



INTI Instituto
Nacional
de Tecnología
Industrial

SAI
Servicio Argentino
de Interlaboratorios

ENSAYO DE APTITUD

CALIBRACIÓN DE MEDIDORES DE CARGA Y CORRIENTE

PRM-41/2017

INFORME FINAL

Fecha de emisión: 10 de diciembre de 2018

INTI


Lic. Fernando Kornblit
Director
Departamento de
Metrología
Científica e Industrial
INTI

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

APS 08-02 EMISIÓN 04/08/2016 Rev. 02



ÍNDICE

LISTA DE PARTICIPANTES	3
1 OBJETIVO	4
2 ALCANCE	4
3 DECLARACIÓN DE CONFIDENCIALIDAD	4
4. REFERENCIAS	4
5. RESPONSABILIDADES	5
6. ELEMENTO ENVIADO	5
7. RESULTADOS ENVIADOS POR LOS PARTICIPANTES	5
7.1. Datos enviados	5
8. TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS	5
9. EVALUACIÓN DEL DESEMPEÑO DE LOS LABORATORIOS	6
10. COMENTARIOS	7
ANEXO 1 - Tablas	9
ANEXO 2 - Gráficos	16

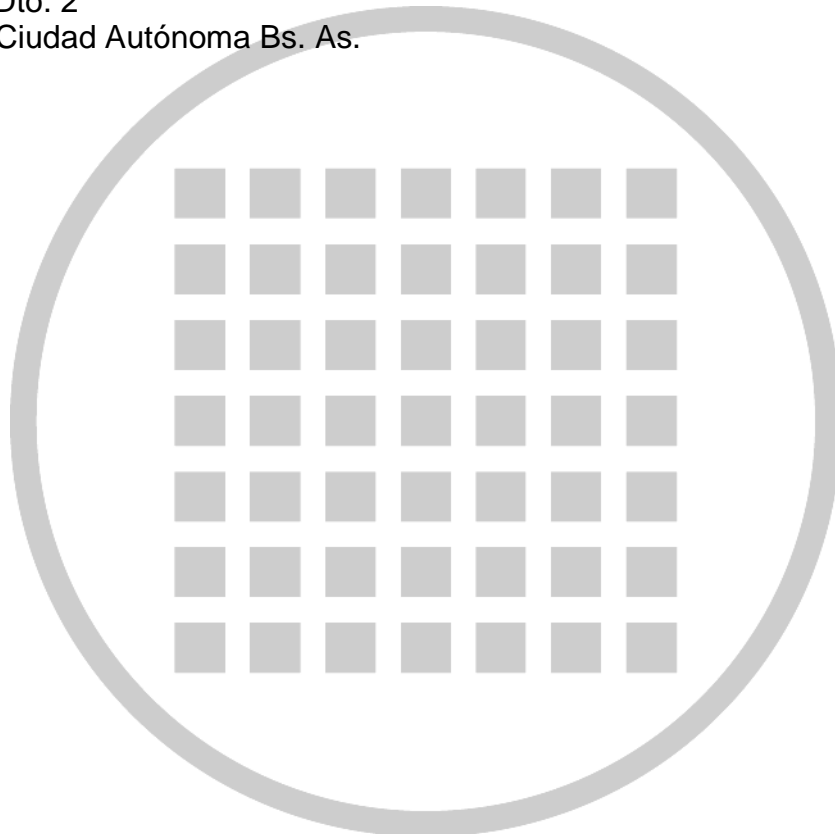
INTI

LISTA DE PARTICIPANTES

Centro Regional de Referencia para Dosimetría (C.R.R.D),
Centro Atómico Ezeiza, Presbítero Juan Gonzáles y Aragón 15,
Ezeiza, Buenos Aires, Argentina.

SICE SRL

Habana 2986 Dto. 2
(C1419 GPR) Ciudad Autónoma Bs. As.
Buenos Aires



INTI

1 OBJETIVO

Los ensayos de aptitud brindan al laboratorio la posibilidad de iniciar acciones de mejora y fomentar la eficacia de sus procesos, y demostrar competencia técnica en la realización de sus ensayos.

El objetivo del presente ensayo de aptitud es realizar una comparación entre INTI-Física y Metrología, y los laboratorios SICE S.R.L. y CNEA.

El presente informe detalla el desarrollo del proceso de organización, las metodologías estadísticas aplicadas, la evaluación de los datos y las conclusiones obtenidas.

2 ALCANCE

Se determinaron los errores de medición en las funciones de medidor de carga y corriente de dos electrómetros. Se seleccionó dos instrumentos que poseen principios de funcionamiento diferente y representan a todos los electrómetros disponibles en el mercado. Por lo tanto, el presente ensayo es un buen indicador de la competencia técnica del laboratorio.

3 DECLARACIÓN DE CONFIDENCIALIDAD

El personal de INTI firma un compromiso de confidencialidad.

4. REFERENCIAS

1. ISO 13528:2015 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.
2. ISO/IEC 17043 Conformity assessment — General requirements for proficiency testing.
3. ISO 5725. Parts 1-6 (1994). Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results.
4. Procedimiento específico 63 "Calibración de electrómetros, nanoamperímetros y medidores de carga eléctrica", INTI, Disponible en:
<https://www.inti.gov.ar/fisicaymetrologia/pdf/pce/pee63.pdf>
5. M. Bierzychudek and M. Real, "Comparing two methods of electrometers coulomb calibration", Digest of CPEM 2014, Rio de Janeiro 24-29 Aug. 2014

5. RESPONSABILIDADES

El grupo técnico ejecutor fue integrado de la siguiente manera:

- Coordinador: Lic. Jennifer Kawior (INTI – SAI)
- Experto técnico: Dr. Ing. Marcos Bierzychudek (INTI – Física y Metrología)
- Experto estadístico: Prof. Silvina Forastieri (INTI – SAI)

6. ELEMENTO ENVIADO

Se enviaron dos instrumentos medidores de carga y de corriente eléctrica cuyos principios de funcionamiento son diferentes. Se utilizó un electrómetro Keithley 6517B y un electrómetro PTW WEBlLine. El primero posee un amplificador realimentado con un resistor o un capacitor para medir corriente o carga, respectivamente. El segundo, mide en ambos casos la corriente utilizando un amplificador de transresistencia, luego realiza la integración numérica para determinar la carga eléctrica.

Los elementos fueron provistos por el CRRD-CNEA junto con los adaptadores necesarios para adaptar la entrada del instrumento a un conector BNC.

El traslado del equipamiento estuvo a cargo del CRRD-CNEA, en coordinación con INTI-SAI.

7. RESULTADOS ENVIADOS POR LOS PARTICIPANTES

7.1. Datos enviados

Los datos enviados por el participante pueden observarse en las tablas 1 y 2 del anexo 1.

En los gráficos 1 al 16, que se encuentran en el anexo 2, se muestran los errores obtenidos por el participante con sus incertidumbres correspondientes y los valores de referencia obtenidos por el laboratorio de INTI.

8. TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS

Como valores de referencia se tomó el valor de las mediciones realizadas por INTI-Física y Metrología, los cuales se muestran en la tabla 3 del anexo 1 con sus respectivas incertidumbre.

Los métodos utilizados por los participantes se pueden observar en la tabla 4 del anexo 1.

Método utilizado por INTI-Física y Metrología:

<p>Descripción de todo el instrumental utilizado</p>	<p>Calibrador multifunción Fluke 5700 Termohigrómetro digital Medidor LCR HP4263A</p> <p>Capacitores de Styroflex ensamblados por INTI con valor nominal de 1 nF, 10 nF y 100 nF.</p> <p>Resistores patrones ensamblados por INTI con valor nominal 100 MΩ, 1 GΩ y 100 GΩ</p>
<p>Descripción de la metrología empleada</p>	<p>Se utilizó un calibrador multifunción para aplicar tensión continua a un capacitor o a un resistor conectado en serie con el electrómetro.</p> <p>El capacitor permitió obtener una carga conocida para verificar el electrómetro Keithley 6517A en el modo de medición de carga.</p> <p>Para calibrar los modos de medición de corriente del instrumento Keithley y del PTW se utilizó un resistor en serie. Esta misma configuración permitió calibrar el modo charge del electrómetro PTW ya que este instrumento realiza la integración numérica de la corriente medida.</p> <p>En ambos casos se siguió la documentación de referencia, el procedimiento PEE63 y los manuales de los instrumentos.</p> <p>Los instrumentos se mantuvieron durante todo el periodo de calibración en las condiciones ambientales del laboratorio y las mediciones se efectuaron con los instrumentos encendidos una hora antes como mínimo. Se verificó el cero de los electrómetros cada día de medición mediante los métodos propuestos por los fabricantes. Se ejecutó el procedimiento de prueba del sistema del electrómetro PTW en dos ocasiones durante el transcurso del ensayo.</p>

9. EVALUACIÓN DEL DESEMPEÑO DE LOS LABORATORIOS

Para evaluar el desempeño de los laboratorios participantes se utilizó el parámetro “En”, definido de la siguiente manera

$$E_n = \frac{x_i - x_{ref}}{\sqrt{(U_i^2 + U_{ref}^2)}}$$

X_i = Valor informado por el participante

X_{ref} = Valor de referencia. Se utilizó como valor de referencia el valor informado por INTI
 - Física y Metrología

U_i = Incertidumbre expandida informada por el participante

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

Los valores del parámetro E_n así obtenidos pueden verse en la Tabla 5 del Anexo 1.

Es posible clasificar los resultados obtenidos el participante de la siguiente forma:

$E_n < 1$ satisfactorio

$E_n \geq 1$ no satisfactorio

10. COMENTARIOS

En este ejercicio puede observarse que los valores de SICE S.R.L. obtenidos para el parámetro E_n resultaron menores a 1, pudiendo así clasificar los resultados enviados por dicho participante como satisfactorios.

En el caso de CNEA, algunos valores de E_n son mayores a 1 lo que puede indicar una subvaluación de su incertidumbre. Para el electrómetro Keithley 6517A en los rangos de 20 pA y 20 nA, CNEA informó un valor cuya diferencia al valor de referencia es de 0,17% y 0,1%, respectivamente. En ambos casos, la exactitud especificada por el fabricante para dichos puntos de medición, ver tablas A a continuación, cubre las diferencias. En el caso del electrómetro PTW en el rango de -4 pC su exactitud a un año es igual a 0,4%, ver tabla B a continuación, y la diferencia del valor informado por CNEA al valor de referencia es igual a 0,58%.

Tabla A: Exactitud del electrómetro Keithley 6517A

Función y rango	Resolución	Exactitud a 1 año
20 pA	100 aA	1% + 30 cuentas
20 nA	100 fA	0,2% + 5 cuentas
2 nC	10 fC	0,4% + 5 cuentas
2 μ C	10 pC	0,4% + 5 cuentas

Exactitud a un año para los puntos medidos

Punto de medición	Exactitud %
1,9 nC	0,4
-1,9 nC	0,4
1,9 μ C	0,4
-1,9 μ C	0,4
19 pA	1
-19 pA	1
19 nA	0,2
-19 nA	0,2

Tabla B: Exactitud del electrómetro PTW WebLine

Función y rango	Sensibilidad	Resolución	Deriva temporal	Reproducibilidad
Low	1 fA / 10 fC	4 dígitos	0,1% por año	0,25%
High	5 pA / 50 pC	4 dígitos	0,1% por año	0,25%

Incertidumbre en los puntos de medición:

Punto de medición	Exactitud %
4 pC	0,4
-4 pC	0,4
40 μ C	0,3
-40 μ C	0,3
0,19 pA	0,6
-0,19 pA	0,6
1,9 μ A	0,3
-1,9 μ A	0,3

INTI



INTI



Tabla 1
Datos enviados por SICE S.R.L.

Electrómetro 6517A (SN: 101152)

Fecha	Rango	Valor patrón	Error de medición /%	Incert. Exp (k=2) /%	Temperatura / °C	Humedad / %
02/10/18 al 03/10/18	2nC	1,9 nC	-0,13	0,15	23,1	40
	2nC	-1,9 nC	-0,18	0,15		
	2 µC	1,9 µC	-0,01	0,12		
	2 µC	-1,9 µC	-0,01	0,12		
25/09/18 al 04/10/18	20 pA	19 pA	0,14	0,12		
	20 pA	-19 pA	0,14	0,12		
	20 nA	19 nA	-0,028	0,020		
	20 nA	-19 nA	0,007	0,020		

Electrómetro PTW WEBLLine (SN: 483)

Fecha	Rango	Valor patrón	Error de medición /%	Incert. Exp (k=2) /%	Temperatura / °C	Humedad / %
26/09/18 al 08/10/18	LOW	4 pC	0,05	0,86	23,3	46
	LOW	-4 pC	0,10	0,86		
	HIGH	40 µC	0,075	0,040		
	HIGH	-40 µC	0,087	0,040		
26/09/18 al 08/10/18	LOW	0,2 pA	0,20	0,83		
	LOW	-0,2 pA	0,10	0,83		
	HIGH	2 µA	0,075	0,040		
	HIGH	-2 µA	0,087	0,040		

Tabla 2
Datos enviados por CNEA

Electrómetro 6517A (SN: 101152)

Fecha	Rango	Valor patrón	Error de medición /%	Incert. Exp (k=2) / %	Temperatura / °C	Humedad / %
26/06/2018	2nC	1,9 nC	-0,06	0,07	21,32	35
	2nC	-1,9 nC	-0,07	0,07	21,35	35
	2 µC	1,9 µC	-0,07	0,06	21,31	35
	2 µC	-1,9 µC	-0,07	0,06	21,33	35
27/06/2018	20 pA	19 pA	-0,01	0,05	22,32	36
	20 pA	-19 pA	0,09	0,05	22,30	36
	20 nA	19 nA	0,08	0,05	22,31	36
	20 nA	-19 nA	0,03	0,05	22,32	36

Electrómetro PTW WEBLIne (SN: 483)

Fecha	Rango	Valor patrón	Error de medición /%	Incert. Exp (k=2) / %	Temperatura / °C	Humedad / %
01/08/2018	LOW	4 pC	-0,39	0,45	22,73	32
	LOW	-4 pC	0,36	0,45	22,74	
	HIGH	40 µC	0,08	0,10	22,74	
	HIGH	-40 µC	0,10	0,10	22,74	
01/08/2018	LOW	0,2 pA	0,24	0,45	22,74	
	LOW	-0,2 pA	-0,29	0,45	22,73	
	HIGH	2 µA	0,09	0,10	22,74	
	HIGH	-2 µA	0,09	0,10	22,74	



Tabla 3
Datos enviados por INTI- Física y Metrología
Valor de referencia

Electrómetro 6517A (SN: 101152)

Fecha	Rango	Valor patrón	Error de medición /%	Incert. Exp (k=2) / %	Temperatura / °C	Humedad / %
01/08/2018	2nC	1,9 nC	-0,11	0,09	22,4	40
	2nC	-1,9 nC	-0,15	0,09		
	2 µC	1,9 µC	-0,02	0,09		
	2 µC	-1,9 µC	-0,03	0,09		
01/08/2018	20 pA	19 pA	0,16	0,10		
	20 pA	-19 pA	0,16	0,10		
	20 nA	19 nA	-0,02	0,03		
	20 nA	-19 nA	0,01	0,03		

Electrómetro PTW WEBLine (SN: 483)

Fecha	Rango	Valor patrón	Error de medición /%	Incert. Exp (k=2) / %	Temperatura / °C	Humedad / %
01/08/2018	LOW	4 pC	-0,02	0,27	22,9	38
	LOW	-4 pC	-0,22	0,27		
	HIGH	40 µC	0,07	0,03		
	HIGH	-40 µC	0,07	0,03		
01/08/2018	LOW	0,2 pA	-0,15	0,63		
	LOW	-0,2 pA	-0,22	0,63		
	HIGH	2 µA	0,07	0,06		
	HIGH	-2 µA	0,07	0,06		

Tabla 4
Métodos enviados por SICE S.R.L.

Descripción de todo el instrumental utilizado	<ul style="list-style-type: none"> - Calibrador Fluke 5700A para generar tensión continua. - Resistores blindados a 3 terminales, de película gruesa de alta tensió, contruidos en SICE. - Capacitor blindado a 3 terminales de dieléctrico de poliestireno de 100 nF construido en SICE.
Descripción de la metrología empleada	<p>Keithley 6517A:</p> <ul style="list-style-type: none"> - 19 pA: se generó 190 mV con un resistor de 10 GΩ en serie - 19 nA: se generó 1,9 V con un resistor de 100 MΩ en serie - 1,9 nC: se generó 19 V con un capacitor de 100 pF en serie y un resistor de 470 kΩ para limitar la corriente. <p>PTW Unidos Weblin:</p> <ul style="list-style-type: none"> - 0,2 pA: se generó 2 mV con un resistor de 10 GΩ en serie - 2 μA: se generó 200 V con un resistor de 100 MΩ en serie - 4 pC: se aplicó una corriente constante de 0,2 pA y se hizo que el instrumento integre por 20s. - 40 μC: se aplicó una corriente constante de 2 μA y se hizo que el instrumento la integre por 20 s.

INTI

**Tabla 4 (cont.)
Métodos enviados por C.N.E.A.**

<p>Descripción de todo el instrumental utilizado</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Calibrador multifunción: Fluke 5700A 5502A/3115803 - Capacitores patrones: SCA-1nF/C1-1424771 (IET Labs); SCA-100nF/C1-1424775 (IET Labs); PFE 210 (DB)(RIFA) - Resistores patrones: SRC-1GΩ/E1-1424180 (IET Labs); SRC-10GΩ/E1-1424181 (IET Labs); SRC-100GΩ/E1-1424182 (IET Labs); SRC-100 MΩ/J1-14241021(IET Labs) - Puente de precisión: LCR-6000 - Multímetro digital: Fluke 8846^a/3261022
<p>Descripción de la metrología empleada</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Electrómetro Keithley 6517A: Calibración en corriente eléctrica: utilizando el calibrador multifunción Fluke 5502A, se aplicó tensión continua a un resistor patrón de valor conocido en serie con el electrómetro configurado para medición de corriente. Calibración de carga eléctrica: utilizando el calibrador multifunción Fluke 5502A, se aplicó tensión continua a un capacitor en patrón de valor conocido en serie con el electrómetro configurado para medición de carga. Se obtiene de esta manera una carga y corriente conocida según el modo de medición verificando el instrumento según especificaciones del fabricante. - Electrómetro PTW Weblin: Calibración en carga y corriente eléctrica: utilizando el calibrador multifunción Fluke 5502A, se aplicó tensión continua a un resistor patrón de valor conocido en serie para generar una corriente conocida. La misma se midió con el electrómetro configurado en modo INT empleando un tiempo de 20 segundos en la cual la medición se detiene presentando en su display los valores de corriente y carga acumuladas. Se obtiene de esta manera una carga y corriente conocida según el modo de medición verificando el instrumento según especificaciones del fabricante.

INTI



Tabla 5

En
Electrómetro 6517A (SN: 101152)

Rango	Valor patrón	SICE	CNEA
2nC	1,9 nC	-0,1	0,4
2nC	-1,9 nC	-0,2	0,7
2 μ C	1,9 μ C	0,1	-0,5
2 μ C	-1,9 μ C	0,1	-0,4
20 pA	19 pA	-0,1	-1,5
20 pA	-19 pA	-0,1	-0,6
20 nA	19 nA	-0,2	1,7
20 nA	-19 nA	-0,1	0,3

Electrómetro PTW WEBLLine (SN: 483)

Rango	Valor patrón	SICE	CNEA
LOW	4 pC	0,1	-0,7
LOW	-4 pC	0,4	1,1
HIGH	40 μ C	0,1	0,1
HIGH	-40 μ C	0,3	0,3
LOW	0,2 pA	0,3	0,5
LOW	-0,2 pA	0,3	-0,1
HIGH	2 μ A	0,1	0,2
HIGH	-2 μ A	0,2	0,2

INTI

ANEXO 2 - Gráficos



INTI

Gráfico 1
Electrómetro 6517 A – Rango: 2 nC; Valor patrón: 1,9 nC

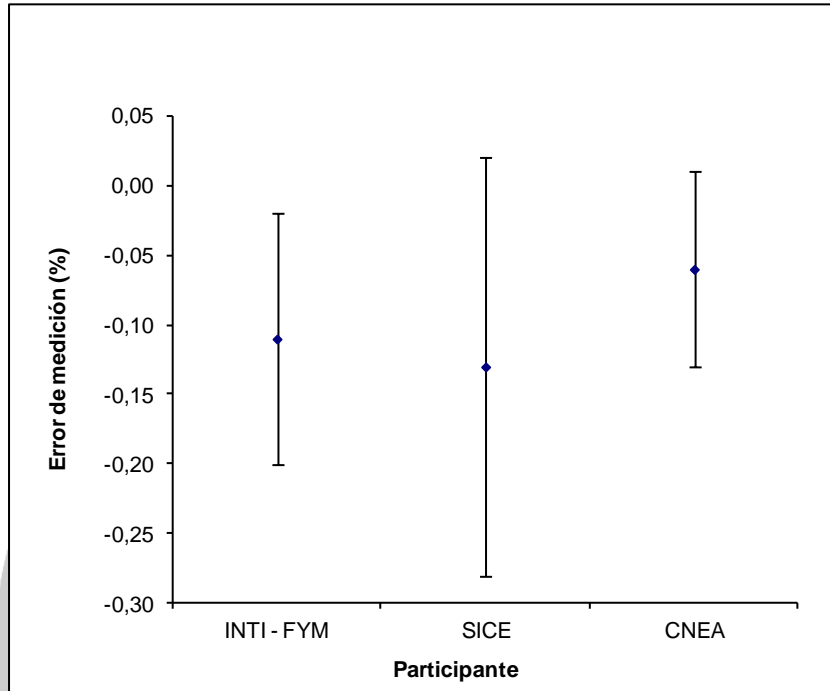
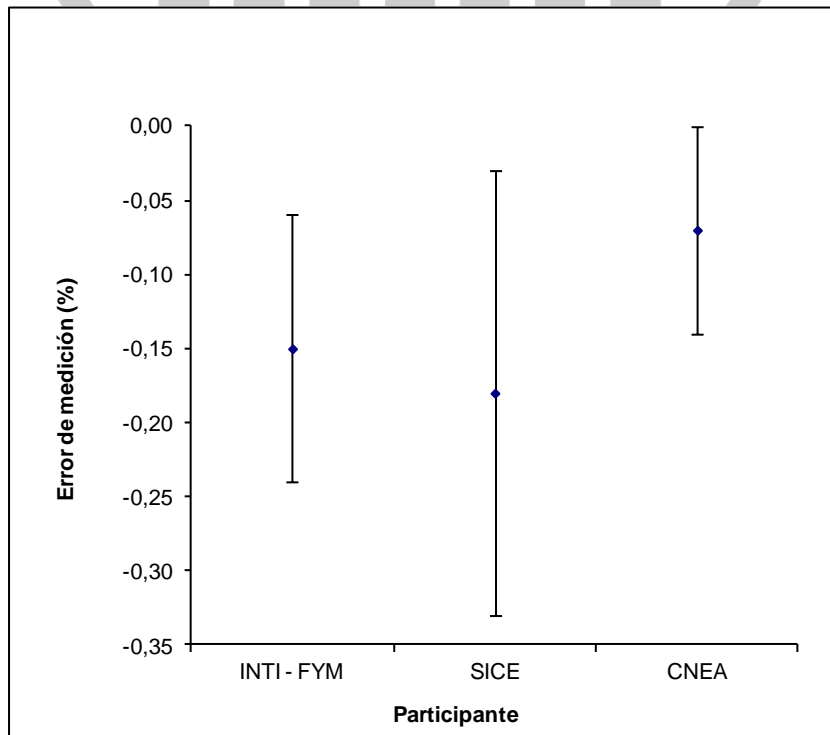


Gráfico 2
Electrómetro 6517 A – Rango: 2 nC; valor patrón: -1,9 nC



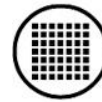


Gráfico 3
Electrómetro 6517 A – Rango: 2 μ C; valor patrón: 1,9 μ C

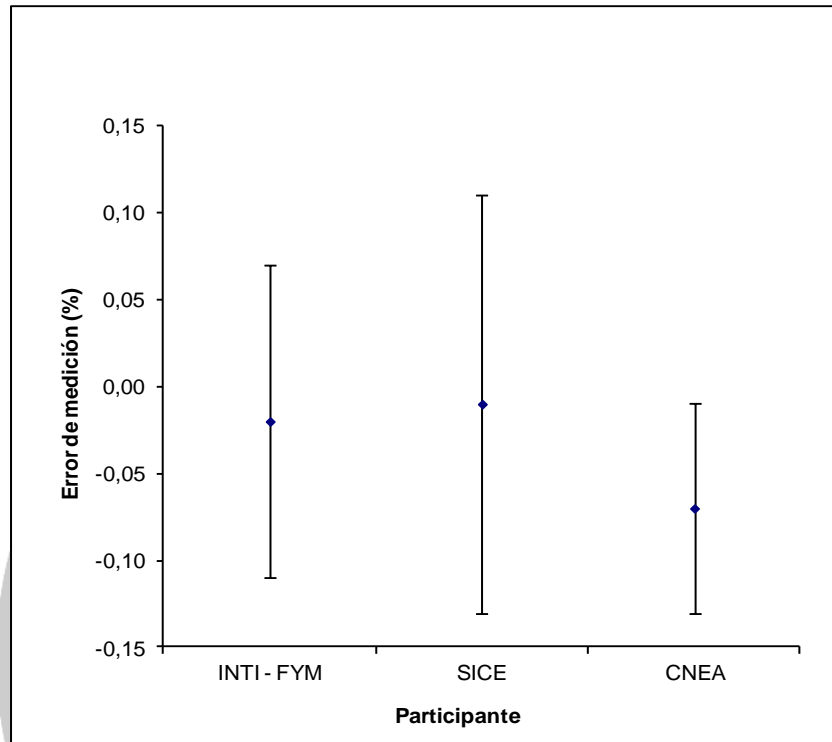


Gráfico 4
Electrómetro 6517 A – Rango: 2 μ C; valor patrón: -1,9 μ C

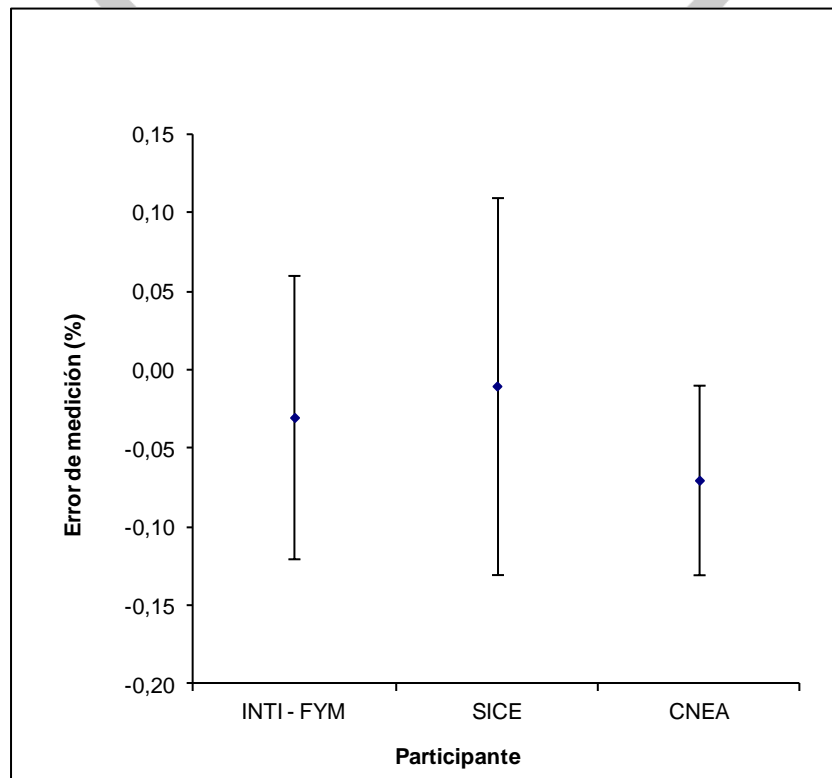




Gráfico 5
Electrómetro 6517 A – Rango: 20 pA; valor patrón: 19 pA

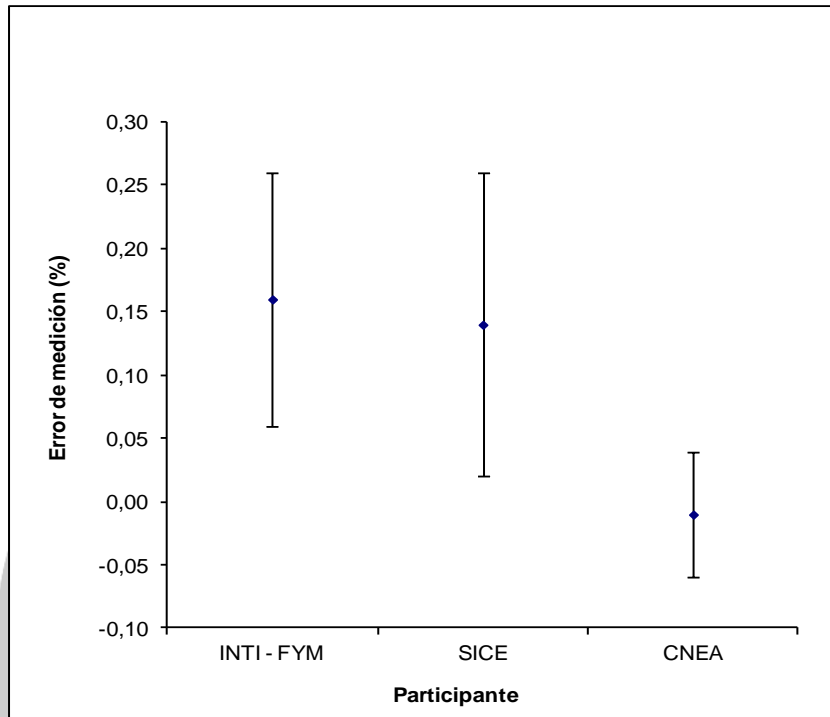


Gráfico 6
Electrómetro 6517 A – Rango: 20 pA; valor patrón: -19 pA

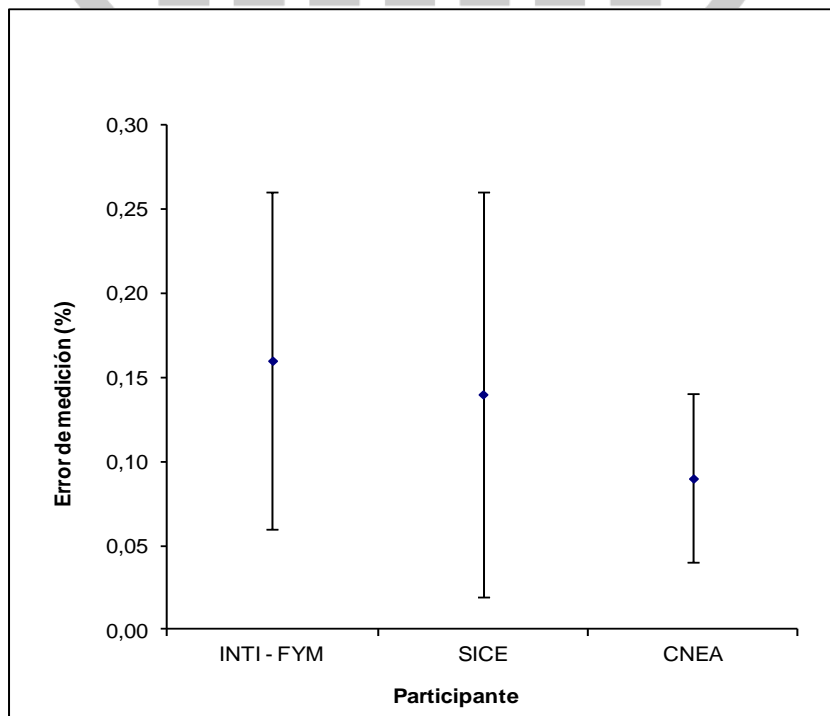


Gráfico 7
Electrómetro 6517 A – Rango: 20 nA; valor patrón: 19 nA

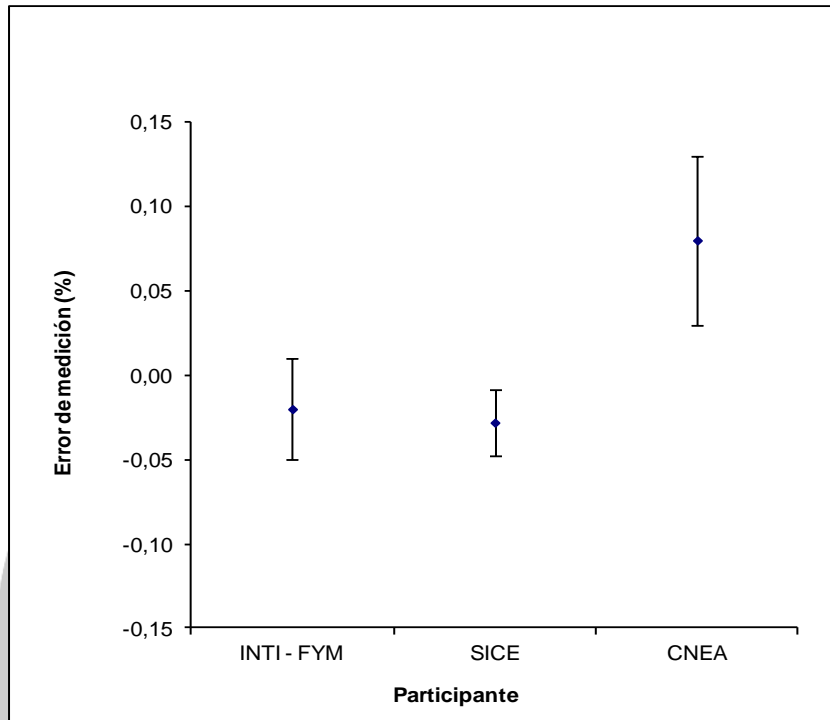


Gráfico 8
Electrómetro 6517 A – Rango: 20 nA; valor patrón: -19 nA

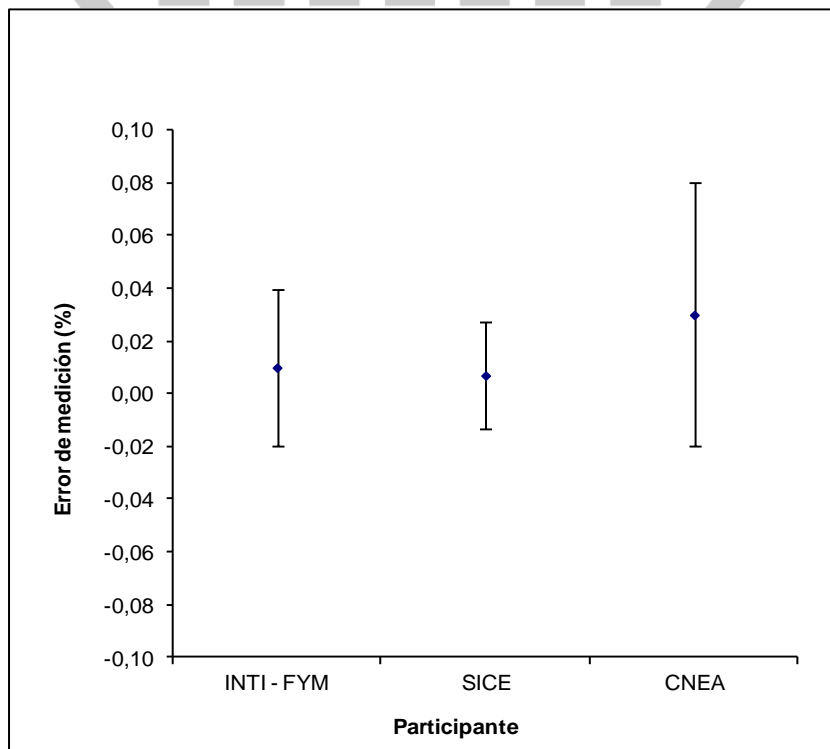


Gráfico 9
Electrómetro PTW WEBLIne - Rango LOW; Valor patrón :4 pC

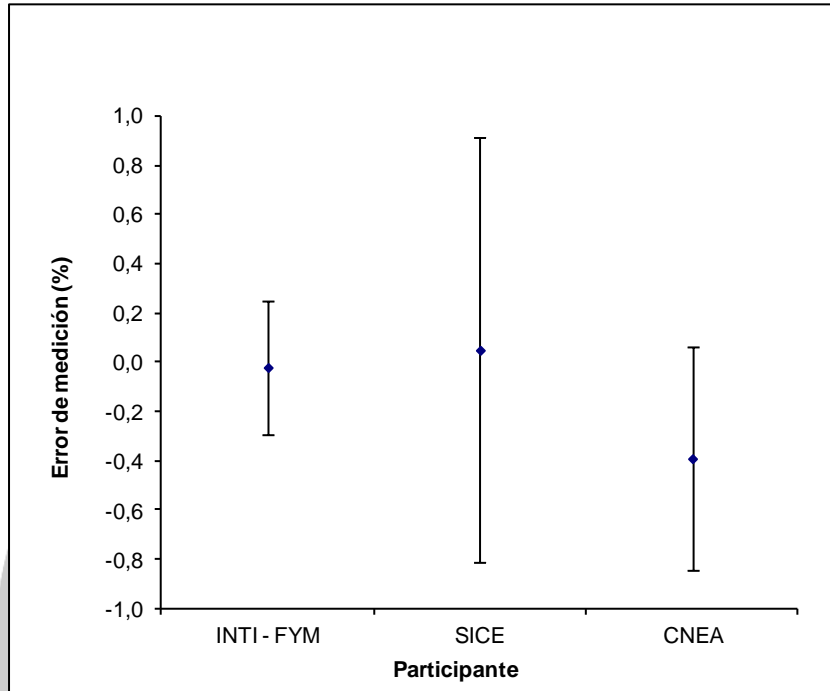


Gráfico 10
Electrómetro PTW WEBLIne - Rango LOW; Valor patrón: -4 pC

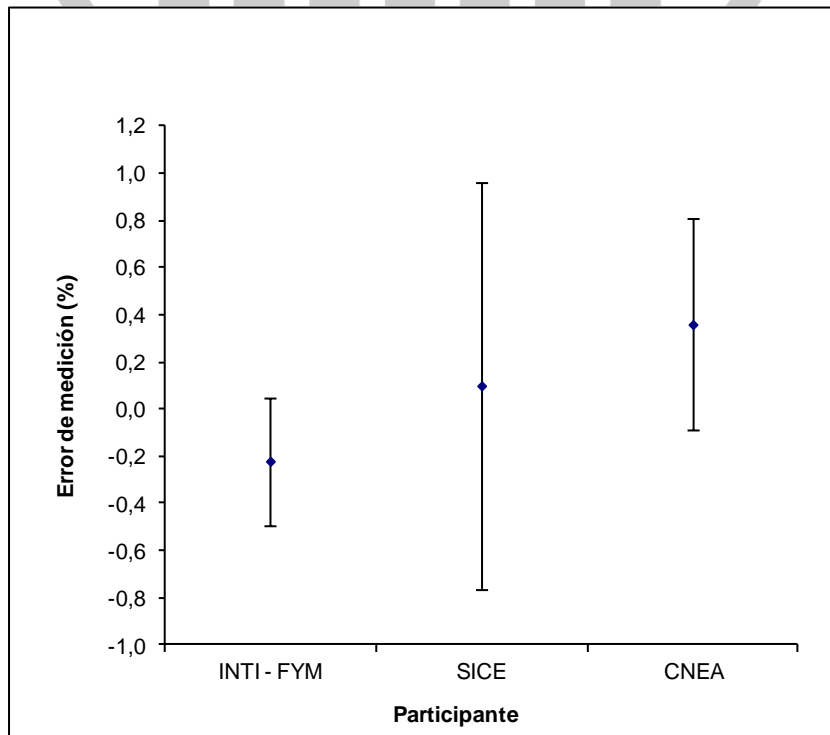


Gráfico 11
Electrómetro PTW WEBLIne - Rango HIGH; Valor patrón: 40 μ C

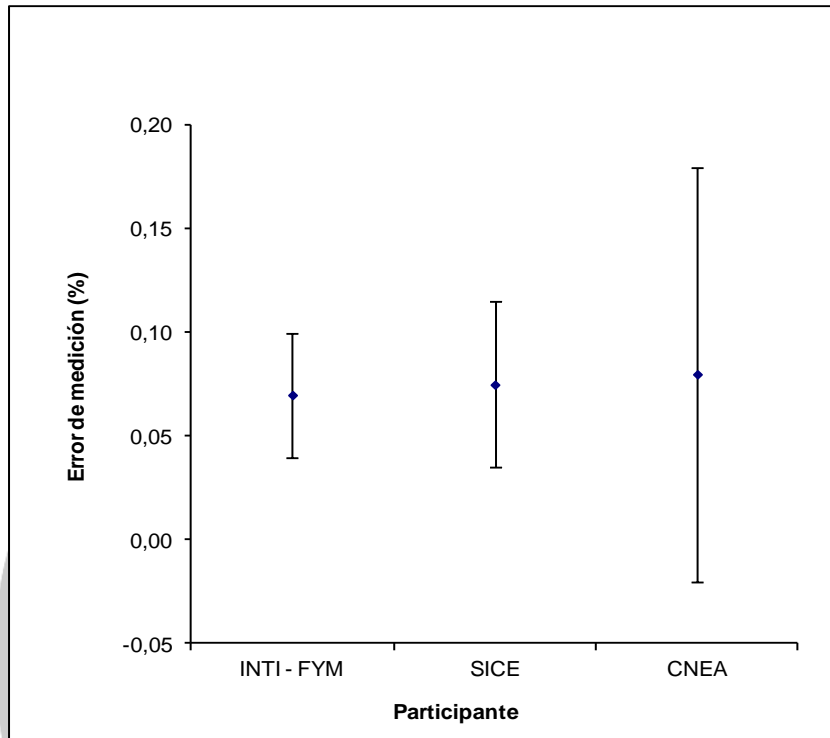


Gráfico 12
Electrómetro PTW WEBLIne - Rango HIGH; Valor patrón: -40 μ C

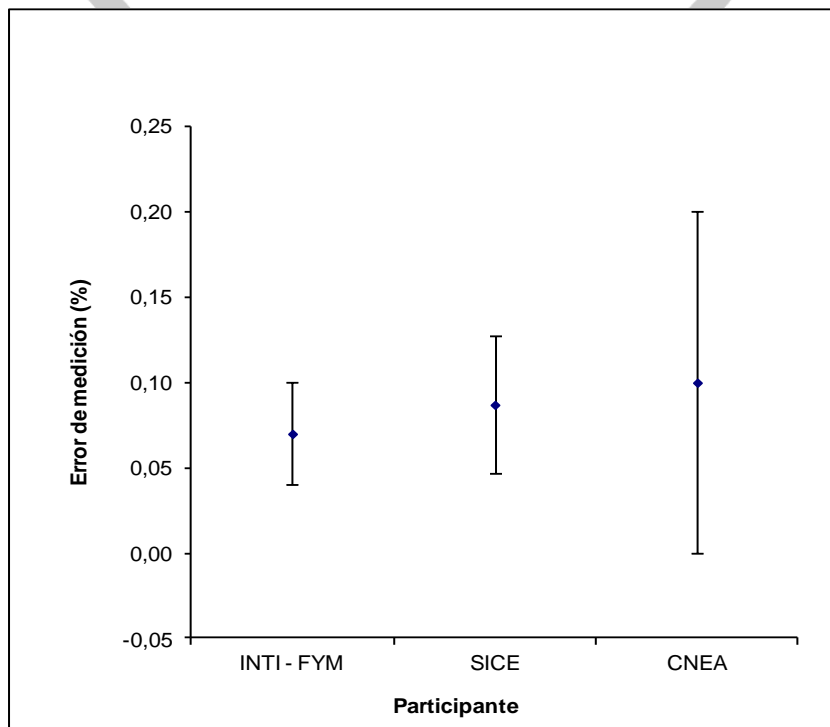


Gráfico 13
Electrómetro PTW WEBLine - Rango LOW; Valor patrón: 0,2 pA

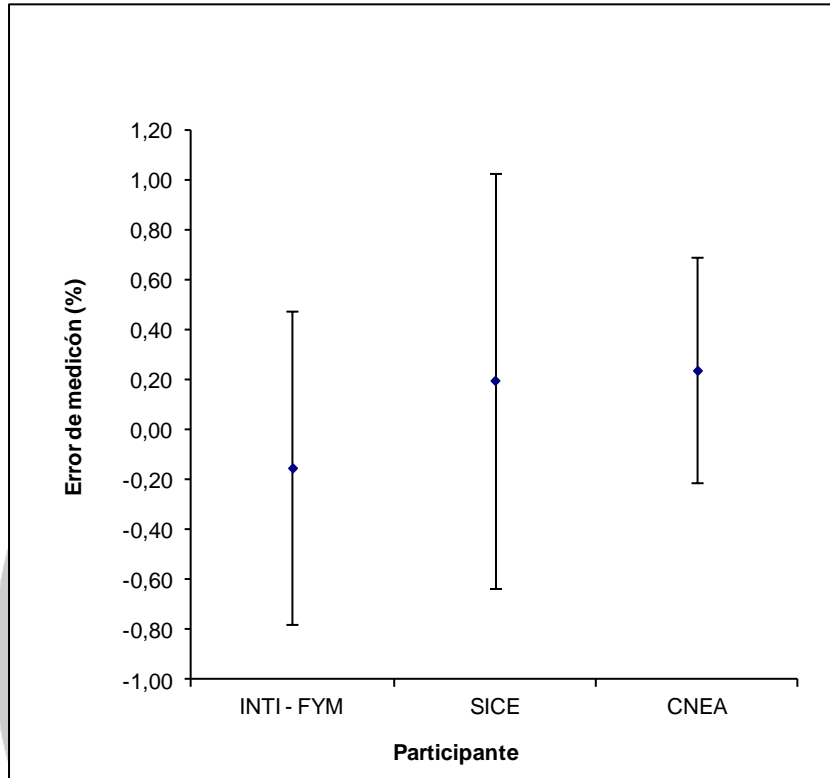


Gráfico 14
Electrómetro PTW WEBLine - Rango LOW; Valor patrón: -0,2 pA

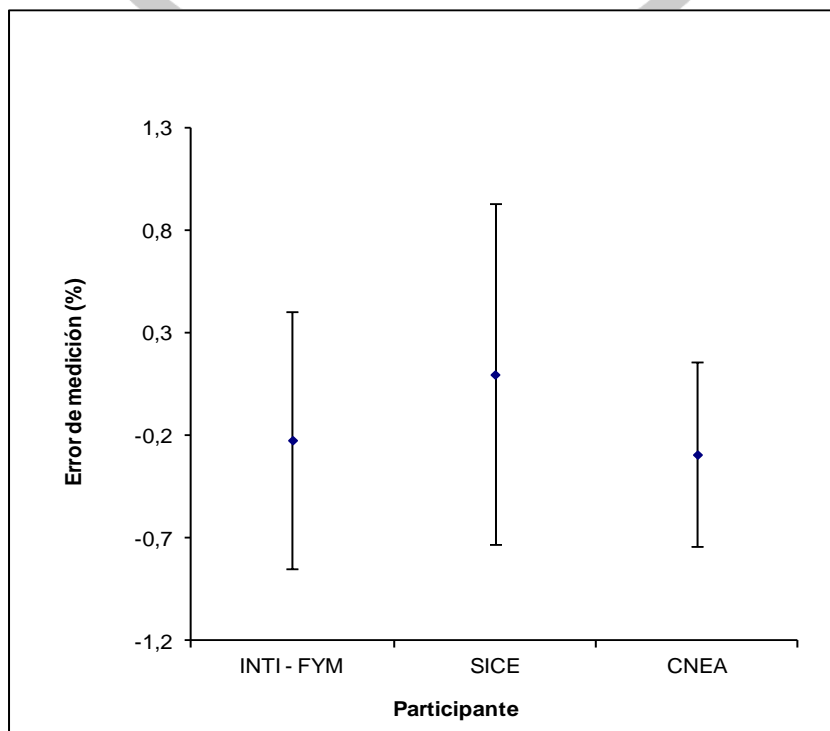


Gráfico 15
Electrómetro PTW WEBLLine - Rango HIGH; Valor patrón: 2 μ A

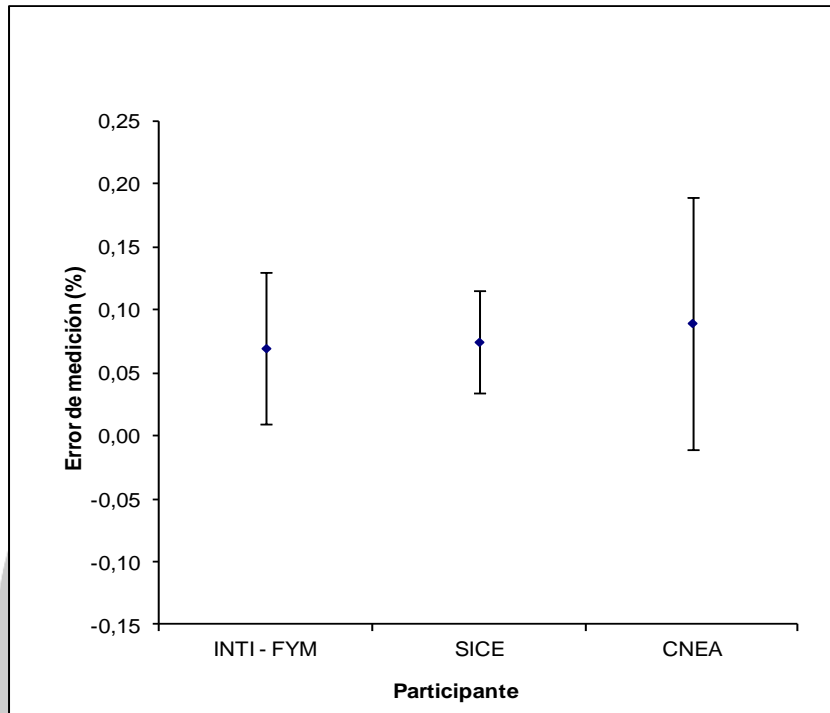


Gráfico 16
Electrómetro PTW WEBLLine - Rango HIGH; Valor patrón: -2 μ A

