

Instituto Nacional de Tecnología Industrial

Parque Tecnológico Miguelete
Avenida Gral. Paz 5445
Casilla de Correo 157
B1650WAB San Martín, Buenos Aires
Teléfono (54.11) 4724 6200 / 300 / 400
interno: 6323
www.inti.gov.ar
interlab@inti.gov.ar



**ENSAYO INTERLABORATORIO
CALIBRACIÓN DE MATERIAL VOLUMÉTRICO
2005**



LISTA DE PARTICIPANTES

Dolz Hnos S.R.L.

Fonrouge 1873
Buenos Aires
Argentina

INTI Rafaela

Ruta Nac. 34 Km 227,6
Rafaela, Santa Fé

I.V.A. Industria Vidriera Argentina S.A.

José G. De Artigas 1641
Capital federal
Argentina

LABCI - Laboratorio de Calibraciones Industriales

Pje. de los recuerdos 347
Capital Federal
Argentina

LABSA S.A.

Güemes 294
Gral. Gutierrez Maipú - Mendoza
Argentina

MAC S.R.L..

Av. 7 y ruta 10
Berisso – Buenos Aires
Argentina

Sahilices Hnos S.R.L.

Independencia 206
Villa Constitución, Santa Fé
Argentina

Sartorius Argentina S.R.L.

Avalos 4251
Munro, Buenos Aires
Argentina



1. INTRODUCCION

Debido a las exigencias del mercado se requiere cada vez con más frecuencia que los laboratorios puedan mostrar una evaluación de la calidad de sus servicios.

Uno de los requerimientos de los sistemas de calidad es la demostración de la competencia técnica mediante la participación en ensayos interlaboratorio, ya que esto permite controlar sus resultados y evaluar los métodos de ensayo.

En este contexto el INTI ha querido ofrecer un ejercicio de intercomparación para el ensayo de calibración de material volumétrico.



2. ELEMENTOS ENVIADOS

2.1. Elementos enviados

- Una pipeta graduada de capacidad nominal 25 ml, identificada como Hirschmann EM.
- Una pipeta aforada de capacidad nominal 10 ml, identificada como Hirschmann EM.
- Un matraz aforado de capacidad nominal 1000 ml, identificado como Pirex A – 5680 – CB 30992.

2.2. Valores de referencia

El material enviado fue calibrado, en INTI – Física y Metrología, en tres oportunidades. En primer lugar se calibró antes de ser enviado al primer participante. Luego se recalibró cuando la mitad de los participantes habían efectuado la medición. Finalmente se volvió a calibrar al finalizar el ejercicio.

En el caso de la pipeta de 10 ml se obtuvieron algunas diferencias entre las diferentes calibraciones. En este caso se adoptó como valor de referencia al promedio de las tres calibraciones y se contemplaron estas variaciones para el cálculo de su incertidumbre.

A continuación se muestran tablas con los resultados obtenidos.

Pipeta graduada de 25 ml						
Volumen Nominal (cm ³)						
	3		6		9	
	Volumen Medido (cm ³)	U (cm ³)	Volumen Medido (cm ³)	U (cm ³)	Volumen Medido (cm ³)	U (cm ³)
Inicio	3,01	0,02	6,01	0,02	9,00	0,02
Medio	3,00	0,02	6,01	0,02	9,00	0,02
Final	2,99	0,02	6,00	0,02	9,00	0,02
	12		15		18	
	Volumen Medido (cm ³)	U (cm ³)	Volumen Medido (cm ³)	U (cm ³)	Volumen Medido (cm ³)	U (cm ³)
Inicio	12,02	0,02	15,05	0,02	18,08	0,02
Medio	12,02	0,02	15,05	0,02	18,09	0,02
Final	12,02	0,02	15,05	0,02	18,08	0,02
	21					
	Volumen Medido (cm ³)	U (cm ³)				
Inicio	21,11	0,02				
Medio	21,12	0,02				
Final	21,12	0,02				

	Pipeta aforada de 10 ml		Matraz de 1000 ml	
	Volumen Medido (cm ³)	U (cm ³)	Volumen Medido (cm ³)	U (cm ³)
Inicio	9,989	0,003	999,8	0,1
Medio	9,992	0,003	999,8	0,1
Final	9,986	0,003	999,8	0,1
Promedio	9,989	0,005		



3. RESULTADOS ENVIADOS POR LOS PARTICIPANTES

Los resultados tal como fueron informados por los participantes pueden observarse en las tablas 1, 2 y 3.

El número de cifras significativas figuran tal como fueron informadas por los participantes.

En los gráficos 1 al 9, se muestran los promedios de los datos enviados por los participantes con su incertidumbre, y los valores de referencia asignados por el laboratorio de INTI.

Para los laboratorios que informaron resultados replicados y una única incertidumbre para todas las mediciones, se asignó ese valor de incertidumbre al promedio. En los casos en que los valores de incertidumbre diferían, se tomó el mayor valor. Se aclara que la desviación estándar del promedio, en todos los casos, era menor que este valor.

Este mismo criterio fue el utilizado para la evaluación de desempeño que se describe a continuación.

Para la calibración de la pipeta de 25 ml, el laboratorio n° 4 realizó la calibración pesando la masa de agua emitida por la pipeta escurriendo en porciones de 3 ml. Para poder comparar estos resultados con el resto se adicionaron los sucesivos volúmenes. Para obtener la incertidumbre de cada punto se combinaron las incertidumbres individuales.

4. EVALUACION DEL DESEMPEÑO DE LOS LABORATORIOS

La evaluación del desempeño de los laboratorios participantes se realizó de acuerdo con los procedimientos aceptados internacionalmente y que se citan en la Bibliografía.

Se utilizó como criterio el cálculo del parámetro “E_n”, definido de la siguiente manera:

$$E_n = (x_i - x_{ref}) / (U_i^2 + U_{ref}^2)^{1/2}$$

Donde:

x_i = Valor informado por el participante

x_{ref} = Valor de referencia.

U_i = Incertidumbre expandida informada por el participante.

U_{ref} = Incertidumbre expandida del valor de referencia.

De acuerdo con la bibliografía (ref 1,3) es posible clasificar a los laboratorios de la siguiente forma:

$|E_n| < 1$ satisfactorio $|E_n| \geq 1$ no satisfactorio

Los valores del parámetro E_n así obtenido pueden verse en la Tabla 4.



6. COMENTARIOS

La dispersión de los resultados obtenidos para las calibraciones de las pipetas puede atribuirse a diferencias en la metodología de trabajo, como por ejemplo tiempo de escurrimiento o tratamiento de la última gota.

Otro factor de influencia que puede mencionarse es la calidad del agua utilizada para la calibración. A modo de ejemplo puede señalarse, que para la calibración de la pipeta de 25 ml, una variación en $0,002 \text{ g/cm}^3$ en la densidad del agua, genera una variación de 0,2% en el valor del volumen calculado. Los factores que pueden afectar el valor de densidad utilizado son la temperatura ambiente y la pureza del agua.

Se observa que los valores de las incertidumbre consignadas son dispares.



Anexo Tablas y gráficos

Tabla1
Datos enviados por los participantes - Pipeta graduada de 25 ml

Participante n° 1							
Dato 1				Dato 2			
Indicación (ml)	Masa de agua (g)	Volumen medido (cm ³)	Incertidumbre de medición (cm ³)	Indicación (ml)	Masa de agua (g)	Volumen medido (cm ³)	Incertidumbre de medición (cm ³)
3	2,999	3,01	0,03	3	2,983	2,99	0,02
6	5,974	5,99	0,05	6	5,975	5,99	0,02
9	8,947	8,97	0,03	9	8,962	8,99	0,04
12	11,934	11,97	0,04	12	11,948	11,98	0,04
15	14,937	14,98	0,02	15	14,943	14,99	0,04
18	17,934	17,99	0,02	18	17,950	18,00	0,02
21	20,944	21,01	0,05	21	20,937	21,00	0,04

Participante n° 1							
Dato 3				Dato 4			
Indicación (ml)	Masa de agua (g)	Volumen medido (cm ³)	Incertidumbre de medición (cm ³)	Indicación (ml)	Masa de agua (g)	Volumen medido (cm ³)	Incertidumbre de medición (cm ³)
3	2,957	2,97	0,01	3	2,962	2,97	0,02
6	5,951	5,97	0,04	6	5,952	5,97	0,01
9	8,912	8,94	0,05	9	8,938	8,96	0,05
12	11,958	11,99	0,05	12	11,920	11,95	0,03
15				15	14,961	15,00	0,03
18	17,938	17,99	0,05	18	17,942	17,99	0,05
21	20,929	20,99	0,05	21	20,929	20,99	0,02

Participante n° 2				Participante n° 3			
Indicación (ml)	Masa de agua (g)	Volumen medido (cm ³)	Incertidumbre de medición (cm ³)	Indicación (ml)	Masa de agua (g)	Volumen medido (cm ³)	Incertidumbre de medición (cm ³)
3	2,9661	2,9746	0,04	3	2,963	2,971	0,02
6	5,9560	5,9733	0,04	6	5,965	5,982	0,02
9	8,9414	8,9672	0,04	9	8,957	8,982	0,02
12	11,9118	11,9462	0,04	12	11,951	11,984	0,02
15	14,9236	14,9668	0,04	15	14,948	14,990	0,02
18	17,9186	17,9704	0,04	18	17,975	18,025	0,02
21	20,9388	20,9993	0,04	21	20,982	21,040	0,02

Tabla1 (continuación)
Datos enviados por los participantes - Pipeta graduada de 25 ml

Participante n° 4							
Dato 1				Dato 2			
Indicación (ml)	Masa de agua (g)	Volumen medido (cm ³)	Incertidumbre de medición (cm ³)	Indicación (ml)	Masa de agua (g)	Volumen medido (cm ³)	Incertidumbre de medición (cm ³)
3	2,975	2,985	0,033	3	2,988	2,997	0,034
6	2,995	3,004	0,033	6	2,986	2,995	0,034
9	2,988	2,998	0,033	9	2,987	2,996	0,034
12	2,999	3,008	0,033	12	2,996	3,005	0,034
15	3,005	3,015	0,033	15	3,014	3,023	0,034
18	3,009	3,019	0,033	18	3,009	3,018	0,034
21	3,022	3,032	0,033	21	3,018	3,027	0,034

Participante n° 5							
Dato 1				Dato 2			
Indicación (ml)	Masa de agua (g)	Volumen medido (cm ³)	Incertidumbre de medición (cm ³)	Indicación (ml)	Masa de agua (g)	Volumen medido (cm ³)	Incertidumbre de medición (cm ³)
3	2,97924	2,987	0,032	3	2,95182	2,959	0,032
6	5,961350	5,977	0,032	6	5,952080	5,967	0,032
9	8,967670	8,991	0,032	9	8,969240	8,992	0,032
12	11,962540	11,993	0,032	12	11,949690	11,98	0,032
15	14,970663	15,009	0,032	15	14,972550	15,011	0,032
18	17,989890	18,036	0,032	18	17,983730	18,03	0,032
21	21,005150	21,059	0,032	21	21,013440	21,068	0,032

Participante n° 5							
Dato 3				Dato Promedio			
Indicación (ml)	Masa de agua (g)	Volumen medido (cm ³)	Incertidumbre de medición (cm ³)	Indicación (ml)	Masa de agua (g)	Volumen medido (cm ³)	Incertidumbre de medición (cm ³)
3	3,0128	3,020	0,032	3		2,989	0,018
6	5,9764	5,992	0,032	6		5,979	0,018
9	8,9726	8,995	0,032	9		8,993	0,018
12	11,9409	11,971	0,032	12		11,981	0,018
15	14,9526	14,990	0,032	15		15,003	0,018
18	17,9661	18,012	0,032	18		18,026	0,018
21	20,9881	21,041	0,032	21		21,056	0,018

Tabla1 (continuación)
Datos enviados por los participantes - Pipeta graduada de 25 ml

Participante n° 7				Participante n° 8			
Indicación (ml)	Masa de agua (g)	Volumen medido (cm ³)	Incertidumbre de medición (cm ³)	Indicación (ml)	Masa de agua (g)	Volumen medido (cm ³)	Incertidumbre de medición (cm ³)
3	2,981	2,99	0,07	3	3,0012	3,0098	0,0034
6	5,9850	6,00	0,07	6	5,9962	6,0134	0,0048
9	8,985	9,01	0,07	9	9,0107	9,0367	0,0023
12	11,971	12,00	0,07	12	11,9924	12,0271	0,0014
15	14,989	15,03	0,07	15	15,0057	15,0490	0,0031
18	17,997	18,05	0,07	18	18,0332	18,0849	0,0033
21	21,025	21,09	0,07	21	21,0324	21,0932	0,0016

Participante n° 9							
Dato 1				Dato 2			
Indicación (ml)	Masa de agua (g)	Volumen medido (cm ³)	Incertidumbre de medición (cm ³)	Indicación (ml)	Masa de agua (g)	Volumen medido (cm ³)	Incertidumbre de medición (cm ³)
3	2,9300	2,939	0,052	3	3,0491	3,058	0,052
6	5,9693	5,988	0,041	6	6,0713	6,089	0,041
9	9,0612	9,090	0,034	9	9,0378	9,065	0,034
12	11,9534	11,992	0,052	12	12,0189	12,055	0,052
15	14,9738	15,022	0,051	15	15,0101	15,055	0,051
18	18,0587	18,116	0,022	18	18,1025	18,156	0,022
21	21,0217	21,089	0,026	21	21,0887	21,151	0,026

Participante n° 9							
Dato 3				Dato 4			
Indicación (ml)	Masa de agua (g)	Volumen medido (cm ³)	Incertidumbre de medición (cm ³)	Indicación (ml)	Masa de agua (g)	Volumen medido (cm ³)	Incertidumbre de medición (cm ³)
3	3,0257	3,034	0,052	3	3,0221	3,032	0,052
6	6,0330	6,050	0,041	6	6,0196	6,039	0,041
9	8,9907	9,016	0,034	9	8,9976	9,026	0,034
12	12,0065	12,041	0,052	12	12,0804	12,119	0,052
15	15,0933	15,136	0,051	15	14,9828	15,031	0,051
18	18,1024	18,154	0,022	18	18,0606	18,118	0,022
21	21,0738	21,133	0,026	21	21,0504	21,118	0,026

Tabla 2
Datos enviados por los participantes - Pipeta aforada de 10 ml

Participante n°	Indicación (ml)	Masa de agua (g)	Volumen medido (cm ³)	Incertidumbre de medición (cm ³)
1	10	10,039	10,068	0,031
2	10	9,9652	9,994	0,04
3	10	9,945	9,973	0,005
4	10	9,9942	10,0271	0,0049
5	10	10,0057	10,032	0,042
		10,0271	10,054	
		9,9901	10,015	
		10,0075	10,033	
	Promedio		10,034	0,021
7	10	9,9996	10,03	0,01
8	10	10,0755	10,1042	0,0007
9	10	9,9580	9,9857	0,0126
		9,9624	9,9900	
		9,9782	10,0059	
		9,9405	9,9722	
		9,9654	9,9967	

Tabla 3
Datos enviados por los participantes - Matraz de 1000 ml

Participante n°	Indicación (ml)	Masa de agua (g)	Volumen medido (cm ³)	Incertidumbre de medición (cm ³)
1	1000	996,862	999,654	0,09
		996,695	999,61	0,06
		996,717	999,64	0,11
		996,642	999,76	0,09
2	1000	997,04	999,92	0,07
3	1000	997,297	999,97	0,13
4	1000	996,836	999,79	0,22
5	1000	996,832	999,85	0,15
		997,174	999,77	
		997,120	999,73	
	Promedio		999,78	0,086
7	1000	996,980	999,8	0,1
8	1000	997,04	999,85	0,05
9	1000	996,94	999,63	0,15
		996,75	999,44	
		996,65	999,79	
		997,09	999,78	
		997,12	999,81	

Tabla 4
Parámetro E_n

Part. n°	Pipeta graduada de 25 ml							Pipeta aforada de 10 ml	Matraz aforado de 1000 ml
	3	6	9	12	15	18	21		
1	-0,3	-0,5	-0,6	-0,9	-1,3	-1,7	-2,2	2,5	-0,9
2	-0,6	-0,7	-0,7	-1,7	-1,9	-2,5	-2,6	0,1	1,0
3	-1,0	-0,9	-0,6	-1,3	-2,1	-2,1	-2,7	-2,4	1,1
4	-0,2	-0,3	-0,2	-0,4	-0,5	-0,6	-0,6	5,8	0,1
5	-0,4	-1,0	-0,3	-1,4	-1,7	-2,1	-2,3	2,1	-0,1
7	-0,1	-0,1	0,1	-0,3	-0,3	-0,5	-0,4	3,7	0,0
8	0,5	0,3	1,8	0,4	0,0	0,1	-1,2	24,8	0,5
9	0,3	0,8	1,2	0,5	0,5	1,9	0,2	0,1	-0,6

Gráfico 1
Datos enviados por los participantes

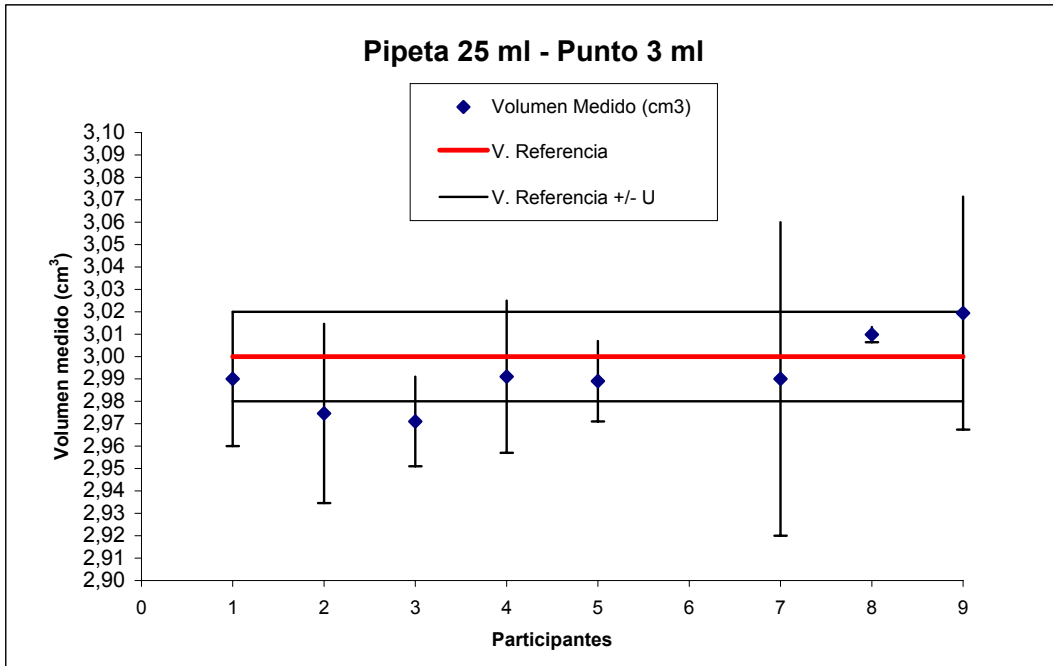


Gráfico 2
Datos enviados por los participantes

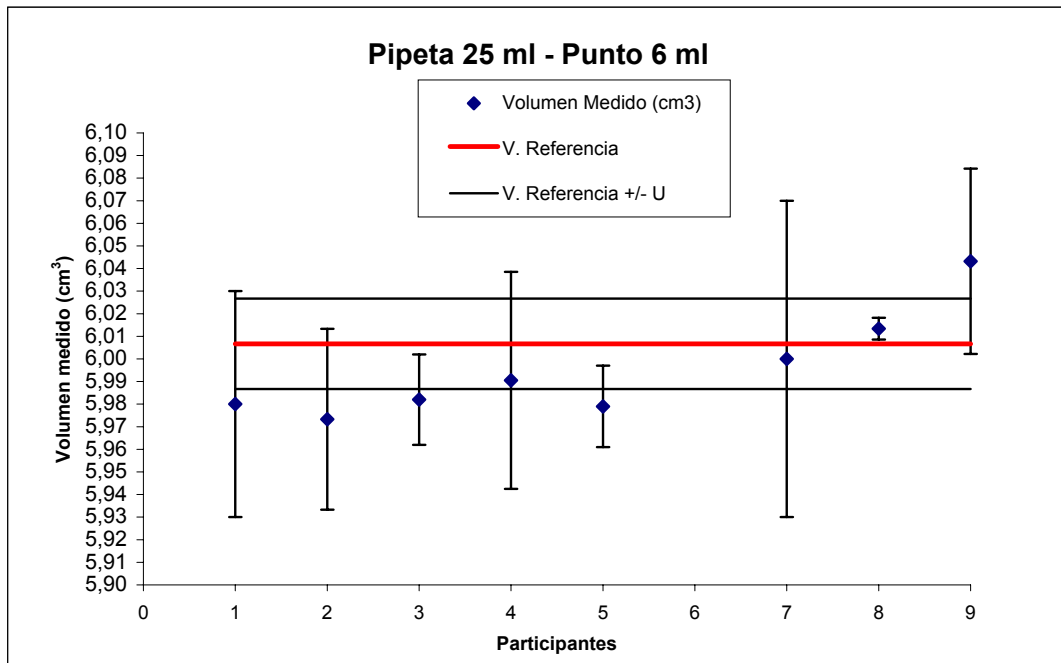


Gráfico 3
Datos enviados por los participantes

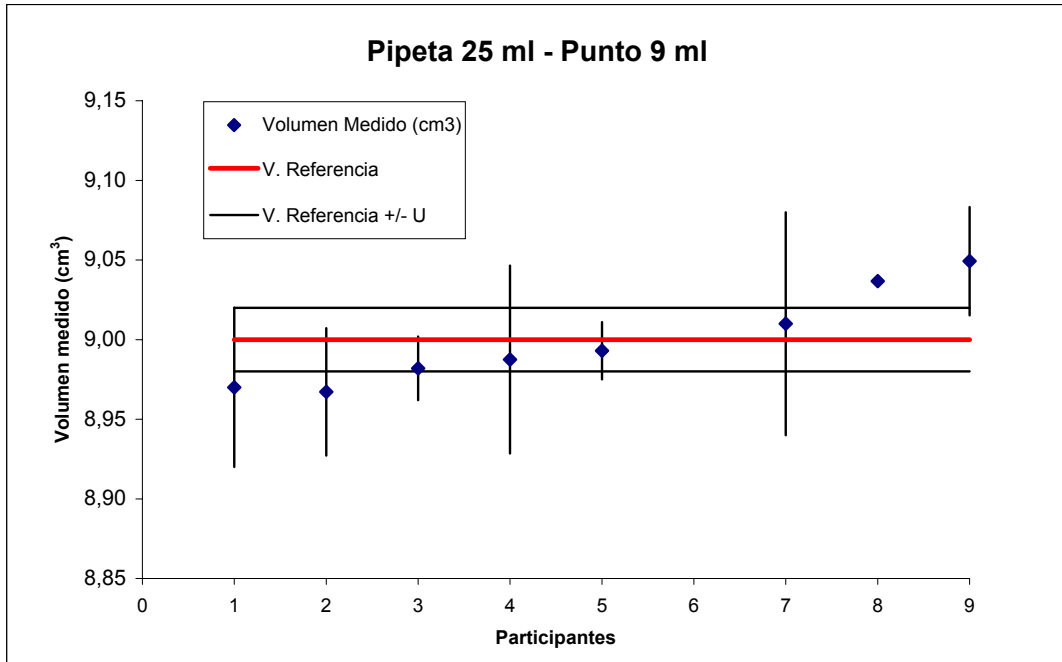


Gráfico 4
Datos enviados por los participantes

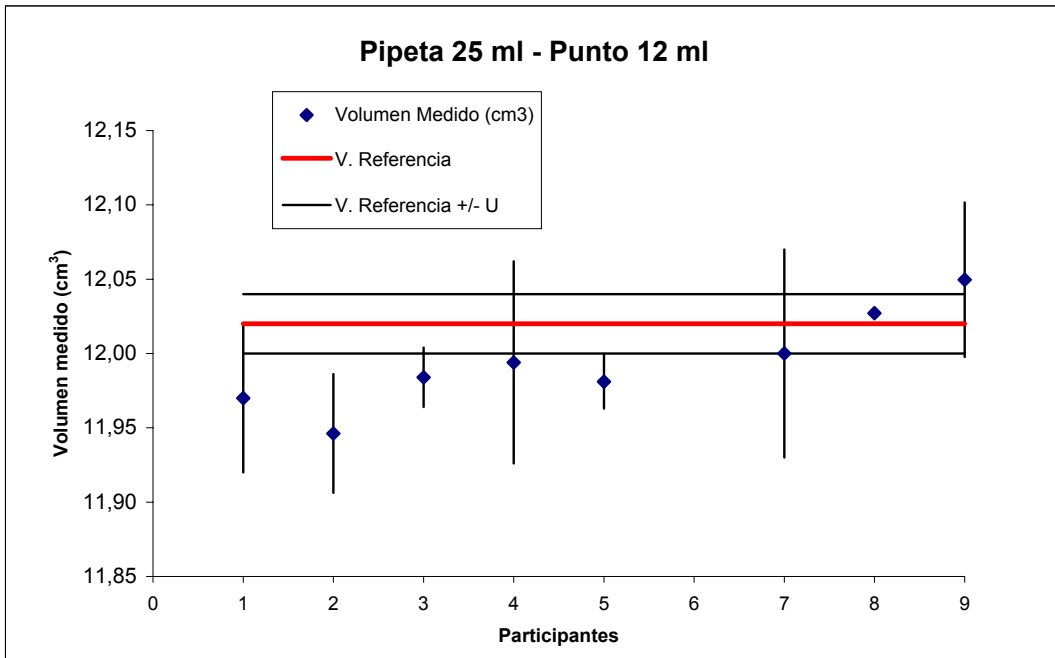


Gráfico 5
Datos enviados por los participantes

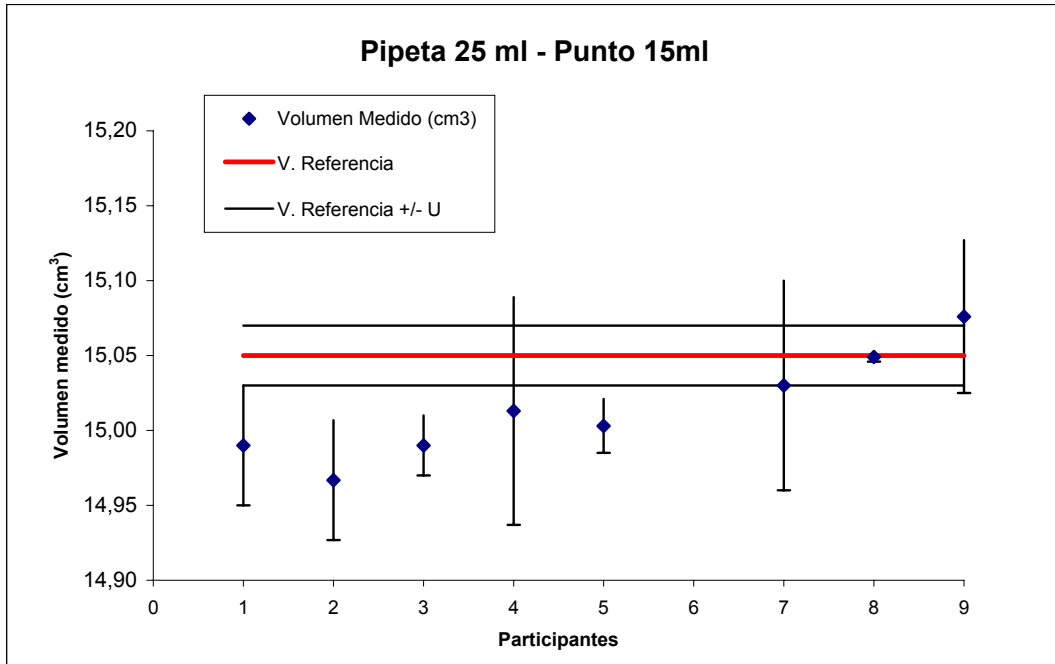


Gráfico 6
Datos enviados por los participantes

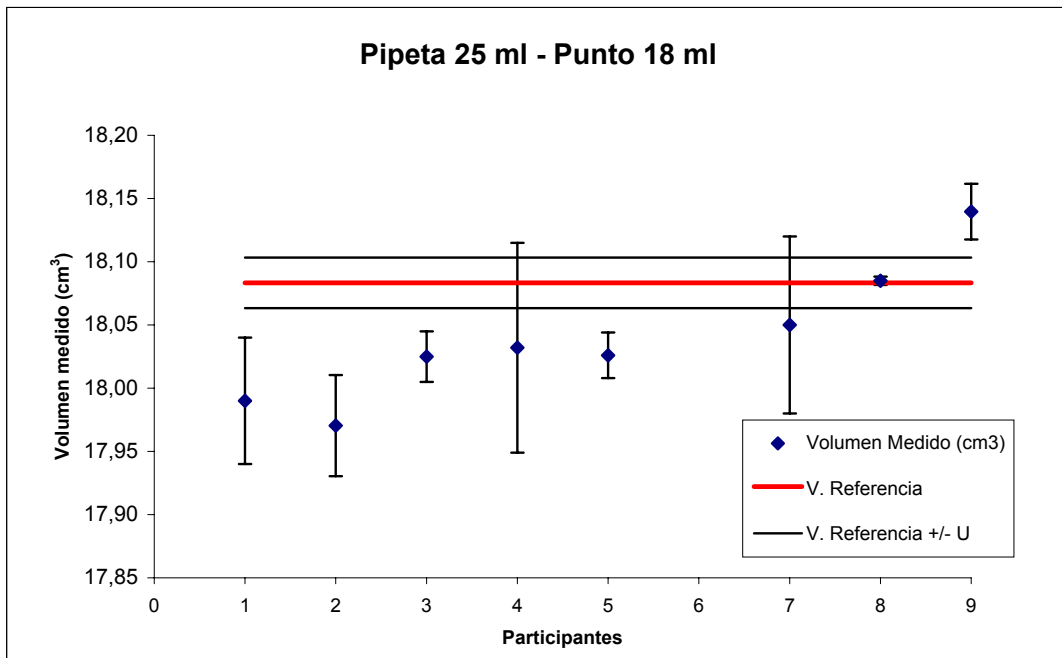


Gráfico 7
Datos enviados por los participantes

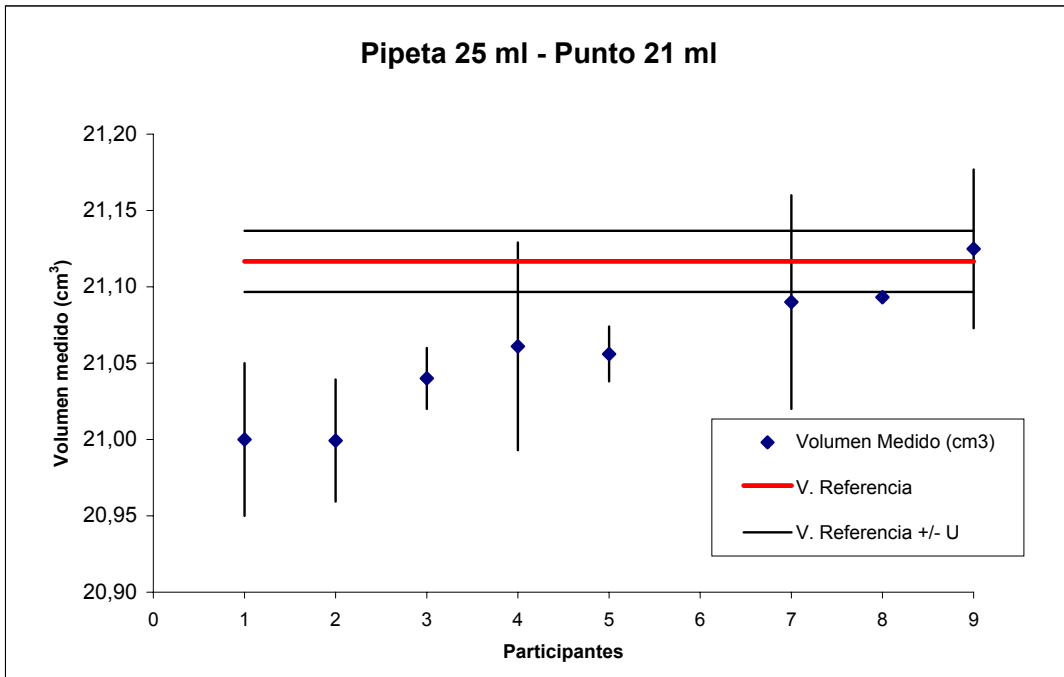


Gráfico 8
Datos enviados por los participantes

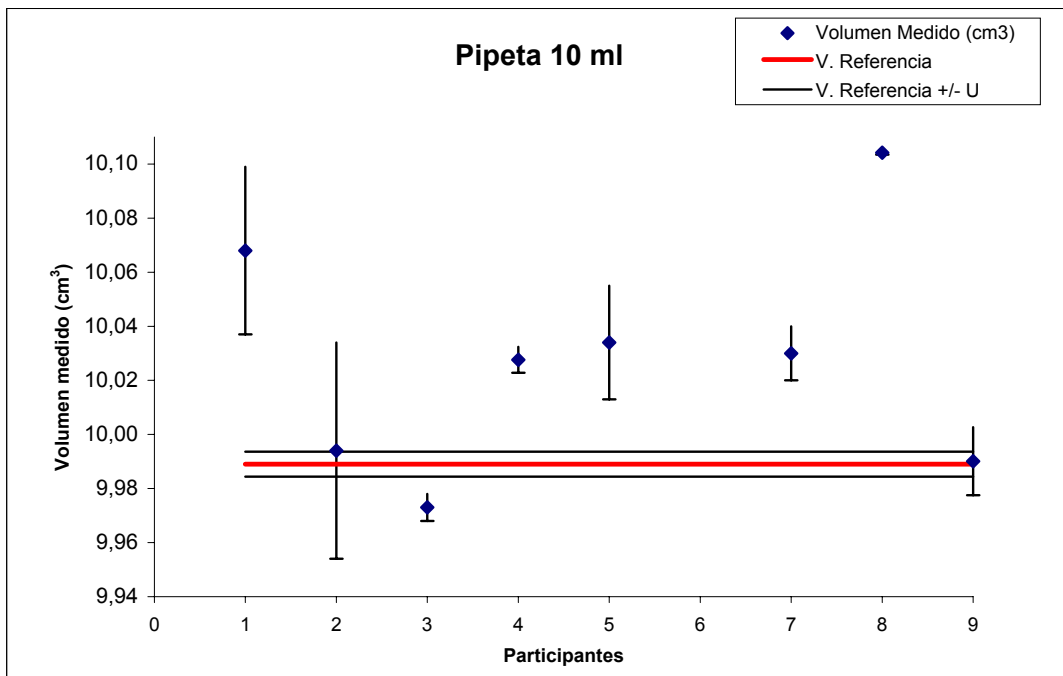
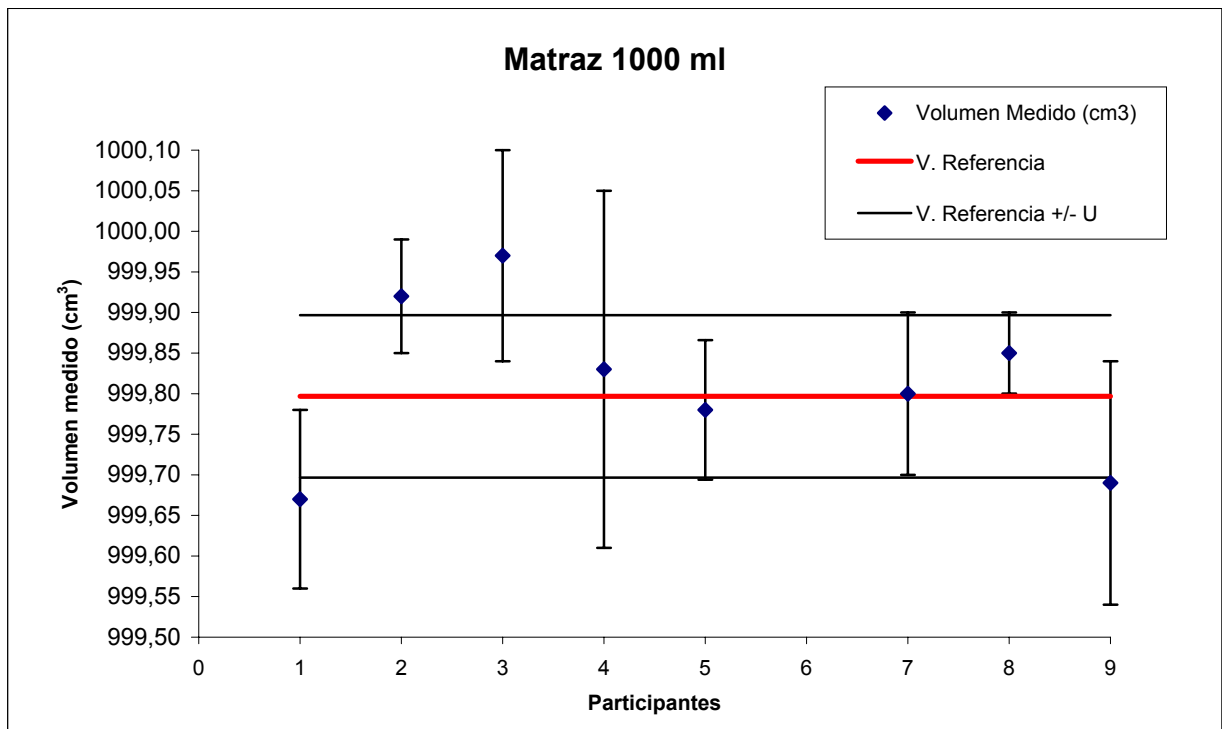


Gráfico 9
Datos enviados por los participantes



BIBLIOGRAFIA

1. ISO Guide 43 (1997). Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons
Part 1: Development and Operation of Proficiency Testing Schemes.
Part 2: Selection and Use of Proficiency Testing Schemes by Laboratory Accreditation Bodies.
2. ISO 5725. Parts 1-6 (1998). Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results.
3. ISO 13528 (2002). Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons
4. Guide to the expression of uncertainty in measurement. ISO, Geneva, Switzerland 1993.