



Universidad de San Carlos de Guatemala
Facultad de Ingeniería
Escuela de Ingeniería Mecánica Industrial

DISEÑO DE INVESTIGACIÓN PARA LA IMPLEMENTACIÓN DE UN MODELO DE ESTIMACIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN COMO HERRAMIENTA DE CONTROL DE CALIDAD EN LA CALIBRACIÓN DE MEDIDORES VOLUMÉTRICOS DE VIDRIO EN EL LABORATORIO DE QUÍMICA DE LA ESCUELA DE QUÍMICA DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA DE LA USAC

Léster David Hernández Navas

Asesorado por la Msc. Inga. Irma Odette Peláez Sánchez

Guatemala, marzo de 2014

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

DISEÑO DE INVESTIGACIÓN PARA LA IMPLEMENTACIÓN DE UN MODELO DE ESTIMACIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN COMO HERRAMIENTA DE CONTROL DE CALIDAD EN LA CALIBRACIÓN DE MEDIDORES VOLUMÉTRICOS DE VIDRIO EN EL LABORATORIO DE QUÍMICA DE LA ESCUELA DE QUÍMICA DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA DE LA USAC

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA
POR

LÉSTER DAVID HERNÁNDEZ NAVAS

ASESORADO POR LA MSC. INGA. IRMA ODETTE PELÁEZ SÁNCHEZ

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERO INDUSTRIAL

GUATEMALA, MARZO DE 2014

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO	Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
VOCAL I	Ing. Alfredo Enrique Beber Aceituno
VOCAL II	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
VOCAL III	Inga. Elvia Miriam Ruballos Samayoa
VOCAL IV	Br. Walter Rafael Véliz Muñoz
VOCAL V	Br. Sergio Alejandro Donis Soto
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

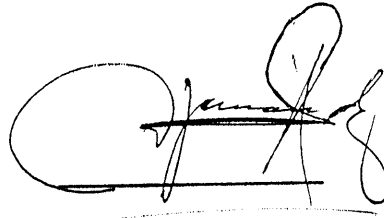
DECANO	Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
EXAMINADORA	Inga. Aurelia Anabela Córdova Estrada
EXAMINADORA	Inga. Rossana Margarita Castillo Rodríguez
EXAMINADORA	Inga. Gladys Lorraine Carles Zamarripa
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

En cumplimiento con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

DISEÑO DE INVESTIGACIÓN PARA LA IMPLEMENTACIÓN DE UN MODELO DE ESTIMACIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN COMO HERRAMIENTA DE CONTROL DE CALIDAD EN LA CALIBRACIÓN DE MEDIDORES VOLUMÉTRICOS DE VIDRIO EN EL LABORATORIO DE QUÍMICA DE LA ESCUELA DE QUÍMICA DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA DE LA USAC

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Estudios de Postgrado, con fecha 7 de septiembre de 2013.



Léster David Hernández Navas



USAC
TRICENTENARIA
 Universidad de San Carlos de Guatemala



Escuela de Estudios de Postgrado
Facultad de Ingeniería
 Teléfono 2418-9142 / Ext. 86226

0 0 0 1 0 9

AGS-MGIPP-0004-2014

Guatemala, 06 de febrero de 2014.

Director
 César Ernesto Urquizú Rodas
 Escuela de Ingeniería Industrial
 Presente.

Estimado Director:

Reciba un atento y cordial saludo de la Escuela de Estudios de Postgrado. El propósito de la presente es para informarle que se ha revisado los cursos aprobados del primer año y el Diseño de Investigación del estudiante **Léster David Hernández Navas** carné número **89-16252**, quien optó la modalidad del **"PROCESO DE GRADUACIÓN DE LOS ESTUDIANTES DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA OPCIÓN ESTUDIOS DE POSTGRADO"**. Previo a culminar sus estudios en la **Maestría de Gestión Industrial**.

Y si habiendo cumplido y aprobado con los requisitos establecidos en el normativo de este Proceso de Graduación en el Punto 6.2, aprobado por la Junta Directiva de la Facultad de Ingeniería en el Punto Decimo, Inciso 10.2, del Acta 28-2011 de fecha 19 de septiembre de 2011, firmo y sello la presente para el trámite correspondiente de graduación de Pregrado.

Sin otro particular, atentamente,

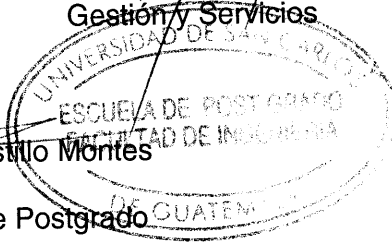
"Id y enseñad a todos"

[Signature]
 MSc. Inga Irma Odette Palacios Sánchez
 Asesor(a) TÉCNICO
 Colegiada No. 651

[Signature]
 MSc. Ing. César Augusto Akú Castillo
 Coordinador de Área
 Gestión y Servicios

César Akú Castillo MSc.
 INGENIERO INDUSTRIAL
 COLEGIADO No. 4.073

[Signature]
 Dra. Mayra Virginia Castillo Montes
 Directora
 Escuela de Estudios de Postgrado



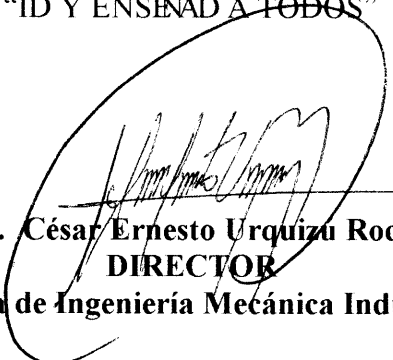
Cc: archivo
 /la



REF.DIR.EMI.031.014

El Director de la Escuela de Ingeniería Mecánica Industrial de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer el dictamen del Asesor, el Visto Bueno del Revisor y la aprobación del Área de Lingüística del trabajo de graduación en la modalidad Estudios de Postgrado titulado **DISEÑO DE INVESTIGACIÓN PARA LA IMPLEMENTACIÓN DE UN MODELO DE ESTIMACIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN COMO HERRAMIENTA DE CONTROL DE CALIDAD EN LA CALIBRACIÓN DE MEDIDORES VOLUMÉTRICOS DE VIDRIO EN EL LABORATORIO DE QUÍMICA DE LA ESCUELA DE QUÍMICA DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA DE LA USAC**, presentado por el estudiante universitario **Léster David Hernández Navas**, aprueba el presente trabajo y solicita la autorización del mismo.

“ID Y ENSEÑAD A TODOS”


Ing. César Ernesto Urquiza Rodas
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Mecánica Industrial



Guatemala, febrero de 2014.

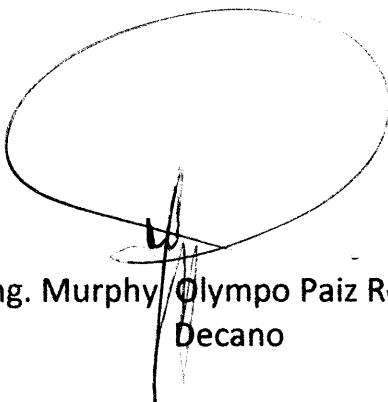
/mgp




DTG. 100.2014

El Decano de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Mecánica Industrial, al Trabajo de Graduación titulado: **DISEÑO DE INVESTIGACIÓN PARA LA IMPLEMENTACIÓN DE UN MODELO DE ESTIMACIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN COMO HERRAMIENTA DE CONTROL DE CALIDAD EN LA CALIBRACIÓN DE MEDIDORES VOLUMÉTRICOS DE VIDRIO EN EL LABORATORIO DE QUÍMICA DE LA ESCUELA DE QUÍMICA DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA DE LA USAC**, presentado por el estudiante universitario: **Lester David Hernández Navas**, autoriza la impresión del mismo.

IMPRÍMASE:


Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
Decano



Guatemala, 4 de marzo de 2014

/gdech

ACTO QUE DEDICO A:

- Dios** Creador del universo, luz, guía y esperanza en mi andar y por permitirme cumplir mis sueños y bendecirme constantemente todos los días de mi vida. A Él sea el honor y la gloria por siempre.
- Mis padres** Marta María Navas Ronquillo, Vicente Hernández Contreras (q.e.p.d.), gracias por todo, por su amor, su ejemplo y la motivación para seguir adelante.
- Mi esposa** Nora Elizabeth Díaz Valencia, por todo el amor que me ha brindado, compartir su vida conmigo y por apoyarme en todo momento.
- Mis hijos** Léster David y Marian Andrea Hernández, porque viven en lo más profundo de mi corazón.
- Mis hermanos** Nicolás, Felicita Angélica, María Piedad, Edgar Aníbal, Álvaro René y Elio Vicente Hernández, por su ayuda, cariño, paciencia y comprensión.

AGRADECIMIENTOS A:

**Universidad de San
Carlos de Guatemala**

Por ser mi casa de estudios, porque en esta institución tuve la oportunidad de formarme académicamente.

Facultad de Ingeniería

Por el conocimiento y experiencia que me permite desarrollar como una persona de éxito, en especial a la Escuela de Estudios de Postgrado.

**Mis compañeros de
estudio**

Que de alguna u otra manera compartieron gratos momentos conmigo.

**Cada una de las
personas que hicieron
posible este trabajo**

Por sus conocimientos, aportes, consejos, ayuda y comprensión.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	VII
LISTA DE SÍMBOLOS.....	IX
GLOSARIO.....	XI
RESUMEN	XV
INTRODUCCIÓN.....	XVII
1. ANTECEDENTES.....	01
2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	05
3. JUSTIFICACIÓN.....	07
4. OBJETIVOS	09
5. NECESIDADES A CUBRIR Y ESQUEMA DE SOLUCIÓN	11
6. ALCANCES.....	13
7. MARCO TEÓRICO	15
7.1. Sistema de gestión de la calidad	15
7.1.1. Implementación de un sistema de gestión de la calidad.....	15
7.1.2. Certificación	16
7.2. Acreditación	16
7.2.1. ¿Quiénes pueden acreditar en Guatemala?.....	17

7.2.2.	Sistema nacional de la calidad	17
7.2.3.	¿Quiénes pueden ser acreditados en Guatemala?	18
7.2.4.	¿Cómo se acredita un laboratorio en Guatemala?	19
7.2.5.	Ventajas y beneficios de la acreditación	22
7.2.6.	Alcance de la acreditación	22
7.3.	Norma Coguanor NTG/ISO/IEC 17025, 2005	23
7.3.1.	Estructura de la calidad del laboratorio de evaluación de la conformidad	24
7.3.2.	Estructura de la Norma Coguanor NTG/ ISO/IEC 17025, 2005	24
7.3.3.	Requisitos de la Norma Coguanor NTG/ ISO/IEC 17025, 2005	24
7.3.4.	Requisito técnico 5.4.6. Estimación de la incertidumbre de la medición	26
7.4.	Conceptos metroológicos.....	26
7.4.1.	Calibración	31
7.4.2.	Trazabilidad.....	32
7.4.3.	Incertidumbre	34
7.5.	Método gravimétrico.....	41
7.5.1.	Principio de medición	42
7.5.2.	Factores de corrección por la indicación del instrumento para pesar y del efecto del empuje del aire	44
7.5.3.	Conversión del valor de masa del agua calculada al volumen a la temperatura de medición	45
7.5.4.	Factor de corrección por temperatura	45

7.6.	Equipos y líquido de calibración.....	46
7.6.1.	Balanza	46
7.6.2.	Termómetro	47
7.6.3.	Barómetro	47
7.6.4.	Higrómetro	47
7.6.5.	Agua	48
	7.6.5.1. Clasificación.....	48
	7.6.5.1.1. Grado 1.....	48
	7.6.5.1.2. Grado 2.....	48
	7.6.5.1.3. Grado 3.....	49
	7.6.5.1.4. Coeficiente cúbico de expansión térmica	49
	7.6.5.1.5. Menisco de líquidos transparentes	50
7.7.	Confirmación metrológica	51
7.7.1.	Calibración	55
	7.7.1.1. Informe de calibración (certificado)	55
7.7.2.	Verificaciones metrológicas	56
	7.7.2.1. Requisito	56
	7.7.2.2. Evaluación de consistencia	56
	7.7.2.3. Verificación	57
	7.7.2.4. Inspección.....	57
	7.7.2.5. Evaluación de conformidad	57
7.7.3.	Decisiones y acciones.....	58
7.8.	Buenas prácticas de medición.....	58
7.8.1.	Condiciones de medición y calibración	58
	7.8.1.1. Temperatura	59
	7.8.1.2. Instrumentos de medición.....	59

	7.8.1.3.	Limpieza del material volumétrico	60
	7.8.1.4.	Lectura y ajuste del menisco	60
	7.8.1.4.1.	Error relativo a la configuración de menisco.....	61
8.	PROPUESTA DE ÍNDICE DE CONTENIDO		63
9.	METODOLOGÍA		67
	9.1.	Tipo de investigación.....	67
	9.2.	Área de estudio.....	68
	9.3.	Universo y muestra.....	68
	9.3.1.	Universo	68
	9.3.2.	Muestra.....	69
	9.4.	Definición de variables e indicadores	69
	9.5.	Procedimiento para el desarrollo de la investigación	70
	9.5.1.	Fase I.....	70
	9.5.2.	Fase II.....	71
10.	TÉCNICAS DE ANÁLISIS DE INFORMACIÓN		73
	10.1.	Medidas de tendencia central y dispersión.....	73
	10.2.	<i>t-student</i> para el nivel de confianza.....	74
	10.3.	Tablas, hojas de recolección de datos, diagrama de Ishikawa e histogramas.....	74
	10.4.	Presentación de resultados	77
11.	CRONOGRAMA DE ACTIVIDADES		79
12.	FACTIBILIDAD DEL ESTUDIO.....		81

13. BIBLIOGRAFÍA.....83

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Procedimiento general de acreditación.....	20
2.	Infraestructura de la calidad.....	28
3.	Áreas de la metrología	30
4.	Trazabilidad hasta el patrón internacional	32
5.	Diagrama de las fuentes de incertidumbre	40
6.	Pasos para el cálculo de la incertidumbre	41
7.	Configuración del menisco con líquidos transparentes.....	50
8.	Modelo de un sistema de administración de las mediciones.....	52
9.	Proceso de confirmación metrológicas	54
10.	Hoja de recolección de datos	76
11.	Cronograma de actividades	79

TABLAS

I.	Categoría de la metrología	27
II.	Estructura organizacional metrológica para la trazabilidad	33
III.	Grados de libertad	37
IV.	Balanzas recomendadas.....	47
V.	Requisitos del agua grado 3	49
VI.	Coeficiente cúbico de expansión térmica	50
VII.	Error relativo a la configuración del menisco	61
VIII.	Variables e indicadores.....	69
IX.	Presupuesto de incertidumbres en la calibración.....	75

X.	Informe del resultado de la calibración.....	77
XI.	Recursos físicos y financieros	81

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado
α	Coeficiente de dilatación cúbica
mS/m	Conductividad eléctrica
ρ	Densidad
k	Factor de cobertura
v_{ef}	Grados efectivos de libertad
hr	Humedad relativa
u_c	Incertidumbre combinada
u	Incertidumbre estándar
U	Incertidumbre expandida
p	Presión atmosférica
T_A	Temperatura del agua
ΔT	Variación de temperatura

GLOSARIO

Aseguramiento de la calidad	Conjunto de acciones planificadas y sistemáticas, implementadas en el sistema de calidad, que son necesarias para proporcionar la confianza adecuada de que un producto satisfará los requisitos dados sobre la calidad.
Calibración	Operación que bajo condiciones especificadas establece, en una primera etapa, una relación entre los valores y sus incertidumbres de medida asociadas obtenidas a partir de los patrones de medida, y las correspondientes indicaciones con sus incertidumbres asociadas y, en una segunda etapa, utiliza esta información para establecer una relación que permita obtener un resultado de medida a partir de una indicación.
COGUANOR	Comisión Guatemalteca de Normas.
DIN	Instituto Alemán de Normalización.
Factor de cobertura	Número mayor que uno por el que se multiplica una incertidumbre típica combinada para obtener una incertidumbre expandida.

Incertidumbre	Parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de los valores atribuidos a un mensurando, a partir de la información que se utiliza.
Incertidumbre combinada	Incertidumbre típica obtenida a partir de las incertidumbres típicas individuales asociadas a las magnitudes de entrada de un modelo de medición.
Incertidumbre expandida	Producto de una incertidumbre típica combinada y un factor mayor que uno.
Incertidumbre tipo A	Evaluación de una componente de la incertidumbre de medida mediante un análisis estadístico de los valores medidos obtenidos bajo condiciones de medida definidas.
Incertidumbre tipo B	Evaluación de una componente de la incertidumbre de medida de manera distinta a una evaluación tipo A de la incertidumbre de medida.
ISO	Organización Internacional de Normalización
Medición	Proceso que consiste en obtener experimentalmente uno o varios valores que pueden atribuirse razonablemente a una magnitud.

Metrología	Ciencia de las mediciones y sus aplicaciones.
Nivel de confianza	Probabilidad de que el conjunto de los valores verdaderos de un mensurando esté contenido en un intervalo de cobertura especificado.
OGA	Oficina guatemalteca de normalización
Repetibilidad de medida	Precisión de medida bajo un conjunto de condiciones de repetibilidad.
SNC	Sistema Nacional de la Calidad.
TLC	Tratado de Libre Comercio.
Trazabilidad	Propiedad de un resultado de medida por la cual el resultado puede relacionarse con una referencia mediante una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones, cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medida.
Valor convencional	Valor asignado a una magnitud, mediante un acuerdo, para un determinado propósito.
Valor verdadero	Valor de una magnitud compatible con la definición de la magnitud.

RESUMEN

Debido a la implementación de una nueva normatividad competitiva para los laboratorios dedicados a realizar algún tipo de ensayo o calibración (ensayos microbiológicos, fisicoquímicos, metalúrgicos, clínicos, etc.). Los laboratorios dedicados a realizar este tipo de análisis deben implementar un marco de calidad en sus ensayos, con el objeto de ser un laboratorio capaz de emitir un resultado confiable. La Norma Coguanor NTG/ISO/IEC 17025, establece los requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración y considera como parte importante la estimación de la incertidumbre de los resultados analíticos.

Según la Guía ISO 3534-1 la incertidumbre de la medición que incluye en la calidad de medición se define como “una estimación unida al resultado de un ensayo que caracteriza el intervalo de valores dentro de los cuales se afirma que está el valor verdadero”. Y bien, para poder llegar a esta estimación se ven involucrados varios factores como son: la repetibilidad, reproducibilidad de mediciones, las resoluciones de los equipos empleados durante una determinada medición, la pureza de los elementos, así como las tolerancias del material volumétrico empleado, entre otros.

La metodología a utilizar en la determinación del volumen de los medidores de vidrio será el método gravimétrico, utilizando instrumentos de pesaje para determinar la masa del recipiente vacío y posteriormente la masa del mismo recipiente lleno de agua hasta la línea de aforo, realizando posteriormente correcciones respecto a la temperatura de referencia de 20 °C y la temperatura del agua durante la calibración.

Se determinarán la fuentes de incertidumbres asociadas al proceso de medición de acuerdo al método gravimétrico utilizado, aplicando el procedimiento general a través de los pasos siguientes: especificación de la medición; identificación de todas las fuentes importantes de incertidumbre; cuantificación de los distintos componentes de la incertidumbre, cálculo de la incertidumbre de medición combinada, y el cálculo de la incertidumbre expandida de acuerdo al nivel de confianza del 95,45 %.

Se elaborará un presupuesto de incertidumbres cada una con sus componentes y grados de libertad, y se determinará el porcentaje que cada una de las fuentes de incertidumbre contribuye en la incertidumbre total.

INTRODUCCIÓN

En la presente investigación se desarrolla la metodología para determinar el volumen por medio del método gravimétrico y la incertidumbre asociada en la medición en recipientes volumétricos de vidrio, utilizados en el Laboratorio de Química de la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos.

Con el estudio se pretende identificar y cuantificar las fuentes de incertidumbre del tipo A y tipo B, con las que se establecerá un presupuesto de las fuentes de incertidumbres, en la que se indicará el porcentaje (%) de contribución por separado de cada una en la incertidumbre total, con un nivel de confianza del 95,45 %, en la calibración de medidores volumétricos de vidrio.

La incertidumbre de medición es un parámetro asociado al resultado de una medición. Caracteriza el rango de valores en el que se espera que se sitúe la cantidad medida con un nivel de confianza declarado.

El procedimiento general para calcular la incertidumbre de medición de los resultados consta de los pasos siguientes: especificación de la medición; identificación de todas las fuentes importantes de incertidumbre; cuantificación de los distintos componentes de la incertidumbre; cálculo de la incertidumbre de medición combinada y el cálculo de la incertidumbre expandida con el nivel de confianza del 95,45 %.

El cálculo de incertidumbre de medición es de vital importancia en distintos campos de la ingeniería, tales como en el control de producción e inventarios; asimismo, la instalación y calificación de los instrumentos de medida y las medidas de garantía de calidad, como el mantenimiento periódico, aseguran una valoración conforme a los requisitos normativos.

En el capítulo 1 se describirán los aspectos generales de la empresa, sus actividades principales, ubicación y la estructura organizacional, se detallará el estado de los equipos y la situación actual de la empresa mediante un análisis FODA.

En el capítulo 2 se desarrollará la propuesta de la implementación tanto de la planeación estratégica de la empresa definiendo la visión, misión, principios y valores y políticas del laboratorios, como la del modelo para obtener el volumen a 20 °C usando el método gravimétrico, la incertidumbre expandida tomando como base las fuentes de incertidumbre identificadas y se elaborará el presupuesto de las mismas.

Para poder tener elementos juicio de que fuentes de incertidumbre tomar o no en cuenta, a través de un procedimiento documentado, también se diseñara una hoja de cálculo en Microsoft Excel, para facilitar la obtención de los resultados de las calibraciones. Se definirán acciones necesarias para el control y registro de la metodología implementada.

En capítulo 3 se presentarán los resultados obtenidos mediante la implementación del modelo de estimación de las fuentes de incertidumbre de medición en la calibración de medidores volumétricos de vidrio.

El capítulo 4 mostrará el análisis de los resultados obtenidos con la implementación del modelo de estimación del volumen por medio del método gravimétrico y las fuentes de incertidumbre en la calibración de medidores volumétricos.

1. ANTECEDENTES

“La globalización de los mercados y la demanda de bienes y servicios de calidad por parte de los consumidores se considera en todo el mundo como un elemento estratégicamente importante tanto para la industria como para la sociedad en su conjunto, lo que hace que la metrología, como un componente del sistema nacional de calidad (SNC), tome auge. Adicionalmente, los Tratados de Libre Comercio (TLC), suscritos entre los países ponen de manifiesto la necesidad de contar con un sistema de unidades de medición que sea uniforme y confiable para realizar las transacciones comerciales” (MINECO, 2003).

En 2013 la metrología (ciencias de las mediciones) (JCGM 200, 2008), juega un papel muy importante en asegurar la confiabilidad de las mediciones. La metrología es una de las herramientas esenciales del crecimiento de un país, tanto en los diferentes laboratorios de investigación, de ensayos, como en el Laboratorio de Química de la Escuela de Química de la Facultad de Ingeniería de la USAC, existe una innumerable cantidad de recipientes volumétricos de vidrio que se utilizan en actividades relacionadas con el comercio, la salud y el medio ambiente, por lo que es importante tener certeza de las mediciones que se realizan con ellos.

El trabajo presenta un método para estimar las fuentes de incertidumbre tipo A y tipo B (JCGM 100, 2008), obtenida en la calibración de estos instrumentos.

La calibración de medidores volumétricos puede realizarse mediante el método volumétrico, el método geométrico o el método gravimétrico. “Utilizando el método gravimétrico existen diferentes maneras de estimar el valor de masa esta pueden ser: lectura directa, sustitución simple, sustitución de doble” (Becerra, Pezet & Hernández, 2002).

El método utilizado en el trabajo es el método gravimétrico, se usa el método de lectura directa para la determinación de la masa del volumen. El método gravimétrico consiste en un método de medición directo para determinar la capacidad total o parcial de un recipiente lleno con agua de densidad conocida (BS EN ISO 3696, 1995), utilizando un instrumento de pesar con densidad de las pesas de 8 000 kilogramo/metro³ (OIML R 33, 2004).

El trabajo comprende la determinación de la trazabilidad e incertidumbre en la calibración de recipientes volumétricos de vidrio, que consiste en determinar el volumen de agua contenida o entregada por el recipiente a una temperatura de 20 °C (BS EN ISO 4787, 2011), con coeficiente de dilatación cúbica conocido, cuando se utiliza la técnica de pesado de lectura directa en el cálculo de la masa por el método gravimétrico.

La incertidumbre expandida define el intervalo alrededor del cual el resultado de la medición, puede ser confiable con un nivel de confianza del 95,45 % y un factor de cobertura que es un factor numérico utilizado como un multiplicador de la incertidumbre estándar combinada, obtenido mediante la ecuación de Welch-Satterthwait (CENAM & EMA, 2009).

El aseguramiento de la calidad es el “conjunto de acciones planificadas y sistemáticas, implementadas en el sistema de calidad, que son necesarias para

proporcionar la confianza adecuada de que un producto satisfará los requisitos dados sobre la calidad". (ISO 9000, 2005).

En sentido estricto, el resultado de una medición carece de sentido sin una indicación de la incertidumbre de su medición porque no se puede tener certeza del aseguramiento de la calidad de medición. Esta información es la única que permite determinar si los resultados obtenidos en otro laboratorio con la misma muestra conducen a las mismas conclusiones. Por tanto, la estimación realista de la incertidumbre de medición es esencial para la calidad de la misma. Además, "los laboratorios deben ser capaces de determinar las incertidumbres de medición de sus procedimientos de medida". (COGUANOR NTG/ISO/IEC 17025, 2005).

En 2013, los laboratorios deben demostrar que los análisis arrojan resultados confiables para los fines para los cuales fueron realizados, de la confiabilidad de los resultados dependerá la toma de decisiones para la resolución de uno o varios problemas de medición en particular.

"Para asegurar la confiabilidad de los resultados es importante realizar la trazabilidad y la estimación de la incertidumbre en las mediciones. Esto implica el uso de materiales e instrumentos de medición calibrados, o en su defecto, verificados con patrones de las más altas cualidades metroológicas" (García, A., Reyes, M. 2006).

"El concepto de incertidumbre, como un atributo cuantificable, es relativamente nuevo en la historia de las mediciones, aunque los términos error y análisis de error han sido bastante usados como parte práctica de la ciencia de las mediciones o metrología. Cuando se han evaluado todas las componentes, conocidas y supuestas de un error, y se han aplicado las

correcciones adecuadas, todavía queda como remanente una incertidumbre sobre la corrección del resultado establecido, esto es, la duda de cuán bien representa el resultado de la medición al valor de la magnitud que se está midiendo” (Hervot, E., Utgés, E. 2006).

2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

En este capítulo se explican los motivos que originaron la necesidad de implementar un modelo de estimación de las fuentes de incertidumbre de la medición en la calibración de medidores volumétricos de vidrio para determinar su volumen mediante el método gravimétrico en el Laboratorio de Química CE de la Escuela de Química de la Facultad de Ingeniería de la USAC.

El Laboratorio de Química de la Escuela de Química de la Facultad de Ingeniería de la USAC, no cuenta con una metodología que le pueda apoyar a implementar un el sistema de gestión de calidad para la calibración de medidores de volumen, basado en la Norma Coguanor NTG/ISO/IEC 17025:2005, con la que pueda garantizar la confiabilidad de sus mediciones y poder optar por una acreditación del procedimiento de calibración.

La calibración de los recipientes volumétricos de vidrio para laboratorio consiste en determinar el volumen de agua contenida o entregada por el recipiente. El volumen de agua, se conoce midiendo la masa de agua y determinado su densidad a la temperatura de prueba, para lo cual se mide la masa del recipiente vacío y después la masa del recipiente lleno con agua destilada hasta la marca de aforo; la diferencia de masa de ambas mediciones será la masa de agua contenida en el recipiente.

Considerando las correcciones por flotación y la diferencia de la temperatura respecto a la temperatura de referencia de 20 °C y la temperatura del agua en el recipiente durante las mediciones.

Es necesaria la determinación e identificación minuciosas de las componentes principales de las fuentes de incertidumbre que intervienen en el proceso de medición y que contribuyen en el aseguramiento de la calidad de la misma, para hacer una estimación correcta de la incertidumbre combinada total con un nivel de confianza del 95,45 %.

De dicho análisis surge la siguiente interrogante principal: ¿Cuáles son las fuentes de incertidumbre de medición que contribuyen en el control de la calidad en la calibración de medidores volumétricos en el Laboratorio de Química de la Escuela de Química de la Facultad de Ingeniería USAC, como herramienta de control de calidad en la determinación del valor del volumen medido?

Para poder responderla es necesario que se analice con detalle las siguientes preguntas:

- ¿Cuál es la incidencia en la incertidumbre, la variabilidad de los resultados de mediciones repetidas y el control de la calidad de los instrumentos de medición utilizados para medir volúmenes?
- ¿Cuál es la incertidumbre expandida en la calibración de medidores volumétricos de vidrio?

3. JUSTIFICACIÓN

La mayoría de laboratorios en Guatemala que realizan mediciones, utilizando recipientes volumétricos de vidrio no toman en cuenta muchos factores que pueden afectar la calidad y confiabilidad de los resultados de dichas mediciones, estos factores son conocidos como fuentes de incertidumbre.

La principal razón para calibrar un recipiente volumétrico de vidrio es que incluso los mejores instrumentos se desvían y pierden su capacidad para dar medidas exactas y de calidad.

Cuando los recipientes de medición envejecen y experimentan tensiones físicas o variaciones de temperatura, sus prestaciones críticas disminuyen gradualmente. Esto se conoce como desviación, motivo por el cual los resultados en las mediciones ya no sean fiables.

El tener un instrumento calibrado no significa que este funciona bien. Significa solamente que la diferencia entre lo que el instrumento indica y lo que debiera indicar es conocida. Por lo tanto, en principio es posible trabajar con un instrumento que presente errores y corregir las indicaciones de acuerdo a lo establecido en la calibración.

Por el contrario, incluso si un instrumento es confiable (por ejemplo, porque está nuevo, o porque el fabricante inspira confianza), pero no ha sido calibrado, el usuario no puede estar seguro que sus indicaciones son correctas. Por supuesto, puede ocurrir que para un instrumento muy confiable las

correcciones sean cero. Se sabrá solo si el instrumento ha sido calibrado y se han tomado en cuentas las fuentes de incertidumbre asociadas a la medición.

La calibración de medidores volumétricos de vidrio por medio del método gravimétrico, permite determinar y estimar las fuentes de incertidumbre provenientes de la masa del agua, la densidad del agua, la densidad del aire, la densidad de las masas usadas en la calibración de la balanza, la temperatura, coeficiente de dilatación térmica y por la repetibilidad de las lecturas por el método utilizado.

Localmente se carece de un laboratorio que preste este tipo de servicio, y que pueda demostrar competencia técnica para proporcionar resultados confiables y trazables a patrones nacionales o internacionales al momento de calibrar este tipo de medidores volumétricos de vidrio.

El Laboratorio de Química de la Escuela de Química de la Facultad de Ingeniería, podrá tener una metodología normalizada, basada en las siguientes normas internacionales, BS EN ISO 4787 y JCGM 100, que le ayudará a facilitar la enseñanza de las buenas prácticas de medición y calibración de medidores volumétricos de vidrio, a los diferentes usuarios del laboratorio.

La línea de investigación de gestión industrial es la de calidad, y la aplicación del tema a la carrera a través de la aplicación de principios de metrología industrial cuyo propósito es la aplicación en producción y control de procesos, al desarrollo de métodos y búsqueda de soluciones por medio de mediciones confiables y exactas. La metrología juega un papel importante en la estructura de la calidad siendo un pilar fundamental al igual que lo son la normalización, los laboratorios de calibración y ensayo, la certificación y la acreditación.

4. OBJETIVOS

General

Determinar las fuentes de incertidumbre de medición que contribuyen en el control de la calidad en la calibración de medidores volumétricos en el Laboratorio de Química de la Escuela Química de la Facultad de Ingeniería de la USAC, como herramienta de control de calidad en la determinación del valor del volumen medido.

Específicos

1. Describir la incidencia en la incertidumbre de las variables de influencia, tales como: la masa del agua, la densidad del agua, del aire y de las masas usadas en la calibración de la balanza, la temperatura, el coeficiente de dilatación cúbica del vidrio y por repetibilidad, para emitir un juicio con bases objetivas sobre el control de calidad y para tener en cuenta o no fuentes de incertidumbre.
2. Estimar la incertidumbre expandida en la calibración de medidores volumétricos de vidrio por medio del método gravimétrico con un nivel de confianza del 95,45 %.

5. NECESIDADES A CUBRIR Y ESQUEMA DE SOLUCIÓN

La necesidad principal que se pretende solucionar en el Laboratorio de Química de la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería de la USAC, es la falta de una metodología técnica apropiada para el ensayo de volúmenes. Todo resultado no es confiable si no se tiene la certeza que fue realizado adecuadamente por personal con la competencia técnica adecuada y comprobada para realizarlo.

En 2013 no se cuenta con la competencia técnica necesaria para realizar este tipo de análisis en los medidores volumétricos de vidrio, y ni un procedimiento documentado aún.

No se conoce si los instrumentos que se utilizan para realizar este tipo de mediciones volumétricas cuentan con el estado de calibración o verificación adecuada para garantizar las mediciones que se realizan, es decir, actualmente la tarea se realiza de forma empírica, sin ninguna base técnica y científica.

La investigación servirá para sentar las bases teóricas y prácticas para generar competencia técnica dentro del laboratorio y en la Facultad de Ingeniería para general resultados confiables y con validez técnica, realizados con objetividad al utilizar un método estandarizado para el cálculo del volumen y la estimación de la incertidumbre en la medición del volumen.

Los métodos utilizados son emanados por el ente internacional de mayor jerarquía a nivel mundial en normalización, como lo es la Organización Internacional de Normalización (ISO) por sus siglas en inglés.

El esquema de solución se muestra en las figuras 2, 3, 4, 5, 6, 8, 9 y 11.

6. ALCANCES

Inicialmente se realizará un reconocimiento del laboratorio para posteriormente realizar un diagnóstico de la situación actual del mismo.

Por la ubicación de los hechos en el tiempo, la investigación será prospectiva, ya que la información de las calibraciones a los medidores volumétricos se recolecta según se van realizando las mismas en cada tipo de recipiente volumétrico de vidrio.

Según el período y secuencia del estudio; el diseño de la investigación es del tipo transversal, los datos de las calibraciones y fuentes de incertidumbres en los medidores volumétricos de vidrio son recolectados en un solo momento y la calibración hace referencia al mismo instante y bajo las condiciones de medición en el instante que es realizada la calibración.

Por la profundidad del estudio de las variables y el alcance de los resultados, se realizará un diseño de investigación descriptiva, con enfoque cuantitativo ya que la recolección de la información se realiza en un determinado momento conforme se realizan las calibraciones a los medidores volumétricos de vidrio, de acuerdo al modelo matemático dispuesto por el método gravimétrico para la determinación de volúmenes, cuyo motivo es describir las diferentes fuentes de incertidumbre, estimarlas y determinar el porcentaje de contribución de cada uno en el presupuesto de incertidumbres.

La investigación descriptiva trabaja sobre realidades de hechos y su característica fundamental es la de presentar una interpretación correcta de los hechos. Para el propósito del estudio se llevará a cabo un tipo de investigación aplicada, el resultado de una buena identificación de las fuentes de incertidumbre y cuantificación de éstas, determinará la calidad con que se está midiendo en el Laboratorio de Química de la Escuela de Química de la Facultad de Ingeniería de la USAC.

La implementación de la metodología para determinar el volumen en medidores de vidrio por medio del método gravimétrico se realizará en el Laboratorio de Química de la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería de la USAC, que le ayudará a esta unidad a facilitar la enseñanza de las buenas prácticas de medición y calibración de medidores volumétricos de vidrio, a los diferentes usuarios del laboratorio, quienes serán los beneficiarios.

7. MARCO TEÓRICO

El presente capítulo expone y sustenta sistemáticamente, desde el punto de vista teórico, el sistema de gestión de calidad para la estimación y cálculo de la Incertidumbre de medición del Laboratorio de Química de la Escuela de Química de la Facultad de Ingeniería de la USAC.

7.1. Sistema de gestión de la calidad

Según (ISO 9000, 2005); un sistema de gestión de la calidad es “el conjunto de elementos mutuamente relacionados o que interactúan para establecer la política y los objetivos y para lograr dichos objetivos, para dirigir y controlar una organización con respecto a la calidad”, la gestión de la calidad generalmente incluye por parte de las organizaciones de distinto índole el establecimiento de la política de la calidad y los objetivos de la calidad internos, así como la planificación, el control, el aseguramiento y la mejora continua de sus actividades.

7.1.1. Implementación de un sistema de gestión de la calidad

“Su diseño e implementación en una organización está influenciado por diferentes necesidades, objetivos particulares, los productos que proporciona, los procesos que emplea y el tamaño y estructura de la organización” (Falcón, P., Diéguez, M., 2004), está claro que estas influencias son diferentes en cada organización, y aunque la estructura del diseño de sus sistemas de gestión sea la misma, el contenido de cada uno es totalmente diferente y la manera de su implementación también.

7.1.2. Certificación

Según (Coguanor NGR/ISO/IEC GUÍA 2), la certificación la define como “el procedimiento por el cual una tercera parte proporciona garantía escrita de que un producto, proceso o servicio es conforme con unos requisitos especificados”. En Guatemala una de las normas más conocidas e implementada para gestionar la calidad, es la Norma ISO 9001:2008.

Según (Fonseca, A., 2010), “en ocasiones, dependiendo del tipo de empresa y de la complejidad de su sistema de gestión, se utiliza un sistema integrado para la gestión de la calidad, el medio ambiente, según Norma ISO 14001 y la seguridad, según Norma OHSAS 18000”. Cabe destacar que estas normas son similares en cuanto a los requisitos que se deben cumplir, por lo que la integración de uno o más sistemas de gestión de la calidad de la familia ISO es muy común.

7.2. Acreditación

Según (Coguanor NGR/ISO/IEC GUÍA 2), la acreditación se define como “un procedimiento por el cual un organismo autorizado reconoce formalmente que un organismo o persona es competente para llevar a cabo tareas específicas”. La acreditación de laboratorios de ensayo y de calibración en Guatemala se gestiona mediante la implementación de la Norma Coguanor NTG/ISO/IEC 17025:2005.

“El producto de un laboratorio son datos y éstos son presentados usualmente en un certificado o informe, de tal forma que la interpretación, significado o validez concedida a dichos datos, ya sea a través de una declaración del proveedor, acreditación de la competencia del laboratorio, o a

través de la certificación de su sistema de gestión de la calidad que es un asunto importante que los usuarios de dichos datos deben considerar cuidadosamente”. (Fonseca, A., 2010).

Es claro que en Guatemala para que un laboratorio pueda demostrar su competencia técnica debe someter su sistema de gestión de la calidad a un proceso de acreditación ante la Oficina Guatemalteca de Acreditación, quien le otorga un reconocimiento a dicha competencia por un tiempo limitado de cuatro años, la que puede ser renovada por períodos iguales de cuatro años.

7.2.1. ¿Quiénes pueden acreditar en Guatemala?

De acuerdo al (Decreto Número 78-2005), el único ente que puede acreditar la competencia técnica de los laboratorios en Guatemala es la Oficina Guatemalteca de Acreditación (OGA) del Sistema Nacional de la Calidad, del Ministerio de Economía, la cual se encuentra encargada de verificar la competencia de los organismos de evaluación de la conformidad (laboratorios y organismos certificadores), a través de comprobaciones independientes e imparciales, capaces de promover confianza que impulsen el comercio nacional e internacional. Con el propósito de mejorar y tener certeza de que los resultados obtenidos en los diferentes ensayos son confiables.

7.2.2. Sistema nacional de la calidad

Según (Decreto Número 78-2005), el Sistema Nacional de la Calidad, es una institución pública, adscrita al Ministerio de Economía de Guatemala; con el siguiente fin:

- “Promover la adopción de prácticas de gestión de la calidad en las empresas que conforman el sector productivo del país para fomentar la calidad de los bienes y servicios que se ofrecen en el mercado nacional e internacional.
- Definir las actividades y procedimientos que desarrollarán las entidades competentes en las actividades de normalización, acreditación y metrología; y, coadyuvar a que las empresas guatemaltecas alcancen mayor competitividad en el mercado.
- Establecer las bases para que en la adopción de los reglamentos técnicos, que tengan por objeto la prevención y limitación de riesgos capaces de producir daños o perjuicios a las personas, a los animales, a los vegetales o al medio ambiente, no se constituyan obstáculos técnicos innecesarios al comercio.
- Establecer el mecanismo que facilite la información a los sectores productivos y al público en general sobre las normas y procedimientos de acreditación vigentes, así como sobre los reglamentos técnicos y los procedimientos de evaluación vigentes en el país y en el territorio de los principales socios comerciales de Guatemala.”

7.2.3. ¿Quiénes pueden ser acreditados en Guatemala?

Según (OGA-GGE-005, 2013), “son sujetos de acreditación, los laboratorios de ensayo y/o calibración, los organismos de certificación y los organismos de inspección”, los de ensayo son capaces de determinar una o más características de un producto, proceso o servicio, siguiendo un procedimiento especificado, y los de calibración son capaces de establecer,

bajo condiciones especificadas, la relación entre los valores de magnitudes indicadas por un instrumento o sistema de medición o valores, representados por una medida materializada o un material de referencia y los correspondientes valores realizados por patrones.

Los de certificación son capaces de certificar por escrito que un producto, proceso o servicio está conforme con los requisitos especificados en normas internacionales, y los de inspección son capaces de realizar inspecciones.

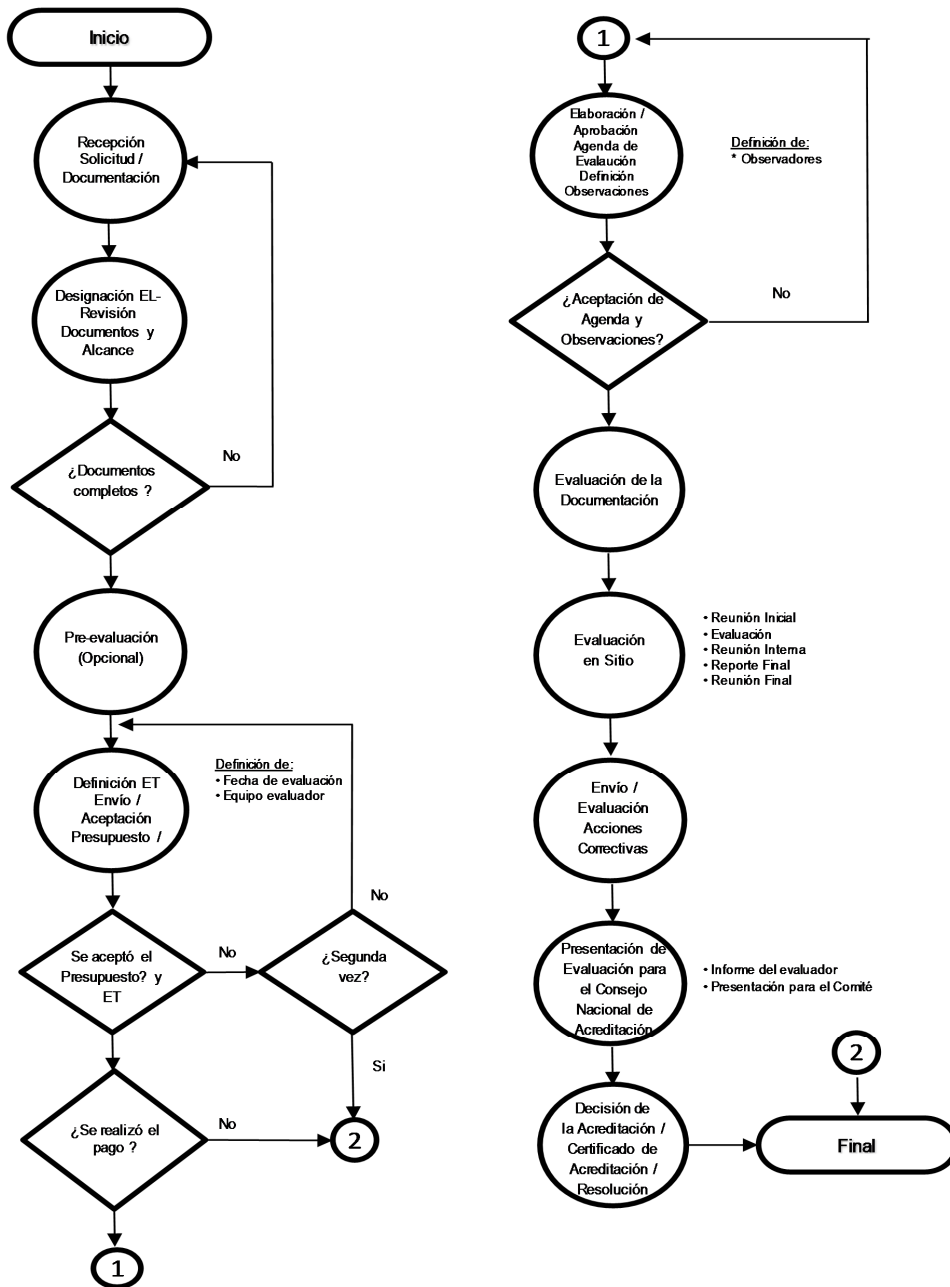
7.2.4. ¿Cómo se acredita un laboratorio en Guatemala?

Según (OGA-PAC-006, 2013), “para el proceso de acreditación de organismos de evaluación de la conformidad (laboratorios de ensayo y/o calibración, organismos de certificación y organismos de inspección), por parte de la Oficina Guatemalteca de Acreditación (OGA), existen requisitos mínimos que deben cumplir dichos organismos, para demostrar su competencia técnica y administrativa en las actividades que realizan y que están incluidas dentro del alcance de su acreditación”.

“Para la acreditación de laboratorios contra ISO/IEC 17025, 2005 el énfasis primario es establecer la competencia técnica específica de los laboratorios”. (Fonseca, A., 2010).

A continuación en la figura 1 se muestra el procedimiento general de acreditación de la Oficina Guatemalteca de Acreditación (OGA).

Figura 1. Procedimiento general de acreditación



Fuente:(OGA-PAC-006, 2013).

“Debido a que la Norma ISO/IEC 17025, 2005 también incluye requisitos para el sistema de gestión, el equipo evaluador debe incluir también evaluadores con conocimiento apropiado de dichos requisitos para el sistema. En la mayoría de los casos, la experiencia en sistemas proviene del personal de planta del organismo de acreditación, mientras que la experiencia técnica específica es provista por especialistas externos. En algunos casos los expertos técnicos pueden tener también la experiencia relevante en sistemas de gestión y pueden ser usados para la evaluación tanto de la competencia técnica específica como el cumplimiento de los sistemas de gestión de los laboratorios” (Fonseca, A., 2010).

Ciertamente en Guatemala son escasos los expertos técnicos y el organismo de acreditación se ve en la necesidad de contratarlos en el extranjero para realizar las evaluaciones de la conformidad en los distintos laboratorios, tanto los que se encuentran en el proceso de acreditación como en los que ya están acreditados, en las diversas auditorías de seguimiento.

“Además de las evaluaciones por expertos técnicos, la acreditación de laboratorios también implica normalmente el uso de ensayos de aptitud y auditorías de medición, para confirmar la competencia de los laboratorios para desarrollar ensayos específicos, mediciones o calibraciones. Los ensayos de aptitud y las auditorías de medición implican comparaciones interlaboratoriales con productos, materiales o artefactos de valores o composiciones conocidas, donde el desempeño individual de un laboratorio es comparado con un grupo de referencia o a valores de referencia” (Fonseca, A., 2010).

“Estas actividades proveen evidencia tangible de la capacidad de un laboratorio acreditado y están siendo usadas de manera cada vez más frecuente por los organismos de acreditación, como una de las partes del proceso de acreditación”. (Fonseca, A., 2010).

En Guatemala no hay un organismo proveedor de servicios de ensayos de aptitud, y los laboratorios acreditados participan en rondas de intercomparación promovidas internacionalmente, haciendo costosa dicha actividad.

7.2.5. Ventajas y beneficios de la acreditación

Según (Fonseca, A., 2010), “la acreditación significa dar confianza, y por ello permite al laboratorio que se acredite para tener servicios consistentes, lograr confianza de sus clientes en los resultados que provee, obtener reconocimiento internacional de sus resultados y demostrar su competencia técnica”. En Guatemala, la Oficina Guatemalteca de Acreditación como organismo evaluador de la conformidad contribuye a mejorar el flujo del intercambio comercial, ya que a través de los distintos laboratorios acreditados promueve la confianza de los resultados que estos proveen a sus clientes nacionales y extranjeros.

7.2.6. Alcance de la acreditación

Según (OGA-GLC-024. 2011), “su propósito es orientar a los laboratorios de calibración en el llenado de la matriz que defina el alcance para el cual el laboratorio de calibración solicita estar acreditado, el que será la base de su alcance al lograr su acreditación, así como para los usuarios de los servicios de calibración puedan interpretar lo que en esta matriz se ha definido”. Si en un laboratorio cuenta con más de un alcance de medición pero no están

acreditados la Oficina Guatemalteca de Acreditación, únicamente reconoce la competencia técnica del alcance acreditado.

Según (OGA-GLC-024, 2011), “la OGA ha definido seis campos que todo laboratorio de calibración debe llenar al presentar la solicitud para la evaluación para la acreditación de conformidad a la Norma ISO/IEC 17025 en su versión vigente, servicio de calibración o medición, nivel de mensurando o ámbito, condiciones de medición/variable independiente, incertidumbre expandida, patrones de referencia usados en la calibración e instalación”. Este alcance es publicado en la página web oficial del organismo, haciéndolo público para todos sus usuarios.

7.3. Norma Coguanor NTG/ISO/IEC 17025, 2005

La Norma ISO/IEC 17025, 2005, titulada requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración, “es considerada, en los actuales momentos, como la norma que establece el mejor marco organizativo y metrológico para que un laboratorio de calibración o de ensayo, pueda demostrar su competencia para producir datos y resultados técnicamente válidos” (Fonseca, A., 2010).

Esta demostración es de obvia importancia en el mundo industrial y científico moderno, por lo que muchas empresas, instituciones y centros de investigación, a nivel mundial, se están rigiendo cada día más por los requisitos establecidos en la Norma ISO/IEC 17025, 2005. Si a esto se le añade que, tanto a nivel nacional como internacional, se ha acordado que todo laboratorio que se dedique a la calibración de instrumentos y/o equipos de medición, ya sea para su uso interno o como un servicio comercial a terceros, debe obtener la acreditación bajo esta norma, antes de que sus calibraciones sean

consideradas como acreditadas, la relevancia de esta norma se catapulta (Fonseca, A., 2010).

7.3.1. Estructura de la calidad del laboratorio de evaluación de la conformidad

La calidad de un laboratorio de evaluación de la conformidad basada en la Norma Coguanor NTG/ISO/IEC 17025:2005 se fundamenta en aspectos fundamentales como son: política de calidad, garantía de calidad, evaluación y control de calidad, además de apoyarse en una serie de recursos y herramientas técnicas.

7.3.2. Estructura de la Norma Coguanor NTG/ISO/IEC 17025, 2005

Según la Norma (Coguanor NTG/ISO/IEC 17025:2005), existen dos capítulos fundamentales, uno hace relación de los requisitos de gestión que se deben implementar con el fin de asegurar la calidad de los resultados de análisis y el otro capítulo establece los requisitos técnicos que el laboratorio debe implantar para poder demostrar la competencia técnica de los ensayos realizados.

7.3.3. Requisitos de la Norma Coguanor NTG/ISO/IEC 17025, 2005

La Norma Coguanor NTG/ISO/IEC 17025, 2005 tiene dos clases de requisitos, que son: los de gestión y los técnicos, que a continuación se enumeran.

- Requisitos de gestión

- 4.1 Organización
- 4.2 Sistema de gestión
- 4.3 Control de los documentos
- 4.4 Revisión de los pedidos, ofertas y contratos
- 4.5 Subcontratación de ensayos y calibraciones
- 4.6 Compra de servicios y suministros
- 4.7 Servicio al cliente
- 4.8 Quejas
- 4.9 Control de trabajos de ensayos o calibraciones no conformes
- 4.10 Mejora
- 4.11 Acciones correctivas
- 4.12 Acciones preventivas
- 4.13 Control de los registros
- 4.14 Auditorías internas
- 4.15 Revisiones por la dirección

- Requisitos técnicos

- 5.1 Generalidades
- 5.2 Personal
- 5.3 Instalaciones y condiciones y ambientales
- 5.4 Métodos de ensayo y de calibración y validación de los métodos
- 5.5 Equipos
- 5.6 Trazabilidad de las mediciones
- 5.7 Muestreo
- 5.8 Manipulación de los ítems de ensayo y calibración

- 5.9 Aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayos y calibraciones
- 5.10 Informe de resultados

7.3.4. Requisito técnico 5.4.6. Estimación de la incertidumbre de la medición

Un laboratorio de calibración, o un laboratorio de ensayo que realiza sus propias calibraciones, debe tener y debe aplicar un procedimiento para estimar la incertidumbre de la medición para todas las calibraciones y todos los tipos de calibraciones según Coguanor NTG/ISO/IEC 17025: 2005.

Los laboratorios de ensayo deben tener procedimientos y aplicarlos para estimar la incertidumbre de la medición. En algunos casos la naturaleza del método de ensayo puede excluir un cálculo riguroso, metrológica y estadísticamente válido, de la incertidumbre de medición. El laboratorio debe, tratar de identificar todos los componentes de la incertidumbre y hacer una estimación razonable, y asegurarse de que la forma de informar el resultado no de una impresión equivocada de la incertidumbre. Dicha estimación se debe basar en un conocimiento del desempeño del método y en el alcance de la medición y hacer uso, por ejemplo, de la experiencia adquirida y de los datos de validación anteriores. (Coguanor NTG/ISO/IEC 17025:2005).

7.4. Conceptos metrológicos

De acuerdo al (JMC 200, 2008), medición es el “proceso que consiste en obtener experimentalmente uno o varios valores que pueden atribuirse razonablemente a una magnitud”. Una medición supone una descripción de la magnitud compatible con el uso previsto de un resultado de medida, un

procedimiento de medición y un sistema de medida calibrado conforme a un procedimiento de medida especificado, incluyendo las condiciones de medida.

Metrología es la ciencia de las mediciones y sus aplicaciones, la metrología incluye todos los aspectos teóricos y prácticos de las mediciones, cualesquiera que sean su incertidumbre de medida y su campo de aplicación. El mensurando es la magnitud que se desea medir (JMC 200, 2008). La metrología se divide en tres tipos, estos son metrología científica, metrología industrial y metrología legal, véase la tabla I.

Tabla I. **Categoría de la metrología**

Metrología	Área de desarrollo
Científica	Investigación, desarrollo de teorías y principios
Industrial (técnica)	Aplicación en producción y control de procesos, desarrollo de métodos y soluciones
Legal	Normalización, cumplimiento de leyes y regulaciones

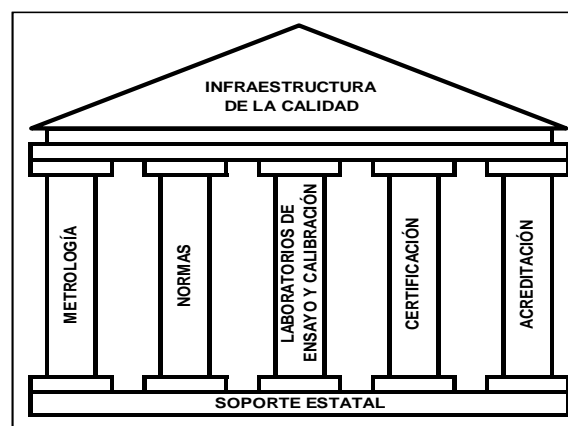
Fuente: (MetAs, 2006-junio).

“La metrología es muchas veces considerada como un simple campo de la ciencia y la tecnología, concentrado en las mediciones y la exactitud de las cosas que hacemos, sin embargo el desarrollo histórico de la tecnología nos dice que la habilidad para medir las propiedades de manera más exacta, nos permite desarrollar formas más confiables para fabricar cosas al tener medios para controlar la calidad” (MetAs, 2006-junio).

Es evidente que el mundo no hubiera llegado a tan avanzado desarrollo sin el apoyo de todos los laboratorios de metrología que son capaces de mantener sistemas de medición confiables y exactos.

“El nivel de desarrollo industrial de un país puede ser evaluado de acuerdo el estado de desarrollo de su metrología” (MetAs, 2006-junio). En Guatemala a pesar de contar con un laboratorio nacional de metrología, éste no refleja el desarrollo verdadero de nuestro país siendo la metrología uno de los pilares importantes en la infraestructura de la calidad como puede verse en la figura 2.

Figura 2. **Infraestructura de la calidad**



Fuente: (LATU, 2010).

El valor de una magnitud representa un resultado de medida, en una medición que incluye indicaciones repetidas, cada una de estas puede utilizarse para obtener el correspondiente valor medido de la magnitud. Este conjunto de valores medidos individualmente de la magnitud, puede utilizarse para calcular un valor resultante de la magnitud medida, mediante una media o una mediana,

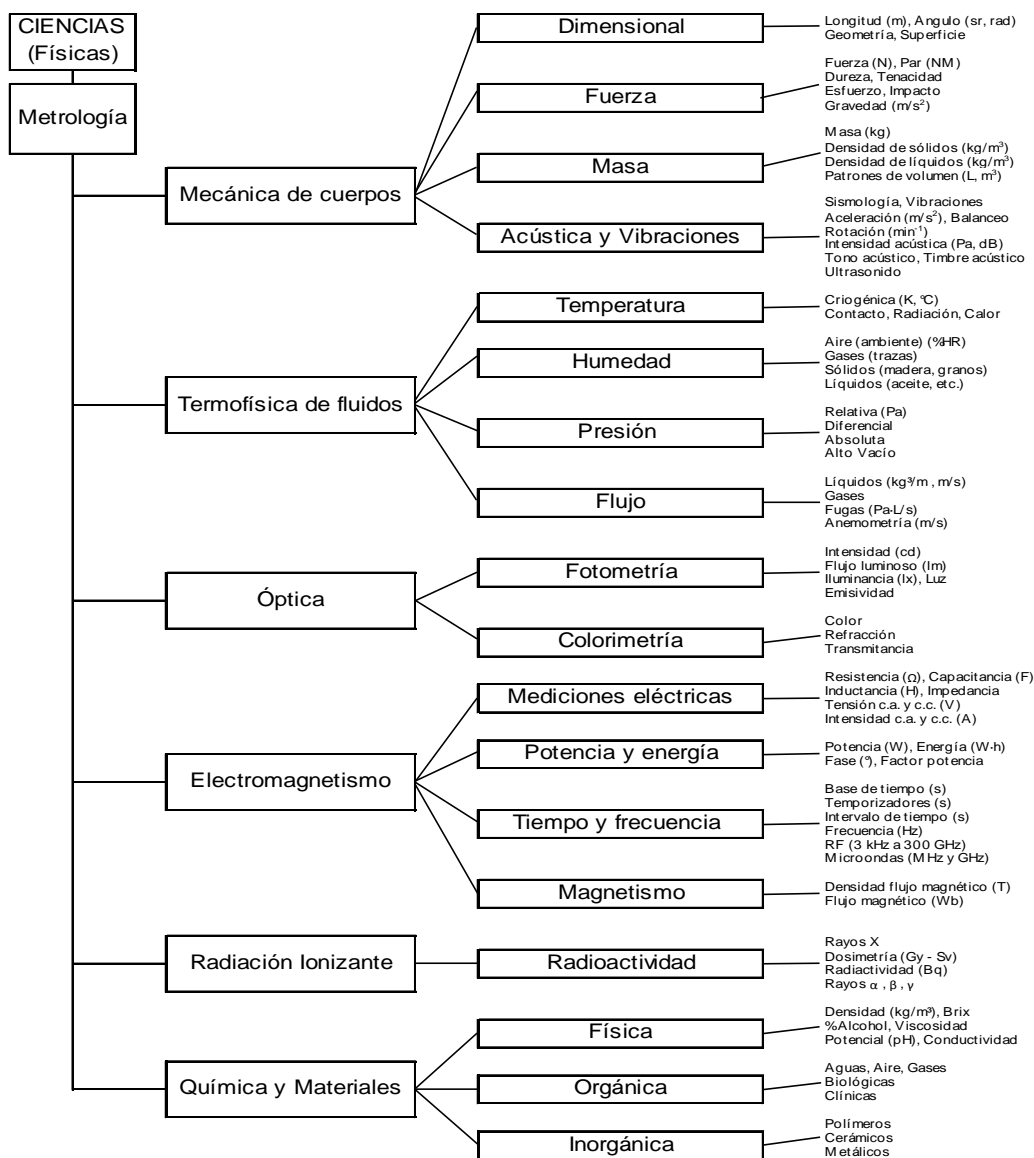
con una incertidumbre de medida asociada generalmente menor. (JMC 200, 2008).

El procedimiento de cómo medir para obtener resultados reproducibles también es importante y de hecho existen instrucciones precisas sobre cómo hacer la acción, qué unidades emplear y qué patrón utilizar. En el mundo real la forma de medir obedece a la siguiente secuencia: decidir qué medir; seleccionar la unidad acorde a la medida; seleccionar el instrumento de medida (calibrado) y aplicar el procedimiento acordado (Marbán, R. Pellecer, J., 2002).

“La ciencia es completamente dependiente de la medición, la disponibilidad de habilidades, desarrollo e implementar sistemas de medición que combinados con los conocimientos, generan la ciencia de las mediciones, la metrología. La metrología se puede describir como un iceberg con una pequeña superficie, conocida y aplicada por todos y con una gran parte oculta, investigada y aplicada únicamente por unos cuantos” (La Guía MetAs, 2006-octubre).

Es importante reconocer que existen diferentes niveles y áreas de la metrología, y que se pueden clasificar de diferentes maneras, y la capacidad de medición depende del conocimiento que se tenga de la metrología y que puede ser expresado como incertidumbre de la medición. Cada uno de los elementos que se puedan conjugar en una medición cumple un papel importante de acuerdo a su aplicación y al campo en particular, como se observa en la figura a continuación.

Figura 3. Áreas de la metrología



Fuente: (MetAs, 2006-junio).

7.4.1. Calibración

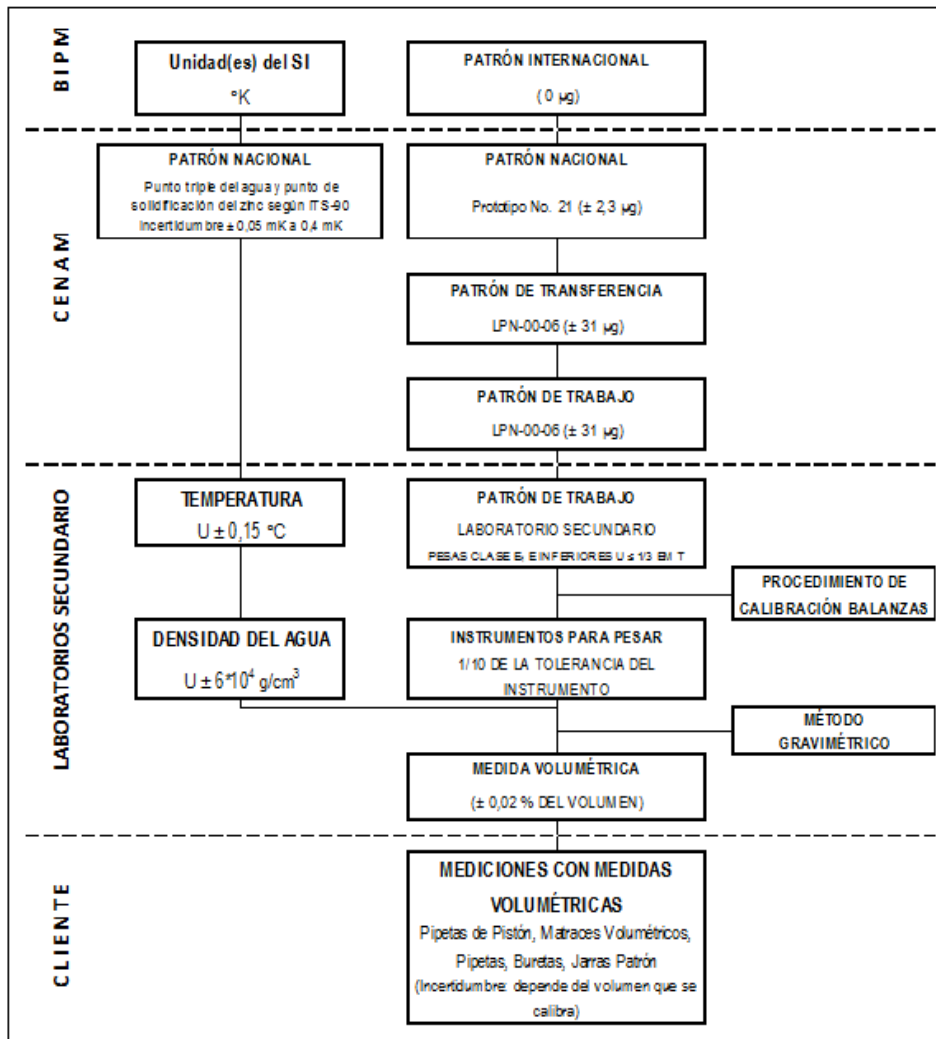
“Calibración es la operación que bajo condiciones especificadas establecen, en una primera etapa, una relación entre los valores y sus incertidumbres de medida asociadas a partir de los patrones de medida, y las correspondientes indicaciones con sus incertidumbres asociadas y, en una segunda etapa, utiliza esta información para establecer una relación que permita obtener un resultado de medida a partir de una indicación. Conviene no confundir la calibración con el ajuste de un sistema de medida, a menudo llamado incorrectamente “auto calibración”, ni con una verificación de la calibración” (JMC 200, 2008).

Frecuentemente se confunden estos términos por falta de conocimiento.

"La jerarquía de calibración es la secuencia de calibraciones desde una referencia hasta el sistema de medida final, en el cual el resultado de cada calibración depende del resultado de la calibración precedente. La incertidumbre va aumentando necesariamente a lo largo de la secuencia de calibraciones" (JMC 200, 2008). Si en una calibración no se declara la incertidumbre de la medición no existe trazabilidad.

Un ejemplo de carta de trazabilidad de las mediciones realizadas con una medida volumétrica que ha sido calibrada por el método gravimétrico, se muestra en la figura 4, donde se muestra la trazabilidad hasta el patrón internacional de masas mantenido en el Bureau Internacional de Pesas y Medidas (BIPM).

Figura 4. Trazabilidad hasta el patrón internacional



Fuente: (Trujillo, S., Arias, R., 2000).

7.4.2. Trazabilidad

Los requisitos sobre la trazabilidad de las mediciones que deben cumplir los laboratorios se exponen en el capítulo 5; trazabilidad de la medición, de la

Norma (Coguanor NTG/ISO/IEC 17025:2005), “Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración” y el documento (ILAC-P10:2002), “Política de trazabilidad para los resultados de medición” (OGA-GEC-011, 2013).

La estructura organizacional metrológica para la trazabilidad de los resultados de calibraciones hacia patrones nacionales, se presenta a continuación en la tabla II.

Tabla II. **Estructura organizacional metrológica para la trazabilidad**

Responsable	Tareas	Respaldo para la calibración o medición	Documentación de la calibración o medición
Organismo nacional de metrología	Conservar y disseminar los patrones nacionales	Mandato de representación de las unidades del SI y aseguramiento de la comparabilidad internacional	Certificado de calibración para el patrón de referencia
Laboratorio de calibración acreditado	Salvaguardar la infraestructura metrológica del país	Certificado de calibración emitido por el organismo nacional de metrología u otro laboratorio de calibración acreditado	Certificado de calibración para el patrón de trabajo o de la entidad que ejecuta las mediciones
Laboratorio interno de calibración, de la entidad que ejecuta las mediciones o ensayos	Supervisar el equipo de medición o ensayo, para propósitos internos	Certificado de calibración emitido por el organismo nacional de metrología o un laboratorio de calibración acreditado	Certificado de calibración emitido por el fabricante, etiqueta de calibración o su equivalente, para el equipo de medición o ensayo
Todas las secciones de la entidad que ejecuta las mediciones o ensayos	Medir o ensayar	Certificado de calibración emitido por el fabricante, etiqueta de calibración o su equivalente	Informe de medición o ensayo, o su equivalente

Fuente: (OGA-GEC-011, 2013).

Según (OGA-GEC-011, 2013) “en todos los casos, siempre que sea posible, y teniendo en cuenta los equipos y las calibraciones pertinentes a sus alcances de medición, los laboratorios de ensayos o calibración obtendrán su trazabilidad de alguna de las formas siguientes:

- Directamente de los patrones nacionales de las unidades de medida del Laboratorio Nacional de Metrología u otra institución nacional de metrología que sea apropiada, o
- De un laboratorio de calibración que pueda demostrar su competencia, capacidad de medición y trazabilidad con una incertidumbre de medición apropiada, por ejemplo, un laboratorio de calibración acreditado por un organismo de acreditación u otro miembro del acuerdo de reconocimiento de IAAC o ILAC”.

Todo laboratorio que haya sido reconocido por un organismo de evaluación de la conformidad, debe obtener la trazabilidad para sus patrones de medida a través de un laboratorio debidamente acreditado, para que sus resultados sean aceptados por el organismo que lo acreditó.

7.4.3. Incertidumbre

El objetivo de la medición es obtener experimentalmente uno o varios valores que pueden atribuirse razonablemente a una magnitud. Durante la realización de una medición intervienen una serie de factores que determinan su resultado.

A la hora de expresar el resultado de una medición de una magnitud física, es obligada dar alguna indicación cuantitativa de la calidad del resultado, de

forma que quienes utilizan dicho resultado puedan evaluar su idoneidad. Sin dicha indicación, las mediciones no pueden compararse entre sí, ni con otros valores de referencia dados en especificaciones o normas. Por ello es necesario establecer un procedimiento fácilmente comprensible y aceptado universalmente para caracterizar la calidad del resultado de una medición; esto es, para evaluar y expresar su incertidumbre.

El concepto de incertidumbre como atributo cuantificable es relativamente nuevo en la historia de la medición, a pesar de que conceptos como error y análisis de errores han formado parte desde hace mucho tiempo de la práctica de la ciencia de la medida o metrología. Actualmente está ampliamente reconocido que aun cuando se hayan considerado todas las componentes conocidas o sospechadas del error, y se hayan aplicado las correcciones oportunas, aún existe una incertidumbre asociada a la corrección del resultado final; esto es, una duda acerca de la bondad con que el resultado final representa al valor de la magnitud medida. (JCGM 100, 2008).

El método ideal para evaluar y expresar la incertidumbre del resultado de una medición debe ser según (JCGM 100, 2008).

- Universal: el método debe ser aplicable a toda clase de mediciones y a todo tipo de datos de entrada empleados en mediciones.

La magnitud utilizada para expresar la incertidumbre debe ser:

- Consistente internamente: debe obtenerse directamente a partir de las componentes que contribuyen a ella, así como ser independiente de como estén agrupadas dichas componentes y de la descomposición de sus componentes en subcomponentes.

- Transferible: debe ser posible utilizar directamente la incertidumbre obtenida para un resultado, como componente en la evaluación de la incertidumbre de otra medición en la que intervenga ese primer resultado.

Según (JCGM 100, 2008), “la incertidumbre de un resultado de medida consta generalmente de varias componentes, que pueden agruparse en dos tipos, según el modo en que se estime su valor numérico: tipo A, aquellas que se evalúan por métodos estadísticos, y tipo B, aquellas que se evalúan por otros medios. No siempre existe una simple correspondencia entre la clasificación en tipo A y tipo B, y la clasificación en “aleatoria” y “sistemática” utilizada anteriormente para incertidumbres”.

Si un laboratorio tiene la capacidad de identificar y cuantificar muchas fuentes de incertidumbre puede asegurar de una mejor manera la calidad de proceso de estimación de la incertidumbre de medición.

De acuerdo a (CENAM & EMA, 2009), cualquier informe detallado de la incertidumbre debe incluir una lista completa de las componentes, especificando para cada una el método utilizado para obtener su valor numérico.

- Las componentes de tipo A se expresan por medio de varianzas estimadas s_i^2 (o las “desviaciones típicas” estimadas s_i) y el número de grados de libertad ν_i . Cuando sea necesario, se darán las covarianzas. Es un método de evaluación de la incertidumbre mediante análisis estadístico de series de observaciones.
- Grados de libertad asociados con las principales fuentes de incertidumbres que intervienen en la estimación de incertidumbre para

recipientes volumétricos, se utiliza la fórmula de Welch-Satterhwaite para determinar los grados efectivos de libertad, (véase tabla III).

Tabla III. Grados de libertad

Fuente de incertidumbre	Grados de libertad ν
Repetibilidad	n - 1
Resolución de la balanza	100
Calibración de la balanza	50
Densidad del agua	100
Densidad del aire	100
Densidad de las pesas de la balanza	100
Coefficiente cúbico de expansión	100
Resolución del termómetro	100
Calibración del termómetro	50
Temperatura del dispositivo	100

Fuente: (CENAM & EMA, 2009)

- Las componentes de tipo B deben expresarse por medio de varianzas estimadas u_j^2 , que pueden considerarse como aproximaciones a las varianzas correspondientes, cuya existencia se supone. Las magnitudes u_j^2 pueden tratarse como varianzas y las u_j como desviaciones típicas. Cuando sea necesario, las covarianzas deben ser tratadas de modo similar. Es un método de evaluación de la incertidumbre por medios distintos al análisis estadístico de series de observaciones (JCGM 100, 2008).

- “Incertidumbre típica combinada, es el resultado de una medición, cuando el resultado se obtiene a partir de los valores de otras magnitudes, igual a la raíz cuadrada positiva de una suma de términos, siendo éstos las varianzas o covarianzas de esas otras magnitudes, ponderadas en función de la variación del resultado de medida con la variación de dichas magnitudes” (JCGM 100, 2008). Esta incertidumbre es la sumatoria de todas las fuentes de incertidumbre tipo A y tipo B que el laboratorio es capaz de poder identificar y cuantificar.
- Incertidumbre expandida es la magnitud que define un intervalo en torno al resultado de una medición, y en el que se espera encontrar una fracción importante de la distribución de valores que podrían ser atribuidos razonablemente al mensurando (JCGM 100, 2008).
- Factor de cobertura, es un factor numérico utilizado como multiplicador de la incertidumbre típica combinada, para obtener la incertidumbre expandida.

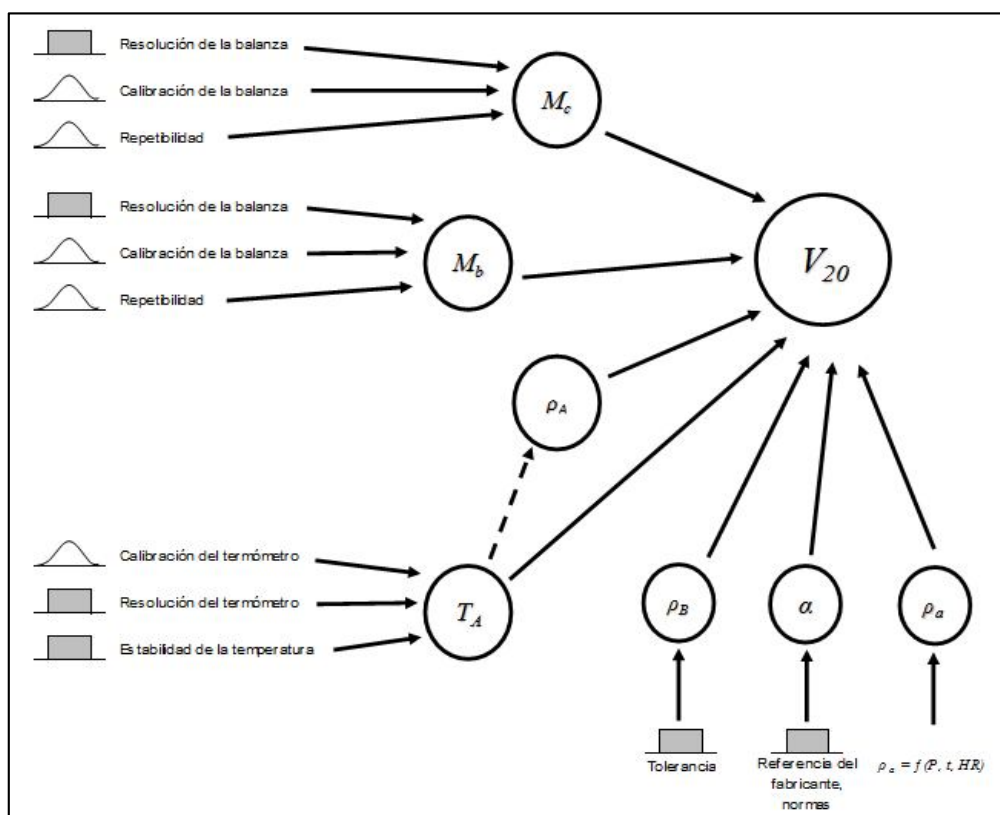
Según (JCGM 200, 2008), la definición formal del término “incertidumbre de medida”, adoptada es la siguiente: parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de los valores atribuidos a un mensurando, a partir de la información que se utiliza.

Según (JCGM 100, 2008), en la práctica existen numerosas fuentes posibles de incertidumbre en una medición, entre ellas, (ver diagrama de fuentes de incertidumbre en la figura 5):

- a) Definición incompleta del mensurando.
- b) Realización imperfecta de la definición del mensurando.
- c) Muestra no representativa del mensurando, la muestra analizada puede no representar al mensurando definido.
- d) Conocimiento incompleto de los efectos de las condiciones ambientales sobre la medición, o medición imperfecta de dichas condiciones ambientales.
- e) Lectura sesgada de instrumentos analógicos, por parte del técnico.
- f) Resolución finita del instrumento de medida o umbral de discriminación.
- g) Valores inexactos de los patrones de medida o de los materiales de referencia.
- h) Valores inexactos de constantes y otros parámetros tomados de fuentes externas y utilizadas en el algoritmo de tratamiento de los datos.
- i) Aproximaciones e hipótesis establecidas en el método y en el procedimiento de medida.
- j) Variaciones en las observaciones repetidas del mensurando, en condiciones aparentemente idénticas.
- k) Estas fuentes no son necesariamente independientes, y algunas de ellas, de a) a i), pueden contribuir en j). Por supuesto, un efecto sistemático no

identificado no puede ser tenido en cuenta en la evaluación de la incertidumbre del resultado de una medición, aunque contribuirá a su error.

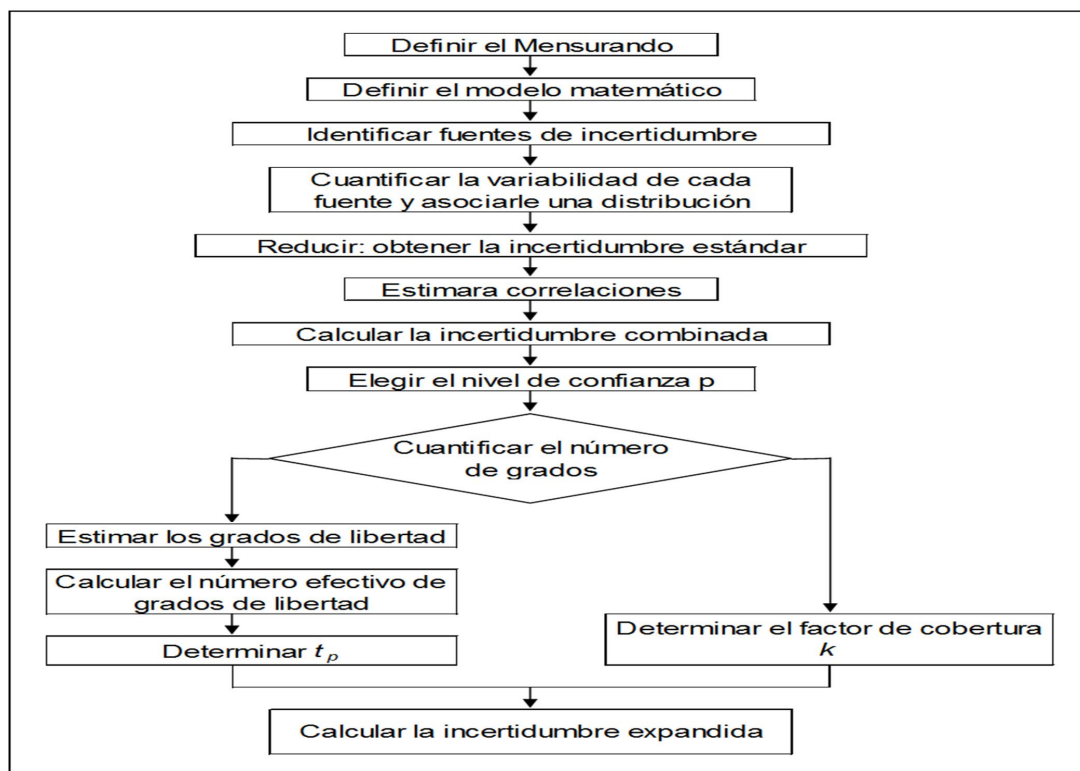
Figura 5. Diagrama de las fuentes de incertidumbre



Fuente: (Trujillo, S., Arias, R., 2000).

Para estimación de la incertidumbre ver la figura 6, pasos para el cálculo de la incertidumbre. Este proceso es aplicable a cualquier magnitud de medición.

Figura 6. Pasos para el cálculo de la incertidumbre



Fuente: (ECA-MC-P20-G01, 2004).

7.5. Método gravimétrico

Es un método analítico cuantitativo, es decir que determina la cantidad de sustancia, midiendo el peso de la misma con una balanza analítica sin llevar a cabo el análisis por volatilización.

7.5.1. Principio de medición

La calibración de los recipientes volumétricos de vidrio para laboratorio consiste en determinar el volumen de agua contenida o entregada por el recipiente. Este volumen de agua (V_{20}), se conoce midiendo la masa de agua y determinado su densidad a la temperatura de prueba, para lo cual se mide la masa del recipiente vacío (M_b) y después del recipiente lleno con agua destilada hasta la marca de aforo (M_c); la diferencia de masa de ambas mediciones será la masa de agua contenida en el recipiente.

Considerando las correcciones por flotación y la diferencia de temperatura respecto a la temperatura de referencia de 20 °C y la temperatura del recipiente durante las mediciones (T_A), el mensurando V_{20} se calcula por medio de la siguiente ecuación por lo que constituye el modelo matemático (BS EN ISO 4787, 2011):

$$V_{20} = (M_c - M_b) * \left(\frac{1}{\rho_A - \rho_a}\right) * \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_B}\right) * (1 - \alpha(T_A - 20)) \quad (1)$$

Donde:

V_{20} Es el volumen de agua contenido en el recipiente a la temperatura de 20 °C, (cm^3).

$M_c - M_b$ Es la masa del recipiente con agua (M_c) menos la masa del recipiente vacío (M_b); es decir, la masa de agua contenida en el recipiente (g).

ρ_A Es la densidad del agua que se usa en la calibración, (g/cm^3) (BS EN ISO 4787, 2011).

ρ_a Es la densidad del aire a las condiciones ambientales del laboratorio, (g/cm^3) (Becerra, L. O., Guardado, M. E., 2001).

ρ_B Es la densidad de las pesas de la balanza (8000 kg/m^3), (OIML R 33, 2004).

“Cuando se expresa el valor de un mensurando, debe darse la mejor estimación de su valor, así como la mejor evaluación de la incertidumbre de dicha estimación ya que, si la incertidumbre debiera apartarse de su valor correcto, normalmente no sería posible decidir la dirección hacia la que se apartaría de forma segura. Una subestimación de las incertidumbres podría entrañar un exceso de confianza en los valores que están en cuestión, con consecuencias imprevisibles, cuando no desastrosas” (JCGM 100, 2008).

“Una sobreestimación deliberada de las incertidumbres podría también tener repercusiones indeseables. Podría suponer, por ejemplo, el que los usuarios de equipos de medida debieran adquirir instrumentos más caros de lo necesario, u obligarles a rechazar inútilmente productos costosos, o incluso a no aceptar los servicios ofrecidos por un laboratorio de calibración” (JCGM 100, 2008).

Ciertamente de aquí radica la importancia que la industria de Guatemala debería darle al tema de la calibración de sus instrumentos de medida, como parte fundamental en la gestión de la calidad, tomando como base las diferentes ramas de la metrología en todos sus procesos.

7.5.2. Factores de corrección por la indicación del instrumento para pesar y del efecto del empuje del aire

“Según (La Guía MetAs, 2007-enero), “la indicación de un instrumento para pesar es ajustada en unidades de masa, debido a que el instrumento para pesar es ajustado a la densidad del aire normalizado de 1,2 kg/m³ por convención y a una densidad convencional de las pesas de 8 000 kg/m³, el cual también ha sido fijado por convención. Para instrumentos para pesar fabricados antes del 1975, la densidad de referencia de las pesas de 8 400 kg/m³, fue usada también. Debido a esto los instrumentos para pesar indican la masa convencional de la masa, en lugar del valor de masa de un objeto. Para la determinación del volumen real es necesario el valor de masa del objeto”.

En los países en desarrollo como Guatemala la industria no avanza a la misma velocidad de las nuevas tecnología, muestra de ello es que siguen utilizando maquinaria, equipos, instrumentos de medición, etc., con tecnologías obsoletas.

El valor de masa (m_{objeto}) de un objeto a partir del peso indicado en el instrumento para pesar m_w , se determina mediante la ecuación:

$$m_{objeto} = m_w \frac{1 - \frac{\rho_0}{\rho_m}}{1 - \frac{\rho_a}{\rho_{objeto}}} * \frac{1 - \frac{\rho_{aj}}{\rho_j}}{1 - \frac{\rho_0}{\rho_j}} \quad (2)$$

Dónde:

m_{objeto} masa del objeto en kg,

m_w indicación del instrumento para pesas en kg,

ρ_{objeto}	densidad del objeto artefacto en kg/m ³
ρ_o	densidad del aire normalizado kg/m ³
ρ_a	densidad del aire durante la medición kg/m ³
ρ_m	densidad convencional de las pesas 8 000 kg/m ³
ρ_j	densidad de las pesas en ajuste auto calibración kg/m ³
ρ_{aj}	densidad del aire durante el ajuste auto calibración kg/m ³

7.5.3. Conversión del valor de masa del agua calculada al volumen a la temperatura de medición

El volumen contenido en un recipiente volumétrico a la temperatura de medición es calculado a partir de la relación entre la masa del agua (objeto) y la densidad de la misma a la temperatura de medición. (La Guía MetAs, 2007-enero).

$$V_{agua} = \frac{m_{agua}}{\rho_{agua}} = \frac{1}{\rho_{agua}} * m_w * \frac{1 - \frac{\rho_a}{\rho_m}}{1 - \frac{\rho_a}{\rho_{agua}}} = (M_c - M_b) * \left(\frac{1}{\rho_{agua} - \rho_a} \right) * \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_m} \right) \quad (3)$$

7.5.4. Factor de corrección por temperatura

Según (La Guía MetAs, 2007-enero), “cuando la temperatura de medición del recipiente es diferente a la referencia de su escala, hay que inducir una corrección por temperatura para tener en cuenta la variación producida en su

volumen. Para determinar el volumen real de un recipiente volumétrico a la temperatura de referencia 20 °C se obtiene con la expresión”

$$1 - \alpha_c * (t_{recipiente} - t_r) \quad (4)$$

Si no se quisiera hacer corrección alguna es necesario que el laboratorio garantice ciertas condiciones ambientales dentro de los límites de referencia.

7.6. Equipos y líquido de calibración

Los equipos y líquido de calibración que se mencionan a continuación son elementos indispensables en la calibración de los recipientes volumétricos de vidrio por el método gravimétrico.

7.6.1. Balanza

La balanza con una resolución y la desviación estándar apropiada para el volumen seleccionado del aparato bajo prueba nos dan como resultado lo que se puede observar en la tabla IV (BS EN ISO 4787, 2011).

Tabla IV. **Balanzas recomendadas**

Volumen seleccionado bajo prueba	Resolución Mg	Desviación estándar (Repetibilidad) mg	Linealidad mg
100 μL < V \leq 10 ml	0,1	0,2	0,2
10 μL < V < 1 000 ml	1	1	2
1 000 μL \leq V \leq 2 000 ml	10	10	20
V > 2 000 ml	100	100	200

Fuente: (BS EN ISO 4787, 201).

7.6.2. Termómetro

Termómetro para medir la temperatura del líquido de calibración (agua) con un error de medición de 0,2 °C para los volúmenes de líquidos < 1 000 ml y con un error de medición de 0,1 °C para volúmenes de líquidos \geq 1 000 ml (BS EN ISO 4787, 2011).

7.6.3. Barómetro

Barómetro, para medir la presión atmosférica en la cámara de ensayo con un error máximo de medición de 1 kPa (BS EN ISO 4787, 2011).

7.6.4. Higrómetro

Se utiliza para medir la humedad en la habitación de prueba con un error de medición máximo de 5 % dentro del rango de humedad del 35 % a 85 % (BS EN ISO 4787, 2011).

7.6.5. Agua

El agua utilizada para la calibración de los medidores volumétricos de vidrio debe cumplir con la clasificación que se menciona a continuación.

7.6.5.1. Clasificación

Según (BS EN ISO 3696, 1995), la clasificación de los grados que debe tener el agua para llevar a cabo la calibración es la siguiente.

7.6.5.1.1. Grado 1

Esencialmente libre de iónica disuelta o coloidal y contaminantes orgánicos y adecuados con los más estrictos requisitos analíticos, incluyendo los de cromatografía líquida de alta resolución, en caso de ser producido por el tratamiento adicional de agua de grado 2 (para ejemplo ósmosis inversa o deionización seguido por filtración a través de un filtro de membrana de poro tamaño 0,2 μm para eliminar partículas o redestilación de un aparato de sílice fundido) (BS EN ISO 3696, 1995).

7.6.5.1.2. Grado 2

Muy bajo en inorgánicos, orgánicos o coloidales contaminantes y adecuados para propósitos de análisis sensitiva, incluyendo la espectrometría de absorción atómica (AAS) y la determinación de los constituyentes en cantidades de trazas, deben ser producidos, por ejemplo, por destilación múltiple, o por deionización u ósmosis inversa seguido por destilación (BS EN ISO 3696, 1995).

7.6.5.1.3. Grado 3

Adecuado para la mayoría de trabajos de laboratorio de química húmeda y la preparación de las soluciones de reactivos; debe ser producido, por ejemplo, mediante destilación simple, por deionización, o por ósmosis inversa, a menos que se especifique lo contrario, se debe utilizar para trabajos analíticos ordinarios. (BS EN ISO 3696, 1995).

El agua utilizada en la calibración debe ser destilada o desionizada (grado 3) según la norma (BS EN ISO 3696, 1995). (Ver tabla V).

Tabla V. **Requisitos del agua grado 3**

Parámetro	Grado 3
pH a 25 °C	5 a 7,5
Conductividad eléctrica máxima a 25 °C	≤ 0,5 mS/m
Material oxidante máxima Contenido de oxígeno (O)	0,4 mg/L
Residuos máximos después de evaporación sobre calentamiento a 100 °C	2 mg/kg

Fuente: (BS EN ISO 3696, 1995).

7.6.5.1.4. Coeficiente cúbico de expansión térmica

El coeficiente cúbico de expansión térmica se obtiene de la literatura de acuerdo con el tipo de material del cual están contruidos los equipos volumétricos. Se muestran algunos coeficientes cúbicos de expansión térmica para materiales de vidrio en la tabla VI (BS EN ISO 4787, 2011).

Tabla VI. **Coefficiente cúbico de expansión térmica**

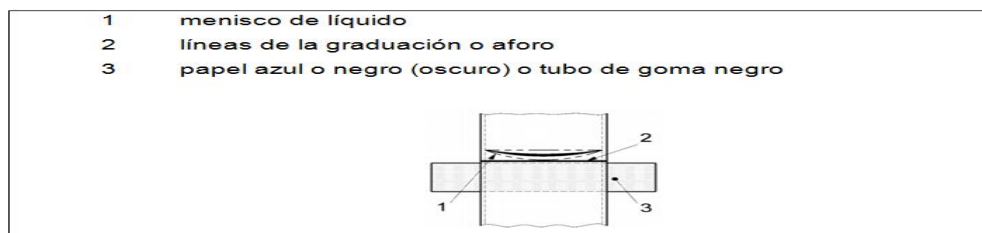
Material	Coefficiente Cúbico de expansión térmica α_c
Vidrio de Borosilicato 3.3	$9,9 \cdot 10^{-6} \text{ } 1/^{\circ}\text{C}$
Vidrio de Borosilicato 5.0	$15 \cdot 10^{-6} \text{ } 1/^{\circ}\text{C}$
Vidrio sódico-cálcico	$27 \cdot 10^{-6} \text{ } 1/^{\circ}\text{C}$

Fuente: (BS EN ISO 4787, 2011).

7.6.5.1.5. Menisco de líquidos transparentes

El menisco se fijará de manera que el plano del borde superior de la línea de graduación es horizontal tangencial hasta el punto más bajo del menisco, la línea de visión de estar en el mismo plano (véase figura 7) (BS EN ISO 4787, 2011).

Figura 7. **Configuración del menisco con líquidos transparentes**



Fuente: (BS EN ISO 4787, 2011).

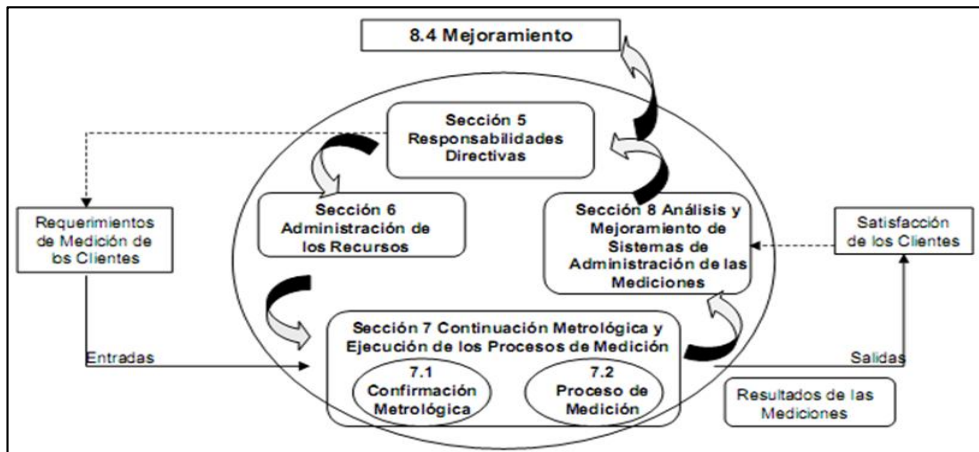
La iluminación debe ser colocada de manera que el menisco se ve oscuro y distinto en su contorno. Para este propósito, se deben ser vistos contra un fondo blanco y la sombra de la iluminación deseada. Esto se puede lograr, por ejemplo, asegurando una tira de papel negro o azul directamente por debajo del nivel de la línea de graduación o el anillo marca o mediante el uso de una sección corta de grueso tubo de goma negro cortado abierto por un lado y de un tamaño que cierre el tubo firmemente (BS EN ISO 4787, 2011).

El material volumétrico que tienen líneas de graduación sólo en la parte delantera, de paralaje puede hacerse insignificante al hacer un ajuste en el borde superior de la línea mediante el uso de la banda de sombreado negro, teniendo cuidado de que la parte superior borde de esto es en un plano horizontal. En este caso, se colocará el ojo de modo que la parte delantera y trasera de las porciones el borde superior parece ser coincidente (BS EN ISO 4787, 2011).

7.7. Confirmación metrológica

Uno de los principios de administración establecidos en (ISO 9000, 2005) aborda el enfoque orientado a procesos. Los procesos de medición debieran ser considerados como procesos específicos orientados a apoyar la calidad de los productos manufacturados por la organización en cuestión. La aplicación del modelo de un sistema de administración de las mediciones que aplica a esta norma internacional se muestra en la figura 8.

Figura 8. **Modelo de un sistema de administración de las mediciones**



Fuente: (ISO 10012, 2003).

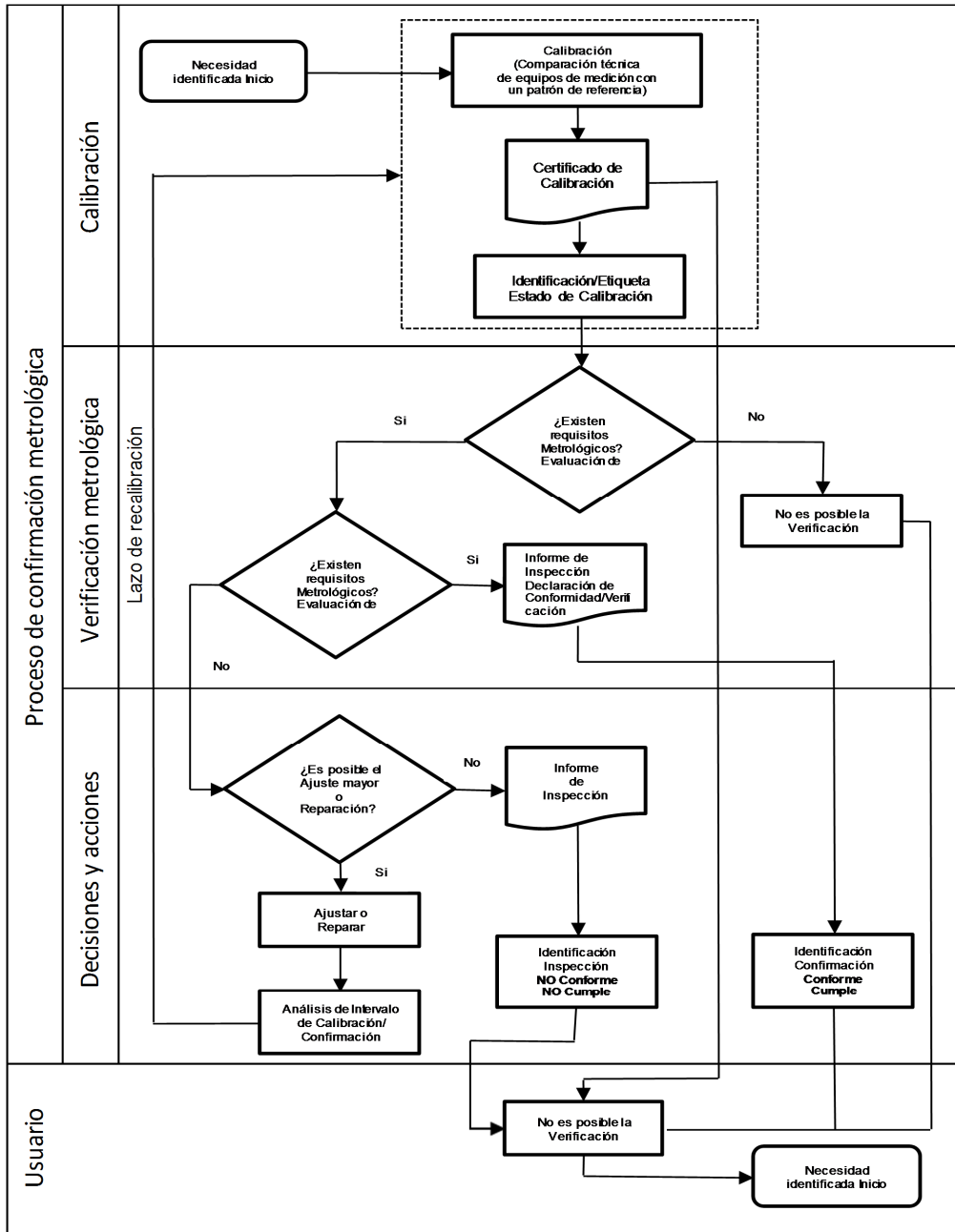
Según (ISO 10012, 2003), el proceso de confirmación metroológica se define como: "el conjunto de operaciones necesarias para asegurar que el equipo de medición cumple con los requisitos para su uso previsto. La confirmación metroológica generalmente incluye calibración y/o verificación, cualquier ajuste necesario o reparación y posterior recalibración, comparación con los requisitos metroológicos para el uso previsto del equipo de medición, así como cualquier sellado y etiquetado requerido".

En toda industria manufacturera existen instrumentos de medida y a cada uno de los mismos se les debe realizar este tipo de gestión de medición, para alargar su vida útil y disminuir el riesgo de generar costos de no calidad en la organización como puede verse en la figura 9.

Según (ISO 10012, 2003), "la confirmación metrológica no se consigue hasta que se demuestre y documente la adecuación de los equipos de medición para la utilización prevista. Los requisitos relativos a la utilización prevista pueden incluir consideraciones tales como el alcance, la resolución, los errores máximos permisibles, etc. Los requisitos de confirmación metrológica normalmente son distintos de los requisitos del producto y no se encuentran especificados en los mismos".

Es importante no confundir la calibración con los procesos de: ajuste, inspección, verificación, validación, evaluación de conformidad, mantenimiento o reparación. En organizaciones en donde el tema de la confirmación metrológica es nulo se comete el error de creer que estos términos son iguales.

Figura 9. Proceso de confirmación metrológicas



Fuente: (ISO 10012, 2003).

7.7.1. Calibración

Según (JCGM 200, 2008), “Una calibración puede expresarse mediante una declaración, una función de calibración, un diagrama de calibración, una curva de calibración o una tabla de calibración. En algunos casos, puede consistir en una corrección aditiva o multiplicativa de la indicación con su incertidumbre correspondiente”. En todos los casos la calibración debe ser registrada en un documento denominado certificado o informe de calibración, que cumpla con los requisitos mínimos de la Norma Coguanor NTG/ISO/IEC 17025:2005.

7.7.1.1. Informe de calibración (certificado)

Según (Coguanor NTG/ISO/IEC 17025:2005), el informe de calibración (certificado) es el documento en el cual se reportan los resultados de la calibración de los equipos de medición. Los resultados mínimos de todo informe de calibración que cumpla con los requisitos son:

- Resultados cuantitativos, como son errores o correcciones, e incertidumbre de calibración.
- Evidencia de la trazabilidad a laboratorios nacionales que representan la magnitudes del sistema internacional de unidades (SI).
- Condiciones durante la calibración.

El informe de calibración puede ir acompañado de etiquetas y u o sellos que identifiquen el estado de calibración o confirmación del equipo, como: “calibrado”.

7.7.2. Verificaciones metrológicas

“El proceso de verificación metrológica implica la evaluación objetiva de: las características metrológicas del equipo de medición obtenidas como resultado de la calibración, contra los requisitos metrológicos establecidos para el proceso” (La Guía MetAs, 2004-abril). Regularmente este proceso es realizado por el dueño del instrumento de medida, de dos maneras, una internamente con sus propios recursos y la otra manera es a través de un laboratorio de calibración.

7.7.2.1. Requisito

De acuerdo con (ISO 9000, 2005), el requisito relativo a la calidad se define como: “necesidad o expectativa establecida, generalmente implícita u obligatoria”.

En el proceso de confirmación metrológica, el requisito se refiere a las necesidades metrológicas del proceso, dichas necesidades son conocidas como la capacidad medición requerida. La capacidad de medición requerida se obtiene mediante el proceso de evaluación de consistencia metrológica sugerido por (ISO 9001, 2008).

7.7.2.2. Evaluación de consistencia

De acuerdo con (ISO 9001, 2008), “la organización deberá establecer procesos (confirmación metrológica) para asegurarse de que el monitoreo y medición puede realizarse y se lleva a cabo de tal manera que es consistente con los requisitos de monitoreo y medición (del proceso)”. Este proceso es una

herramienta útil para determinar los requisitos de metrológicos del proceso en base a la variabilidad, especificaciones técnicas y riesgo del mismo.

7.7.2.3. Verificación

De acuerdo con (ISO 9000, 2005), la verificación relacionada con los conceptos de examen, se define como: Confirmación mediante la aportación de evidencia objetiva de que se han cumplido los requisitos especificados.

7.7.2.4. Inspección

De acuerdo con (ISO 9000, 2005), la inspección relacionada con los conceptos de examen, se define como: “evaluación de conformidad por medio de observación y dictamen, acompañada cuando se apropiado por: medición, ensayo/prueba o comparación con patrones.”

7.7.2.5. Evaluación de conformidad

De acuerdo con (ISO 14253-1,1998), “la organización deberá determinar si los resultados de la calibración (errores e incertidumbres) del equipo de medición cumplen o no cumplen con los requisitos metrológicos (capacidad de medición requerida) establecidos para el proceso mediante la evaluación de consistencia”. De no cumplir con los requisitos el equipo de medición debe ser revisado para determinar si necesita algún ajuste y posteriormente debe ser calibrado nuevamente.

7.7.3. Decisiones y acciones

“Es el proceso referente a la toma de decisiones y acciones con respecto a los resultados de la confirmación metrológica incluye: ajuste, reparación/mantenimiento, informe de inspección, sellado y etiquetado de identificación del estado de confirmación, análisis de intervalo de calibración/confirmación” (La Guía MetAs, 2003-junio). Cualquier decisión tomada deberá ser ejecutada internamente con los recursos propios o a través de un proveedor externo, estos podrán ser laboratorios de calibración y/o de ensayo o centros de servicios.

7.8. Buenas prácticas de medición

Es importante y necesario hacer uso de las buenas prácticas de medición que se mencionan a continuación para obtener una medición de calidad.

7.8.1. Condiciones de medición y calibración

Las mismas fuentes de error son inherentes en la calibración y en el uso de los recipientes volumétricos. Los recipientes deberán utilizarse de la misma forma en la que se calibraron, esto es para contener o para entregar. Los factores que afectan la exactitud volumétrica de los recipientes son los siguientes (CENAM & EMA, 2009):

- Temperatura
- Equipo e instrumentos de medición
- Limpieza del material volumétrico
- Lectura y ajuste del menisco

7.8.1.1. Temperatura

“La capacidad de un recipiente volumétrico varía con la temperatura. Por este motivo es importante equilibrar el líquido de prueba y el recipiente a la temperatura de referencia antes de su calibración. Se considera una buena práctica atemperar además del líquido y el recipiente, todo el equipo y material que se usará, dejándose por lo menos 12 horas en el laboratorio donde se realizará la calibración” (CENAM & EMA, 2009). En muchas ocasiones no se puede lograr mantener la homogeneidad de la temperatura del recipiente y la del agua, por tal razón es necesario realizar correcciones por temperatura.

El laboratorio deberá observar la estabilidad de temperatura adecuada, de acuerdo al recipiente que se va a calibrar. La variación del volumen del recipiente depende también del coeficiente de dilatación cúbica del material del que está fabricado (CENAM & EMA, 2009).

7.8.1.2. Instrumentos de medición

"Todos los instrumentos que se utilizan deben estar calibrados con trazabilidad a patrones nacionales y contar con un documento que lo demuestre. Además deberán contar con un programa de verificación periódica que permita comprobar que los valores de calibración se mantienen. Los intervalos de verificación van a depender de la frecuencia y uso de los instrumentos, se sugiere que sean cada tres meses por lo menos" (CENAM & EMA, 2009). La balanza, los termómetros, el higrómetro y el barómetro, son instrumentos indispensables en la calibración de los recipientes volumétricos por el método gravimétrico.

7.8.1.3. Limpieza del material volumétrico

“Para tener la seguridad de que un recipiente de vidrio está adecuadamente limpio, éste deberá observarse durante el llenado: la superficie del vidrio deberá permanecer uniformemente húmeda y el menisco se observa sin deformación o distorsiones en las orillas” (CENAM & EMA, 2009). Es importante asegurar que las superficies internas de los recipientes volumétricos están suficientemente limpias antes de ser calibrados, ya que cualquier superficie contaminada afecta el humedecimiento, la entrega característica y la definición del menisco.

7.8.1.4. Lectura y ajuste del menisco

Según (CENAM & EMA, 2009), "al hacer el ajuste del menisco, el utensilio o recipiente deberá colocarse frente una fuente de luz. Si se coloca un material oscuro por detrás del recipiente y aproximadamente 1 milímetro abajo del menisco, se observa el punto más bajo del menisco como un perfil oscuro y claramente visible contra la luz de fondo". La mayor fuente de error asociada con la determinación del volumen se encuentra en el proceso de ajuste del menisco, el cual depende del observador mismo y de la sección transversal del cuello donde se localiza el menisco.

En algunos recipientes de vidrio las líneas de aforo son muy cortas, de solo una cuarta parte de la circunferencia del cuello, bajo estas circunstancias, es necesario que el operador dirija su vista de acuerdo a su mejor estimación del plano horizontal de la línea graduada. Para disminuir el error en la transferencia del volumen, es importante que se use el mismo criterio de lectura de menisco durante la calibración y durante el uso del recipiente (CENAM & EMA, 2009).

7.8.1.4.1. Error relativo a la configuración de menisco

La mayor fuente de error experimental asociado con la determinación de volumen está en el ajuste del menisco que dependerá de la atención del operador, y se relaciona con la sección transversal de la tubería donde el menisco se encuentra (BS EN ISO 4787, 2011). Algunos valores típicos se dan en la tabla VII.

Tabla VII. Error relativo a la configuración del menisco

Error en la posición del menisco mm	Error en volumen en μL debido al diámetro del cuello			
	5 mm	10 mm	20 mm	30 mm
0,05	1	4	16	35
0,1	2	8	31	71
0,5	10	39	157	353
1	20	78	314	707
2	39	157	628	1 414

Fuente: (BS EN ISO 4787, 2011).

8. PROPUESTA DE ÍNDICE DE CONTENIDO

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

LISTA DE SÍMBOLOS

GLOSARIO

RESUMEN

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA Y PREGUNTAS DE INVESTIGACIÓN

OBJETIVOS

MARCO TEÓRICO

MARCO METODOLÓGICO

INTRODUCCIÓN

1. ANÁLISIS DE LA SITUACIÓN ACTUAL DEL LABORATORIO
 - 1.1. Aspectos generales del laboratorio
 - 1.1.1. Actividades del laboratorio
 - 1.1.2. Ubicación
 - 1.1.3. Estructura organizacional
 - 1.2. Situación actual del laboratorio
 - 1.2.1. Condiciones ambientales del laboratorio
 - 1.2.2. Inventario de los equipos del laboratorio
 - 1.2.3. Determinar estado de calibración de los equipos
 - 1.2.3.1. Elaboración de hojas de vida
 - 1.2.4. Análisis FODA del laboratorio
 - 1.2.4.1. Fortalezas
 - 1.2.4.2. Oportunidades
 - 1.2.4.3. Debilidades
 - 1.2.4.4. Amenazas

2. PROPUESTA DE LA IMPLEMENTACIÓN
 - 2.1. Planeación estratégica del laboratorio
 - 2.1.1. Visión
 - 2.1.2. Misión
 - 2.1.3. Principios y valores
 - 2.1.4. Políticas
 - 2.2. Documentación del procedimiento o metodología como herramienta de gestión de la calidad para la estimación de la incertidumbre de medición en la calibración de medidores volumétricos de vidrio
 - 2.3. Diseño de un modelo de hoja de cálculo en Microsoft Excel capaz de estimar la incertidumbre de medición en la calibración de medidores volumétricos de vidrio
 - 2.4. Definición de buenas prácticas de medición
 - 2.5. Determinación del volumen a 20 °C por el método gravimétrico
 - 2.6. Cálculo de la incertidumbre en la calibración
 - 2.6.1. Determinación de la incidencia en la incertidumbre de la variables de influencia
 - 2.6.1.1. Definición del mensurando
 - 2.6.1.2. Definición del modelo matemáticos
 - 2.6.1.3. Identificación de las fuentes de incertidumbre
 - 2.6.1.4. Cuantificación de la variabilidad de cada fuente y asociarle una distribución
 - 2.6.1.5. Obtención de la incertidumbre estándar
 - 2.6.2. Estimación de la incertidumbre expandida
 - 2.6.2.1. Cálculo de la incertidumbre combinada
 - 2.6.2.2. Elección del nivel de confianza

- 2.6.2.3. Estimación de los grados de libertad para cada fuente de incertidumbre
- 2.6.2.4. Determinación de los grados efectivos de libertad
- 2.6.2.5. Determinar el factor de cobertura
- 2.6.2.6. Calcular la incertidumbre expandida
- 2.7. Presupuesto de incertidumbres de la calibración de volumen
- 2.8. Control y registro

3. PRESENTACIÓN DE RESULTADOS

4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

CONCLUSIONES

RECOMENDACIONES

BIBLIOGRAFÍA Y REFERENCIAS

ANEXOS

9. METODOLOGÍA

9.1. Tipo de investigación

Por la ubicación de los hechos en el tiempo la investigación será prospectiva, la información de las calibraciones a los medidores volumétricos se recolecta según se van realizando las mismas en cada tipo de recipiente volumétrico de vidrio.

Según el período y secuencia del estudio; el diseño de la investigación es del tipo transversal ya que los datos de las calibraciones y fuentes de incertidumbres en los medidores volumétricos de vidrio son recolectados en un solo momento y la calibración hace referencia al mismo instante y bajo esas condiciones de medición.

Por la profundidad del estudio de las variables y el alcance de los resultados, se realizará un diseño de investigación descriptiva, con enfoque cuantitativo ya que la recolección de la información se realiza en un determinado momento conforme se realizan las calibraciones a los medidores volumétricos de vidrio, de acuerdo al modelo matemático dispuesto por el método gravimétrico para la determinación de volúmenes, cuyo motivo es describir las diferentes fuentes de incertidumbre, estimarlas y determinar el porcentaje de contribución de cada una en el presupuesto de incertidumbres.

Por el propósito del estudio se llevará a cabo un tipo de investigación aplicada, el resultado de una buena identificación de las fuentes de incertidumbre y cuantificación de éstas, determinará la calidad (confiabilidad y

exactitud) con que se está midiendo en el Laboratorio de Química de la Escuela de Química de la Facultad de Ingeniería de la USAC.

La implementación de la metodología para determinar el volumen en medidores de vidrio por medio del método gravimétrico se realizará en el Laboratorio de Química de la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería de la USAC, que le ayudará a esta unida a facilitar la enseñanza de las buenas prácticas de medición y calibración de medidores volumétricos de vidrio, a los diferentes usuarios del laboratorio, quienes serán los beneficiarios de la misma.

9.2. Área de estudio

La presente investigación se realizará en el Laboratorio de Química de la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería de la USAC.

9.3. Universo y muestra

El universo y la muestra en donde se va a realizar el presente estudio se describen a continuación.

9.3.1. Universo

La población en la cual se pretende aplicar los resultados es en las mediciones volumétricas que utilizan cristalerías en el Laboratorio de Química de la Escuela de Química de la Facultad de Ingeniería de la USAC, a todos los tipos de medidores volumétricos.

9.3.2. Muestra

Se establecerá el número total de cada tipo de recipientes volumétrico de vidrio y se escogerán aleatoriamente la muestra representativa para cada tipo.

9.4. Definición de variables e indicadores

Las variables que se medirán serán variables cuantitativas continuas, las variables e indicadores que sustentarán la investigación son las que se indican en la tabla VIII:

Tabla VIII. Variables e indicadores

Variable	Indicador	Instrumento
Volumen	Valor del volumen de agua (cm ³) a 20 °C, para cada tipo de recipiente de vidrio.	<ul style="list-style-type: none">• Balanza• Densidad el agua• Densidad del aire• Densidad de las pesas de la balanza• Coeficiente de expansión cúbica del vidrio• Temperatura del agua
Incertidumbre de la medición	Incertidumbre expandida a un nivel de confianza de 95,45 %, para cada tipo de recipiente de vidrio.	Combinación de las fuentes de incertidumbre del Tipo A y Tipo B Ecuación de Welch-Satterhwait

Fuente: elaboración propia.

9.5. Procedimiento para el desarrollo de la investigación

La investigación se desarrollará con el propósito de establecer la influencia de las fuentes de incertidumbre en la medición en la calibración de medidores volumétricos de vidrio, mediante la aplicación del método gravimétrico. El procedimiento a seguir en el desarrollo de la investigación va a ser el siguiente.

9.5.1. Fase I

Para el cumplimiento del primer objetivo se procederá en primer lugar a realizar el análisis situacional del laboratorio mediante la aplicación de entrevistas no estructuradas del tipo individual y personal al director de Escuela de Ingeniería Química y a los técnicos que en este laboran, que permitirán la familiarización y la obtención de información, opiniones, referencias y conocimientos técnicos precisos y detallada de las actividades que se ejecutan en el laboratorio, se realizarán preguntas generales, con el propósito de conducirla a la identificación de las condiciones del laboratorio, entre los recursos que se utilizarán serán grabadora y block de notas.

Se desarrollará un diagnóstico interno y externo a través del análisis FODA; seguidamente se va a documentar el procedimiento de calibración para la calibración de medidores volumétricos de vidrio cumpliendo con el numeral 5.4.6 de la Norma Coguanor NTG/ISO/IEC 17025, 2005; a través de la observación directa que constituye la principal fuente de información, ya que permite visualizar todas las actividades que se llevan a cabo para de esta manera detectar las condiciones o clima organizacional presentado.

Se diseñará de una hoja electrónica en formato Excel, para facilitar la obtención de los resultados de las calibraciones, a través del procedimiento documentado se describirá la manera de obtener información de las lecturas de los instrumentos de medida a través de observaciones directas, el uso del diagrama de Ishikawa para identificar la causa raíz de las fuentes de incertidumbre, con el uso de las medidas de tendencia central se cuantificarán las diferentes incertidumbres estándar de acuerdo a la distribución de cada una.

El resultado esperado describirá la condición actual del laboratorio y los factores del entorno interno y externo que afectan el desarrollo de las actividades del laboratorio. La implementación de un modelo o metodología de estimación de la incertidumbre en la medición, basada en un proceso normalizado facilitará la toma de decisiones sobre el control de calidad de la manera como inciden determinadas fuentes de incertidumbre en la medición, y tomar acciones de mejora continua.

Se implementará una planificación estratégica basada en la definición de la visión, misión, principios y valores, y políticas, que permitirán al laboratorio ejecutar una mejor gestión de la calidad en todas sus tareas.

9.5.2. Fase II

Para el cumplimiento del segundo objetivo se sumarán cuadráticamente las incertidumbres individuales (varianzas) y se expandirá por un factor de cobertura k obtenido de acuerdo a los grados efectivos de libertad a través de la fórmula de Welch-Satterthwait y la distribución de t -student con un nivel de confianza del 95,45 %. Se definirán acciones necesarias para el control y registro de la metodología implementada.

Resultado esperado: se obtendrá el presupuesto de incertidumbres representado en una tabla, indicándose la contribución de todas las fuentes de incertidumbres, el volumen medido a 20 °C, la incertidumbre expandida, los grados efectivos de libertad, *t-student* y la incertidumbre expandida, este cuadro se describirá la calidad con que el Laboratorio de Química de la Escuela de Química está realizando sus mediciones.

Otros resultados serán: la mejora de la competencia técnica del laboratorio al utilizar metodología normalizadas bajo la Norma ISO, se facilitará la toma de decisiones en base al control de calidad del desempeño de las condiciones ambientales, personal, instrumentos y equipos utilizados en la calibración.

10. TÉCNICAS DE ANÁLISIS DE INFORMACIÓN

10.1. Medidas de tendencia central y dispersión

Entre las medidas de tendencia central y de dispersión se utilizarán:

- Media aritmética simple: la media aritmética o promedio simple se usará para estimar el valor promedio de las diez pesadas del recipiente vacío y lleno con agua, en este estudio se usarán para determinar el valor del volumen a 20°C en la fórmula (1).
- Varianza: se utilizará en este estudio para determinar la incertidumbre combinada, cada una de las fuentes de incertidumbre identificada es elevada al cuadrado y representa la varianza de cada fuente de incertidumbre identificada, y la raíz cuadrada de la sumatoria de las varianzas representa la incertidumbre combinada.
- Desviación estándar de la muestra: se usará para determinar la incertidumbre estándar atribuida a la repetibilidad de las mediciones (diez mediciones) realizadas con el recipiente vacío y con el recipiente lleno de agua, en cada caso se obtendrá una incertidumbre estándar.

$$D.E. = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (5)$$

10.2. *t-student* para el nivel de confianza

La incertidumbre expandida indicada se basa en una incertidumbre típica multiplicada por un factor de cobertura k , que para una distribución *t* de *student* con $\nu_{ef} = Y$ grados efectivos de libertad, proporciona un nivel de confianza de aproximadamente el 95,45 %, utilizando la fórmula de Welch-Satterhwaite (CENAM & EMA, 2009).

Como se utiliza un nivel de confianza del 95,45 % y el número de pesadas no es mayor a 30, en este estudio se deben calcular los grados efectivos de libertad ν_{ef} (fórmula 6) de acuerdo a la distribución *t* de *student* para determinar el factor de cobertura k correspondiente a este modelo de estimación de incertidumbre, pudiéndose entender como una variable más que tiene en cuenta el posible error cometido con un número bajo de mediciones.

$$\nu_{ef} = \frac{u_c^4(V_{20})}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(V_{20})}{\nu}} \quad (6)$$

10.3. Tablas, hojas de recolección de datos, diagrama de Ishikawa e histogramas

Las tablas ayudarán a representar los datos obtenidos de las diferentes fuentes de incertidumbre (ver tabla IX). Las hojas de recolección de datos servirán para la identificación de los datos generales de los instrumentos y equipos utilizados en la calibración, datos de las pesadas de los recipientes llenos y vacíos, y la valoración del volumen de los recipientes a 20 °C (ver figura 10).

El diagrama de Ishikawa se utilizará para describir todas las fuentes de incertidumbre y poder identificar la causa raíz de todas estas. La representación gráfica de la contribución individual de cada fuente de incertidumbre en la incertidumbre total, se hará por medio de gráficos de barras, y realizar el análisis necesario de la información representada de esta forma.

Tabla IX. Presupuesto de incertidumbres en la calibración

Magnitud de entrada X_i Fuente de incertidumbre	Valor x_i	Fuente de información	Incertidumbre original	Tipo de distribución	Incertidumbre estándar	Coefficiente de sensibilidad	Contribución $u_i(y)$	$(u_i(y))^2$	% de contribución	Grados de libertad ν
Mb										
Repetibilidad		mediciones		A, normal						n-1
Resolución		Balanza		B, rectangular						100
Calibración		certificado de calibración		B, normal, k						50
Mc										
Repetibilidad		mediciones		A, normal						n-1
Resolución		Balanza		B, rectangular						100
Calibración		certificado de calibración		B, normal, k						50
Densidad del agua (T)		calculada								100
Densidad del aire		calculada								
Densidad de masas		referencia		B, rectangular						100
Coefficiente de expansión cúbica		referencia		B, rectangular						100
Temperatura										
Resolución		Termómetro		B, rectangular						100
Calibración del termómetro		certificado de calibración		B, normal, k						50
Estabilidad de la temperatura		observaciones en pruebas		B, rectangular						100
Incertidumbre estándar combinada										cm ³
Grados efectivos de libertad										
t student al 95,45 %										
Incertidumbre expandida										cm ³

Fuente: elaboración propia.

Figura 10. Hoja de recolección de datos

PROTOCOLO DE ENSAYO PARA APARATOS VOLUMÉTRICOS

1. Aparato:
 Volumen nominal: _____ Realizó: _____
 No. Serie: _____ Fecha: _____
 Codificación interna: _____

2. Daños: ninguno
 tipo de daño _____
 daño eliminado

3. Fallo de función: ninguno
 tipo de fallo _____
 fallo eliminado

4. Condiciones ambientales:
 Temperatura del ambiente (t) Inicial: _____ °C Final: _____ °C
 Temperatura del agua (T_A): Inicial: _____ °C Final: _____ °C
 Presión atmosférica (p): Inicial: _____ hPa Final: _____ hPa
 Humedad Relativa (hr): Inicial: _____ % Final: _____ %

5. Balanza: Capacidad: _____ g d: _____ g No. Serie: _____

6. Valores de pesadas del control gravimétrico:

i	Recipiente Vacío Mb (g)	Recipiente Lleno Mc (g)
1		
2		
3		
4		
5		
6		
7		
8		
9		
10		

7. Valoración del control volumétrico:

Densidad del agua (ρ_A): _____ g/cm³
 Densidad del aire (ρ_a): _____ g/cm³
 Densidad de las pesas (ρ_B): _____ g/cm³
 Coeficiente de expansión volumétrica (α): _____

$$\rho_a = \frac{0,34844p - 0,009(hr) \cdot \exp(0,06t)}{273,15 + t}$$

$$M_b = \frac{1}{10} \sum M_{bi} = \boxed{\quad\quad\quad} \text{ g}$$

$$M_c = \frac{1}{10} \sum M_{ci} = \boxed{\quad\quad\quad} \text{ g}$$

$$V_{20} = (M_c - M_b) \cdot \left(\frac{1}{\rho_A - \rho_a} \right) \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_B} \right) \cdot (1 - \alpha(T_A - 20))$$

Valor del volumen a 20 °C = _____ cm³

Realizó: _____ Fecha: _____

Fuente: elaboración propia.

10.4. Presentación de resultados

Un ensayo cuantitativo produce siempre un valor, que debe expresarse preferiblemente en unidades del Sistema Internacional de Unidades (SI).

Una vez calculada la incertidumbre expandida para un nivel de confianza dado (generalmente el 95,45 %), el resultado del ensayo y la incertidumbre expandida Y deben expresarse como $y \pm U$ y acompañarse de una indicación del nivel de confianza, que dependerá de la naturaleza de la distribución de probabilidad.

La expresión del resultado debe ser de la forma:

$$Y = y \pm U \quad (7)$$

Si se expresa como una incertidumbre expandida se indicará el nivel de confianza y el valor del factor de cobertura k utilizado (ver tabla X).

Tabla X. Informe del resultado de la calibración

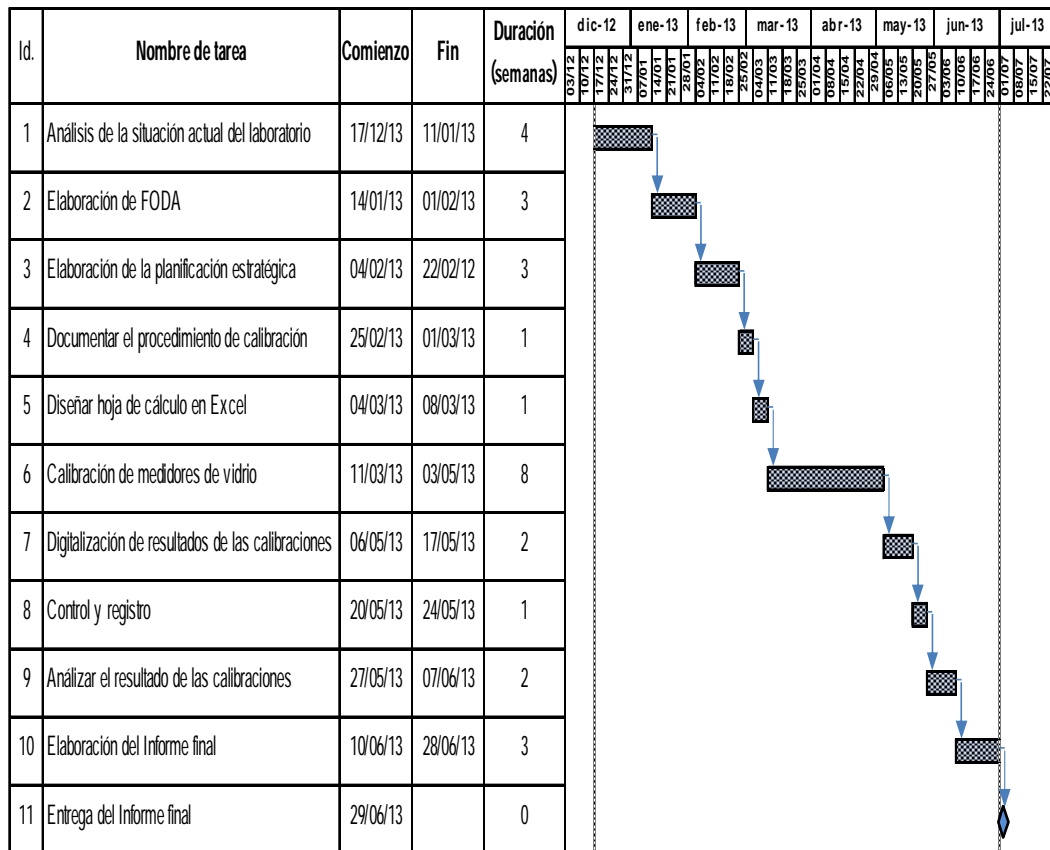
Valor del volumen a 20 °C	Incertidumbre expandida a 95,45 %	Grados de libertad ν
cm ³	± cm ³	k

Fuente: elaboración propia.

11. CRONOGRAMA DE ACTIVIDADES

A continuación se presenta la figura 11, en donde se hace la descripción de las tareas a ejecutar y el período programado para su desarrollo.

Figura 11. Cronograma de actividades



Fuente: elaboración propia.

12. FACTIBILIDAD DEL ESTUDIO

Los recursos físicos y financieros necesarios para poder llevar a cabo el presente estudio se dividen en tres rubros, servicios personales y servicios no personales y materiales, equipos y suministros como se puede apreciar en la tabla XI; previo autorización de la Escuela de Ingeniería Química, se realizará el estudio de investigación propuesto, permitiendo acceso a información y uso de otros recursos necesarios.

Tabla XI. Recursos físicos y financieros

RUBRO	Costo unitario (Q)	Subtotal (Q)	Total (Q)
Servicios personales			
Estudiante de postgrado (8 meses)	125,00/h	25 000,00	
Estudiante de pregrado (8 meses)	50,00/h	10 000,00	
Asesor de tesis	2 500,00	2 500,00	
Capacitación en calibración de volúmenes	2 500,00	2 500,00	40 000,00
Servicios no personales			
Energía eléctrica		850,00	
Impresión, encuadernación y reproducción		2 000,00	
Transporte		2 500,00	
Calibración de balanzas	500,00	1 000,00	
Agua desionizada		200,00	6 550,00
Materiales, equipos y suministros			
Termómetro con $d = 0,2 \text{ }^{\circ}\text{C}$	700,00	700,00	
Termómetro con $d = 0,1 \text{ }^{\circ}\text{C}$	900,00	900,00	
Higrómetro con $d = 5\%$	700,00	700,00	
Barómetro con $d = 1 \text{ kPa}$	900,00	900,00	
Papelería y útiles		500,00	
Equipo audiovisual	250,00	750,00	4 450,00
Otros			
10% de imprevistos			5 100,00
Total			56 100,00

Fuente: elaboración propia.

En el rubro de servicios personales, no se realizará inversión, sino, que se planificará cada uno de los elementos. Para contar con el personal, se solicitará a las autoridades de la Escuela de Ingeniería Química el tiempo e información pertinente para poder apoyar la investigación.

En lo que respecta al rubro de servicios no personales a excepción de la energía eléctrica los demás elementos serán proporcionados por el estudiante de maestría que realiza el estudio.

Con respecto a los materiales, equipos y suministros, no se hará una inversión, pues cada uno de los elementos descritos en la tabla XI también será proporcionado por el estudiante de maestría que realizará la investigación.

13. BIBLIOGRAFÍA

1. Becerra, L. O., Guardado, M. E. (2201). Estimación de la incertidumbre en la determinación de la densidad del aire. México. Centro Nacional de Metrología.
2. Becerra, L. O., Pezet & Hernández, I. (2002). Determinación de la densidad de sólidos y líquidos. México. Centro Nacional de Metrología.
3. BS EN ISO 3696 (1995). Water for analytical laboratory use – Specification and test Methods (1ª. Ed.) UK. BSI.
4. BS EN ISO 4787 (2011). Laboratory glassware – Volumetric instruments – Methods for testing of capacity and for use. (1ª. Ed.). UK. BSI.
5. CENAM & EMA. (2009). Guía técnica sobre la trazabilidad e incertidumbre en los servicios de calibración de recipientes volumétricos por el método gravimétrico. México.
6. COGUANOR NGR/ISO/IEC GUÍA 2. Normalización y actividades relacionadas. Vocabulario general.
7. COGUANOR NTG/ISO/IEC 17025 (2005). Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración. (1ª.Ed).
8. Decreto Número 78-2005. Ley de Creación del Sistema Nacional de la Calidad. Congreso de la República de Guatemala.

9. ECA-MC-P20-G01 (2004). Guía para el cálculo de la incertidumbre. Costa Rica. ECA.
10. Falcón, P., Diéguez, M. (2004). Implantación de los Sistemas de Gestión de Calidad ISO 9000. Cuba. Recuperado de <http://www.monografias.com/trabajos27/implantacion-sistemas/implantacion-sistemas.shtml#ixzz2rpzv1UtD>.
11. Fonseca, A. (2010). Diseño e implementación de un modelo de estimación de la incertidumbre de la medición para la determinación de hierro total en el laboratorio de materias primas de Sidor bajo la Norma ISO/IEC 17025. Venezuela.
12. García, A., Reyes, M. (2006). La importancia de la estimación de la incertidumbre en las mediciones y la validación de las hojas de cálculo. México. Instituto Politécnico Nacional.
13. Hervot, E., Utgés, E. (2001). Incertidumbre de medición en determinaciones químicas. Argentina. IRAM.
14. INTE-ISO/IEC 17000 (2005). Evaluación de la conformidad – Vocabulario y principios generales.
15. ISO 10012 (2003). Sistema de gestión de las mediciones – Requisitos para los procesos de medición y los equipos de medición. (1ª. Ed.).
16. ISO 9000 (2005). Sistemas de gestión de la calidad – Fundamentos y vocabulario.

17. ISO 9001 (2008). Sistemas de gestión de la calidad – Requisitos (4ª. Ed.).
18. ISO 3534-1 (2006). Statistics – Vocabulary and symbols – Part 1: General statistical terms and terms used in probability.
19. ISO 14253-1 (1998). Especificaciones geométricas de producto (GPS) – Inspección por medición de piezas y equipos de medición – Parte 1: Reglas de decisión para probar la conformidad o no conformidad con las especificaciones.
20. JCGM 100(2008). Evaluación de datos de medición. Guía para la expresión de la incertidumbre de medida (GUM) (1ª. Ed.). España. Centro Español de Metrología.
21. JCGM 200 (2008). Vocabulario Internacional de Metrología – Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados (VIM) (1ª.Ed.).
22. La Guía MetAs (2002-octubre). Evaluación de la consistencia metrológica. México. MetAs & Metrólogos Asociados.
23. La Guía MetAs (2003-junio). Criterios para la declaración de conformidad. México. MetAs & Metrólogos Asociados.
24. La Guía MetAs (2004-abril). Proceso de Confirmación Metrológica Industrial. México. MetAs & Metrólogos Asociados.
25. La Guía MetAs (2006-junio). Áreas de la metrología. México. MetAs & Metrólogos Asociados.

26. La Guía MetAs (2006-octubre). ¿Metrólogos? México. MetAs & Metrólogos Asociados.
27. La Guía MetAs (2007-enero). Corrección de medición de volumen por método gravimétrico. México. MetAs & Metrólogos Asociados.
28. LATU (2010). Instituto Metrológico Nacional, Sistema Uruguayo de Normalización, Acreditación, Metrología y Evaluación de la Conformidad. SUNAMEC. Uruguay.
29. Marbán, R., Pellecer, J. (2002). Metrología para no metrólogos (2ª.Ed.). OEA.
30. MINECO (2003). Dirección del Sistema Nacional de Calidad. Guatemala, Centro Nacional de Metrología.
31. OGA-GCL-024 (2011). Guía para la declaración del alcance en laboratorios de calibración. Guatemala.
32. OGA-GEC-011 (2013). Política de trazabilidad de las mediciones. Guatemala.
33. OGA-GGE-005 (2013). Guía general de la Oficina Guatemalteca de Acreditación. Guatemala.
34. OGA-PAC-006 (2012). Procedimiento general de acreditación. Guatemala.

35. OIML R 33 (2014). Conventional value of the result of weighing in air (1ª.Ed.). Australian. National Measurement Institute.
36. Trujillo, S., Arias, R. (2000). Incertidumbre en la calibración de un matraz volumétrico. México. Centro Nacional de Metrología.