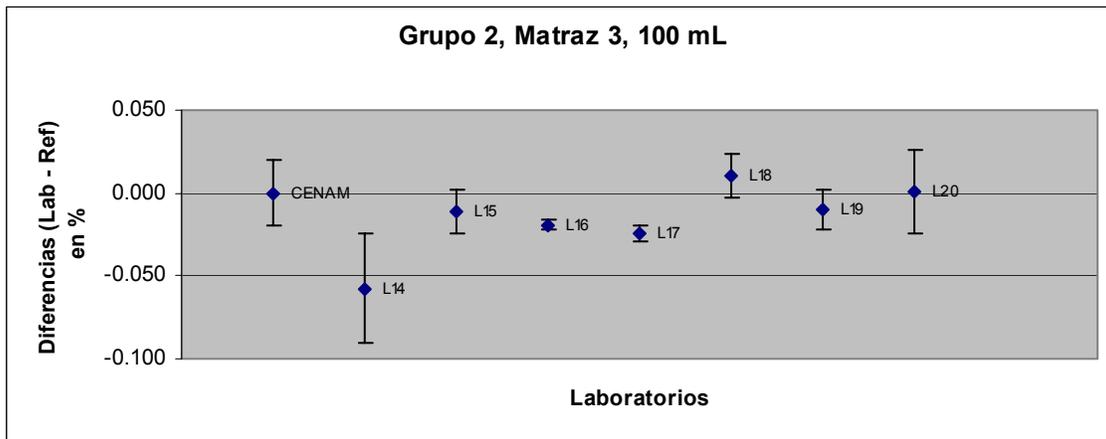
Gráfica 3. Matraz 14,. Diferencia entre el valor del laboratorio y el valor de referencia



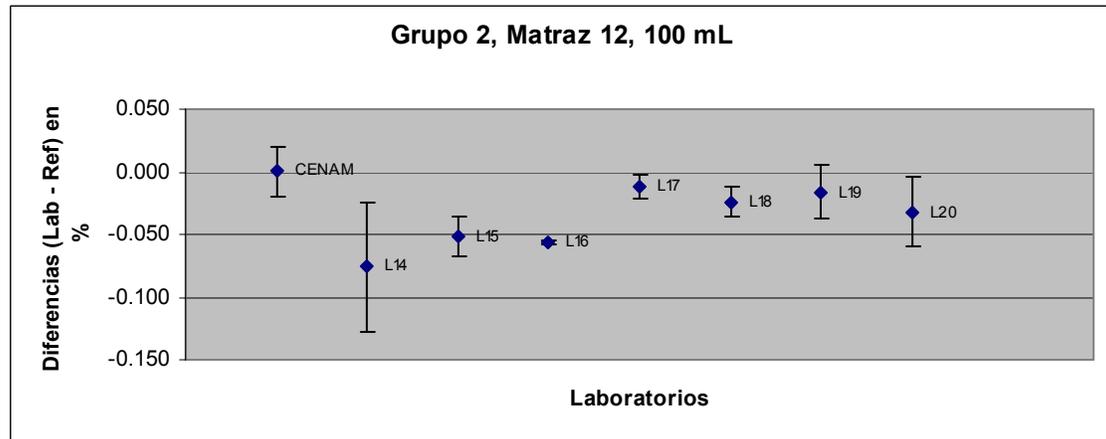
Gráfica 4. Matraz 20,. Diferencia entre el valor del laboratorio y el valor de referencia



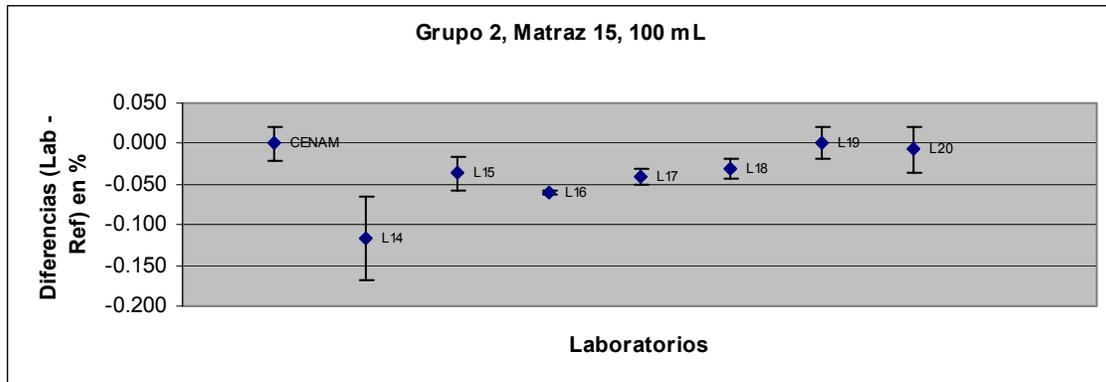
Gráfica 5. Matraz 2., Diferencia entre el valor del laboratorio y el valor de referencia



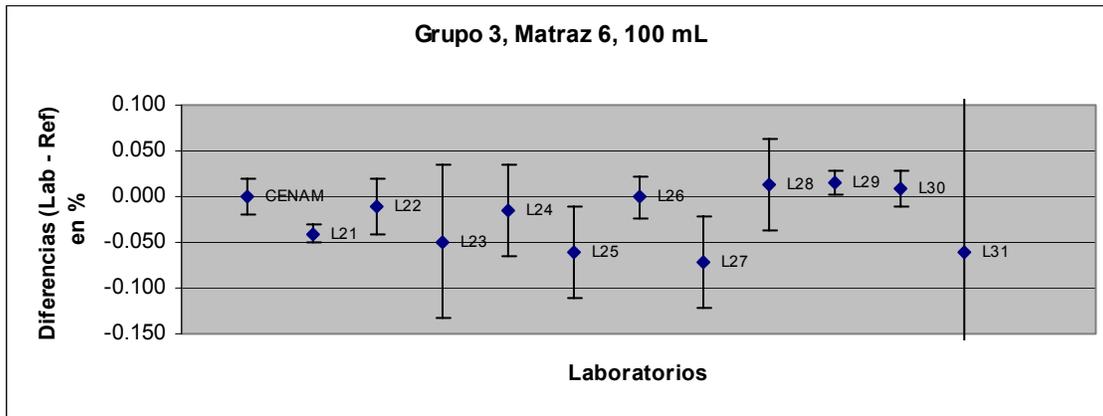
Gráfica 6. Matraz 3., Diferencia entre el valor del laboratorio y el valor de referencia



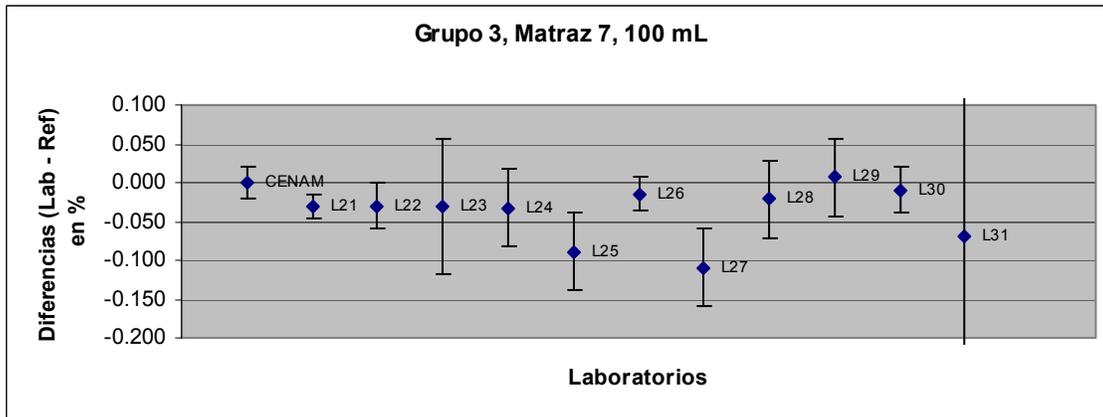
Gráfica 7. Matraz 12., Diferencia entre el valor del laboratorio y el valor de referencia



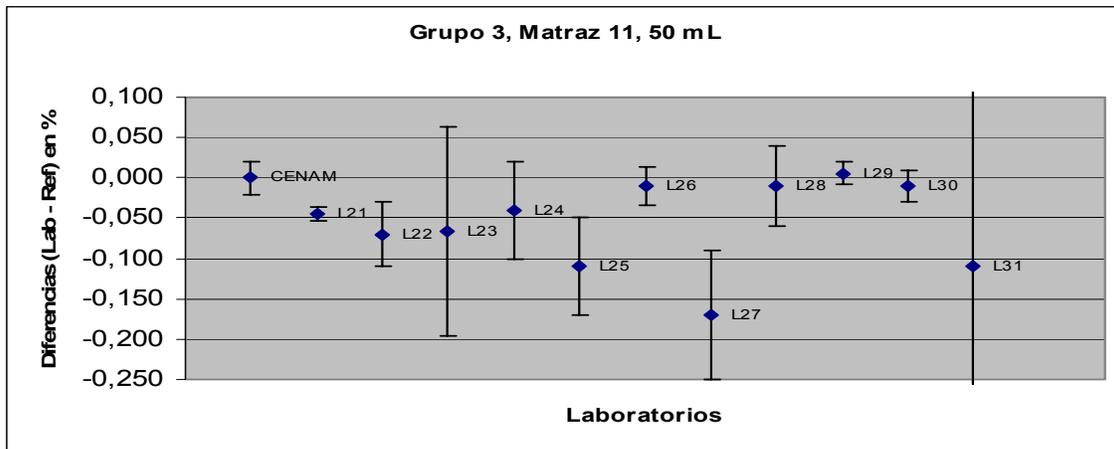
Gráfica 8. Matraz 15., Diferencia entre el valor del laboratorio y el valor de referencia



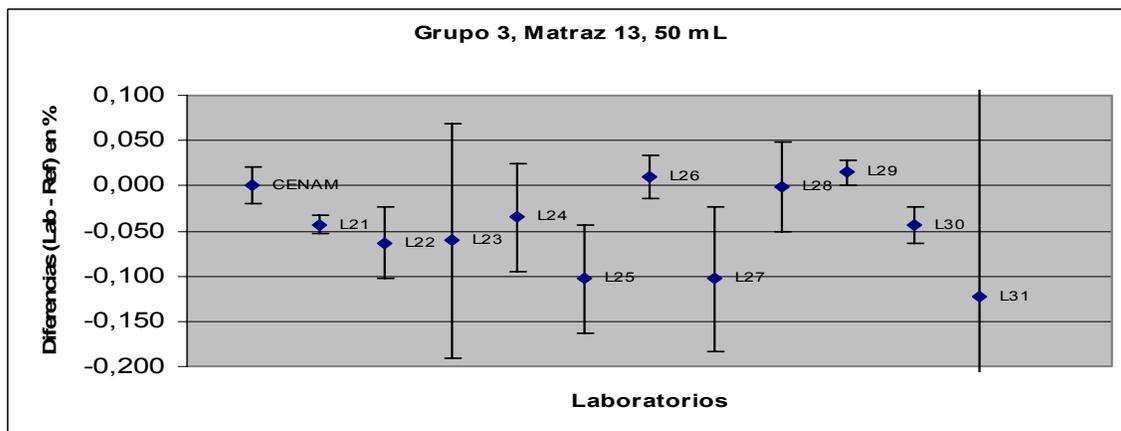
Gráfica 9. Matraz 6., Diferencia entre el valor del laboratorio y el valor de referencia



Gráfica 10. Matraz 7., Diferencia entre el valor del laboratorio y el valor de referencia



Gráfica 11. Matraz 11., Diferencia entre el valor del laboratorio y el valor de referencia



Gráfica 12. Matraz 13., Diferencia entre el valor del laboratorio y el valor de referencia

10. Desempeño de los participantes

Se recibieron un total de 124 resultados de un total de 31 laboratorios, de los cuales 70 resultados tienen un error normalizado (**En**) mayor que la unidad, representando un 56 % del total.

De los 31 laboratorios, 5 laboratorios reportaron incertidumbres menores a 0,01 % para los matraces de 100 mL y 6 laboratorios para los matraces de 50 mL, produciendo un total de 44 mediciones reportadas con incertidumbres menores que 0,01 %; los presupuestos de incertidumbre correspondientes a las declaraciones de incertidumbre expandida menor que 0,01 % no incluyen, en lo general, la contribución correspondiente a la resolución en el ajuste del menisco.

Los valores de incertidumbre reportados son los expresados en el informe de calibración o en el formato de informe de resultados solicitado en el protocolo que el laboratorio reporto para cada matraz, el **En** correspondiente fue calculado con esta incertidumbre.

El laboratorio L31 presenta una incertidumbre muy grande respecto de los valores promedio de incertidumbres reportados, la razón es por que el laboratorio estimo la incertidumbre de la densidad del agua dos décadas mayor que el resto de los laboratorios.

- El 81 % de los resultados reportados por el grupo 1 exhiben un **En** mayor que la unidad.
- El 46 % de los resultados reportados por el grupo 2 presentan un **En** mayor que la unidad.
- El 34 % de los resultados reportados por el grupo 3 presentaron un **En** mayor que la unidad.

La incertidumbre del valor de referencia incluye el concepto de reproducibilidad calculada a partir de los eventos de calibración realizados.

De acuerdo con los resultados informados por los laboratorios, se aprecia la aplicación de dos criterios distintos en el ajuste del menisco: a) ajuste justo en la parte superior de la marca de aforo y b) ajuste en la parte media de la marca de aforo. El valor de referencia de todos los matraces fue establecido aplicando el criterio de ajuste justo en la parte superior de la marca de aforo, tal como se establece en el protocolo de esta comparación.

El ajuste del menisco se complica cuando las condiciones de limpieza del vidrio no son adecuadas, en general, una limpieza inadecuada del matraz produce valores de volumen inferiores al valor de volumen convencionalmente verdadero puesto que la altura del menisco es inferior a la altura que presentaría el menisco en condiciones de limpieza total. Esta circunstancia de limpieza puede por tanto ser una causa de error en las mediciones.

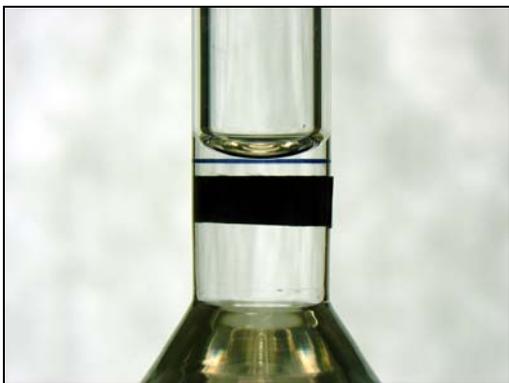


Fig.1 Menisco correcto, limpieza adecuada



Fig.2 Menisco inadecuado, matraz sucio

11. Incertidumbre de la Medición

La metodología presentada en el protocolo y los formatos para presentar la evaluación de la incertidumbre de la medición están acordes con la guía para la expresión de la incertidumbre (GUM), en general todos los laboratorios utilizaron esta metodología y los formatos para presentar sus presupuestos de incertidumbre, la subestimación o sobre estimación de la incertidumbre en el volumen calibrado de los matraces se debió en lo general a tres conceptos.

Primero: La mayoría de los laboratorios no considero contribución en la incertidumbre del mensurando debida a resolución en el ajuste del menisco.

Segundo: Algunos laboratorios no consideraron contribución por incertidumbre tipo A.

Tercero: La incertidumbre en la medición de la temperatura del agua que influye directamente en la incertidumbre del cálculo de la densidad del agua en algunos casos es muy optimista.

Considerando la regla de que la incertidumbre debe ser en lo general un tercio del EMT, los valores típicos de incertidumbre en la calibración de matraces de 50 mL y 100 mL se especifican en la tabla del punto 4 Características de los recipientes.

Un ejemplo de evaluación de incertidumbre para un matraz de 100 mL y 50 mL se presenta en el anexo D.

12. Referencias

- (1) IAAC PR 012-05
- (2) ISO Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, 1995.
- (3) ISO Guide 43-1-2: Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons, 1997.

ANEXO A

Instrucciones para los laboratorios y hojas de resultados



Inter American Accreditation Cooperation

IAAC C002 - COMPARACIÓN INTERLABORATORIOS EN VOLUMEN INSTRUCCIONES PARA LAS ENTIDADES DE ACREDITACIÓN Y LABORATORIOS

1. Información General

Esta intercomparación fue aprobada por el Subcomité de Laboratorios de IAAC en su reunión celebrada el 2 de diciembre de 2005.

1.1 Organizador de la Comparación Interlaboratorios

entidad mexicana de acreditación, a.c., (ema)

Dirección:

Manuel María Contreras No. 133, 2o Piso, Col. Cuauhtémoc, C.P. 06597, México, D.F.

Contacto:

Ing. Víctor Hugo Ángeles Aguilar
Coordinador de Programas de Ensayos de Aptitud - ema
Tel: +(52) 55 9148 4360
Fax: +(52) 55 5591 0529
E-mail : coordpea@ema.org.mx

1.2 Laboratorio de Referencia

Centro Nacional de Metrología, (CENAM).

Contacto:

Ing. José Manuel Maldonado Razo
Centro Nacional de Metrología
División Flujo y Volumen
Tel: +(52) 55 442 2110500 ext. 3766
Fax: +(52) 55 442 2110500
E-mail: mmaldona@cenam.mx

2. Patrones

Se proporcionará a cada participante un paquete el cual incluye en su interior un juego de 4 matraces volumétricos aforados (2 matraces de 50 ml y 2 matraces de 100 ml) dispuestos en un maletín de transportación. Las dimensiones aproximadas de las cajas son: 40 cm x 23 cm x 38 cm. El peso total del paquete es de 6 kg aproximadamente.

Cantidad	Volumen Nominal	Clase	Material	Marca
2	50 ml	A	Cristal de Borosilicato	Schott - Duran
2	100 ml	A	Cristal de Borosilicato	Schott - Duran

Para esta comparación se cuenta con 3 juegos de matraces los cuales pueden ser circulados en forma paralela en tres grupos separados de participantes.



Inter American Accreditation Cooperation

IAAC C002 - COMPARACIÓN INTERLABORATORIOS EN VOLUMEN INSTRUCCIONES PARA LAS ENTIDADES DE ACREDITACIÓN Y LABORATORIOS

3. Transportación

Los patrones viajeros tienen que ser transportados por automóvil, autobús, tren o avión u por cualquier otro medio que garantice la seguridad de los patrones. Los elementos deberán ser desempacados por un experto en calibración de volumen inmediatamente después de ser recibidos por el laboratorio de calibración y deberán ser verificados para detectar cualquier daño y los resultados deberán ser registrados en el “Formato de Recepción”.

4. Manejo y Almacenamiento

El manejo y almacenamiento de los patrones dentro del laboratorio será bajo el procedimiento que el laboratorio utilice para recipientes similares teniendo en cuenta la importancia que ello representa para la culminación de esta comparación.

5. Mediciones

Las mediciones se realizarán de acuerdo al procedimiento de rutina del laboratorio tal como se ha convenido con su Entidad de Acreditación, sin embargo, los participantes deberán seguir las siguientes instrucciones:

- a) Los matraces deberán ser calibrados por el método gravimétrico.
- b) La calibración será en la modalidad de recipiente para contener.
- c) Indicar el número de mediciones realizadas.
- d) En la calibración deberá utilizarse agua bidestilada (refiérase a la *ISO 4787:1984 Laboratory Glassware - Volumetric Glassware - Methods for Use and Testing of Capacity*).
- e) El coeficiente cúbico de dilatación térmica del material volumétrico es $1 \times 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$

Los resultados deberán incluir:

- las condiciones ambientales,
- el valor referenciado a 20°C ,
- la incertidumbre al 95% de confianza,
- el certificado de calibración formal del laboratorio,
- las “Hojas de Resultados” (véase el archivo anexo: resulting-IAAC-C002.doc) que se describen en este documento.

6. Esquema de Circulación

Al inicio y al final del esquema de circulación, las mediciones serán realizadas por el Laboratorio de Referencia. A cada país se le permite utilizar hasta 30 días para la circulación de los patrones viajeros entre sus laboratorios participantes. Un periodo de quince días ha sido permitido para la transportación al próximo país.

La transportación de un país al siguiente deberá ser acordada y pagada por el país de origen utilizando un servicio confiable de envíos “puerta-a-puerta”, a menos que esté convenido de otra manera entre las dos Entidades de Acreditación involucradas.

Al momento de recibir los matraces cada Entidad de Acreditación participante deberá enviar inmediatamente al Organizador de la Comparación Interlaboratorios el “Formato de Recepción” (ver



Inter American Accreditation Cooperation

IAAC C002 - COMPARACIÓN INTERLABORATORIOS EN VOLUMEN INSTRUCCIONES PARA LAS ENTIDADES DE ACREDITACIÓN Y LABORATORIOS

archivo anexo, receipt-IAAC-C002.doc) previamente completado. El formato puede ser enviado por fax al (+52 55 5591 0529) o por E-mail (coordpea@ema.org.mx).

A cada laboratorio le será asignado un código de participación por parte de la Entidad de Acreditación Organizadora. Este código será notificado a cada Entidad de Acreditación participante antes de iniciar la circulación y deberá ser utilizado por los laboratorios cuando reporten sus resultados.

Si hay cualquier retraso en un país, el número de laboratorios participantes dentro de ese país deberá ser reducido, de manera que, el transporte al siguiente país podrá ser realizado a tiempo de acuerdo al calendario establecido.

Al momento de despachar los matraces, cada Entidad de Acreditación participante deberá completar y enviar el “Formato de Envío” (véase el archivo anexo: [dispach-IAAC-C002.doc](#)) a la Entidad de Acreditación Organizadora así como también a la Entidad de Acreditación siguiente. El formato puede ser enviado por fax (+52 55 5591 0529) o E-mail (coordpea@ema.org.mx).

7. Reporte de Resultados

Cada laboratorio participante deberá emitir un certificado de calibración formal, completar las “Hojas de Resultados” (ver el archivo anexo, [resulting-IAAC-C002.doc](#)) y enviar estos documentos a la oficina de su Entidad de Acreditación Nacional en un plazo de dos semanas posteriores a la calibración.

Cada Entidad de Acreditación participante deberá recopilar y enviar copia de la información descrita en el párrafo anterior a la oficina del organizador mencionada en el punto 1.1 de este documento, en el plazo de un mes después de finalizar la circulación en su país. Las “Hojas de Resultados” pueden ser enviadas por fax (+52 55 5591 0529) o por E-mail (coordpea@ema.org.mx).

En caso de daño de los matraces la Entidad de Acreditación organizadora deberá ser informada de esta situación tan pronto como sea posible.

8. Lista de Entidades de Acreditación Participantes y personas de Contacto

(Esta lista será proporcionada en un futuro).



Inter American Accreditation Cooperation

IAAC C002 - COMPARACIÓN INTERLABORATORIOS EN VOLUMEN
HOJA DE RESULTADOS

Nombre del Laboratorio: _____

Nombre de la Entidad de Acreditación: _____

Condiciones Ambientales: Inicial Final
Temperatura: _____
Presión: _____
Humedad: _____

Table with 11 columns: Matraz, Volumen Nominal, Volumen a 20 °C, Incertidumbre expandida al 95%, Mejor Capacidad de Medición Acreditada, Desviación estándar, No. de Mediciones Realizadas, Masa del agua, Temp. del agua, Densidad del agua, Densidad del aire.

Tabla 1

Table with 6 columns: Instrumento, División mínima, Alcance, Incertidumbre Estándar declarada en el certificado de calibración, Fecha de Calibración, Instituto Nacional de Metrología al cual se tiene Trazabilidad.

Tabla 2

Tipo de agua utilizada y/o proceso de purificación: _____

Nombre y firma del responsable: _____ Fecha de la Calibración : ____/____/____

Nota: Por favor envíe sus resultados a su Entidad de Acreditación Nacional.



Inter American Accreditation Cooperation

(incertidumbre del matraz de 50 ml)

Variable	Valor	Unidades	Tipo de distribución	Incertidumbre estándar (ui)	Coefficiente de Sencibilidad (ci)	(ci*ui) ²
Masa del agua						
Densidad del agua						
Densidad del aire						
Coefficiente de dilatación térmica						
Temperatura del agua						
Resolución en ajuste del menisco						
Incertidumbre tipo A						
Incertidumbre combinada uc						
Incertidumbre expandida Uexp expresada al 95 % de confianza						

Tabla 3

(incertidumbre del matraz de 100 ml)

Variable	Valor	Unidades	Tipo de distribución	Incertidumbre estándar (ui)	Coefficiente de Sencibilidad (ci)	(ci*ui) ²
Masa del agua						
Densidad del agua						
Densidad del aire						
Coefficiente de dilatación térmica						
Temperatura del agua						
Resolución en ajuste del menisco						
Incertidumbre tipo A						
Incertidumbre combinada uc						
Incertidumbre expandida Uexp expresada al 95 % de confianza						

Tabla 4

Nota: Por favor envíe sus resultados a su Entidad de Acreditación Nacional.

ANEXO B

Esquema de Circulación

GRUPO 1	Entidad de Acreditación	Calendario propuesto	Calendario (real)	No. de laboratorios
	ema	may/jun/jul	may ~ sep (2006)	8
	IAS	jul	ago (2006)	1
	ECA	ago/sep	oct ~ nov (2006)	3
	TTBS	sep	nov (2007) ~ ene (2007)	1
	ema	oct	ene (2007)	

GRUPO 2	Entidad de Acreditación	Calendario propuesto	Calendario (real)	No. de laboratorios
	SCC	may/jun	may ~ jul (2006)	1
	OGA	Jul	jul ~ ago (2006)	1
	CONACYT	jul/ago	sep ~ oct (2006)	1
	CNA	Ago	oct ~ nov (2006)	1
	INDECOPI	Sep	dic (2006) ~ mar (2007)	3
ema	Nov	mar (2007)		

GRUPO 3	Entidad de Acreditación	Calendario propuesto	Calendario (real)	No. de laboratorios
	OAE	may	may ~ jul (2006)	1
	INN	ago/sep	jul ~ ago (2006)	2
	OAA	oct	ago ~ nov (2006)	4
	INMETRO	jun/jul	nov (2006) ~ feb (2007)	4
	ema	nov	mar (2007)	

Tabla B1 Esquema de circulación y participantes

Se presentaron demoras considerables en el tiempo establecido para la permanencia de los patrones en algunas economías. Algunos OA's utilizaron más tiempo del establecido para la circulación de los patrones entre sus laboratorios, por ejemplo, un OA del grupo 3 demoró más de tres meses en enviar los artefactos y sus resultados al coordinador del programa. Otro caso se presentó cuando al inició de la circulación de artefactos un laboratorio del grupo 1 rompió el matraz No. 10, el cual fue remplazado inmediatamente por otro calibrado previamente por el Laboratorio de Referencia e identificado con el número 20, por lo tanto, se decidió enviar a los dos primeros laboratorios el nuevo matraz para que repitieran esta medición.

En este sentido hay que tomar en cuenta que algunas demoras fueron inevitables debido a que algunos OA tuvieron problemas al momento de liberar los artefactos de las aduanas, por todo lo anterior, se modificó el esquema de circulación propuesto. Otro problema recurrente fue que no todos los OA's enviaron los formatos de recepción y entrega de patrones tal como se estableció desde un principio en el protocolo. Para prevenir estos problemas en futuros ejercicios se exhorta a los OA's apearse a las instrucciones establecidas.

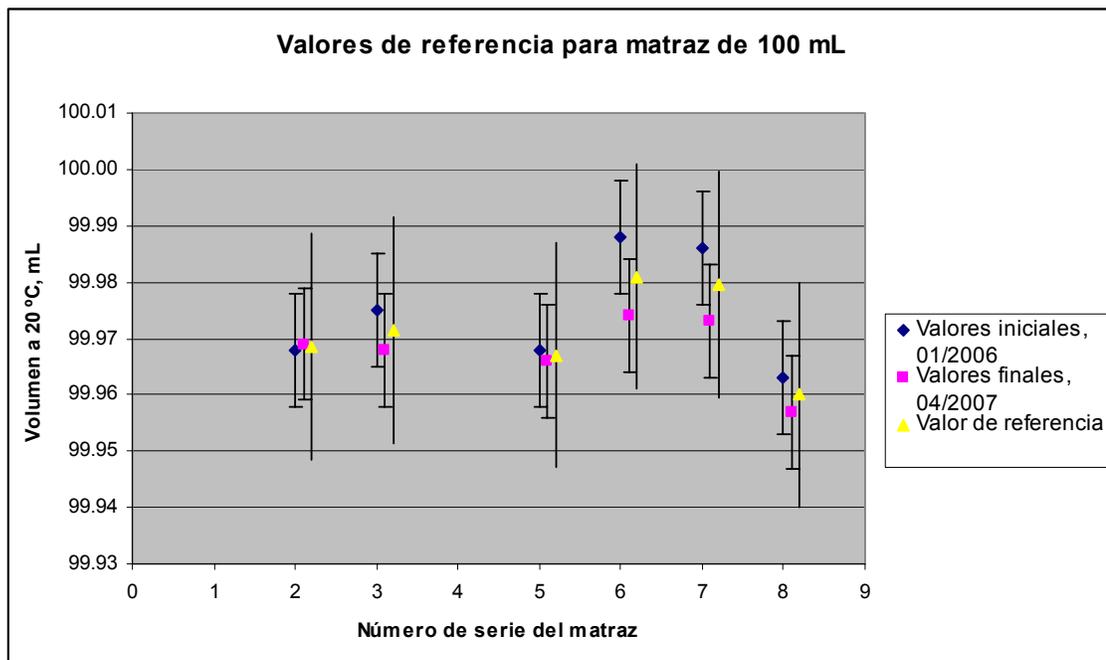
ANEXO C

Estabilidad de los Artefactos

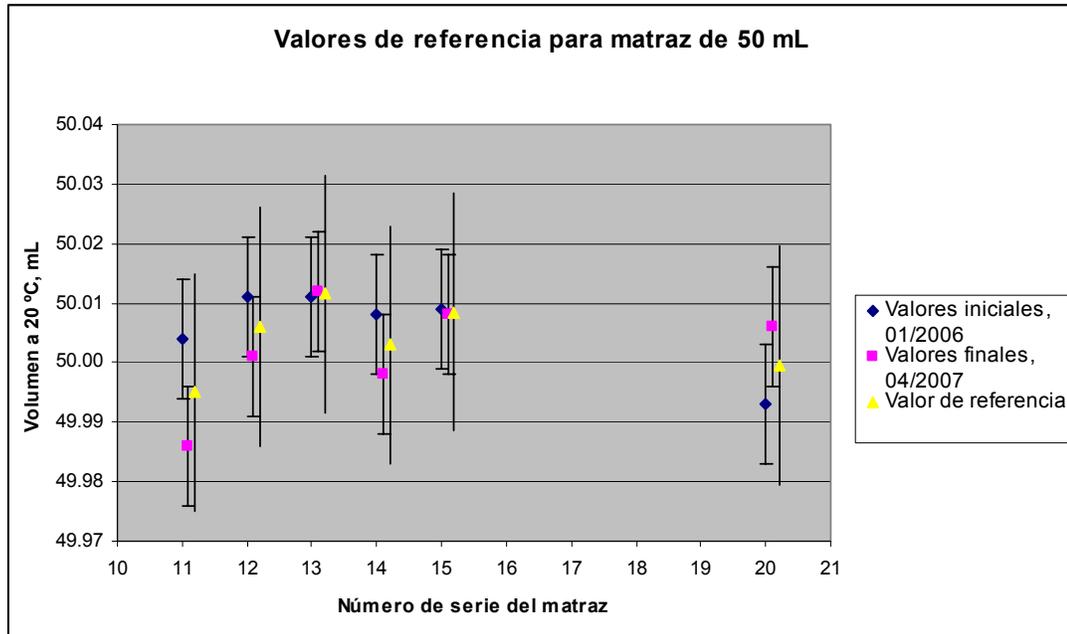
Se presenta los valores iniciales y finales de los volúmenes determinados para cada matraz referidos a una temperatura de 20 °C, el valor de referencia se obtuvo del promedio de los valores iniciales y finales, la incertidumbre del valor de referencia considera ambos valores por lo que la incertidumbre de este es mayor, en ninguno de los casos la diferencia entre los valores inicial y final es mayor a la incertidumbre del valor de referencia.

Grupo 1								
Numero de serie	Pruebas iniciales			Pruebas finales			Valor de referencia mL	Incertidumbre k=2 ± mL
	Numero de certificado CNM-CC-710-	Volumen 20 °C	Incertidumbre k=2	Numero de certificado CNM-CC-710-	Volumen 20 °C	Incertidumbre k=2		
		mL	± mL		± mL	± mL		
5	005/2006	99,968	0,010	159/2007	99,966	0,010	99,967	0,020
8	008/2006	99,963	0,010	162/2007	99,957	0,010	99,960	0,020
14	014/2006	50,008	0,005	166/2007	49,998	0,005	50,003	0,010
20	048/2006	49,993	0,005	168/2007	50,006	0,005	50,000	0,010
Grupo 2								
2	002/2006	99,968	0,010	157/2007	99,969	0,010	99,969	0,020
3	003/2006	99,975	0,010	158/2007	99,968	0,010	99,972	0,020
12	012/2006	50,011	0,005	154/2007	50,001	0,005	50,006	0,010
15	015/2006	50,009	0,005	167/2007	50,008	0,005	50,009	0,010
Grupo 3								
6	006/2006	99,988	0,010	160/2007	99,974	0,010	99,981	0,020
7	007/2006	99,986	0,010	161/2007	99,973	0,010	99,980	0,020
11	011/2006	50,004	0,005	163/2007	49,986	0,005	49,995	0,010
13	013/2006	50,011	0,005	165/2007	50,012	0,005	50,012	0,010

Tabla C1. Valores iniciales y finales reportados por CENAM para los matraces usados en la comparación.



Gráfica C1. Estabilidad del valor de referencia para los matraces de 100 mL.



Gráfica C2. Estabilidad del valor de referencia para los matraces de 50 mL

ANEXO D

Ejemplo del Análisis de la Incertidumbre de la Medición

Presupuesto de incertidumbre preparado para la comparación interlaboratorios por la División de Flujo y Volumen del CENAM.

Modelo matemático:

$$V_{20} = \frac{\left((L_f - C_{if}) - (L_i - C_{ii}) \right) \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_p} \right) \cdot (1 - \alpha(t_r - 20))}{(\rho_A + C_{ed} - \rho_a)} + C_{rep} + C_{am}$$

$$\rho_a = \frac{0,001 \cdot (0,34848 \cdot p - 0,009024 \cdot HR \cdot e^{(0,0612 \cdot t_a)})}{(273,15 + t_a)}$$

$$\rho_A = 0,999972 \cdot \left[1 - \frac{(t_A - 3,983035)^2 \cdot (t_A + 301,797)}{522528,9 \cdot (t_A + 69,34881)} \right] \cdot (1 + (50,74E - 11 - 0,326E - 11 \cdot t_A + 0,00416E - 11 \cdot t_A^2) \cdot (P \cdot 100 - 101325))$$

Variable	Unidades	Definición
V ₂₀	mL	Volumen del matraz a una temperatura de referencia de 20 °C
L _f	g	Lectura final (matraz lleno), en la balanza
C _{if}	g	Corrección por la calibración de la balanza, para pesada de recipiente lleno.
L _i	g	Lectura inicial (matraz vacío), en la balanza
C _{ii}	g	Corrección por la calibración de la balanza, para pesada de recipiente vacío.
ρ _a	g/cm ³	Densidad del aire (ecuación tomada del OIML R111)
ρ _p	g/cm ³	Densidad de las pesas de referencia
A	1/°C	Coefficiente cúbico de expansión térmica del matraz
t _r	°C	Temperatura del matraz
ρ _A	g/cm ³	Densidad del agua
C _{ed}	g/cm ³	Corrección por modelo matemático para la densidad del agua
C _{rep}	mL	Corrección por el proceso de calibración del matraz
C _{am}	mL	Corrección por ajuste de menisco
P	hPa	Presión barométrica
HR	%	Humedad relativa
t _a	°C	Temperatura del aire
t _A	°C	Temperatura del agua

Tabla D1 Lista de variables.

Matraz de 50 mL

Variable	Valor	Incertidumbre estándar	Grados de libertad	Coefficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre	Coefficiente de correlación
L_f	99,896 0 g	28,9E-6 g	Infinito	1	29E-6 mL	0,01
C_{if}	500E-6 g	250E-6 g	50	1	250E-6 mL	0,05
L_i	44,034 2 g	28,9E-6 g	Infinito	1	-29E-6 mL	-0,01
C_{ij}	200E-6	100E-6 g	50	1	-100E-6 mL	-0,02
ρ_a	951,758E-6 g/cm ³	407E-9 g/cm ³				
ρ_p	7,95 g/cm ³	0,07 g/cm ³	50	750E-6	53E-6 mL	0,01
A	9,9E-6 1/°C	990E-9 1/°C	50	-50	-50E-6 mL	-0,01
t_r	21,00 °C	0,0577 °C	Infinito	-500E-6	-29E-6 mL	-0,01
ρ_A	0,997 982 g/cm ³	12,5E-6 g/cm ³				
C_{ed}	0,0 g/cm ³	242E-9 g/cm ³	Infinito	-50	-12E-6 mL	0,00
C_{rep}	0,0 mL	0,00125 mL	50	1	0,001 3 mL	0,23
C_{am}	0,0 mL	0,0052 mL	Infinito	1	0,005 2 mL	0,96
P	809,250 hPa	0,289 hPa	Infinito	50E-6	14E-6 mL	0,00
HR	43,01 %	0,75 %	50	-5E-6	-3,8E-6 mL	0,00
t_a	21,63 °C	0,0577 °C	Infinito	-150E-6	-8,9E-6 mL	0,00
t_A	21,00 °C	0,0577 °C	Infinito	0,011	630E-6 mL	0,12
V_{20}	50,004 1 mL	0,005 39 mL	Infinito			

Tabla D2 Presupuesto de incertidumbre para los matraces de 50 mL

Resultado:
 Mensurando: V_{20}
 Valor: 50,004 mL
 Incertidumbre expandida: $\pm 0,011$ mL
 Factor de cobertura: 2,0
 Nivel de confianza: 95 % aproximadamente

Matraz de 100 mL

Variable	Valor	Incertidumbre estándar	Grados de libertad	Coefficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre	Coefficiente de correlación
L_f	161,356 8 g	28,9E-6 g	Infinito	1	29E-6 mL	0,00
C_{if}	500E-6 g	250E-6 g	50	1	250E-6 mL	0,03
L_i	61,665 6 g	28,9E-6 g	Infinito	1	-29E-6 mL	0,00
C_{ij}	200E-6	100E-6 g	50	1	-100E-6 mL	-0,01
ρ_a	955,323E-6 g/cm ³	408E-9 g/cm ³				
ρ_p	7,95 g/cm ³	0,07 g/cm ³	50	0,001 5	110E-6 mL	0,01
A	9,9E-6 1/°C	990E-9 1/°C	50	-71	-70E-6 mL	-0,01
t_r	21,71 °C	0,0577 °C	Infinito	-990E-6	-57E-6 mL	-0,01
ρ_A	0,998 045 g/cm ³	12,5E-6 g/cm ³				
C_{ed}	0,0 g/cm ³	242E-9 g/cm ³	Infinito	-100	-24E-6 mL	0,00
C_{rep}	0,0 mL	0,004 mL	50	1	0,004 mL	0,53
C_{am}	0,0 mL	0,006 35 mL	Infinito	1	0,006 4 mL	0,83
P	810,370 hPa	0,289 hPa	Infinito	99E-6	29E-6 mL	0,00
HR	48,39 %	0,75 %	50	-9,6E-6	-7,2E-6 mL	0,00
t_a	20,83 °C	0,0577 °C	Infinito	-310E-6	-18E-6 mL	0,00
t_A	20,71 °C	0,057 7 °C	Infinito	0,021	0,001 2 mL	0,16
V_{20}	99,969 9 mL	0,007 61 mL	660			

Tabla D3 Presupuesto de incertidumbre para los matraces de 100 mL

Resultado:

Mensurando: V_{20}

Valor: 99,970 mL

Incertidumbre expandida: $\pm 0,015$ mL

Factor de cobertura: 2,0

Nivel de confianza: 95 % aproximadamente

