

Guía Técnica sobre Trazabilidad e Incertidumbre en la Calibración de Opacímetros

México, julio de 2011

Derechos reservados ©

PRESENTACIÓN

Durante la evaluación de la competencia técnica de los laboratorios de calibración y de ensayo, la demostración de la trazabilidad y la estimación de la incertidumbre de las mediciones, requiere la aplicación de criterios técnicos uniformes y consistentes.

Con el propósito de asegurar la uniformidad y consistencia de los criterios técnicos en la evaluación de la trazabilidad y la incertidumbre de las mediciones, la entidad mexicana de acreditación, a. c. (ema), solicitó al Centro Nacional de Metrología que encabezara un programa de elaboración de Guías Técnicas de Trazabilidad e Incertidumbre de las Mediciones.

Los Comités de Evaluación, a través de los Subcomités de los Laboratorios de Calibración y de Ensayo, se incorporan a este programa y su participación está orientada a transmitir sus conocimientos y experiencias técnicas en la puesta en práctica de las Políticas de Trazabilidad y de Incertidumbre establecidas por ema, mediante el consenso de sus grupos técnicos de apoyo. La incorporación de estos conocimientos y experiencias a las Guías, las constituyen en referencias técnicas para usarse en la evaluación de la competencia técnica de los laboratorios de calibración y ensayo.

En este programa, el CENAM se ocupa, entre otras actividades, de coordinar el programa de las Guías Técnicas; proponer criterios técnicos sobre la materia; validar los documentos producidos; procurar que todas las opiniones pertinentes sean apropiadamente consideradas en los documentos; apoyar la elaboración de las Guías con eventos de capacitación; asegurar la consistencia de las Guías con los documentos de referencia indicados al final de este documento.

La elaboración de las Guías está vinculada con la responsabilidad que comparten mutuamente los laboratorios acreditados de calibración y de ensayo, de ofrecer servicios con validez técnica en el marco de la evaluación de la conformidad. La calidad de estos servicios se apoya en la confiabilidad y uniformidad de las mediciones, cuyo fundamento está establecido en la trazabilidad y en la incertidumbre de las mismas. Los que ejercitan la evaluación de la competencia técnica de los laboratorios, así como los que realizan la práctica rutinaria de los servicios acreditados de calibración y ensayo, encontrarán en las Guías una referencia técnica de apoyo para el aseguramiento de las mediciones.

Las Guías Técnicas de Trazabilidad e Incertidumbre de las Mediciones no reemplazan a los documentos de referencia en que se fundamentan las políticas de trazabilidad e incertidumbre de ema. Las Guías aportan criterios técnicos que servirán de apoyo a la aplicación de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006. La consistencia de las Guías con esta norma y con los demás documentos de referencia, permitirá conseguir el propósito de asegurar la confiabilidad de la evaluación de la conformidad por parte de los laboratorios de calibración y ensayo.

Julio de 2011

Dr. Héctor O. Nava Jaimes

Director General
Centro Nacional de Metrología

María Isabel López Martínez

Directora Ejecutiva
entidad mexicana de acreditación, a.c.

**GRUPO DE TRABAJO
QUE PARTICIPÓ EN LA ELABORACIÓN DE ESTA GUÍA TÉCNICA**

LARIOS, Víctor Ángeles, ORLOV, S.A. DE C.V.

MARTÍNEZ MEDINA, José Luis, ORLOV, S.A. DE C.V.

NARANJO MOGICA, Javier, CELEMEX, S.A. DE C.V.

RODRÍGUEZ, Javier, TSTES, S.A. DE C.V.

ROGERS A, John, TSTES, S.A. DE C.V.

RUIZ OROZCO, Arquímedes, CENAM

VALENCIA LUNA, Guillermo, CENAM

ÍNDICE

PRESENTACIÓN	2
GRUPO DE TRABAJO	3
1. PROPÓSITO DE LA GUÍA TÉCNICA	5
2. ALCANCE DE LA GUÍA TÉCNICA	5
3. MENSURANDO	6
4. MÉTODO Y SISTEMA DE MEDICIÓN DE LA OPACIDAD	7
5. TRAZABILIDAD DE LAS MEDICIONES	10
6. INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN	11
8. REFERENCIAS	13
ANEXO A	14
ANEXO B	15

1. PROPÓSITO DE LA GUÍA TÉCNICA

El propósito de la presente Guía Técnica es asegurar la uniformidad y consistencia de los criterios técnicos en la evaluación de la trazabilidad y la incertidumbre en las mediciones de opacidad, para lo cual se establecen las directrices sobre los aspectos de trazabilidad e incertidumbre, así como los criterios y requisitos para lograr mediciones de opacidad con incertidumbre y trazabilidad confiables.

Estos criterios serán aplicados

- a) por los evaluadores de laboratorios de calibración o de ensayos en el proceso de la acreditación;
- b) por los laboratorios en preparación para ser acreditados; o
- c) por los interesados en iniciar un laboratorio de calibración o de ensayos.

La presente Guía Técnica de trazabilidad e incertidumbre en la calibración de opacímetros para la magnitud de opacidad deberá tener consistencia en la forma de representar la cadena de trazabilidad. Asimismo se deberá usar y representar la magnitud de opacidad y su unidad con base al Sistema Internacional (SI). Se debe documentar la trazabilidad de las mediciones que se realizan en el laboratorio a partir de la información contenida en los documentos de sus patrones de referencia y hasta el valor contenido en el informe entregado al cliente. El anexo A muestra un ejemplo de la información que debe estar documentada. Finalmente se han considerado las fuentes de incertidumbre con base en la presente Guía.

El signo decimal empleado en esta Guía es el punto decimal en la línea.

La presente Guía Técnica está destinada a complementar y dar detalles sobre la forma de cumplir los requisitos de trazabilidad e incertidumbre de las mediciones establecidas en la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 en el caso específico de mediciones de opacidad. En ningún caso debe interpretarse el contenido de la presente Guía Técnica como sustituto de los requisitos mencionados.

2. ALCANCE DE LA GUÍA TÉCNICA

La presente Guía Técnica comprende los procedimientos de medición, trazabilidad e incertidumbre aplicados en la calibración de opacímetros de cámara cerrada que funcionan bajo el procedimiento de muestreo de descargas parciales de humo utilizados en los Programas de Verificación Vehicular y de acuerdo a lo indicado en la norma oficial mexicana vigente, que establece las características técnicas de los equipos analizadores de humos para la verificación vehicular y el procedimiento de medición para la verificación de los niveles de emisión de la opacidad del humo proveniente del escape de los vehículos automotores en circulación que usan Diesel como combustible.

3. MENSURANDO

La magnitud particular sujeta a medición es la *Opacidad* y se define como la condición en la cual un material impide parcial o totalmente, el paso de un haz de luz dentro de la región visible del espectro electromagnético.

La siguiente expresión matemática se usa para identificar el mensurando Opacidad.

(1)

Donde:

N = Opacidad.

τ = Transmitancia (expresada en porcentaje).

El principio de medición por el cual se determina la opacidad de un material, es la *transmitancia*, que se define como el proceso físico por el cual el flujo radiante que incide sobre una superficie es parcialmente transmitido, sin cambio en la frecuencia [5], y es expresada como una relación del cociente de el flujo radiante incidente y el flujo radiante transmitido, según lo indica la siguiente expresión:

$$\tau = \frac{\Phi}{\Phi_0} \quad (2)$$

Donde:

Φ = Flujo radiante transmitido.

Φ_0 = Flujo radiante incidente.

Cuando la transmitancia es conocida y asociada a cada componente monocromático de una región del espectro electromagnético se le conoce como transmitancia espectral $\tau(\lambda)$ por lo que al incorporar este concepto a la ecuación 2 se obtiene la siguiente ecuación:

$$\tau(\lambda) = \frac{\Phi_\lambda}{\Phi_{0\lambda}} \quad (3)$$

Donde:

Φ_λ : Flujo radiante espectral transmitido.

$\tilde{\Phi}_{0\lambda}$: Flujo radiante espectral incidente.

Un material que no atenúa ninguna luz incidente tiene una transmitancia de 1.0 y una opacidad de 0 %. Un material que atenúa toda la luz incidente tiene una opacidad del 100 % y una transmitancia de 0.0.

3.1 Intervalo típico de medición

Para fines de la presente guía técnica, se define el intervalo de opacidad instrumental entre 0 % y 100 % en la región visible del espectro electromagnético, en concordancia con la norma vigente. Sin embargo, con el uso de los Materiales de Referencia Certificados, MRC, se establecen los niveles de opacidad en los intervalos de medición máximos y mínimos, dentro de las cuales se atribuye razonablemente los valores que cubren de manera experimental el alcance total de un opacímetro.

El intervalo espectral de la región visible que la Comisión Internacional de Iluminación establece por convención es de 380 nm a 780 nm.

El intervalo espectral en el opacímetro es delimitado por las curvas de la respuesta espectral del receptor y la distribución de la potencia espectral relativa de la fuente de luz conforme a lo especificado en la norma oficial mexicana vigente.

El procedimiento descrito en el punto 4.2 de esta Guía establece los criterios técnicos para evaluar los valores de opacidad en el intervalo de longitud de onda, conforme a las especificaciones de un opacímetro, y de acuerdo con la norma vigente.

3.2 Incertidumbre de medición esperada

La incertidumbre en la medición de opacidad se evalúa conforme a los requisitos de la guía para la expresión de incertidumbre en las mediciones [2], para demostrar su conformidad con la norma vigente para la magnitud de opacidad. El procedimiento descrito en el punto 6 de este documento ha sido definido y validado por el personal técnico de los laboratorios participantes.

4. MÉTODO Y SISTEMA DE MEDICIÓN DE LA OPACIDAD

4.1 Método de calibración del opacímetro.

El método de comparación es usado para la calibración de un opacímetro, y consiste en conocer la diferencia entre el resultado de una medición de opacidad y el valor convencionalmente verdadero o valor de referencia que se obtiene de un Material de Referencia Certificado (MRC) a partir de su transmitancia espectral.

El sistema de medición es el opacímetro que consta de una cámara cerrada, una fuente emisora de luz, un filtro óptico que seleccione las longitudes de onda en la región visible y una celda fotoeléctrica.

Los MRC son filtros ópticos de vidrio con transmitancia espectral neutra que son empleados en la calibración de los Opacímetros, y son descritos en la sección 4.3.

4.2 Procedimiento de medición.

El procedimiento de medición consiste en la ejecución de los siguientes puntos:

- Establecer los niveles de intensidad mínimos y máximos del opacímetro de acuerdo a las recomendaciones del manual de operación del fabricante.
- Colocar los MRC entre la fuente emisora de luz y la celda fotoeléctrica del opacímetro.
- Realizar mediciones con cuatro MRC caracterizados en diferentes puntos de la escala lineal entre 6 % a 80 % de opacidad conforme a lo establecido en la Norma Oficial Mexicana vigente. El evaluador del laboratorio debe confirmar la competencia técnica del laboratorio para saber utilizar el MRC correspondiente, así como aplicar los valores medidos del MRC para poder determinar correctamente el error de calibración del opacímetro.
- Medir el cero de opacidad usando como referencia el aire entre cada una de las lecturas del MRC.
- Realizar las mediciones al menos tres veces por cada MRC.
- Promediar las mediciones de cada MRC.
- Comparar el promedio de los valores medidos con cada MRC respecto del valor certificado en opacidad o el valor de opacidad determinado por el laboratorio a partir de la transmitancia espectral certificada.
- Determinar la desviación del opacímetro mediante el error calculado como:
Error = Promedio de mediciones – Valor Certificado del MRC
- Calcular la incertidumbre expandida.

4.3 Materiales de Referencia Certificados (MRC).

Los Materiales de Referencia Certificados, son filtros ópticos de vidrio con transmitancia espectral neutra, cuyo principio se basa en el fenómeno de absorción (filtros de densidad óptica neutra o filtros grises), con valores nominales entre 6 % y 80 % de opacidad que cubren el mayor alcance de la escala del opacímetro, conforme a los requerimientos establecidos en la Norma Oficial Mexicana vigente.

Los MRC tienen las siguientes características:

- Dimensiones adecuadas según el tipo de opacímetro.
- Respuesta espectral neutra en la región visible.
- Valores discretos a diferentes niveles de opacidad. Los niveles de opacidad a evaluar en un opacímetro, pueden ser distintos entre los laboratorios, y su número está sujeto a criterio de cada laboratorio, siendo como mínimo un número de cuatro niveles de opacidad a calibrar para cubrir el alcance de medición (dentro del alcance de trabajo).

4.3.1 Determinación de la opacidad de los MRC a partir de la transmitancia espectral certificada.

La opacidad, es calculada empleando la ecuación 1, a partir de la transmitancia que poseen los MRC para la región visible, para las especificaciones espectrales del receptor y la fuente de luz. Donde, la transmitancia de los MRC para la región visible, es determinada a partir de la transmitancia espectral certificada para los mismos, la respuesta espectral del receptor y la distribución de potencia espectral relativa de la fuente de luz, como se indica en la siguiente ecuación:

$$\tau = \frac{\int_{380}^{780} \tau(\lambda) \bar{y}(\lambda) S(\lambda) d\lambda}{\int_{380}^{780} \bar{y}(\lambda) S(\lambda) d\lambda} \quad (4)$$

Donde:

$\tau(\lambda)$: Transmitancia espectral del MRC para la región visible.

$\bar{y}(\lambda)$: Respuesta espectral del receptor.

$S(\lambda)$: Distribución de potencia espectral relativa de la fuente de luz.

Su incertidumbre, debe ser estimada conforme al tratamiento indicado en la Guía de estimación de incertidumbres vigente empleando las definiciones dadas en las ecuaciones 1 y 4.

4.3.2 Transporte y manejo de los MRC

Para asegurar y mantener las propiedades certificadas de los MRC deberán contar con los siguientes cuidados en el transporte y manejo:

- evitar el deterioro de sus superficies, por ralladuras, sustancias químicas, cambios bruscos de temperaturas.
- proteger del polvo, fibras, humedad, grasas y aceites.

Para lo cual es necesario:

- transportar los MRC en un contenedor, libre de fibras y polvo, el cual evite contacto entre las caras de los MRC.
- En su manejo, usar guantes libres de polvos y fibras, y manipularlos por su montura o soporte (en el caso de contar con este) evitando tocar las caras del filtro.
- Cuando no se encuentren en uso los MRC deberán ser colocados en su contenedor.

4.4 Competencia técnica del personal.

El personal que lleve a cabo la medición de opacidad deberá contar con los siguientes elementos:

- Conocer los procedimientos internos del laboratorio tales como: procedimiento de calibración, procedimiento de uso, manejo, transporte y almacenamiento de los MRC.
- Configurar, operar y obtener la lectura de opacidad del opacímetro.
- Interpretar las especificaciones del fabricante del opacímetro.
- Interpretar y usar los resultados del informe de calibración del opacímetro.
- Conocer la información de la certificación de los MRC.
- Conocer la norma de opacidad vigente.

El personal que supervisa los cálculos y autoriza los informes deberá contar con los siguientes elementos:

- Contar con los conocimientos y habilidades requeridos para el personal que hace las mediciones.
- Saber determinar la opacidad y su incertidumbre a partir de la transmitancia espectral certificada para los MRC y aplicar correcciones a las mediciones realizadas durante la calibración del opacímetro.
- Conocer el procedimiento de estimación de incertidumbre.
- Conocer la metodología y aplicación del cálculo de incertidumbre de la medición conforme a la norma NMX-CH-140-IMNC-2002.

5. TRAZABILIDAD DE LAS MEDICIONES

Los aspectos relacionados con la trazabilidad de las medidas son acordes con lo dispuesto en la política vigente de la *ema* [6].

Trazabilidad metrológica: Propiedad de un resultado de medida por la cual el resultado pueda relacionarse con una referencia mediante una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medida. [3]

Los patrones nacionales representan las unidades del SI en un país, y en el mejor de los casos, los patrones nacionales son una realización de las unidades del SI en un país.

- i. La trazabilidad de una medición de opacidad se obtiene a través de los valores certificados de los materiales de referencia o los informes de calibración de los mismos.
- ii. La magnitud de opacidad es derivada de la magnitud de transmitancia, ésta última realizada en el país mediante el patrón nacional de absorbancia, transmitancia y reflectancia espectrales.

5.1 Elementos de la trazabilidad

Los criterios relativos a la trazabilidad de la magnitud de opacidad incluyen los elementos siguientes:

- La unidad es adimensional y de símbolo 1, generalmente expresado en porcentaje y el símbolo de opacidad es N.
- El resultado de medición de la opacidad cuya trazabilidad se desea mostrar.
- Las referencias a los patrones nacionales de transmitancia.
- La comparación con el MRC.
- El valor de la incertidumbre del MRC y de la comparación con el MRC.
- La referencia al procedimiento de calibración, en cada eslabón.
- La referencia al organismo responsable de la calibración en cada eslabón.

Ver anexo A, documentación de la trazabilidad.

Para mantener la trazabilidad en las mediciones de opacidad, deben ser determinados los periodos para certificar y calibrar de los MRC, los cuales deben ser definidos con base al historial y frecuencia de uso. La certificación debe ser realizada una vez que se tiene evidencia de que la propiedad del MRC deriva del valor certificado. Las calibraciones son requeridas, aun cuando se lleven a cabo buenas prácticas en el manejo, uso, transporte y almacenamiento de los MRC, y deben ser realizadas siempre y cuando se cuente con un certificado para los valores de propiedad y dicha propiedad no haya derivado del valor certificado. La certificación debe ser realizada por el CENAM. Las calibraciones pueden ser realizadas por el CENAM o algún laboratorio secundario acreditado.

6. INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN

6.1 Elementos de la incertidumbre de la medición

Los resultados de medición de opacidad se acompañan de una estimación de su incertidumbre. La expresión de la incertidumbre de medición debe indicar claramente el intervalo de 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*.

6.2 Estimación de la incertidumbre de medición

La estimación de incertidumbre de la medición se debe realizar según lo establecido en la norma NMX-CH-140-IMNC-2002.

6.2.1. Identificación de las fuentes de incertidumbre

Las fuentes de incertidumbre de la magnitud de opacidad son al menos:

- resolución del instrumento
- repetibilidad del instrumento
- incertidumbres de los filtros, que se obtiene de los certificados o de los informes de calibración de los MRC.

Otras fuentes de incertidumbre que pueden ser consideradas son: estabilidad, ruido y deriva.

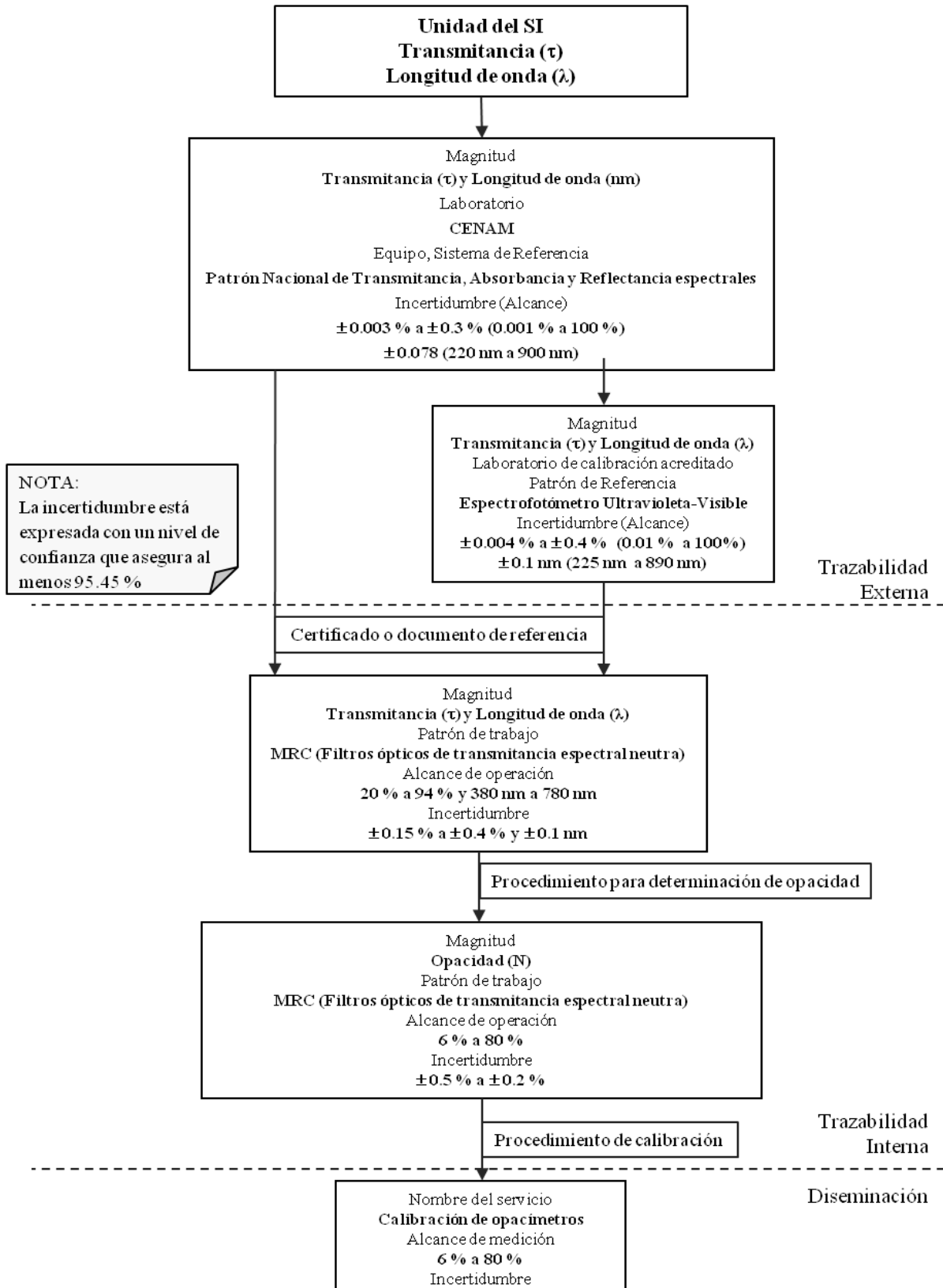
En el anexo B se muestra un ejercicio de la estimación de la incertidumbre en la calibración de un opacímetro.

8. REFERENCIAS

- [1]NMX-EC-17025-IMNC-2006 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración.
- [2]NMX-CH-140-IMNC-2002 Guía para la expresión de incertidumbre en las mediciones; equivalente al documento Guide to the Expression of Uncertainty in Measurements BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML (1995).
- [3]NMX-Z-055-IMNC-2009 Vocabulario Internacional de Metrología – Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados (VIM); equivalente al documento ISO/IEC GUIDE 99:2007 y la tercera edición del VIM.
- [4]NOM-045-SEMARNAT-2006 Protección ambiental.- Vehículos en circulación que usan diesel como combustible.- Límites máximos permisibles de opacidad, procedimientos de prueba y características técnicas del equipo de medición.
- [5]CIE 17.4, International Lighting Vocabulary, International Commission on Illumination, 1987.
- [6]MP-CA006, Trazabilidad de las Mediciones – Política de ema vigente.
- [7]MP-CA005, Incertidumbre de Mediciones – Política de ema vigente.
- [8]MP-CA002, Ensayos de Aptitud – Política de ema vigente.
- [9]NMX-CH-165-IMNC-2008 Materiales de Referencia – Principios Generales y Estadísticos para Certificar.

ANEXO A

Ejemplo de la documentación de la Trazabilidad para la magnitud de Opacidad



ANEXO B

Ejemplo de la estimación de incertidumbre en la calibración de opacímetros.

Magnitud de entrada X_i Fuente de incertidumbre	Fuente de información	Incertidumbre original	Tipo, Distribución	Incertidumbre estándar $u(x_i)$	Coefficiente de sensibilidad c_i	Contribución $u_i(y)$
MRC de 50 %	Certificado o Informe del MRC	$U(k=2)$ 0.26 %	B, Normal	$u(x_1) = U/k$ 0.13 %	c_1 1	$u(x_1) * c_1$ 0.13 % * 1 = 0.13 %
Repetibilidad	Repetidas mediciones	$S_{(x)}_{idem}$ 1.1 %	A, Normal	$u(x_2) = \frac{S}{\sqrt{n}}$ $\frac{1.1 \%}{\sqrt{3}} = 0.64 \%$	c_2 1	$u(x_2) * c_2$ 0.64 % * 1 = 0.64 %
Resolución	Escala	0.1 %	B, Rectangular	$u(x_3) = \frac{a_+ - a_-}{\sqrt{12}}$ $\frac{0.1 \% - 0\%}{\sqrt{12}} = 0.03 \%$	c_3 1	$u(x_3) * c_3$ 0.03 % * 1 = 0.03 %
					u_c	$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N [c_i \cdot u(x_i)]^2}$ $\sqrt{(0.13 \%)^2 + (0.03 \%)^2} = 0.65 \%$
					U	$u_c(y) * \text{Factor de cobertura}$ 0.65 % * 3.31 = 2.15 %

NOTAS:

- Incluye los valores que típicamente se encuentran en las mediciones de opacidad durante la calibración del instrumento cuando se emplea un MRC de 50 % de Opacidad.
- El valor de fuente de incertidumbre original por repetibilidad fue considerado del valor máximo aceptable para la especificación dada en la NOM-045-SEMARNAT-2006.
- El factor de cobertura empleado es el factor derivado de la distribución t de Student a un nivel de confianza p y v_{ef} grados de libertad y obtenido de tablas.
- El número efectivo de grados de libertad v_{ef} fue calculado según la ecuación de Welch-Satterthwaite [2].

IDENTIFICACIÓN DE CAMBIOS

INCISO	PÁGINA	CAMBIO(S)
3	6	Se actualizaron símbolos y términos, y se incorpora concepto de transmitancia espectral.
4.3.1	9	Se incorporó determinación de opacidad de los MRC a partir su transmitancia espectral.
4.3.2	9	Transporte y manejo de MRC se cambio a punto 4.3.2 al incorporar determinación de opacidad.
8	12	Se actualizó bibliografía.
Anexo A	14	Se cambio el término “carta de trazabilidad” por “documentación de la trazabilidad”
Anexo B	15	Esquema actual que presentan los laboratorios. Se precisaron símbolos y valores numéricos en ejemplo de incertidumbre de anexo B.
Observaciones:		