

GUÍA TÉCNICA SOBRE TRAZABILIDAD E INCERTIDUMBRE DE LAS MEDICIONES EN LA CARACTERIZACIÓN TÉRMICA DE BAÑOS Y HORNOS DE TEMPERATURA CONTROLADA

México, Abril 2008

Derechos reservados ©

PRESENTACIÓN

Para asegurar la uniformidad y validez técnica de la expresión de la trazabilidad de las mediciones y de la estimación de la incertidumbre de las mismas, la entidad mexicana de acreditación, a. c., solicitó al Centro Nacional de Metrología la revisión y elaboración de Guías Técnicas sobre Trazabilidad e Incertidumbre de las Mediciones.

Los Subcomités de evaluación de Laboratorios Acreditados de Calibración y de Ensayo de la entidad mexicana de acreditación se incorporaron a este proyecto transmitiendo sus conocimientos y experiencias relacionados con la trazabilidad e incertidumbre de sus mediciones.

El Centro Nacional de Metrología coordinó la elaboración de las Guías, proponiendo criterios técnicamente sustentados, procurando que las opiniones de los Subcomités fueran apropiadamente consideradas y asegurando la coherencia de las mismas con otros documentos técnicos de referencia.

Las Guías Técnicas de Trazabilidad e Incertidumbre de las Mediciones observan lo establecido en documentos de referencia conocidos ampliamente en la comunidad internacional, en los cuales se fundamentan las políticas de Trazabilidad e Incertidumbre de la entidad mexicana de acreditación.

Las Guías aportan criterios técnicos que sirven de apoyo a la aplicación de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006. La coherencia de las Guías con esta norma y con otros documentos de referencia, contribuye a asegurar la confiabilidad y uniformidad de las mediciones que realizan los laboratorios acreditados.

Abril de 2008.

Dr. Héctor O. Nava Jaimes

María Isabel López Martínez

Director General
Centro Nacional de Metrología

Directora Ejecutiva
entidad mexicana de acreditación, a. c.

AGRADECIMIENTOS

La entidad mexicana de acreditación expresa su reconocimiento al Fondo de Apoyo para la Micro, Pequeña y Mediana Empresa (FONDO PYME), auspiciado por la Secretaría de Economía, por haber proporcionado los recursos financieros para la elaboración de este documento, mediante el proyecto aprobado con folio FP2007-1605 de nombre “Elaboración de guías técnicas sobre trazabilidad e incertidumbre para la medición que permitan el fortalecimiento del Sistema Nacional de Acreditación de Laboratorios de Ensayo y Calibración” y por este medio hace patente su sincero reconocimiento y agradecimiento a la Secretaría de Economía, a la Subsecretaría para la Pequeña y Mediana Empresa, a la Dirección General de Desarrollo Empresarial y Oportunidades de Negocio, y a los profesionales que aportaron su tiempo y conocimiento en su desarrollo, destacando a los responsables de la elaboración:

GRUPO DE TRABAJO

Personal que participó en la elaboración de esta Guía:

Licea Panduro, David, CENAM

Méndez Lango, Edgar, CENAM

ÍNDICE

PRESENTACIÓN	2
AGRADECIMIENTOS.....	3
GRUPO DE TRABAJO	3
ÍNDICE.....	4
1. PROPÓSITO	5
2. ALCANCE	5
3. MENSURANDO.....	6
4. METODOS Y SISTEMA DE MEDICIÓN	7
5. CONFIRMACIÓN METROLOGICA.....	16
6. TRAZABILIDAD DE LAS MEDICIONES	17
7. INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN.....	18
8. VALIDACION DE MÉTODOS	20
9. BUENAS PRÁCTICAS DE MEDICIÓN	21
10. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	23
ANEXO A	24

1. PROPÓSITO

En laboratorios de calibración y de ensayo es común el uso de baños y hornos de temperatura controlada. En los primeros, para proveer un medio isotérmico para la calibración de termómetros de contacto por comparación y en los segundos, como medios auxiliares en la realización de algunas pruebas. Si bien el uso de estos sistemas es distinto para cada caso, el método de caracterización térmica es común para ambos.

Los laboratorios de calibración usan los resultados de caracterización térmica de baños u hornos para estimar la incertidumbre con la que éstos contribuyen en la calibración de termómetros. Los laboratorios de ensayo pueden tener un propósito similar, es decir, estimar la incertidumbre con la que contribuyen estos sistemas a los resultados de medición realizados durante un ensayo o la caracterización térmica por si misma puede ser el resultado de su labor.

Esta Guía tiene como propósito establecer criterios y requisitos para la caracterización térmica de baños y hornos de temperatura controlada. A su vez, estos criterios y requisitos sirven para orientar a los laboratorios de calibración y de ensayo a:

- realizar estudios de uniformidad térmica de los baños y hornos,
- mejorar sus prácticas de medición,
- garantizar la trazabilidad de las mediciones y
- estimar la incertidumbre con la que contribuyen estos equipos en el proceso de calibración de termómetros o en el resultado de los ensayos.

Este documento sirve también de apoyo a:

- los evaluadores de laboratorios de calibración de termómetros para evaluar los resultados de caracterización de la uniformidad térmica de baños y hornos y su impacto en la incertidumbre de calibración;
- los evaluadores de laboratorios de ensayo para evaluar los resultados de caracterización de la uniformidad térmica de baños y hornos y su impacto en la incertidumbre de medición en los resultados de ensayos;
- para evaluar la competencia técnica de laboratorios de ensayo para realizar el servicio de medición de estabilidad térmica y gradientes de baños y hornos.

2. ALCANCE

La Guía presenta métodos para la caracterización de baños de recirculación con o sin bloque igualador, que operen en el intervalo de -80 °C a 300 °C y hornos con bloque igualador (pozo seco) que operen en el intervalo de -40 °C a 1100 °C.

Cuando se usan estos equipos en un proceso de medición, los resultados de la caracterización térmica deben ser empleados en:

- la corrección de errores sistemáticos por gradientes,

- el análisis de incertidumbre en la calibración de termómetros.
- en el análisis de incertidumbre en mediciones en pruebas y ensayo y
- en los informes de medición de caracterización de baños y hornos.

3. MENSURANDO

3.1 Definiciones

Para la definición del mensurando, primeramente incluimos algunas definiciones que aparecen en el vocabulario de metrología [1]

Mensurando: Magnitud particular sujeta a medición.

Magnitud: Atributo de un fenómeno, cuerpo o sustancia que es susceptible de ser diferenciado cualitativamente y determinado cuantitativamente.

Medición: Conjunto de operaciones que tienen por objeto determinar el valor de una magnitud.

Valor (de una magnitud): Expresión cuantitativa de una magnitud particular, expresada generalmente en la forma de una unidad de medida multiplicada por un número.

Unidad: Magnitud particular, definida y adoptada por convención, con la cual se comparan las otras magnitudes de la misma naturaleza para expresar cuantitativamente su relación con esta magnitud.

3.2 Definición del mensurando

La calibración de termómetros por comparación requiere que el termómetro patrón y el bajo calibración estén simultáneamente en equilibrio térmico con un medio cuya temperatura sea estable y uniforme.

La uniformidad del medio se evalúa espacialmente (gradientes) y temporalmente (estabilidad). La evaluación espacial y temporal del medio proporciona sus características de interés para el uso de estos medios:

- en la calibración de termómetros,
- en la realización de ensayos o
- para conocer las características propias del medio.

Al resultado de tal evaluación se le conoce como “*caracterización*”.

En esta Guía, la estabilidad temporal y el valor de los gradientes son los mensurandos. Esta información se requiere para mantener la trazabilidad de las mediciones que se realizan en laboratorios de calibración y de ensayo que usan estos medios.

Notas para el evaluador:

- Un laboratorio de calibración o de ensayo que usa baños u hornos como parte de su sistema de medición debe presentar, como parte de su documentación técnica, para sustentar la trazabilidad de sus mediciones, los resultados de la caracterización de sus baños u hornos, así como, el empleo que hace de esos resultados.
- Si un laboratorio no presenta el resultado de este estudio e incorpora el uso de sus resultados a sus métodos y procedimientos de medición, entonces la trazabilidad de sus mediciones no es técnicamente sustentable.

El propósito de un horno o baño de temperatura controlada es proveer una región térmicamente uniforme, esto es, donde los gradientes de temperatura sean mínimos y conocidos y su estabilidad sea tal que permita obtener valores confiables para que los objetos inmersos en el baño u horno alcancen el equilibrio térmico con el mismo.

Nota: Un resultado de la caracterización puede ser la identificación del espacio dentro del baño u horno en el cual, los resultados obtenidos por la caracterización son válidos. La determinación de esa zona forma parte del mensurando.

El resultado de la caracterización de los baños y hornos se usa en el análisis de incertidumbre de un proceso de calibración o en la realización de una prueba o ensayo, para estimar la incertidumbre por estabilidad y gradientes térmicos.

Entonces los mensurandos en la de caracterización térmica de un baño u horno de temperatura controlada son los valores asociados a su uniformidad y su estabilidad térmica, y deben definir:

- el espacio o volumen donde es válido el resultado,
- las condiciones experimentales a las cuales se determinó,
- el intervalo de temperatura de trabajo y
- el material del líquido o bloque, entre otras.

4. METODOS Y SISTEMA DE MEDICIÓN

Lo ideal de un baño u horno es que sea estable, isotérmico y que opere en un amplio intervalo de temperatura. Experimentalmente sólo se obtiene una aproximación a esas condiciones y, en consecuencia, se han desarrollado técnicas de caracterización para identificar el espacio físico y el intervalo de temperatura en que un baño o un horno pueden aproximarse a esas condiciones ideales.

Para la evaluación de qué tanto se aproximan estos sistemas a un medio estable e isotérmico, es necesario realizar su caracterización.

La uniformidad térmica de un medio de temperatura está caracterizada por la estabilidad y gradientes de temperatura que presenta temporal y espacialmente. En consecuencia, la

caracterización de un baño u horno se obtendrá vía la medición de la estabilidad y los gradientes de temperatura.

Las mediciones para la caracterización se hacen con termómetros de contacto, que de acuerdo a la resolución requerida y el intervalo de temperatura, pueden ser termómetros de resistencia de platino, o de termistores o de termopar.

Para consulta acerca del uso y cuidados de termómetros de contacto se recomienda la lectura y familiaridad del documento “Técnicas de Aproximación de la Escala Internacional de Temperatura de 1990” [2].

4.1 Controles de baños y hornos

La medición de la uniformidad térmica del medio se realiza bajo condiciones normales de operación para sus controles: las recomendaciones o indicaciones que para su uso aparecen en sus manuales. Durante la caracterización esos valores pueden cambiar, si es el caso, se deben registrar los nuevos valores de ajuste de los controles.

Las técnicas de caracterización defieren para baños y para hornos. Primero trataremos el caso de los baños y posteriormente, el caso de los hornos.

4.2 Baños de recirculación

Hay baños líquidos en que la velocidad de agitación es fija y en otros puede ser ajustada. Para el caso que sea ajustable, la velocidad de circulación del líquido debe ser tal la que permita obtener las mejores condiciones: gradientes mínimos y máxima estabilidad.

Nota para el evaluador:

Estas condiciones de operación (ajustes del control y velocidad de circulación del líquido) halladas como las mejores deben:

- ser registradas,
- el método empleado para obtener la información debe ser documentado y
- se debe mantener registro de los resultados experimentales,
- de su tratamiento y
- su interpretación.

Además, se deben registrar los siguientes aspectos:

- el líquido de trabajo y
- la zona o volumen de trabajo que fue caracterizado.

4.2.1 Líquido de trabajo

La mayoría de los baños pueden funcionar con diferentes líquidos; el baño debe ser caracterizado para cada líquido de trabajo que use.

En la tabla 1 se muestran algunos líquidos recomendados de acuerdo al intervalo de temperatura de uso.

Tabla 1. Líquidos de trabajo y su intervalo de operación. Los líquidos que aparecen en la tabla son sólo recomendados y no se citan para que deban ser usados. La selección del líquido depende de la temperatura de operación y de la compatibilidad de aquellos objetos que serán sumergidos en el baño.

Líquido	Intervalo recomendado
Alcohol Etilico	-80 °C a 10 °C
Etilén-glicol y agua (50/50)	-10 °C a 110 °C
Agua	0 °C a 80 °C
Aceite Silicón 200.5	50 °C a 250 °C
Aceite Silicón 710	100 °C a 300 °C

4.2.2 Zona de trabajo

Hay baños que tienen por diseño y construcción una zona blindada térmicamente donde es más estable. En este caso, esta zona debe ser caracterizada.

Otros baños no tienen esa zona y, en consecuencia se debe definir el espacio, volumen o zona de trabajo dentro del baño donde es válida la caracterización.

Nota: En el uso de un baño para un ensayo, la zona de trabajo es el espacio del baño empleado para realizar dicho ensayo.

Para mejorar la estabilidad es común el uso de bloques igualadores. Si el baño se usa con bloque igualador, entonces la zona de trabajo es la misma que la del bloque.

4.2.3 Medición

Las mediciones para la caracterización deben:

- realizarse en distintas temperaturas del intervalo de operación del baño o intervalo de uso definido por el usuario.
- ser al menos cada 50 °C.
- al menos cada 30 °C para temperaturas por debajo de la temperatura ambiente.
- incluir los valores extremos del intervalo de operación.

La medición de estabilidad y gradientes de temperatura se pueden realizar simultáneamente, para esto se requiere el uso de al menos dos termómetros con resolución de al menos 1/4 de la estabilidad esperada en el baño, de lo contrario la incertidumbre del termómetro sería cercana al valor esperado y sería la principal fuente de incertidumbre.

Para este estudio conviene que los termómetros estén calibrados pero no es necesario, ya que las mediciones de gradientes son relativas a un punto de referencia y las mediciones de estabilidad relativas a un valor nominal de temperatura. Sin embargo al usar estos baños para la calibración o para mediciones de ensayos se requiere el uso de un termómetro calibrado para conocer el valor trazable de la temperatura.

Inicialmente ambos termómetros se colocan a una distancia muy cercana uno del otro para ajustar o corregir sus lecturas con respecto a uno de ellos.

Se realiza un conjunto de mediciones de temperatura para cada punto de medición, en diferentes posiciones dentro de la zona de trabajo. La cantidad de puntos en la que debe dividirse la zona de trabajo está en función del tamaño de esta zona; se recomienda un mínimo de 8 puntos, distribuidos radial y verticalmente y un punto de referencia. En la figura 1 se muestra un baño en el que la zona de trabajo se dividió en 12 puntos de medición, además del punto de referencia.

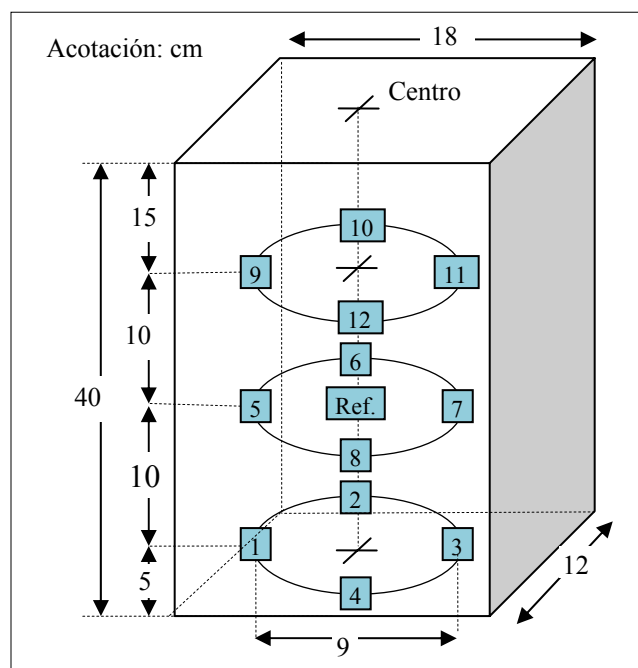


Figura 1. Ejemplo de ubicación de puntos de medición para la caracterización de un baño.

Pasos para realizar las mediciones:

- Se colocan los dos termómetros en el punto de referencia y se espera a que se estabilicen.

- Se inicia el registro de al menos una lectura cada 10 segundos de los termómetros, durante 5 minutos
- A continuación uno de los termómetros se desplaza a uno de los puntos dentro de la zona de trabajo y se deja el otro termómetro en el punto de referencia se registran datos al menos durante otros 5 minutos.
- Se procede con el siguiente punto hasta terminar las mediciones en todos los puntos y se detiene el registro de lecturas de los termómetros.

Nota: El uso de toma de lecturas automática, junto con la grafica de los valores como función del tiempo, es una herramienta muy poderosa que reduce la posibilidad de error de calificar al sistema como estable cuando no lo está o que presenta derivas térmicas que difícilmente se perciben vía la lectura de los registros.

Nota para el evaluador: Los pasos descritos anteriormente para las mediciones:

- pueden variar ligeramente respecto al número de posiciones, tiempo de toma de lectura, número de repeticiones, etc., sin embargo,
- es muy recomendable la observación de esta propuesta.

Cualquier otro método de caracterización térmica diferente al propuesto en esta Guía se debe validar.

4.2.4 Análisis de datos

Del análisis de los datos obtenidos se obtienen los valores de la estabilidad y de los gradientes térmicos de la zona de trabajo del baño.

4.2.4.1 Estabilidad

Para obtener la estabilidad, se grafican las lecturas del termómetro de referencia durante todo el proceso de medición y se trazan los límites superior (L_{sup}) y inferior (L_{inf}), como se muestra en la figura 1. Para establecer estos límites se recomienda apoyarse en la gráfica obtenida y trazar líneas horizontales tales que la mayoría de los datos estén dentro de esas líneas. En la figura 2 se muestra un ejemplo de lo que se puede obtener.

La estabilidad (Est) del baño a la temperatura de medición se define como:

$$Est = (L_{sup} - L_{inf}) / \sqrt{12} \quad . \quad (1)$$

Nota: Se escogió asociar una distribución uniforme porque el valor de Est prácticamente es insensible al tipo de distribución que se le asocie.

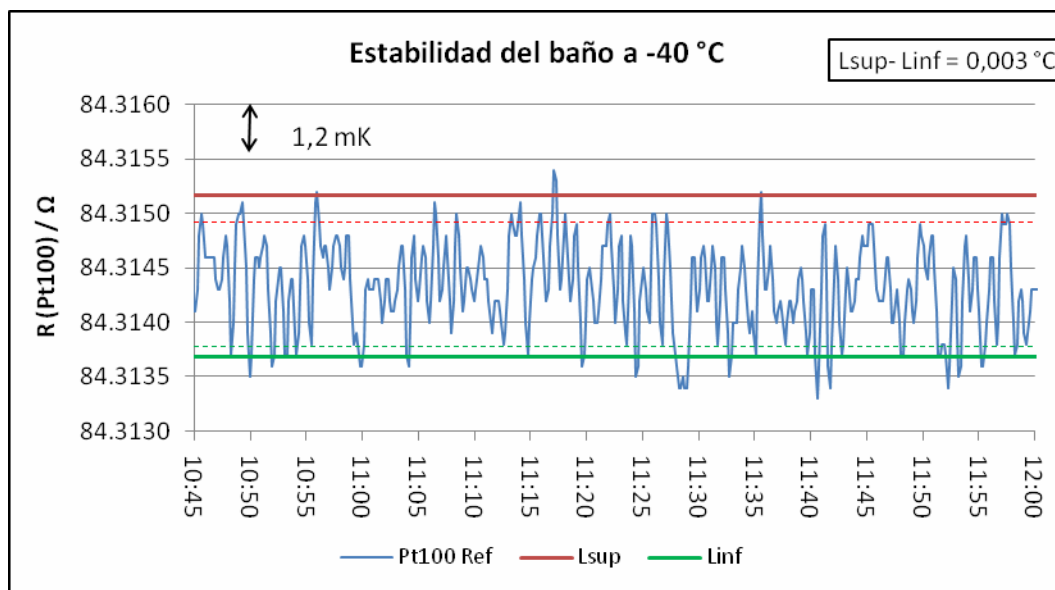


Figura 2. Estabilidad de un baño líquido a -40 °C

4.2.4.2 Gradiente y zona de trabajo

Para medir los gradientes en la zona de trabajo, primero se obtiene la desviación del termómetro móvil (T_{mov}) respecto al termómetro fijo (T_{fijo}), con el siguiente modelo:

$$\delta = \overline{T_{mov-Ref}} - \overline{T_{fijo}} \quad (2)$$

Donde:

δ es la desviación o discrepancia entre las lecturas de los dos termómetros,
 $\overline{T_{mov-Ref}}$, es el promedio de lecturas del termómetro móvil en la posición de referencia
 $\overline{T_{fijo}}$, es el promedio de las lecturas del termómetro fijo en la posición de referencia

Después con las mediciones de ambos termómetros, cuando el termómetro móvil se encuentra en las demás puntos de la zona de trabajo, se obtiene el gradiente de cada punto respecto al punto de referencia, con el siguiente modelo:

$$\Delta t_i = \overline{T_{mov-i}} - \overline{T_{fijo}} - \delta \quad (3)$$

Donde $\overline{T_{mov-i}}$, es el promedio de las lecturas del termómetro móvil para cada una de puntos i de la zona de trabajo.

Para evaluar si la zona de trabajo, delimitada por cada uno de los puntos de medición, es adecuada para utilizarse como medio de calibración de termómetros, el gradiente medido en cada punto debe ser menor al valor de estabilidad (Est) para que su contribución en la incertidumbre debida al baño sea muy pequeña, esto es:

Si se tiene
$$u_{ci} = \sqrt{\Delta t_i^2 + Est^2}, \text{ si}$$

$$\Delta t_i \leq \frac{1}{3} Est ,$$

entonces
$$u_c \sim 1,1Est .$$

Por lo tanto, si Δt_i es menor a un 1/3 del valor de estabilidad (Est) del baño su contribución es menor a un 10%, lo cual se puede despreciar.

En función del resultado de esta prueba de cada punto de medición, la zona de trabajo quedará definida. Esto es, si en un punto i no pasa la prueba, éste se recorre a una región más próxima al punto de referencia y se mide otra vez el Δt_i para hacer nuevamente esta prueba.

Nota: En la caracterización de hornos o cámaras se siguen los mismos pasos que los descritos para los baños. En estos casos el resultado se puede expresar como el campo de temperatura dentro del sistema y como función de la posición y de la temperatura.

4.3 Hornos de pozo seco

Los hornos de pozo seco se usan generalmente en la calibración de termómetros por comparación. Estos hornos tienen un bloque metálico para promover un medio uniforme de temperatura; el bloque tiene orificios cilíndricos o pozos en donde se colocan los termómetros

En algunos diseños de hornos el bloque metálico está fijo, en otros diseños, el bloque es removible y con lo posibilidad de colocar bloques de distinto material. Estos bloques son también llamados bloques igualadores.

En los resultados de caracterización de un horno se deben registrar los siguientes aspectos:

- Material del bloque igualador,
- Profundidad de cada pozo y
- Diámetro de los pozos.

En el caso de que el horno se use con más de un bloque, se deben identificar los bloques y registrar su caracterización con los que se usa el horno.

4.3.1 Bloque igualador

Los bloques pueden ser de los materiales indicados en la tabla 2, donde la temperatura superior de uso está limitada por el tipo de material.

Tabla 2. Material con que se fabrica el bloque igualador y el valor máximo recomendado de operación

Material	Temp. Máx. / °C
Cobre tipo electrolítico	350
Aluminio aleación maquinable (6061) o Duraluminio 7075	450
Latón	700
Acero inoxidable tipo 304	850
Inconel (Níquel Aleación 600)	1100
Níquel Aleación 200	1200

4.3.2 Profundidad

El estudio de caracterización se debe realizar al fondo de cada uno de los pozos del bloque igualador.

Además si el bloque se usa a distintas profundidades dentro de la cavidad del horno, se debe caracterizar al menos en las posiciones inferior y superior.

4.3.3 Diámetro de pozos

Para garantizar los resultados de la caracterización, el espacio o huelgo entre el vástago del termómetro y la pared interna del pozo del bloque no debe ser mayor a 0,5 mm [3].

4.3.4 Medición

La caracterización debe realizarse en diferentes puntos de temperatura en el intervalo de operación del horno o en el intervalo que tenga definido el usuario. Los puntos de temperatura bajo estudio deben ser al menos:

- cada 100 °C, para un intervalo de operación que está por debajo de 500 °C
- cada 200 °C, cuando el intervalo de operación está por arriba de 500 °C
- incluir los puntos mínimo y máximo del intervalo.

4.3.4.1 Estabilidad

La medición de estabilidad se realiza en cualquier pozo del bloque y debe realizarse con un termómetro (sensor – lector) con resolución de al menos 1/4 de la estabilidad esperada en el horno. No es necesario que el termómetro esté calibrado para la caracterización, pero se requiere un termómetro calibrado durante el uso del horno en calibración o ensayos.

El diámetro del vástago del termómetro debe ser el adecuado al pozo, según el criterio indicado en el punto 4.3.3

El termómetro se coloca en el pozo del bloque y una vez que se ha estabilizado a la temperatura del horno se inicia el registro de lecturas, al menos 1 cada 20 segundos, durante 1 hora.

Para obtener la estabilidad, se procede como se indica en el punto 4.2.4.1, de esta Guía.

4.3.4.2 Gradientes

La determinación de gradientes de temperatura del bloque igualador se realiza mediante la medición de temperatura en cada uno de los pozos del bloque igualador.

Para medir los gradientes entre pozos se requieren al menos dos termómetros (T_1 y T_2) calibrados. La incertidumbre de calibración de los termómetros debe ser menor que el valor del gradiente que se espera encontrar.

Se recomienda un termómetro de resistencia de platino o un termistor para temperaturas hasta 450 °C, termopar tipo N o K hasta 1000 °C y termopar de metal noble para temperaturas superiores.

Las mediciones se realizan respecto a un pozo de referencia, que es donde debe colocar el termómetro patrón cuando el horno se usa en la calibración de termómetros. Uno de los termómetros (T_1) se coloca en este pozo y otro (T_2) se colocará en los demás pozos del bloque. En el caso de que el bloque cuente con pozos a distintas profundidades, entonces se debe realizar un estudio de gradiente para cada una de las profundidades, con el termómetro T_1 a la misma inmersión que el T_2 .

El gradiente de temperatura de cada pozo i respecto al de referencia se obtiene con:

$$\Delta t_{p-i} = t_2 - t_1 \quad (4)$$

Donde: t_1 y t_2 son las temperaturas obtenidas con los termómetros T_1 y T_2 .

Los valores de los gradientes de cada pozo deben quedar registrados y usarse

- como corrección cada vez se realice una calibración con el horno caracterizado o
- como parte del resultado de medición en la caracterización del horno.

4.4 Competencia de personal

Para alcanzar la confiabilidad esperada en los resultados de la caracterización del baño u horno, se recomienda que el técnico responsable tenga los siguientes conocimientos y capacitación:

- Al menos carrera técnica superior o profesional trunca en área técnica (Ciencias básicas o Ingeniería o equivalente).
- Conocimientos de cálculo diferencial: derivadas parciales.

- Conocimientos básicos de termometría.
- Conocimientos básicos mediciones de eléctricas.
- Conocimientos básicos de instrumentación.

En general, la competencia del personal para efectos de esta guía se considera que debe cumplir con los requisitos de la NMX-EC-17025-INMC-2006 [4] en el inciso 5.2 (competencia del personal)

5. CONFIRMACIÓN METROLOGICA

Confirmación metrológica: Conjunto de operaciones requeridas para asegurar que el equipo de medición es conforme a los requisitos correspondientes a su uso previsto.

Notas:

- La confirmación metrológica generalmente incluye la calibración y verificación, cualquier ajuste o reparación necesario y la subsiguiente recalibración, la comparación con los requisitos metrológicos para el uso previsto del equipo, así como cualquier sellado y etiquetado requerido.
- La confirmación metrológica se obtiene cuando se ha demostrado y documentado la adecuación del equipo de medición para el uso previsto.
- Los requisitos para el uso previsto del equipo de medición, incluyen consideraciones tales como alcance, resolución y error máximo permitido [5].

La confirmación metrológica es útil en ausencia de prescripciones de características de los baños y hornos establecidas por el fabricante, esto es común en este tipo de equipo. Su propósito es asegurar que el baño u horno tenga las características adecuadas para el uso previsto.

El laboratorio debe tener un sistema de confirmación metrológica para su sistema de medición que indique el programa de calibración y verificación de sus patrones, la caracterización de sus baños y el control metrológico de aquellos instrumentos de medición que se usen durante la calibración de termómetros o realización de ensayos.

Nota para el evaluador: Este sistema de confirmación metrológica está de acuerdo a lo establecido en la norma NMX-EC-17025-INMC-2006, apartados 5.6.3.1 (Patrones de referencia) y 5.6.3.3 (Verificaciones intermedias).

El sistema debe contener criterios técnicos respecto a los baños y hornos utilizados en la calibración o ensayo: caracterización periódica de uniformidad térmica, criterios de estabilidad y control estadístico.

6. TRAZABILIDAD DE LAS MEDICIONES

6.1 Trazabilidad, calibración y patrón

Trazabilidad: Propiedad del resultado de una medición o de un patrón, tal que ésta pueda ser relacionada con referencias determinadas, generalmente patrones nacionales o internacionales, por medio de una cadena ininterrumpida de comparaciones teniendo todas incertidumbres determinadas [1].

Notas:

- Este concepto se expresa frecuentemente por el adjetivo trazable.
- La cadena ininterrumpida de comparaciones es llamada cadena de trazabilidad.

Patrón: Medida materializada, aparato de medición o sistema de medición destinado a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad, o uno o varios valores conocidos de una magnitud, para servir de referencia [1].

Nota: Un material de referencia certificado también es un patrón de medición.

Calibración: Conjunto de operaciones que establecen bajo condiciones especificadas, la relación entre los valores indicados por un aparato o sistema de medición o los valores representados por una medida materializada y los valores correspondientes de la magnitud realizada por los patrones [1].

Debe notarse que la calibración NO incluye operaciones de ajuste, y tampoco implica la comparación con requisito alguno, por lo que debe entenderse que la verificación es una actividad no incluida en la calibración, aunque sean necesarios los resultados de una calibración para soportarla.

6.2 Utilidad de la trazabilidad

Las mediciones que se realizan para la caracterización de baños y hornos son relativas a un valor de referencia y, en consecuencia, no es necesario que sean trazables. Sin embargo los resultados de la caracterización proveen información valiosa para mantener la trazabilidad de las mediciones al usar esos baños y hornos en la calibración de termómetros o en la realización de ensayos.

Nota para el evaluador: Tanto los laboratorios de calibración de termómetros como los de ensayo que usan baños u hornos en su sistema de medición deben:

- realizar los estudios de la caracterización correspondientes.
- usar los resultados de la caracterización en:

- procedimientos experimentales.
 - análisis de datos y
 - análisis de incertidumbre
 - mantener actualizados los valores vía caracterización o verificación periódica de sus baños y hornos.
- para asegurar la trazabilidad de sus mediciones.

Nota: Si en parte del proceso de caracterización se requieren valores absolutos de temperatura, es decir no relativos, entonces los termómetros deben estar calibrados.

7. INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN

Incertidumbre de medición: Parámetro asociado al resultado de una medición que caracteriza la dispersión de los valores que podrían razonablemente ser atribuidos al mensurando [1].

Los resultados de las mediciones realizadas en el proceso de caracterización, deben asociarse una estimación de incertidumbre conforme a la norma NMX-CH-140-IMNC-2002 [6].

7.1 Elementos de la incertidumbre de la medición

Todo resultado de medición debe ser acompañado de una estimación de su incertidumbre. La expresión de la incertidumbre de medición debe indicar claramente el intervalo de los valores atribuibles razonablemente al mensurando, además de una declaración del nivel de confianza p asociado a ese intervalo, o una indicación con información equivalente como el llamado factor de cobertura k .

Nivel de confianza: Fracción de la distribución de probabilidad caracterizada por el resultado de medición y su incertidumbre [6].

Factor de cobertura: Factor que multiplica a la incertidumbre estándar combinada para calcular la incertidumbre expandida de una medición [6].

La declaración de la incertidumbre de medición es indispensable en los resultados de calibración o en la aplicación de mediciones en los procesos de disseminación de unidades de medida, dado que éstos denotan los eslabones de la cadena de trazabilidad.

En el sistema de calibración de termómetros por comparación los baños y hornos contribuyen a la incertidumbre del resultado, así como en el resultado de un ensayo.

En esta sección se describen cómo estimar su contribución.

El valor de Est es la contribución a la incertidumbre de calibración, al usar el baño u horno en la calibración de termómetros.

El valor de Est tiene en sí mismo, una componente de incertidumbre que procede de la resolución del termómetro y de la incertidumbre asociada a los valores L_{sup} y L_{inf} .

Dado que:

$$Est = (L_{sup} - L_{inf}) / \sqrt{12} \quad (5)$$

y se aplica al regla de propagación de incertidumbres:

$$u_{Est}^2 = \left(\frac{\partial Est}{\partial L_{sup}} \right)^2 u_{L_{sup}}^2 + \left(\frac{\partial Est}{\partial L_{inf}} \right)^2 u_{L_{inf}}^2 \quad \text{donde} \quad (6)$$

$$\left(\frac{\partial Est}{\partial L_{sup}} \right)^2 = \left(\frac{\partial Est}{\partial L_{inf}} \right)^2 = \frac{1}{12} \quad \text{y si se tiene que} \quad (7)$$

$$u_{L_{sup}} = u_{L_{inf}} \approx \frac{1}{4} Est \quad (8)$$

Al sustituir (8) en (6), se tiene que

$$u_{Est} \approx \frac{Est}{\sqrt{96}} \approx \frac{1}{10} Est \quad (9)$$

Es decir si la incertidumbre asociada a L_{sup} y L_{inf} es menor o igual a $\frac{1}{4}$ del valor de Est , entonces su contribución es despreciable.

Como ejemplo se tiene la gráfica de estabilidad de la figura 1, se tiene:

$$\begin{aligned} L_{sup} &= 84,3152 \, \Omega \\ L_{inf} &= 83,3137 \, \Omega \\ L_{sup} - L_{inf} &= 0,0015 \, \Omega \\ Est &= 0,0004 \, \Omega \approx 1 \, \text{mK} \end{aligned}$$

Si se considera la incertidumbre de L_{sup} y L_{inf} ; por ejemplo al considerar las líneas punteadas,

$$\begin{aligned} L_{sup} &= 84,3149 \, \Omega \\ L_{inf} &= 83,3138 \, \Omega \\ L_{sup} - L_{inf} &= 0,0011 \, \Omega \\ Est &= 0,00032 \, \Omega \approx 0,8 \, \text{mK} \end{aligned}$$

Luego esta variable de influencia contribuye con $\pm 0,2 \, \text{mK}$.

7.2 Caracterización

El resultado de la caracterización es el valor de un parámetro asociado a la estabilidad del baño u horno en cada punto de temperatura y en diferentes posiciones.

En un baño líquido, una vez que se tiene definido el volumen o zona de trabajo, entonces su contribución a la incertidumbre de calibración es:

$$u_{unif-baño} = Est \quad (10)$$

Para un horno de pozo seco, su contribución a la incertidumbre de calibración es:

$$u_{unif-horno} = \sqrt{Est^2 + ucal_{T1}^2 + ucal_{T2}^2} \quad (11)$$

Donde $u_{cal_{T1}}$ y $u_{cal_{T2}}$ son las incertidumbres de los termómetros utilizados para medir los gradientes de temperatura.

Tabla 3. Contribuciones de incertidumbre en la estimación de la uniformidad de baños y hornos

Fuente de Incertidumbre		Incertidumbre Estándar	Distribución	Coefficiente de sensibilidad	Grados de libertad
Est	Estabilidad del baño u horno	$(L_{sup} - L_{inf})/\sqrt{12}$	Uniforme	$dR/dt, dE/dt$ ó 1	50
$u_{cal_{T1}}$ $u_{cal_{T2}}$	Incertidumbre de calibración de los termómetros	Certificado o informe de calibración	Normal	1	100

8. VALIDACION DE MÉTODOS

Para la validación de los métodos presentados en esta Guía, para la medición de estabilidad y gradientes de temperatura en baños y hornos, de acuerdo a la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 [4], se propone realizar pruebas de reproducibilidad de los valores encontrados de estabilidad y gradientes bajo las siguientes condiciones de operación:

- Mismo termómetro y diferentes tiempos,
- Diferente termómetro y mismo tiempo y
- Par de termómetros con valores “recíprocos” al intercambiar posiciones (en el caso de gradientes).

Los resultados de estabilidad y gradientes de temperatura encontrados bajo estas condiciones deben concordar dentro de la incertidumbre estimada para cada valor.

Si la reproducibilidad de gradiente entre dos pozos es del mismo orden que el valor del mismo gradiente, entonces la corrección por gradiente es cero y se considera el valor asociado a la dispersión en el análisis de incertidumbre (ec. 11).

9. BUENAS PRÁCTICAS DE MEDICIÓN

Para obtener resultados confiables en la medición de estabilidad y gradientes térmicos en un baño u horno, se recomienda que el laboratorio tenga procedimientos de caracterización para estos equipos.

Además se deben considerar los siguientes aspectos antes de iniciar el proceso de medición de la estabilidad y gradientes:

- El envejecimiento del líquido de trabajo usado en el baño,
- la limpieza del baño,
- el aislamiento eléctrico y tierra física,
- la eficiencia del sistema de enfriamiento,
- el estado operativo del sistema de recirculación y
- el aislamiento térmico

Se deben de revisar el estado de estos elementos para determinar si es necesario realizar mantenimiento preventivo o correctivo. Cualquier cambio que se realice al equipo que pueda afectar el desempeño del baño u horno requiere de un nuevo estudio para encontrar nuevos parámetros, para el tipo de control que emplee el equipo y tener condiciones normales de operación.

9.1 Medición de estabilidad

Para la medición de la estabilidad se debe asegurar que los termómetros no tienen problema con ruido eléctrico que perturbe la medición.

Se recomienda contar con sistema automático de adquisición de datos con capacidad de presentación gráfica de los mismos, para determinar la estabilidad de la temperatura como función del tiempo.

El termómetro usado debe presentar las siguientes características:

- Estabilidad térmica sin deriva,
- Si es un TRP, debe estar libre de tensiones y de humedad y
- tiempo de respuesta corto: capaz de seguir rápidamente los cambios de temperatura en el medio.

9.3 Medición de gradientes

Para la medición de gradientes para el caso de un horno de pozo seco los termómetros deben tener:

- Baja fuga térmica vía el vástago y
- Control metrológico.

Tanto en el uso de puntos fijos como en hornos usados en la calibración de termómetros se ha encontrado que el fondo del pozo puede ser un punto que esté significativamente a otra temperatura. En consecuencia, es una buena práctica evitar el contacto directo del termómetro con el fondo del pozo.

La fuga térmica vía el vástago depende de la construcción del termómetro: se tiene baja fuga térmica si la funda del vástago es de pared delgada y su diámetro es pequeño: mientras más delgado menor será la fuga térmica.

Para reducir la fuga térmica vía el vástago de un termómetro se pueden considerar las siguientes recomendaciones:

- Mantener una inmersión de 10 tantos el diámetro de vástago por cada 100 °C, a partir de la inmersión mínima especificada por el fabricante.
- La diferencia entre los diámetros del vástago y el pozo no debe ser mayor 1 mm.
- Procurar aislar la parte del termómetro que emerge del horno con fibra cerámica o similar, sobre todo para temperaturas arriba de 500 °C.
- En caso de hornos de pozo seco para calibración, evitar colocar muchos termómetros en el bloque, por ejemplo, en un bloque de 38 mm de diámetro, no colocar más de 4 termómetros con diámetro de su tallo de máximo 6,3 mm.

Nota para el evaluador:

Las características de estabilidad y gradientes dependen del número de termómetros que se coloquen en el baño u horno.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece a:

Ayala Lira, Oscar A.

Castelán Domínguez, Benigno

Marrón Oliver, Mario

Montaño Rodríguez, Blanca Ivonne

de Certis Metría, S.A. de C.V.

de Certis Metría, S.A. de C.V.

de INSCO de México, S.A. de C.V.

de VAMET, S.A. de C.V.

por sus comentarios y sugerencias, que fueron tomados en cuenta en el desarrollo de esta Guía.

10. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] NMX-Z-055:1996 IMNC Metrología – Vocabulario de términos fundamentales y generales; equivalente al documento International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology, BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML, 1993.
- [2] BIPM, Techniques for approximating the International Temperature Scale of 1990, 1990, Sevres
- [3]. EURAMET/cg-13/v.01, Calibration of temperature block calibrators, EURAMET July 2007
- [4] NMX-EC-17025-IMNC-2006 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración.
- [5] NMX-CC-10012-IMNC-2003 Sistema de gestión de las mediciones – Requisitos para procesos de medición y equipos de medición.
- [6] NMX-CH-140-IMNC-2002 Guía para la expresión de la incertidumbre de las mediciones; equivalente al documento Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML, 1995.
- [7] W. Schmid y R. Lazos, Guía para estimar la incertidumbre de la medición, www.cenam.mx/, 2000.

ANEXO A Ejemplo de caracterización de un baño de temperatura controlada.

Nota: Los resultados y su presentación pueden tomarse como ejemplo de la información que debe ser registrada en un informe de caracterización.

RESULTADOS DE CARACTERIZACION DEL BAÑO (marca, modelo y no./serie)

A.1 Descripción

Baño líquido con recirculación fija, con accesorio para recirculación desbordante, características principales:

- intervalo de operación: -80 °C a 110 °C
- Capacidad: 16 litros
- Profundidad: 40 cm
- Superficie disponible: 12 x 18 cm

A.2 Alcance de la caracterización

A.2.1 Intervalo: -80 °C a 80 °C

Para cubrir este intervalo, la caracterización se realiza en los puntos de temperatura indicados en la tabla 1.A, así como el tipo de líquido de trabajo empleado para el estudio.

A.2.2 Zona de trabajo

Del espacio disponible de la tina del baño se selecciona la zona de trabajo, ver figura A.1, en la cual se indican también los puntos de medición, donde la zona de trabajo es el espacio delimitado por el área circular de 9 cm de diámetro y la altura de 20 cm.

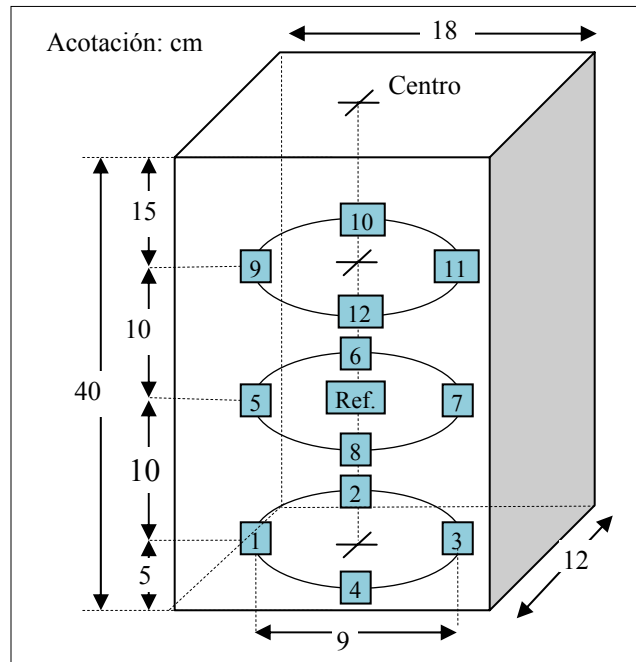


Figura A.1 Ubicación de la zona de trabajo y puntos de medición

Líquido de trabajo	Puntos de temperatura
Alcohol etílico	-80 °C, -60 °C, -40 °C y -20 °C
Agua desmineralizada	40 °C y 80 °C

Tabla A.1 Líquido de trabajo y puntos de temperatura de la caracterización

A.3 Medición

A.3.1 Equipo de medición

- 2 termómetros de resistencia de platino tipo Pt100
- 2 puentes de resistencia para Pt100 con resolución de 0,0001 Ω
- Sistema de adquisición de datos

A.3.2 Toma de lecturas

Para cada temperatura bajo estudio, se realizaron las mediciones bajo los siguientes pasos:

1. Se colocan los dos Pt100 en el punto de referencia y se espera a que se estabilicen.
2. Se inicia el registro de lecturas de los termómetros, una lectura cada 10 segundos, durante 5 minutos.
3. Uno de los termómetros ($Pt100_{mov}$) se desplaza a cada uno de los puntos definidos (12 puntos) en la zona de trabajo, dejando el otro termómetro ($Pt100_{fijo}$) en el punto de referencia, se registran datos durante 5 minutos en cada punto.

A.4 Resultados

Se presentan los resultados para las temperaturas de -80 °C, -60 °C y -40 °C

A.4.1 Estabilidad

La estabilidad del baño se obtiene a partir de la gráfica de estabilidad registrada con el termómetro de referencia, ver figuras A.1, A.3 y A.4, Los límites superior e inferior se establecen a criterio del técnico, en la tabla A.2 se muestran la estabilidad para cada temperatura encontrada en el baño así como el parámetro “banda proporcional” del control del baño que se usó para esa condición de operación. La estabilidad se determinó con el siguiente modelo:

$$Est = (L_{sup} - L_{inf})/\sqrt{12}$$

Temperatura / °C	Estabilidad / °C	Banda Proporcional
-80	0,0052	0,78
-60	0,0061	0,606
-40	0,0012	0,315

Tabla A.2 Estabilidad del baño a distintas temperaturas

A.4.2 Gradientes y validación de zona de trabajo

Para obtener los gradientes de temperatura en el baño, primero se obtiene la desviación de uno de los termómetros respecto al otro, con las mediciones realizadas cuando los dos Pt100 están en la posición de referencia y se usa el siguiente modelo:

$$\delta = \overline{Pt100_{mov-Ref}} - \overline{Pt100_{fijo}}$$

El gradiente de cada punto de medición se obtiene con las mediciones realizadas cuando el $Pt100_{mov}$ se encuentra en los demás puntos de la zona de trabajo. Entonces el gradiente para cada punto i se obtiene con el siguiente modelo:

$$\Delta t_i = \overline{T_{mov-i}} - \overline{T_{fijo}} - \delta$$

Para evaluar si la zona de trabajo, delimitada por cada uno de los puntos de medición, es adecuada para utilizarse como medio de calibración de termómetros, el gradiente medido en cada punto debe ser menor o igual a 1/3 del valor de estabilidad (Est), entonces para cada punto se debe cumplir la siguiente relación:

$$\frac{3|\Delta t_i|}{Est} \leq 1$$

Tabla A.3 se muestran los valores de los gradientes para cada posición de la zona de trabajo, así como su validación en cada temperatura a la cual se realizó la caracterización.

Posición <i>i</i>	Temperatura de caracterización					
	-80 °C		-60 °C		-40 °C	
	$\Delta t_i / ^\circ\text{C}$	$3 \Delta t_i /Est$	$\Delta t_i / ^\circ\text{C}$	$3 \Delta t_i /Est$	$\Delta t_i / ^\circ\text{C}$	$3 \Delta t_i /Est$
p ₁	0,0016	0,9	0,0006	0,3	0,0001	0,3
p ₂	0,0002	0,1	0,0018	0,9	0,0005	1,2
p ₃	0,0008	0,5	0,0000	0,0	0,0007	1,7
p ₄	0,0019	1,1	0,0001	0,0	0,0006	1,6
p ₅	0,0002	0,1	0,0001	0,1	0,0008	2,2
p ₆	0,0002	0,1	0,0001	0,1	0,0005	1,3
p ₇	0,0013	0,7	0,0011	0,5	0,0005	1,2
p ₈	0,0004	0,2	0,0006	0,3	0,0005	1,2
p ₉	0,0018	1,0	0,0009	0,4	0,0008	2,2
p ₁₀	0,0037	2,2	0,0008	0,4	0,0009	2,3
p ₁₁	0,0023	1,3	0,0007	0,3	0,0006	1,6
p ₁₂	0,0015	0,9	0,0018	0,9	0,0005	1,3

De acuerdo a los resultados mostrados en la Tabla A.3, se hacen las siguientes notaciones para el uso del baño en la calibración de termómetros:

- Para -80 °C:
 - La zona inferior (p₁ a p₄) es prácticamente aceptable
 - El límite de la zona superior (p₉ a p₁₂) se puede mover hacia abajo y volver a realizar el estudio ó limitarse a usar el baño en las regiones p₉ y p₁₂.
- Para -40 °C, puesto que solo un punto cumple con el criterio indicado, entonces:
 - Redefinir la zona de trabajo y volver a realizar el estudio
 - Tomar en cuenta los valores de Δt_i para realizar la corrección correspondiente a cada punto *i*, durante un ejercicio de calibración
 - Incluir en la contribución de incertidumbre del baño los valores de Δt_i en el presupuesto de incertidumbres

A.4.3 Incertidumbre por uniformidad térmica del baño

La incertidumbre con la que contribuye el baño en un proceso de calibración de termómetros por comparación, es igual al valor de la estabilidad del baño, esto es:

$$U_{unif} = kEst$$

Donde *k* es el factor de cobertura igual 2, para un nivel de confianza de al menos del 95 %.

En la tabla A. 4 se muestran el resumen de los resultados de la caracterización del baño.

Temp. /°C	$U_{unif} / ^\circ\text{C}$ (k=2)
-80*	0,010

-60	0,012
-40*	0,0023

*Ver notaciones de los resultados de la tabla A.3

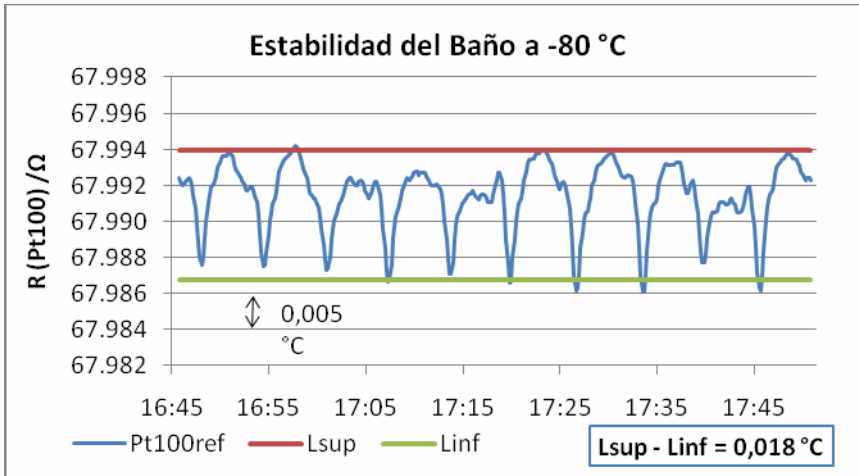


Figura. A.2 Estabilidad del baño a -80 °C

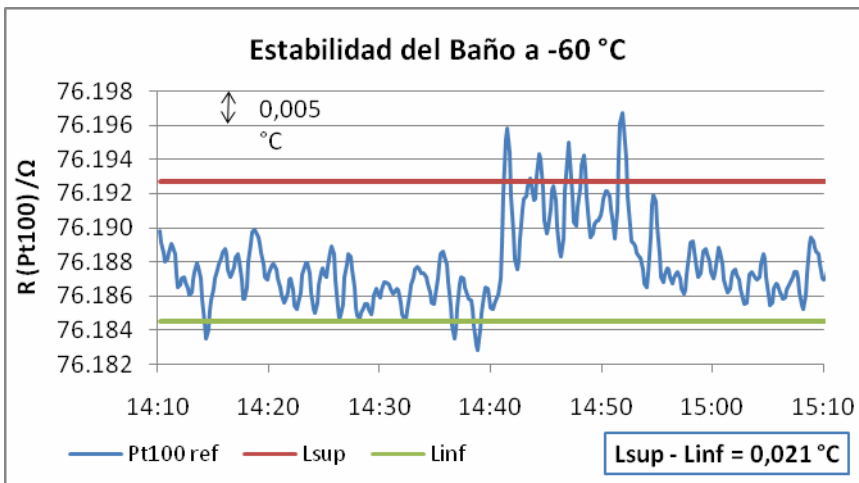


Figura. A.3 Estabilidad del baño a -60 °C

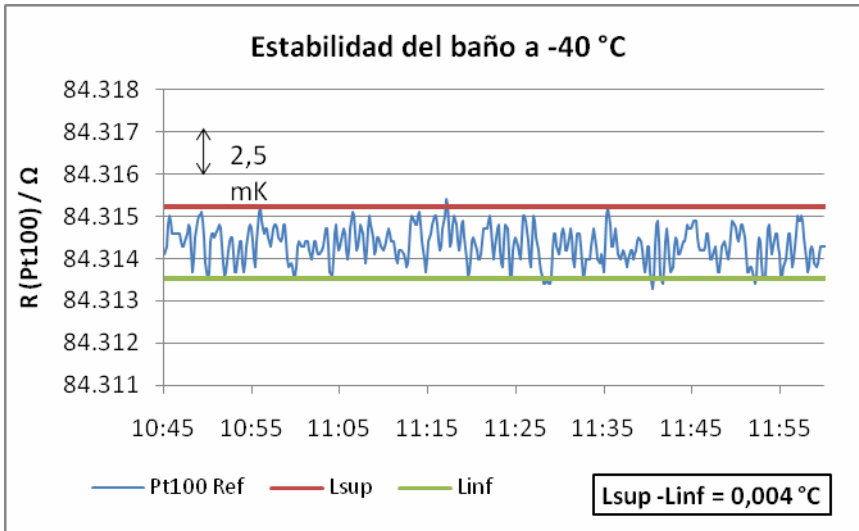


Figura. A.4 Estabilidad del baño a -40 °C.