

**Informe final comparación bilateral entre institutos nacionales de metrología de LACOMET-Costa Rica y CEHM-Honduras para volúmenes de 25 mL y 10 mL**

Comparación de volúmenes de 25 mL – calibración de picnómetro

Comparación de volúmenes de 10mL – calibración de pipeta

Luis Damián Rodríguez Araya  
Ing. Wendy Chinchilla

## Introducción

Las Pruebas de Aptitud Técnica son una herramienta útil para corroborar la competencia técnica de los involucrados y de aseguramiento de la calidad de los resultados emitidos para sustentar las capacidades de medición reportadas por los participantes.

En Agosto del 2013, se acordó llevar a cabo una comparación en la magnitud de volumen entre los institutos metrológicos nacionales (IMNs) de Costa Rica (LACOMET) y Honduras (CEHM). Esta comparación tiene como propósito principal comparar el desempeño de las mediciones de volumen usando pipetas 10 mL y un picnómetro 25 mL, de manera que permita a los laboratorios participantes aportar evidencia que soporte sus capacidades de medición y calibración (CMCs).

## 1. Laboratorios participantes

Los laboratorios participantes y sus correspondientes contactos técnicos son enlistados en la Tabla 1 presentada a continuación.

Tabla 1. Participantes en la comparación de volumen

Laboratorio	Acrónimo	País	Contacto Técnico
Laboratorio Costarricense de Metrología	<b>LACOMET</b>	Costa Rica	Luis Damián Rodríguez Araya
Centro Hondureño de Metrología	<b>CEHM</b>	Honduras	Ing. Wendy Chinchilla / Ing. Mardel Hernandez

## 2. Equipos volumétricos viajeros

Para la comparación Bilateral se determinaron por el método gravimétrico el valor del volumen contenido a 20 °C en un picnómetro de 25 mL y el valor del volumen vertido a 20 °C de dos pipetas de 10 mL, con sus respectivas corrección e incertidumbre expandida. Cada equipo volumétrico contaba con marcas de identificación grabada, clase de exactitud y valor nominal. Todos los equipos tenían un coeficiente cúbico de dilatación térmica de  $1,0 \times 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$

Tabla 2. Datos de los patrones para la comparación de volumen.

Equipos	Volumen Nominal mL	Marca	Tiempo de espera	Identificación
Picnómetro	25	-----	N.A	51
Pipeta	10	Witeg	15	V7
Pipeta	10	Witeg	15	V8



Figura 1 y 2 Equipos volumétricos viajeros

### 3. Programa de circulación y fecha de mediciones

LACOMET fungió como laboratorio piloto, por lo que determinó el volumen vertido por las pipetas al inicio y después de las mediciones de CEHM para comprobar la consistencia de las propiedades metrológicas de los equipos volumétricos viajeros. El cronograma se presenta a continuación:

Tabla 3. Cronograma de medición de los equipos volumétricos viajeros.

Nombre del Laboratorio	Fecha
LACOMET	Septiembre 2013
CEHM	Octubre y Noviembre 2013
LACOMET	Diciembre 2013

El picnómetro 51 sufrió un daño en la tapa antes de iniciar mediciones por parte del CEHM. El picnómetro fue reparado por el CEHM, para esto se desgastó la parte superior de la tapa hasta quedar una superficie plana por lo que el volumen varío y solo se cuentan con los valores del CEHM y de LACOMET al final.

### 4. Método de calibración y trazabilidad de los resultados reportados

Las determinaciones se realizaron por el método Gravimétrico, en el caso de LACOMET se utilizó un método de comparación contra patrones de masa para determinar la masa del agua, por su parte el CEHM realizó la determinación de la masa del agua por medio de lectura directa de la balanza

Para la calibración de los equipos volumétricos viajeros el LACOMET y el CEHM utilizaron sus patrones de referencia y balanzas. En el caso de LACOMET al utilizar patrones de masa, la trazabilidad en masa viene dada por los mismos, en cuanto el CEHM al realizar la medición utilizando el método de lectura directa de la balanza, la trazabilidad en masa esta dada por la calibración de la balanza.

Para la producción del agua utilizada durante la comparación LACOMET utilizó un sistema de bidestilación mientras el CEHM utilizó un sistema de destilación y posteriormente deionizador. Para la determinación de la densidad del agua, en ambos casos se aplicó la ecuación de Tanaka con las correcciones por diferencia de la presión atmosférica del respectivo laboratorio con respecto a la presión atmosférica al nivel del mar y la corrección por utilizar agua con aire disuelto

## 5. Resultados

### 5.1 Estabilidad de los equipos volumétricos viajeros

LACOMET realizó varias calibraciones de los equipos volumétricos viajeros antes de las mediciones del CEHM y después de que los patrones viajeros regresaran al LACOMET, solo el picnómetro 51 que como se indicó anteriormente solo pudo ser medido por LACOMET al final.

Los resultados obtenidos se presentan a continuación:

Tabla 4. Resultados de estabilidad de los patrones viajeros

Valor nominal	Identificación	Volumen a	Incert.	Volumen a	Incert.	Diferencia
		20 °C	(k=2)	20 °C	(k=2)	
		mL	mL	mL	mL	mL
		Septiembre 2013		Diciembre 2013		
10 mL	V7	10,000 4	0,006 1	9,998 6	0,003 8	0.001 8
10 mL	V8	9,994 1	0,005 5	9,992 0	0,004 8	0,002 1
25 mL	51	-----	-----	24,982 0	0,001 6	-----

Para el cálculo de los valores y su incertidumbre reportados por LACOMET se utilizó un promedio de las mediciones realizadas al inicio y al final, y en la estimación de la incertidumbre de estos valores se tomó en cuenta un factor por la reproducibilidad de las mediciones, calculado a partir de un estudio de ANOVA como se indica en la Norma ISO 5725-5:2006, así mismo la repetibilidad utilizada fue la obtenida por el ANOVA.

No se observa una deriva significativa para las pipetas. Por lo tanto se determina que los equipos se mantuvieron estables durante y después del proceso de comparación.

### 5.2 Valores reportados

El volumen a 20 °C vertido o contenido por los patrones viajeros fue determinado por LACOMET y el CEHM, en el caso de LACOMET el volumen fue determinado antes y después de las mediciones del CEHM con la excepción del picnómetro 51 como se indicó antes. A continuación se presentan los resultados obtenidos y sus incertidumbres expandidas reportadas con un factor de cobertura de  $k = 2$  para una probabilidad de cobertura de un 95 %.

Tabla 5. Resultados Calibración de las pipetas de 10 mL a 20 °C

Participante	V7		V8	
	Volumen vertido a 20 °C mL	Incertidumbre expandida mL	Volumen vertido a 20 °C mL	Incertidumbre expandida mL
LACOMET	9,999 5	0,005 7	9,992 9	0,005 4
CEHM	10,003	0,005	9,999	0,005

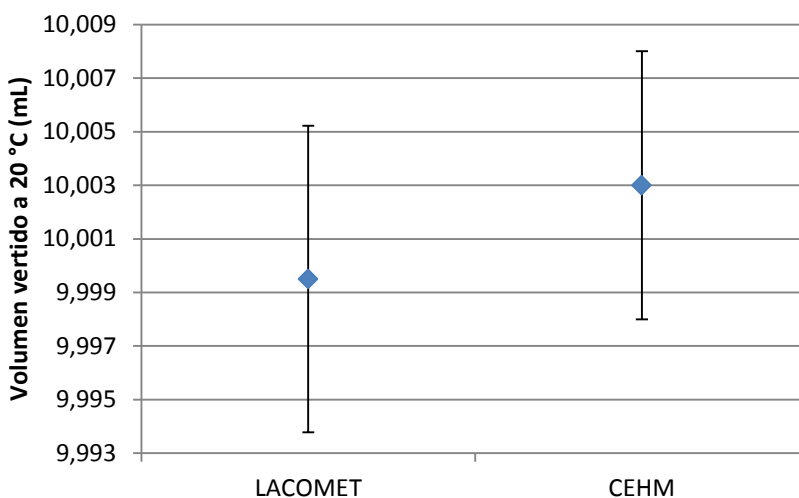


Figura 3. Volumen vertido a 20 °C para la pipeta V7

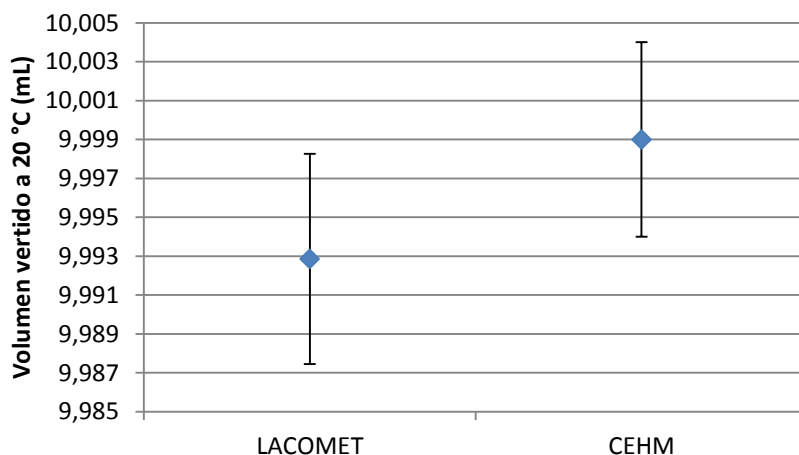


Figura 4. Volumen vertido a 20 °C para la pipeta V8

Tabla 6. Resultados Calibración de los picnómetros de 25 mL a 20 °C

Participante	51	
	Volumen contenido a 20 °C mL	Incertidumbre expandida mL
LACOMET	24,982 0	0,001 6
CEHM	24,980 3	0,000 8

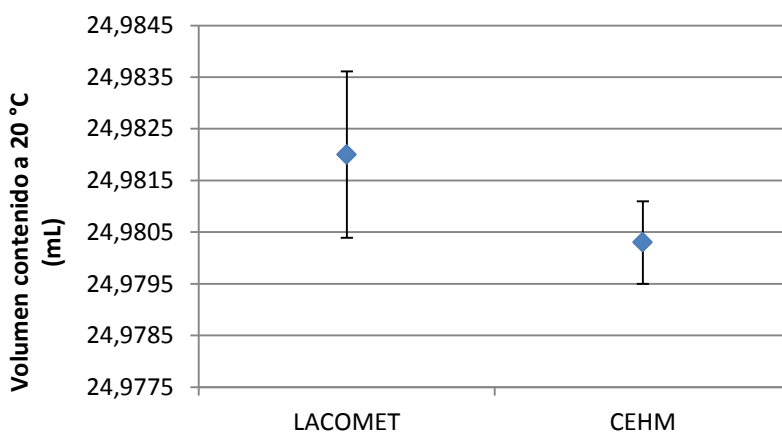


Figura 5. Volumen contenido a 20 °C por el picnómetro 51

### 5.3 Grado de equivalencia entre los participantes.

El grado de equivalencia entre los participantes se calculó como la diferencia entre los participantes:

$$D_{LACOMET-CEHM} = V_{LACOMET} - V_{CEHM} \quad (1)$$

Con una incertidumbre expandida como sigue,

$$U_{(D_{LACOMET-CEHM})} = \sqrt{U_{LACOMET}^2 + U_{CEHM}^2} \quad (2)$$

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

$$E_n = \frac{|D_{LACOMET-CEHM}|}{U_{(D_{LACOMET-CEHM})}} \quad (3)$$

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

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

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

Los resultados obtenidos son los siguientes.

Tabla. 7 Grado de equivalencia y Error Normalizado de los resultados del volumen vertido a 20 °C por las pipetas

Código del equipo	Grado de equivalencia $D_{LACOMET-CEHM}$ mL	Incertidumbre Expandida $U_{(D_{LACOMET-CEHM})}$ mL	Error normalizado $E_n$
V7	-0,003 5	0,007 6	0,5
V8	-0,006 1	0,007 4	0,8

Tabla. 8 Grado de equivalencia y Error Normalizado de los resultados del volumen contenido a 20 °C por los picnómetros

Código del equipo	Grado de equivalencia $D_{LACOMET-CEHM}$ mL	Incertidumbre Expandida $U_{(D_{LACOMET-CEHM})}$ mL	Error normalizado $E_n$
51	0,001 7	0,001 8	0,9

## 6. Conclusiones

Los errores normalizados de la tabla 7 muestran que los volúmenes vertidos a 20 °C por las pipetas, reportados por el LACOMET y el CEHM, medidos por el método gravimétrico son consistentes.

El error normalizado de la tabla 8 muestra que los volúmenes contenidos a 20 °C por el picnómetro, reportados por el LACOMET y el CEHM, medidos por el método gravimétrico es consistente.

## 7. Referencias

- Norma ISO 4787: Laboratory Glass – Volumetric Glass Ware – Methods for Use and Testing of Capacity. 2010
- Norma ASTM E 542-01 (2007), Standard Practice for Calibration of Laboratory Volumetric Apparatus.
- Norma ISO 3696: Water for analytical laboratory use – Specification and test methods. 1987.
- Norma INTE-ISO 5725-2: Exactitud (veracidad y precisión) de resultados y métodos de precisión – Parte 2: método básico para la determinación de la repetibilidad y la reproducibilidad de un método de medición normalizado. 2006.
- M. Tanaka, G. Girard, R. Davis, A. Peuto and N. Binell. “*Recommended table for the density of water between 0 °C and 40 °C based on recent experimental reports*”.
- *Guía para la Expresión de la Incertidumbre en la Medida (BIPM-IEC-IFCC-ISO-IUPAC-IUPAP-OIML)*, 2008.
- *Vocabulario Internacional de Términos Básico y Generales en Metrología (BIPM-IEC-IFCC-ISO-IUPAC-IUPAP-OIML)*, 2012.
- ISO 13528:2005, *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*. First Edition, 2005-09-01. Sec 7.5, pág 28.
- ISO/IEC Guide 43-1 and 2:1997, *Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons*. SCC, Nov 2001. Anexo A, A.2.1.4, pág 16; A.3.1.1, pág 17 y 18.