

CAPACIDAD DE MEDICIÓN Y CALIBRACIÓN EN EL LABORATORIO DE PATRONES DE REFERENCIA (DIVISIÓN MASA Y DENSIDAD). CENAM

Amparo Leticia Luján S., Félix Pezet S. y Luis Omar Becerra S.
Centro Nacional de Metrología / Laboratorio Patrones de Referencia
Carretera a Los Cués, km 4.5. El Marqués, 76241, Querétaro.

Teléfono (+ 55 442) 2110500, fax (+ 55 442) 2153904, alujan@cenam.mx, fpezet@cenam.mx, lbecerra@cenam.mx

Resumen:

En varias ocasiones, al visitar alguna empresa, industria o laboratorio, para dar un curso, una asesoría o al formar parte de un grupo evaluador, ha sido posible percibir que un gran número de personas considera que solo conocemos el papel de evaluar o exigir, suponen que trabajar en el CENAM, organismo del más alto nivel metrológico en el país nos exime de auditorías, exámenes y revisiones.

Queremos eliminar esa creencia, compartiendo información de la forma y trabajos que se han realizado para asegurar la capacidad de medición; hablaremos especialmente de la manera en que se ha logrado el reconocimiento de las capacidades de calibración y medición de los servicios que se realizan en el Laboratorio de Patrones de Referencia de la División de Masa y Densidad del Centro Nacional de Metrología, por ser el lugar en donde se hace la diseminación de la Unidad de Masa y en donde después de que en el Laboratorio del Patrón Nacional, se efectúa la transferencia de la exactitud del kilogramo prototipo No. 21 a patrones de acero inoxidable, en el Laboratorio de Patrones de Referencia se establece el primer eslabón de la cadena de trazabilidad de la magnitud de Masa en México.

1. INTRODUCCIÓN

Hoy en día México, al igual que otros países, requiere propiciar un ambiente de productividad, de crecimiento, asegurar la calidad de los productos y la competitividad de sus empresas. La Metrología, mediciones confiables y uniformes serán entonces algunos de los puntos básicos para asegurar la calidad.

El CENAM está encargado de mantener y desarrollar patrones nacionales de medición, prestar servicios de calibración, ser el origen de la trazabilidad en las mediciones y satisfacer las necesidades de la Industria, la Metrología Legal y la Investigación Científica.

Al ser parte del origen de las mediciones de masa en el país, el Laboratorio de Patrones de Referencia, tiene el gran compromiso de tener el reconocimiento de las capacidades de medición y calibración de los servicios que proporciona y que ha obtenido mediante:

- Participación en comparaciones internacionales.
- Certificación ISO 9001:2000
- Evaluación por pares: Reconocimiento del Dr. Richard Davis, reconocido experto técnico a nivel internacional.

Para cumplir la política de calidad del CENAM, el personal se apoya en su actitud de mejora continua, en un sistema de gestión de calidad establecido para cumplir las disposiciones del Gobierno Federal y con las normas NMX-CC-9001-IMNC-2000 y NMX-EC-17025-IMNC-2000. [1]

2. RECONOCIMIENTO EN EL CIPM (COMITÉ INTERNACIONAL DE PESAS Y MEDIDAS) DEL BIPM).

Es importante recordar la fecha en que México se adhirió al Tratado del Metro, fue el 30 de septiembre de 1890 y ahora en fecha más cercana, el 14 de octubre de 1999, el Dr. Héctor Nava Jaimes representando a México como director del CENAM, firma junto con 45 de los 51 Estados signatarios del Tratado del Metro, 19 Estados/Economías asociadas a la Conferencia General de Pesas y Medidas y 2 Organizaciones más (Agencia Internacional de Energía Atómica e Instituto para Materiales de Referencia y Mediciones de la Unión Europea) el Arreglo de Reconocimiento Mutuo del Comité Internacional de Pesas y Medidas (ARM-CIPM). [2] y [3]

Por eso CENAM está considerado en cada uno de los apéndices de la página de Internet del BIPM: Apéndice A Lista de Signatarios

- Apéndice B Resultados de comparaciones internacionales.
- Apéndice C Capacidades de medición y calibración de los Institutos Nacionales de Metrología.
- Apéndice D Lista de comparaciones

Los objetivos de Del Arreglo de Reconocimiento Mutuo (ARM) son:

- Establecer el grado de equivalencia de los patrones nacionales de medida de los Institutos Nacionales de Metrología.
- Facilitar el reconocimiento mutuo de los certificados de medición y calibración emitidos por los Institutos Nacionales de Metrología.
- Ofrecer a los gobiernos y a otras partes interesadas un fundamento técnico seguro, con miras al establecimiento de acuerdos más amplios, relacionados con el comercio internacional y con aspectos regulatorios. [2]

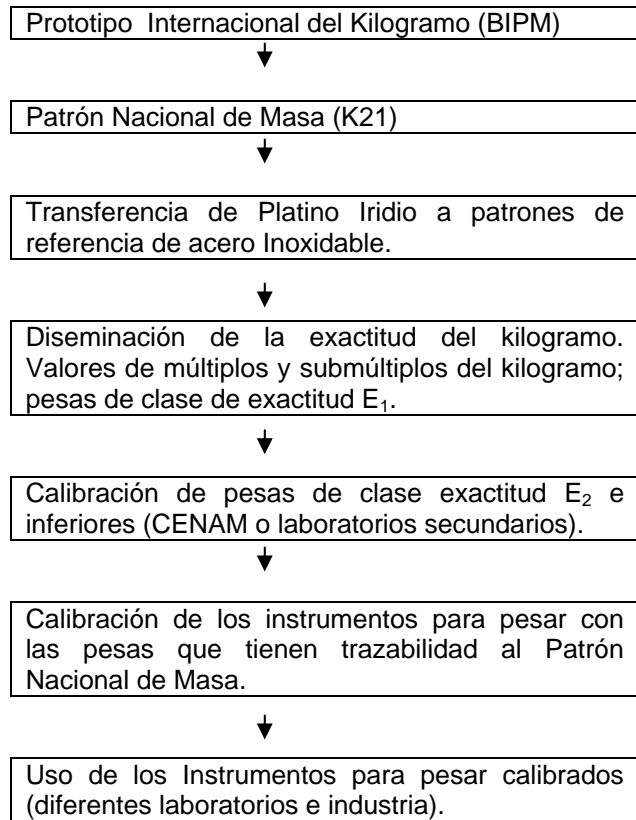
Así mismo los certificados de los servicios de calibración realizados por algún signatario del ARM-CIPM, deben ser reconocidos y aceptados como si hubieran sido emitidos por cualquier otro de los signatarios, con la debida consideración de que la incertidumbre de las mediciones es específica del proceso de calibración del laboratorio que la lleva a cabo. [2]

El texto completo del ARM-CIPM está disponible en: http://www.bipm.org/utils/en/dpf/mra_2003.pdf.

3. COMPARACIONES INTERNACIONALES.

En 1996, después de la capacitación recibida, elaboración de procedimientos, adaptación de laboratorios y equipos a las recomendaciones internacionales, fue posible ejecutar la serie de mediciones que condujeron a la realización de la transferencia del Patrón Nacional de Masa, el kilogramo prototipo No. 21 a patrones de acero inoxidable y con ellos implementar la Escala Nacional de Masa en México, calibrar pesas de clase de exactitud E_1 y E_2 , entregar servicios de calibración a laboratorios secundarios, a la industria y, en consecuencia, asegurar la trazabilidad de las medidas que se realizan en México al patrón primario de masa, el Prototipo Nacional de Masa No. 21.

El esquema siguiente lo explica.



En la fracción IV del Artículo 8 del Estatuto Orgánico del CENAM se establece que una de sus funciones es la de participar en comparaciones de patrones nacionales de medición y materiales de referencia certificados, con los de otros Institutos Nacionales de Metrología, para confirmar su equivalencia, verificar su incertidumbre y asegurar que satisfacen las necesidad de los usuarios. [4]

Por realizar trabajos tan importantes para el país, para cumplir con el estatuto orgánico, y con la visión de la División de Masa y Densidad, de ser parte de los laboratorios primarios de mayor nivel en el mundo, era necesario confirmar y asegurar, que la calidad de los patrones, de los equipos de medición, de las instalaciones, procedimientos, personal y todo lo que interviene en un servicio de calibración es eficiente, por tal motivo se ha participado en diferentes comparaciones.

3.1. Comparaciones clave de CCM

Las comparaciones de calibración de pesas del Comité Consultivo de Masa (CCM) del BIPM en que se ha participado, se describen en la tabla 1.

Tabla 1. Participación del Laboratorio de Patrones de Referencia en comparaciones clave:

Clave	Año	Valores nominales
CCM.M-K1*	1995-1998	1 kg
CCM.M-K2*	1998-1999	100 mg, 2 g, 20 g, 500 g, 10 kg
CCM.M-K3*	2001-2002	50 kg
CCM.M-K5	2002-2003	200 mg, 1 g, 50 g, 200 g, 2 kg

* Resultados disponibles en la página de Internet de la Base de Datos de Comparaciones Claves del BIPM "BIPM Key Comparison Database (KCDB)" [5]

Los resultados de una comparación internacional son públicos, se muestran generalmente en una gráfica con los valores obtenidos por cada Instituto Nacional de Metrología participante, junto con sus incertidumbres expandidas (k=2) representadas por segmentos de recta, para permitir que quien esté interesado en conocer los resultados, perciba en una primera aproximación, las capacidades de medición de los laboratorios participantes de manera comparativa. [2]

En la figuras de la 1 a la 5 se pueden apreciar los resultados de comparaciones en las que se ha participado y cuyos resultados están disponibles en el apéndice B, de la página Web del BIPM. [5]

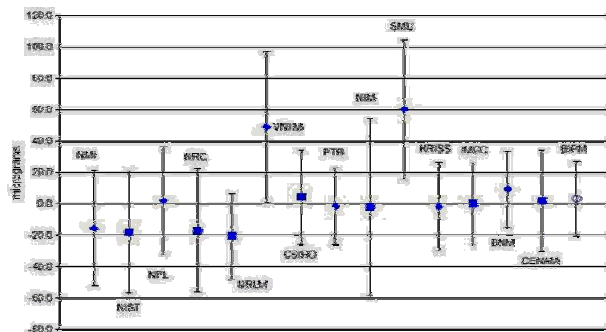


Fig. 1 Resultados de la comparación CCM.M-K1 en valor nominal de 1 kg. Se obtienen *tienen muy buenos resultados, ya que son muy cercanos al valor de referencia central.*

En las figuras 2 y 3 se podrán apreciar los excelentes resultados que se obtuvieron ya que el valor obtenido es prácticamente el valor central.

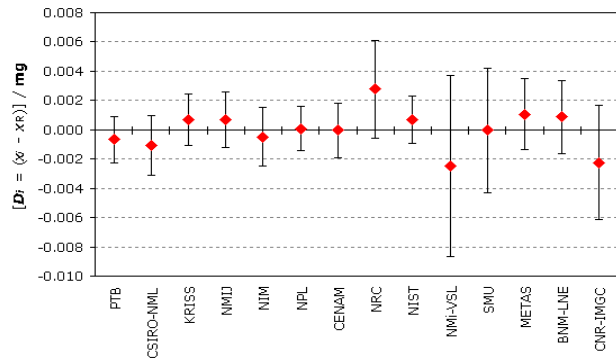


Fig. 2 Resultados en la comparación CCM.M-K2 en valor nominal de 2 g.

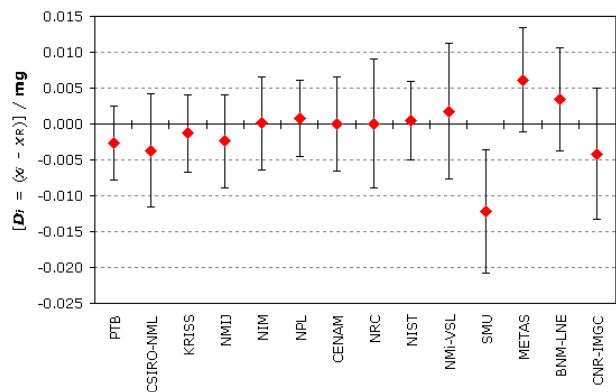


Fig. 3 Resultados en la comparación CCM.M-K2 en valor nominal de 20 g.

El resultado en una comparación, permite evaluar todo el sistema de medición; equipo, instalaciones, personal, los grados de equivalencia y niveles de acuerdo entre las medidas que realizan los institutos participantes. Confirma la confiabilidad en las mediciones o en su defecto hace posible, identificar fallas y buscar soluciones correctivas. Tal fue el caso de los resultados obtenidos en la comparación de la pesa de 10 kg.

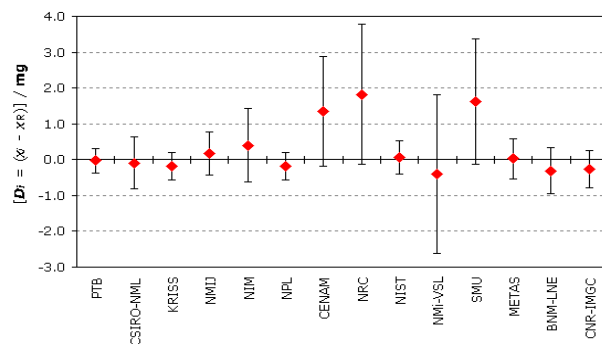


Fig. 4 Resultados en la comparación CCM.M-K2 en valor nominal de 10 kg.

Una vez analizadas y solucionadas las causas de los resultados en la pesa de 10 kg, se participó en la comparación CCM.M-K3, calibración de una pesa de 50 kg; fue necesario calibrar antes patrones de valor nominal de 10 kg con la nueva comparadora, de mejor resolución y con condiciones ambientales y de vibraciones, mas estables. Finalmente se obtiene nuevamente un lugar privilegiado.

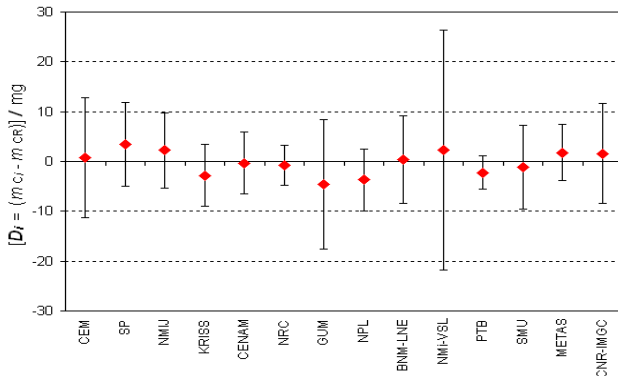


Fig. 5 Resultados en la comparación CCM.M-K3 en valor nominal de 50 kg.

A fin de tener una idea más clara de los buenos resultados que se han obtenido en las comparaciones en que se ha participado, se muestra en la tabla 2 el índice de compatibilidad del CENAM con la de otros laboratorios participantes.

El índice de compatibilidad o grado de equivalencia del CENAM con respecto al resto de los laboratorios participantes, es la diferencia entre el valor declarado por los diferentes laboratorios participantes, menos el valor declarado por el CENAM, asociado a la incertidumbre combinada de la diferencia correspondiente.

Para decir que los resultados son compatibles, la diferencia entre los valores (grado de equivalencia) debe ser menor que la incertidumbre correspondiente.

En la tabla 2, se podrá apreciar que solo con uno de los laboratorios no se tiene un grado de equivalencia aceptable (SMU).

Tabla 2. Índice de Compatibilidad del CENAM en la comparación CCM.M-K2 en 20 g. [5]

Laboratorio participante	Grado de equivalencia (mg)	U (mg) (k=2)
PTB	- 0,002 6	0,006 3
CSIRO-NML	- 0,003 7	0,009 8
KRISS	- 0,001 2	0,007 9
NMIJ	- 0,002 4	0,008 7
NIM	+ 0,000 2	0,008 7
NPL	+ 0,000 8	0,006 5
CENAM		
NRC	+ 0,000 1	0,009 7
NIST	+ 0,000 5	0,006 5
NMI-VSL	+ 0,001 8	0,011 1
SMU	- 0,012 1	0,010 4
METAS	+ 0,006 2	0,009 3
BNM-LNE	+ 0,003 5	0,009 3
CNR-IMGC	- 0,004 1	0,010 8

3.2. Comparaciones de Susceptibilidad Magnética.

En calibración de pesas, es necesario conocer el valor de las propiedades magnéticas de las pesas por la interacción que tienen con las balanzas. El susceptómetro desarrollado en el BIPM [6], para la cuantificación de susceptibilidad magnética y magnetización, se ha convertido en un dispositivo utilizado por varios de los Laboratorios Primarios.



Fig. 6 Susceptómetro desarrollado en el BIPM.

El Laboratorio de Patrones de Referencia ha participado en comparaciones para medir las propiedades magnéticas de las pesas, estas se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3. Comparaciones de propiedades magnéticas de las pesas:

Participantes	Año	Valor nominal
BIPM – CENAM - TROEMNER	2001	100 g
BIPM - MIEMBROS DEL CCM *	2003	1 kg

* Informe de resultados en proceso. Los resultados para la primera comparación se muestran en la Tabla 4. [7]

Tabla 4. Resultados de la comparación del año 2001. [7]:

TROEMNER	
Magnetic susceptibility χ	0,003 0
U_χ	0,000 6
Magnetic flux density (max.)	0,8 mT
Z_0	27,71 mm
CENAM	
Magnetic susceptibility χ	0,003 1
U_χ	0,000 6
Magnetic flux density (max.)	1,4 mT
Z_0	22,16 mm
BIPM	
Magnetic susceptibility χ	0,003 1
U_χ	0,000 3
Magnetic flux density (max.)	0,9 mT
Z_0	26,64 mm

En resumen, como puede apreciarse los resultados obtenidos en las diferentes comparaciones, nos coloca entre los países que demuestran su competencia técnica en Metrología de Masa, lo cual nos permite soportar las capacidades de medición y calibración declaradas.

3.3. Comparaciones bilaterales

Los países que no cuentan aún con el reconocimiento Internacional en sus Capacidades de Medición y Calibración, pueden obtenerlo si demuestran su equivalencia metrológica en comparaciones donde el laboratorio piloto es uno que cuente ya con el reconocimiento, como es el caso del CENAM. Las comparaciones para ese fin se muestran en la tabla 5.

Tabla 5. Comparaciones con países de Latinoamérica en donde el CENAM ha fungido como laboratorio piloto:

Países	Año	Valores nominales
Argentina	2003	200 mg, 1 g, 50 g, 200 g, 1 kg, 2 kg
Venezuela, Ecuador, Colombia, Perú, Bolivia.	2004	100 mg, 5 g, 20 g, 100 g, 1 kg
Cuba (INIMET)	2004	100 mg, 200 mg, 200 mg, 500 mg
Países del SIM: Jamaica, Costa Rica, Bolivia, Perú, Paraguay, Chile	2005	200 mg, 1 g, 200 g, 1 kg, 2 kg

Los resultados de varias de las comparaciones mencionadas en la tabla 5 se pueden encontrar en la página de Internet de la División Masa y Densidad, en el apartado denominado comparaciones. [8]

4. RECONOCIMIENTO MUTUO

CENAM mantiene un extenso programa de actividades internacionales encaminadas a asegurar la equivalencia de sus patrones nacionales con los de otros países. Una de las organizaciones internacionales a la que pertenece es al Sistema Interamericano de Metrología (SIM), que está dividida en cinco subregiones: ANDIMET, CAMET, CARIMET, NORAMET, SURAMET.

En NORAMET, en 1999, los Laboratorios Nacionales NIST de Estados Unidos, NRC de Canadá y CENAM de México, basándose principalmente en los resultados obtenidos en las comparaciones internacionales, firmaron un acuerdo de Reconocimiento Mutuo, en los servicios de calibración de pesas en el intervalo de 1 mg a 50 kg.

5. CERTIFICACIÓN ISO 9001: 2000

La norma NMX-XCC-9001-IMNC-2000 (ISO 9001:2000) es una de las normas en las que se apoya CENAM para cumplir con su Política de calidad. [9]

Los días 17 y 18 de octubre del 2002, un grupo de auditores de la empresa SGS de México S.A. de C.V., estuvieron en las instalaciones del CENAM para realizar la auditoria revisión de los requisitos de la norma ISO 9001:2000.

SGS es un grupo de certificación de sistemas de acuerdo a estándares de gestión de calidad, reconocido por UKAS (United Kingdom Accreditation Service), organización del Reino Unido; el reconocimiento UKAS, es garantía de que el grupo evaluador cuenta con capacidad e imparcialidad.

El alcance del sistema de gestión de la calidad en CENAM fue:

1. Servicios de calibración de instrumentos y patrones de medición en metrología mecánica, metrología eléctrica, metrología física y metrología de materiales.

2. Servicios de suministro de materiales de referencia certificados.

3. Servicios de análisis de alta confiabilidad.

El alcance de la certificación en el Laboratorio de Patrones de Referencia para revisión del sistema de Gestión de la Calidad es en Servicios de Calibración de Pesas en valores nominales de 1 mg a 10 kg, de clase de exactitud E₁.

La estructura del sistema de gestión de la calidad en CENAM cumple con los requisitos de la norma ISO 9001:2000 y está establecido, documentado e implantado de la siguiente manera:

1. Políticas generales del CENAM
2. Manual de calidad
3. Procedimientos generales y planes de calidad de servicios
4. Procedimientos operativos y registros.

Para cada uno de los servicios que se realizan en CENAM, existe un Plan de Calidad; en el se indica el procedimiento utilizado en cada una de las etapas del servicio. En la tabla 6, se muestra el plan 730-AC-P.001 para los servicios de calibración del Laboratorio de Patrones de Referencia.

Tabla 6. Plan de calidad 730-AC-P.001:

Actividad	Procedimiento
Programación	
Cotización	700-AC-P.007
Programación	700-AC-P.007
Calibración	
Recepción y revisión de equipo	100-AC-P.3.1.11 700-AC-P.007
Manejo y transporte de equipo	100-AC-P.3.1.12 700-AC-P.3.1.11 730-AC-P.173
Calibración en volumen	730-AC-P.112
Calibración en masa	730-AC-P.149 730-AC-P.159 730-AC-P.160
Resultados	
Estimación de Incertidumbre	100-AC-P.2.3.10 700-AC-P.001 730-AC-P.149 730-AC-P.159 730-AC-P.176
Elaboración de certificado	100-AC-P.3.1.10 730-AC-P.005
Entrega de certificado	700-AC-P.007
Mejora Continúa	
Quejas, trabajos no	100-AC-P.3.1.14

conformes y acciones correctivas	100-AC-P.3.1.15 100-AC-P.3.1.17
Acciones preventivas	100-AC-P.3.1.16

El número con que inicia el procedimiento indica el área que lo elaboró, se dan algunos ejemplos en la tabla 7.

Tabla 7. Identificación de procedimientos:

Identificación	Procedimientos de:
100-AC-P...	Generales
300-AC-P...	Administración y Finanzas
700-AC-P...	Metrología Mecánica
730-AC-P...	Mecánica/Masa y Densidad

SGS de México S.A. de C.V., reportó ocho no conformidades menores; una vez resueltas, recomienda que el CENAM obtenga la certificación de los servicios de calibración de instrumentos y patrones de medición ante: SGS European Quality Certification Institute BELCERT y Raad loor Acreditie RvA; Acreditación ISO 9000 – ESI 14000, QS 9000, HACCP y EMAS Bélgica Reg. No. 007 QS.

El primer certificado que obtuvo el CENAM fue en el 12 de diciembre de 2002. El número de certificado actual es el MX04/0276 y tiene validez del 17 de diciembre del 2003 al 16 de diciembre del 2006.

6. EVALUACIÓN POR PARES

En noviembre del 2003, el Dr. Héctor Nava Jaimes, director del CENAM, envió un oficio al Dr. Terry Quinn, Director del BIPM, solicitando que el Dr. Richard Davis, Jefe de la Sección de Masa del BIPM, sea quien por su reconocida experiencia en Metrología de Masa, evalúe las Capacidades de Medición y Calibración (CMCs) de la División de Masa y Densidad del CENAM incluidas en el Apéndice C del MRA del CIPM, Arreglo de Reconocimiento Mutuo del Comité Internacional de Pesa y Medidas.

De esta forma, durante los días del 10 al 14 de mayo del año 2004, el Dr. Davis, estuvo en la División de Masa y Densidad revisando el cumplimiento de los CMCs mencionados, no sin antes de la visita, revisar la mayoría de los procedimientos de calibración. El cumplimiento de la guía ISO/IEC 17025:2005 [10] en los servicios de calibración fue el enfoque principal, así que revisó minuciosamente:

- Personal

- Instalaciones y condiciones ambientales
- Métodos de calibración
- Equipos
- Trazabilidad en las mediciones
- Patrones de referencia
- Manejo de instrumentos en calibración
- Aseguramiento de mediciones
- Informe de resultados

Los procedimientos revisados a detalle en el Laboratorio de Patrones de Referencia fueron:

- Calibración de pesas por subdivisión utilizando el método de Substitución doble en las comparaciones (730-AC-P.149)
- Calibración de pesas por comparación utilizando el método de sustitución doble (730-AC-P.159)
- Determinación de la susceptibilidad magnética y magnetización remanente en muestras de una sola pieza, utilizando el BIPM-Susceptómetro y el momento magnético de imanes permanentes. (730-AC-P.161)
- Limpieza de pesas clase E₁ (730-AC-P.160)



Figs. 7 y 8 Aspectos de la revisión por pares realizada por el Dr. Davis.

Como resultado de la evaluación el Dr. Richard Davis concluyó que la División de Masa y Densidad puede sustentar los servicios incluidos en el apéndice C del MRA cumpliendo los requisitos de la norma ISO/IEC 17025.

La liga de Internet con la lista de servicios de calibración reconocidos para el laboratorio de

Patrones de Referencia del CENAM se encuentran en:

http://kcdb.bipm.org/appendixC/country_list_search.asp?page=1&pge=1&CountSelected=MX&service=M/Mass.1.

El comentario emitido (video) por el Dr. Richard Davis en una entrevista realizada en el CENAM, puede encontrarse en la página de Internet de la División Masa y Densidad, en el apartado denominado reconocimientos. [8]

7. CONCLUSIONES

Desde los inicios del CENAM, la División de Masa y Densidad, ha contado con la presencia, asesoría y reconocimiento de grandes y prestigiados conocedores de Metrología de Masa. Ellos, aunado a los muy buenos resultados de las comparaciones en que se ha participado y recientemente, la declaración que hace el Dr. Richard Davis reconociendo la capacidad para realizar los servicios del Apéndice C y el certificado ISO 9000 obtenido, contribuyeron para que ahora el CENAM sea considerado miembro del Comité Consultivo de Masa (CCM). El Dr. M. Tanaka (NMIJ-Japón) quien es el presidente del CCM y el Dr. Richard Davis, Secretario Ejecutivo del CCM dan la bienvenida en abril del 2005 y hacen mención de que al ser aceptado el CENAM como miembro del CCM, se le está reconociendo el trabajo realizado a nivel internacional en las magnitudes: Masa, Densidad, Fuerza, Presión, Dureza, Par Torsional, Flujo, Volumen, Viscosidad.

¿Qué queremos ahora? Queremos seguir teniendo el reconocimiento internacional por lo que debemos mantener e incrementar las actividades de metrología científica, por eso ahora se tienen varios proyectos de investigación, de entre los cuales se mencionan:

- Estudio de contaminación superficial de las pesas sometidas a medio ambiente contaminado.
- Medición del gradiente de gravedad mediante la balanza comparadora de masa C1000S
- Evaluación de los coeficientes de correlación de las magnitudes de entrada en la densidad del aire.
- Mediciones de masa a diferentes presiones atmosféricas, utilizando la cámara sellada.

Los logros han sido labor de un verdadero equipo.

REFERENCIAS

- [1] Documento No. 100-AC-M.01 Políticas Generales del Centro Nacional de Metrología.
- [2] Castelazo S. Ismael y Lazos M. Rubén, Arreglo de Reconocimiento Muto del Comité Internacional de Pesas y Medidas, Centro Nacional de Metrología/ México, febrero de 2006.
- [3] Liga de la página de CIPM-MRA BIPM <http://www1.bipm.org/en/cipm-mra/>
- [4] Estatuto Orgánico del Centro Nacional de Metrología, Diario Oficial de la Federación, Secretaría de Economía, febrero 2006-06-06.
- [5] Liga de la página de comparaciones del BIPM <http://kcdb.bipm.org/appendixB>
- [6] Davis, R.S. "Determining the Magnetic Properties of 1 kg Mass Standards" J. Res. Natl. Inst. Stands. Technol. (USA), 100,209-25, May-June 1995.
- [7] J Nava, R S Davis an J Moran, Intercomparison between CENAM, BIPM and TROEMNER to determine the volume magnetic susceptibility aof a 100 g weight, 2001. <http://www.cenam.mx/myd/MagneticSusceptibilityPaper2.pdf>
- [8] Liga de la página de la División Masa y Densidad del CENAM. <http://www.cenam.mx/myd/>
- [9] NMX-CC-9001-IMNC-2000 Sistemas de Gestión de la Calidad-Requisitos. ISO 9001:2000 Quality management systems-Requirements.
- [10] ISO/IEC 17025:1999 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories