

## Acta de reuniones

Nº 35

Lugar: ENAC, Serrano 240, planta 4ª

Fecha y hora: 4 de diciembre de 2012, de 11:15 a 14:00

Subcomité técnico de calibración nº 4, *masa y volumen*

### Anexos

- **Relación de asistentes**
- **Plan de actividades del subcomité actualizado**
- **Borrador de la guía *La calibración de instrumentos de pesaje de funcionamiento automático (Seleccionadora ponderal)***

### Orden del día:

1	Apertura y presentación de nuevos miembros
2	Documentos en página Web
3	Comparación CEM-12-02 de 4 pesas F1
4	Comparación CEM-12-03 pesas M de gran capacidad
5	Grupo de volumetría. Comparaciones de pipetas
6	Grupo IP. Guía de pesaje automático
7	Próximas intercomparaciones o actividades
8	Asuntos Varios
9	Próxima reunión

Reunidos los asistentes en el lugar y fecha indicados, se abre la reunión que se desarrolla en la forma siguiente:

### Asuntos tratados:

Asunto	Acuerdos-Resultados
<b>1- Apertura y presentación de nuevos miembros</b>  Preside: M <sup>a</sup> Nieves Medina  Secretario: Fulgencio Buendía	<ul style="list-style-type: none"><li>– Se dio la bienvenida a los presentes, relacionados en hoja adjunta, agradeciéndoles la asistencia.</li><li>– Se informó de la nueva situación de Sartorius que continuará su actividad de calibración en España bajo acreditación Dakks una vez que ha sido baja voluntaria en su acreditación ENAC. Se recordó la posibilidad de pertenecer al subcomité no sólo como representante de un laboratorio acreditado sino también a título personal siendo necesario para ello la aprobación del subcomité. Se propuso entonces que Sartorius continuara contando con un representante en el subcomité, lo que fue aprobado por unanimidad de los presentes.</li></ul>
<b>2- Documentos en página WEB</b>  Informa: Francisco Ollero	<ul style="list-style-type: none"><li>– Todos los documentos del subcomité se encuentran en sus versiones actualizadas.</li><li>– Ha cambiado la empresa que se ocupaba del mantenimiento de la página web, y una de las tareas que ahora se abordan es mejorar la organización de los documentos ahí incluidos.</li></ul>
<b>3- Comparación CEM-12-02 de 4 pesas F1</b>  Informa: Nieves	<ul style="list-style-type: none"><li>– Se presenta el borrador del informe de la comparación de pesas de 2 kg, 5 kg, 10 kg y 20 kg clase F1, pilotada por el CEM, que también proporcionó los valores de referencia. No se detectó ningún problema de deriva y la comparación ha dado muy buen resultado. Participaron 13 laboratorios ENAC.</li></ul>

<p>Medina</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– En la pesa de 2 kg todos los laboratorios resultaron compatibles, tanto con la referencia como entre sí.</li> <li>– Para la pesa de 5 kg también resultaron todos los valores compatibles. Muy bien.</li> <li>– En la pesa de 10 kg todos los laboratorios resultaron compatibles excepto el laboratorio número 12. Otro laboratorio daba una incertidumbre mayor que la de los demás.</li> <li>– Para la pesa de 20 kg todos los laboratorios son compatibles, aunque algunos laboratorios dan incertidumbre más grande.</li> <li>– En general, los grados de equivalencia son muy altos. Hay solamente un valor discrepante, un laboratorio para la pesa de 10 kg. Algunos laboratorios dan mayor incertidumbre para la pesa de 20 kg.</li> <li>– Por último, acordamos mantener el uso de las claves para proporcionar confidencialidad a los participantes.</li> </ul>
<p><b>4- Comparación CEM-12-03 de pesas M de gran capacidad</b></p> <p>Informa: Nieves Medina</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Se mostraron los resultados de la comparación CEM-12-03 de una pesa de 500 kg y otra de 1000 kg de clase M. Los valores de referencia fueron aportados por el CEM, que actuaba como piloto-coordinador.</li> <li>– Hubo 10 participantes para la pesa de 500 kg, en la algunos participaron como clase M1 y otros como clase M2. El laboratorio 3 resultó discrepante.</li> <li>– En la pesa de 1000 kg participaron 12 laboratorios. Fue necesario retirar uno de los laboratorios de la evaluación para que los valores fueran consistentes. Retirando este valor, todos los demás resultados eran concordantes. El laboratorio 3 resultó discrepante también para la pesa de 1000 kg.</li> <li>– Salvo por este caso puntual, los resultados han sido muy satisfactorios.</li> <li>– Los borradores se distribuirán en breve plazo y se aceptan comentarios hasta el 15 de enero. Posteriormente se enviará a cada laboratorio el informe definitivo personalizado con su clave.</li> </ul>
<p><b>5- Grupo de volumetría. Comparaciones de pipetas</b></p> <p>Informa: Nieves Medina</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Últimamente se ha realizado varias comparaciones de micropipetas porque los resultados no son favorables.</li> <li>– En 2011 se hicieron dos, que ya fueron comentadas en el subcomité.</li> <li>– En 2012 se han hecho otras dos, una de las cuales procederemos a comentar a continuación, mientras que de la última no podemos presentar resultados al faltar los de dos laboratorios.</li> <li>– En estas dos últimas comparaciones el CEM ha actuado como piloto coordinador y realizado la evaluación de los resultados, pero no ha proporcionado valores de referencia porque su equipamiento, para esta actividad, es similar al de los participantes y además la calibración de micropipetas no es una de sus actividades habituales.</li> </ul>

	<ul style="list-style-type: none"><li>- Se presentó la comparación CEM-12-01 de una pipeta de volumen variable calibrada en los puntos 100 µl, 500 µl y 1000 µl, y una pipeta de volumen fijo de 1000 µl. Los resultados mostraban notables discrepancias entre los 6 participantes, tanto en los valores presentados como en las incertidumbres asignadas. Los valores de referencia se obtuvieron como la media ponderada de los de los participantes. Los laboratorios se reunieron para analizar los malos resultados:<ul style="list-style-type: none"><li>o Acordaron recalcular la incertidumbre dando un tratamiento consensuado a distintas contribuciones, lo que las aproximó haciéndolas mayores y mejoró mucho la compatibilidad, pero no resultaron todos compatibles. Siempre fallaba algún laboratorio en algún punto de calibración. No había ningún laboratorio que fuera siempre compatible.</li><li>o Acordaron realizar una nueva comparación y posterior puesta en común de los resultados. Para eliminar factores de influencia, las medidas serían realizadas en las instalaciones del CEM con su equipamiento, en el transcurso de una semana. Para buscar posibles causas de las diferencias entre valores laboratorios aceptaron que los operadores fueran filmados en el transcurso de la calibración.</li><li>o Francisco Ollero pidió que, en tanto en cuanto no se resolviera este problema, los laboratorios mayorarán sus incertidumbres para aproximarla a esta incertidumbre consensuada y quedar así cubiertos frente a sus clientes.</li></ul></li><li>- Con estas premisas se realizó la comparación CEM-12-04 de una pipeta de volumen variable de 100 – 1000 µl. Las medias ya han sido realizadas, pero la evaluación no puede presentarse porque hay dos laboratorios que todavía no han entregado sus resultados. Se informó que dos laboratorios se negaron a ser filmados, aunque el personal del CEM tomó algunas notas sobre la técnica de medición de estos y de los demás participantes.</li><li>- Se recordó en este momento que tenemos problemas de compatibilidad y que no encontramos su causa. El coste de las comparaciones es significativo no sólo por el desembolso económico sino también por el coste de las reuniones posteriores, y en este caso hay que decir que los resultados no son concluyentes y no puede afirmarse que ninguno de los participantes mida bien o mal. Fulgencio Buendía manifestó que en su laboratorio es muy costoso formar a un nuevo calibrador, que se requieren muchas calibraciones y muchas pruebas y que históricamente tuvieron que aumentar la incertidumbre –por ejemplo utilizando <math>s</math> en lugar de <math>s/\sqrt{n}</math> para conseguir la compatibilidad interna de las medidas. Actualmente se encuentra falta de compatibilidad entre los laboratorios y necesitamos la máxima colaboración de todos para resolver el problema.</li></ul>
--	--

	<p>– <i>NOTA. A fecha de redacción de esta acta ha habido una reunión posterior del grupo de pipetas. Información con las últimas conclusiones del grupo se publicará próximamente en la página web de ENAC.</i></p>
<p><b>6- Grupo IP. Guía para pesaje dinámico</b></p> <p>Informa: Eugeni Vilalta</p>	<ul style="list-style-type: none"><li>– Presentamos a continuación el borrador de la <u>guía para La calibración de instrumentos de pesaje de funcionamiento automático (seleccionadora ponderal)</u>, elaborado por el grupo de trabajo de instrumentos de pesaje, que se ha distribuido recientemente antes de esta reunión, pero que ya se ha visto modificado de manera que un nuevo borrador de la guía se distribuye al subcomité junto con el acta.</li><li>– Este borrador no está completo por cuanto que sabemos que el índice no está revisado y que bastantes referencias deben ser reconducidas o eliminadas, de manera que han de introducirse bastantes correcciones editoriales.</li><li>– El trabajo técnico, sin embargo, se considera acabado. Dada la actual frecuencia anual de reuniones del subcomité, desde el grupo de trabajo se ha considerado adecuado distribuir y presentar este documento, a sabiendas de que necesita modificaciones editoriales, y a la espera de recibir comentarios técnicos si fuera el caso.</li><li>– A continuación se presentó de manera resumida el contenido de la guía, incidiendo, entre otros, en los siguientes aspectos:<ul style="list-style-type: none"><li>○ La guía utiliza como documentos de referencia OIML R 51 y G-ENAC-13, siguiéndolos tan cerca como es posible.</li><li>○ La guía aplica tanto para la calibración en estático de las seleccionadoras como para su calibración en modo automático, de la siguiente manera: para la calibración en estático, hace referencia a G-ENAC-13; para el modo automático indica que si no se realiza calibración en modo automático obligatoriamente tendrá que indicarse en el certificado de dicha calibración que no proporciona trazabilidad al modo automático.</li><li>○ Destaca, en la calibración de seleccionadoras ponderales, el empleo masas de transferencia similares a los paquetes que pesa la seleccionadora, y de un instrumento auxiliar necesario para determinar el valor de las masas de transferencia.</li><li>○ En contraste con otras calibraciones, los resultados obtenidos con las masas de transferencia a la velocidad de calibración no se consideran extrapolables a otras velocidades o a otros formatos, lo que debe ser tenido en cuenta por los clientes en el momento de solicitar la calibración.</li><li>○ La guía se ocupa de las distintas pruebas de calibración: prueba de error y repetibilidad, prueba de excentricidad, adaptada esta última al empleo de transportadores.</li></ul></li></ul>

	<ul style="list-style-type: none"><li>○ Así mismo contempla las distintas fuentes de incertidumbre: Incertidumbre debida a las masas de referencia, incertidumbre debida al instrumento de control e incertidumbre debida a la propia seleccionadora ponderal. Las dos primeras contribuciones se han tratado como en G-ENAC-13, si bien el instrumento de control contiene las contribuciones debidas al uso de un instrumento de pesaje porque se emplea para determinar el valor de las masas de transferencia.</li><li>○ La calibración del instrumento auxiliar, la determinación del valor de las masas de transferencia, y la calibración de la controladora son acciones que, en principio, pueden realizarse en distinto momento y, a veces, también en distinto lugar. Dado que en estas calibraciones concurren distintas covarianzas por la diferente densidad de las pesas y las masas de transferencia y de la densidad del aire en distintos momentos o lugares, en el cuerpo del documento se trata el caso más favorable en que el instrumento de control, las masas de transferencia y la seleccionadora se calibran en un mismo momento. En este caso no influye la densidad de las masas de transferencia. Otros casos se tratan en el anexo 7.</li><li>○ Los anexos se toman tal cual de G-ENAC-13. El 1, 2, 3 y 5 quedan iguales; el 4, símbolos y términos, tendrá este contenido aunque debe ser rehecho para adaptarse a esta guía. El anexo 6 sobre el efecto de la convección cambia de contenido. El anexo 7 trata de los efectos del empuje del aire según las distintas estrategias para calibrar el instrumento de control y las masas de transferencia en distintos momentos o lugares. Por último, está pendiente de hacer el anexo 8 que contendrá un ejemplo.</li></ul> <ul style="list-style-type: none"><li>– Recordamos que a la guía le falta el pulido final y que los comentarios editoriales, aunque no será necesario enviarlos porque ya está previsto repasar el indexado y redacción del contenido, también serán bien recibidos.</li><li>– Puede decirse que se ha elaborado un buen documento y que tenemos una buena base para futuras guías de otros instrumentos de funcionamiento automático.</li><li>– En consecuencia, se acordaron los pasos y calendario para su aprobación por el subcomité, que queda como sigue:<ul style="list-style-type: none"><li>○ Distribución de un nuevo borrador junto con este acta a todos los miembros del subcomité, antes de fin de 2012.</li><li>○ Envío de comentarios (por favor, por duplicado a Eugeni Vilalta, <a href="mailto:vilaltaeugeni@gmail.com">vilaltaeugeni@gmail.com</a> y a Fulgencio Buendía, <a href="mailto:fulgencio.buendia@mt.com">fulgencio.buendia@mt.com</a>) hasta 28 de febrero de 2013.</li><li>○ Resolución de comentarios y distribución de un nuevo borrador, previsiblemente hasta fin de marzo 2013.</li></ul></li></ul>
--	--

	<ul style="list-style-type: none"><li>○ Nuevo plazo de 15 días para últimos comentarios, antes de la aprobación definitiva por el subcomité.</li><li>○ Realización de una intercomparación de acuerdo con la nueva guía en junio 2013.</li></ul> <p>– Se leyeron en este punto los nombres de los integrantes del grupo de trabajo: Fulgencio Buendía, Joaquim Coll, José María Fernández Arango, Héctor Fuentes, Nieves Medina, Francisco Ollero, Sofía Potente, Luis del Río, José Sánchez, José Manuel Serrano, Juan Carlos Vázquez y por último, pero con el reconocimiento de haber sido quien más ha trabajado y contribuido a la realización de la guía, Eugeni Vilalta. Todos recibieron el agradecimiento y aplauso del subcomité.</p>
<p><b>7- Próximas intercomparaciones o actividades</b></p> <p>Informa: Fulgencio Buendía</p>	<p>– Repasamos el plan de actividades y preguntamos a los asistentes su interés por las distintas actividades. Conforme a lo previsto, a las posibilidades y al interés manifestado acordamos lo siguiente:</p> <ul style="list-style-type: none"><li>○ Realizar una comparación de pesas de clase M1 de 1 kg, 5 kg, 10 kg, y 20 kg.</li><li>○ Realizar una comparación de pesas de clase E2 de 2 mg, 10 g, 100 g, 2 kg, 5 kg, y 10 kg.</li><li>○ Realizar una comparación de una báscula puente. Emplearemos la misma metodología que se aplicó en 2009 utilizando dos instrumentos, uno en la zona centro y otro Cataluña, pudiendo los participantes acudir a calibrar uno u otro según convenga. También se permite a los laboratorios que lo deseen presentar dos grupos de resultados, uno con la resolución normal de la báscula, otro empleando el método del escalón, tal como normalmente se hace para metrología legal.</li><li>○ Posponer para 2014 la comparación de una báscula industrial multiescalón.</li><li>○ Posponer para 2014 la calibración de vasijas patrón, en vista de toda a actividad desarrollada con las micropipetas.</li><li>○ Realizar la comparación de una seleccionadora ponderal, de acuerdo con la nueva guía. Se calibrarían dos artículos a dos velocidades; la seleccionadora estaría instalada probablemente en Barcelona.</li></ul> <p>– Nieves Medina enviará los protocolos para los ejercicios en marzo-abril de 2013.</p>
<p><b>8- Asuntos varios</b></p>	<p>– <b>Política de ENAC sobre intercomparaciones</b> (Francisco Ollero). Recientemente se ha publicado una nueva edición de la NT-03 sobre intercomparaciones. Se quiere poner énfasis en la necesaria utilidad de los ejercicios para los participantes. En este sentido, ENAC será muy crítica con los ejercicios que sólo incluyen dos participantes y que no</p>

	<p>proporcionarían información válida en caso de resultados discrepantes, sobre todo si para las magnitudes objeto de estos ejercicios se convocan intercomparaciones con mayor número de participantes.</p> <ul style="list-style-type: none"><li>- <b>Acuerdo del subcomité sobre incertidumbre mínima en calibración de pesas</b> (Fulgencio Buendía). Se aprueba introducir un punto en el orden del día de la próxima reunión para revisar el acuerdo que solicita a los laboratorios indicar una incertidumbre mínima de 1/3 de la tolerancia en la calibración de pesas OIML.</li><li>- <b>Nueva definición del kg</b> (Nieves Medina). Se informa brevemente sobre las últimas novedades en la nueva definición del kg:<ul style="list-style-type: none"><li>o En principio, no debe quedar ninguna unidad definida como un artefacto, sino en base a las constantes fundamentales de la física. Actualmente hay dos caminos para la redefinición del kg.</li><li>o El primero de ellos relaciona la unidad de masa con el número de Avogadro, que a su vez está relacionado con la constante de Planck, empleando para ello esferas de silicio. Hay muchos laboratorios nacionales implicados y se está obteniendo una incertidumbre de 20 µg.</li><li>o El segundo camino relaciona la unidad de masa con la carga del electrón, a través de una balanza de potencia. Actualmente hay una en el NIST y otra en Canadá, pero los experimentos realizados han dado resultados incompatibles. Se estima que serían necesarias otras dos balanzas, llegar a una incertidumbre de 50 µg y que los resultados fueran compatibles entre ellos y con los experimentos del número de Avogadro. Además, las balanzas de potencia son muy caras y la realización de estos experimentos también extremadamente costosos, por que se estima que sólo se realizarían cada 10 años.</li><li>o Otro de los inconvenientes de la nueva definición es que, debido a la incertidumbre que se asignaría a la realización de la nueva unidad, algunos laboratorios nacionales no podrían calibrar pesas de clase E1.</li></ul></li><li>- <b>Congreso Nacional de Metrología</b> (Nieves Medina). Se informa a los asistentes que este año se celebrará un Congreso Nacional de Metrología, en junio (del 12 al 14) en Madrid.</li></ul>
<b>9- Próxima reunión</b> Informa: Nieves Medina	- Reservamos el martes 12 de noviembre de 2013 para la próxima reunión del subcomité.

Sin más asuntos que tratar, se levanta la sesión a las 14:00 horas.

18 de diciembre de 2011

Entidad Nacional de Acreditación  
Subcomité técnico de calibración nº 4, *masa y volumen*  
**Acta nº 35**

La presidenta  
Dña. M<sup>a</sup> Nieves Medina

El Secretario  
D. Fulgencio Buendía